



UNIVERSITAS INDONESIA

PENELUSURAN EKSPERIMENTAL PADA REDUKSI TiO_2
UNTUK PEROLEHAN LOGAM TITANIUM MELALUI PROSES
FFC

SKRIPSI

JUANDIKA
0304020418

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FISIKA
DEPOK
JUNI 2009



UNIVERSITAS INDONESIA

PENELUSURAN EKSPERIMENTAL PADA REDUKSI TiO_2
UNTUK PEROLEHAN LOGAM TITANIUM MELALUI PROSES
FFC

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

Juandika
0304020418

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FISIKA
PEMINATAN FISIKA MATERIAL
DEPOK
JUNI 2009

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar

Nama : Juandika

NPM : 0304020418

Tanda tangan :

Tanggal : 4 Juni 2009

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Juandika
NPM : 0304020418
Program Studi : Fisika Material
Judul Skripsi : Penelusuran Eksperimental pada Reduksi TiO₂
untuk Perolehan Logam Titanium Melalui
Proses FFC

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

Dewan Penguji

Pembimbing : Dr. Azwar Manaf (.....)

Penguji : Dr. Muhammad Hikam (.....)

Penguji : Dr. Bambang Soegijono (.....)

Ditetapkan di : Universitas Indonesia, Depok

Tanggal : 4 Juni 2009

KATA PENGANTAR

Assalaamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Segala puji dan syukur Penulis panjatkan ke hadirat Allah Subhana Wa Ta'ala, atas berkat rahmat, nikmat dan karunia-NYA Penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Pada kesempatan ini, Penulis ingin menyampaikan penghargaan dan rasa terima kasih Penulis kepada semua pihak yang telah membantu dalam proses penyusunan skripsi ini. Dengan ketulusan hati Penulis menyampaikan rasa syukur Penulis kepada Allah SWT, dengan telah memberikan nikmat yang tak terhitung jumlahnya pada Penulis hingga saat ini. Shalawat dan salam kepada Nabi Besar Junjungan Kita, Muhammad SAW yang selalu menjadi sauri teladan dan rahmat bagi seluruh alam. Dan tak lupa rasa terima kasih Penulis tujukan kepada:

1. Keluarga besar dari Penulis, untuk alm. Papa yang telah membimbing Penulis semasa hidupnya, Mama yang sampai sekarang selalu mendukung dengan sabar.
2. Dr. Azwar Manaf sebagai pembimbing skripsi ini, yang banyak memberikan masukan yang sangat bermanfaat dan membantu Penulis di saat mendapat kesulitan dalam proses perampungan.
3. Dr. Muhammad Hikam dan Dr. Bambang Soegijono selaku penguji sidang yang telah meluangkan waktunya demi kesempurnaan skripsi ini.
4. Mas Ari dan Mas Naris atas alat yang telah dibuat dan khususnya Mas Naris yang selalu dengan cepat melakukan *follow up* apabila ada masalah dengan alat
5. Pak Ervan, Pak Priyono, Pak Parno, dan Bu Yoven atas masukan yang sangat berharga yang telah banyak membantu Penulis.
6. Lukman dan Lindu taufani senior angkatan 2003 yang tidak segan memberikan masukan dan berdiskusi mengenai skripsi ini dan juga mewariskan alat-alat keperluan penelitian kepada Penulis.

7. Rekan angkatan 2004 yang seperjuangan dan sependeritaan bersama Penulis di awal semester.
8. Teman-teman satu peminatan Fisika Material 2004, Cenmi, Agung, Sandy, Ali, Irwanto, Nidya, Doya, Sarif, dan Daniel yang telah berjuang bersama di semester akhir perkuliahan.
9. Teman-teman dari peminatan lain yang secara tidak langsung membantu kelancaran skripsi ini.

Serta kepada seluruh pihak yang tidak mungkin dapat disebutkan semuanya namun memberikan kontribusi yang cukup berarti pada penyusunan skripsi ini.

Akhir kata, Penulis hanya mampu berdoa dan berharap, semoga seluruh kebaikan ini akan berbuah nikmat yang akan kita rasakan kelak di dunia dan di akhirat, Amin Ya Rabbal Alamin.

Wassalaamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Depok, 4 Juni 2009

Juandika

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Juandika
NPM : 0304020418
Program Studi : Fisika Material
Departemen : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Noneksklusif (*NON-exclusif Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

Penelusuran Eksperimental pada Reduksi TiO_2 untuk Perolehan Logam Titanium
melalui Proses FFC

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada Tanggal : 4 Juni 2009

Yang menyatakan

(Juandika)

ABSTRAK

Nama : Juandika
Program Studi : Fisika
Judul : Penelusuran Eksperimental pada Reduksi TiO_2 untuk Perolehan Logam Titanium melalui Proses FFC

Penelusuran secara eksperimental menggunakan proses Fray-Farthing-Chen (FFC) untuk perolehan logam Ti dari proses reduksi TiO_2 telah dilakukan. Proses FFC sesungguhnya berdasarkan pada sebuah proses elektrolisis lelehan garam. Dalam penelusuran ini, dapur pemanas (*furnace*) temperatur tinggi yang dapat dikontrol dan dilengkapi dengan sistem vakum untuk mencegah oksidasi saat proses elektrolisis lelehan garam telah dibuat. Pengamatan secara seksama terhadap *furnace* sistem vakum menunjukkan kebocoran tidak dapat dihindari sehingga *furnace* tidak bebas seluruhnya dari pengaruh oksidasi. Sekalipun demikian, mengacu pada rangkaian eksperimen yang telah dikerjakan dalam mereduksi katoda TiO_2 dalam lelehan garam CaCl_2 pada temperatur 950°C selama 3 jam telah berhasil mendapatkan logam titanium. Hal ini telah dibuktikan dengan pola difraksi dari material katoda setelah proses dimana beberapa puncak pola difraksi merupakan milik logam titanium. Hasil dari identifikasi terhadap keseluruhan pola difraksi menunjukkan logam titanium hadir pada sampel sebagai fasa kedua setelah CaTiO_3 yang merupakan fasa terbesar. Hadir fasa lain CaTiO_3 menjadi indikasi adanya reaksi lain yang terjadi selain selama proses elektrolisis berlangsung. Proses peleburan lanjut produk proses reduksi dengan menggunakan *arc melting* memperlihatkan berkurangnya kandungan CaTiO_3 dengan diindikasikan intensitas dari pola difraksinya yang berkurang.

Kata kunci: FFC, titanium, reduksi, elektrolisis lelehan garam

ABSTRACT

Name : Juandika
Study Program: Physics
Topic : Experimental Studies on TiO₂ Reduction for Recovery of
Titanium Metals Through FFC Process

Experimental investigations on TiO₂ reduction for recovery of Ti metals using Fray-Farthing-Chen (FFC) Cambridge process have been done. The FFC process is basically based on a molten salt electrolysis process. In this investigation, a controllable high temperature furnace equipped with a vacuum system to prevent oxidation during molten salt electrolysis process was built. Careful observations on the whole furnace system indicated that leakage is still unavoidable and thus the furnace was not completely free from oxidation. Nevertheless, according to series of experimental work on the reduction of TiO₂ cathode in molten CaCl₂ salts at temperature 950°C for 3 hours have resulted in Ti metals. This was confirmed by diffraction traces for the remaining cathode materials after the process in which some diffraction peaks are belong to that of Ti metals. In addition, results of identification studies to the whole pattern showing that Ti metals exist in the samples as the second phase in addition to CaTiO₃ as the major one. The present of major phase of CaTiO₃ indicated that there is another reaction taking place during the electrolysis process. The product when melted with an arc melting has resulted in a lower content of CaTiO₃ phase as indicated by decreasing intensities of CaTiO₃ in the X-ray diffraction traces.

Keywords: FFC, titanium, reduction, molten salt electrolysis

DAFTAR ISI

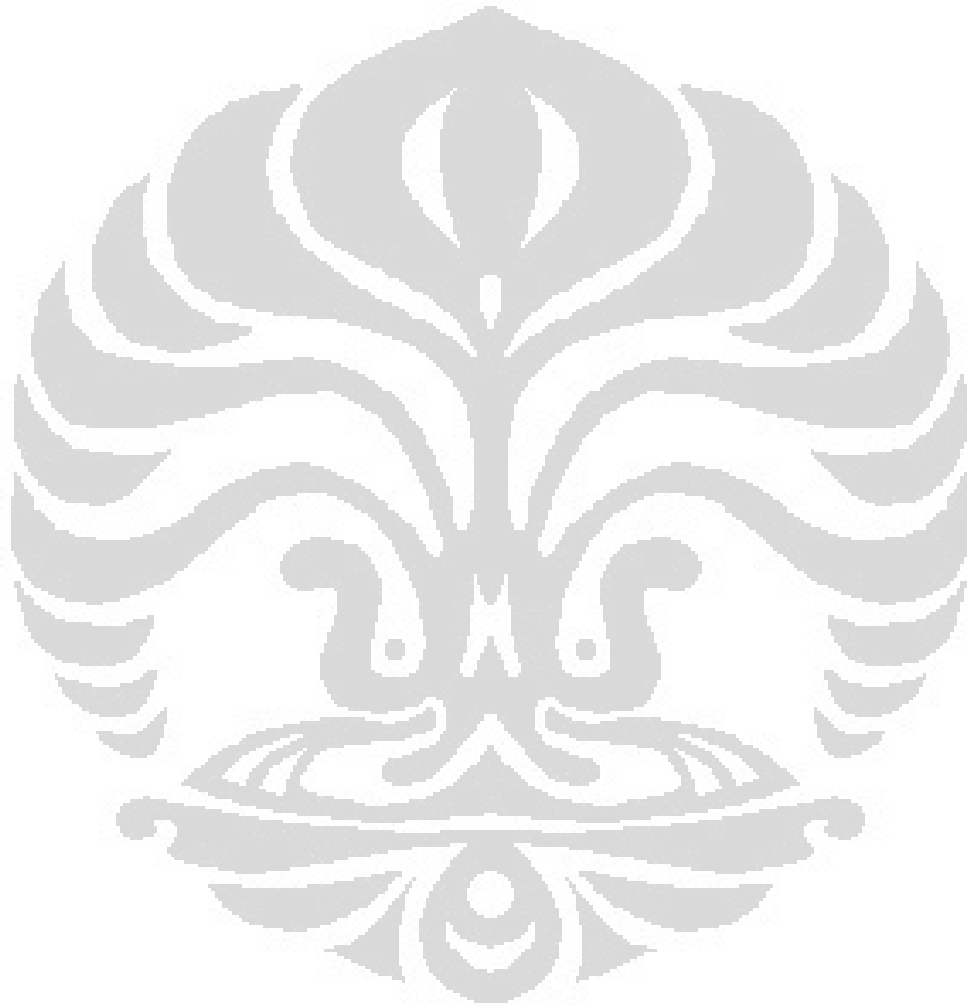
	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
KATA PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
1. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian	3
1.3. Batasan Masalah	3
1.4. Metodologi Penulisan	4
1.4.1. Studi Kepustakaan	4
1.4.2. Penelitian Laboratorium	5
1.5. Sistematika Penulisan	4
1.5.1. BAB 1 Pendahuluan	5
1.5.2. BAB 2 Studi Pustaka	5
1.5.3. BAB 3 Metode Penelitian	5
1.5.4. BAB 4 Hasil dan Pembahasan	5
1.5.5. BAB 5 Kesimpulan dan Saran	5
2. STUDI PUSTAKA	6
2.1. Titanium Dioksida (TiO ₂)	6
2.1.1 Rutile	7
2.2. Produksi TiO ₂	8
2.2.1. Separasi Mineral Secara Magnetik	9
2.2.2. Ekstraksi Secara Kimia	9
2.3. Karakteristik Logam Titanium	10
2.4. Ekstraksi Titanium	12
2.4.1. Proses Hunter	13
2.4.2. Proses Kroll	14
2.5. Ekstraksi Titanium Langsung dari Oksidanya	15
2.5.1. Reduksi Calciothermic	15
2.5.2. Reduksi Calciothermic dalam Lelahan Garam	18
2.5.3. Proses reduksi dengan elektrolisis menggunakan elektrolit lelehan garam	19
2.6. Reduksi TiO ₂ dengan Proses OS(Ono- Suzuki)	20

2.7. Reduksi TiO ₂ dengan Proses FFC (Fray-Frathing-Chen)	22
3. METODE PENELITIAN	25
3.1. Diagram Alir Penelitian	25
3.2. Karakteristik Pigmen Cat	26
3.2.1. Preparasi Pigmen untuk Karakteristik	26
3.2.2. Karakteristik Pigmen dengan XRD	26
3.2.3. Karakteristik Pigmen dengan XRF	27
3.3. Pembuatan Pellet Pigmen Cat untuk Katoda	28
3.3.1. Sintering Pellet Katoda	29
3.4. Preparasi Proses FFC	30
3.4.1. Pengembangan Sistem <i>Furnace</i>	30
3.4.2. <i>Crucible</i>	31
3.4.3. Bahan Lelehan Elektrolit Garam CaCl ₂	32
3.4.4. Elektroda	32
3.4.5. Sumber Tegangan DC	33
3.4.6. <i>Vacuum Pump</i>	33
3.5. Proses FFC dengan Elektrolisis pada lelehan CaCl ₂	34
3.6. Pengujian XRD, XRF dan SEM Hasil Proses FFC	35
3.6.1. Pengujian XRD	36
3.6.2. Pengujian XRF	36
3.6.3. Observasi SEM	36
3.7. Pembuatan Ingot	37
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	39
4.1. Korosi pada Elektroda	39
4.2. Pengembangan Sistem <i>Furnace</i> Tempat Elektrolisis	40
4.3. Hasil Kawat Elektroda Setelah Proses	44
4.4. Hasil Preparasi Sampel Sebelum dilakukan Proses FFC	45
4.4.1. Identifikasi Pigmen Cat yang digunakan	45
4.4.2. Katoda dalam proses FFC	48
4.5. Sampel Hasil Proses FFC	49
4.5.1. Identifikasi Sampel RS1	49
4.5.2. Identifikasi Sampel RS4	52
4.5.3. Analisa Hasil Identifikasi RS1 dan RS4	54
4.5.4. Identifikasi Sampel Paska <i>Arc Melting</i>	58
4.5.5. Hasil Observasi SEM Sampel RMX	60
5. KESIMPULAN DAN SARAN	62
5.1. Kesimpulan	62
5.2. Saran	62
DAFTAR REFERENSI	64

DAFTAR GAMBAR

		Halaman
Gambar 2.1	Struktur Rutile TiO ₂ dengan struktur tetragonal	8
Gambar 2.2	Struktur kristal titanium(HCP)	11
Gambar 2.3	Proses Calciothermic	17
Gambar 2.4	Proses Calciothermic dalam lelehan CaCl ₂	19
Gambar 2.5	Diagram potensial dekomposisi	21
Gambar 2.6	Skematik proses OS	22
Gambar 2.7	Skematik proses FFC	23
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian	25
Gambar 3.2	XRD philips PW 3710	27
Gambar 3.3	Alat XRF JEOL Element Analyzer tipe JSX-3211	27
Gambar 3.4	Hidraulic Press LH Leybold	29
Gambar 3.5	Thermolye 46100	30
Gambar 3.6	Desain awal furnace yang akan dibuat	31
Gambar 3.7	<i>Crucible</i> keramik 50 ml	32
Gambar 3.8	(a) Bentuk awal CaCl ₂ yang didapat.(b) Sesudah dihaluskan dengan <i>mortar</i>	32
Gambar 3.9	Kawat elektroda NiCr dan batang anoda karbon	33
Gambar 3.10	<i>Vaccum pump</i> dan spesifikasinya	34
Gambar 3.11	Desain Proses FFC	35
Gambar 3.12	Alat SEM JEOL Scaning Microscope (JSM) 5310 LV(kiri) dan alat pelapis sampel yang akan di-SEM(kanan)	37
Gambar 3.13	Tempat terjadinya <i>ArcMelting</i> (kiri) dan <i>chamber</i> -nya(kanan)	38
Gambar 4.1	Hasil Pengujian Kawat NiCr yang terkorosi dan putus selama proses berlangsung pada sistem <i>furnace</i> sebelumnya .	39
Gambar 4.2	Tempat terjadinya elektrolisis temperatur tinggi	41
Gambar 4.3	Tutup <i>furnace</i> yang terdapat <i>seal</i>	41
Gambar 4.4	Baut elektroda dan <i>seal</i> keramik setelah proses	42
Gambar 4.5	<i>Chamber</i> dari <i>furnace</i>	43
Gambar 4.6	Posisi termokopel yang berdekatan dengan lubang elektroda dan <i>Temperature controller</i>	44
Gambar 4.7	Kawat penghantar aus sesudah proses berlangsung. NiCr (kiri) dan kanthal (kanan)	45
Gambar 4.8	Pola difraksi XRD Pigmen TiO ₂ (merah) dan Puncak Difraksi TiO ₂ (rutile sintetik) berdasarkan database ICDD 78-2485(hijau)	46
Gambar 4.9	Pellet hasil Sintering 1050°C selama 1 jam	48
Gambar 4.10	Proses hidrasi pellet untuk menghilangkan CaCl ₂ yang tersisa	50
Gambar 4.11	Sampel RS1 setelah proses FFC	50
Gambar 4.12	Pola difraksi RS1 setelah proses FFC	51
Gambar 4.13	Sampel RS4 setelah proses FFC	52

Gambar 4.14	Pola difraksi RS4 setelah proses FFC	53
Gambar 4.15	Perbandingan antara sampel RS1 dan RS2	56
Gambar 4.16	Lelehan Garam yang telah membeku	57
Gambar 4.17	Sampel RS1 dan RS4 sebelum <i>melting</i> (kiri) dan <i>ingot</i> (RMX) yang di dapat setelah proses <i>melting</i>	58
Gambar 4.18	Pola difraksi sampel RMX bubuk	59
Gambar 4.19	Perbandingan pola difraksi RMX, RS1, dan RS4	60
Gambar 4.20	(a) merupakan foto SEM dari sampel RMX. (b) Foto SEM titanium hasil grup peneliti pencetus proses FFC	61



DAFTAR TABEL

	Halaman
Table 2.1 Perbandingan sifat dan struktur antara rutile dan anatase	7
Tabel 2.2 Karakteristik titanium	10
Tabel 3.1 Variasi tebal pellet dan massa yang diperlukan.....	28
Tabel 3.2 Variasi waktu sintering	30
Tabel 4.1 Perbandingan d_{hkl} antara ICDD dan eksperimen-Pigmen TiO_2	46
Tabel 4.2 wt% Pigmen TiO_2 berdasarkan analisis XRF.(a) wt% unsure yang terkandung.(b) wt% apabila diestimasi menjadi senyawa oksida	47
Tabel 4.3 Hasil identifikasi puncak RS1 paska proses FFC	51
Tabel 4.4 Hasil identifikasi sampel RS4 paska proses FFC	54
Tabel 4.5 Hasil identifikasi Sampel RMX	60
Tabel 4.6 Hasil XRF sampel RMX	61

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Titanium telah ditemukan disekitar tahun 1970 tetapi belum dimurnikan sampai awal abad ke-20. William Gregor pada tahun 1791 meneliti pasir magnetik dari sungai setempat di Inggris dan memisahkan “*black sand*” yang sekarang disebut sebagai ilmenite. Dari pasir ini dia mendapatkan suatu oksida dengan elemen baru dan belum murni dengan cara memberikan perlakuan asam hidroklorida (HCl). Martin Heinrich Klaporth empat tahun kemudian menamakan elemen ini sebagai titanium berdasarkan pada mythology yunani. Logam titanium murni (99,9%) didapatkan pertama kali oleh Matthew Albert Hunter dengan cara memanaskan titanium klorida ($TiCl_4$) dengan natrium di dalam bejana besi (R. Bean dan W. B. du Preez, 2007). Wilhelm Justin Kroll pada tahun 1938 mematenkan metode untuk mendapatkan logam titanium dioksida dengan cara *carbo-chlorination* yang sampai sekarang masih digunakan secara luas untuk keperluan komersial.

Titanium bukan merupakan elemen yang langka, tetapi jarang ditemukan dalam keadaan murni dan berkonsentrasi tinggi. Titanium di alam umumnya berikatan dengan unsur lain dan memiliki kelimpahan sebesar 0,63% dari massa kerak bumi. Unsur ini terdistribusi dan umumnya hadir dalam bentuk mineral anatase, brookite, ilmenite, perovskite, sphene, leucosene, dan rutile. Diantara mineral titanium yang ditemukan, bentuk ilmenite dan rutile paling banyak ditemukan di alam (J. Gambogi, 2006). Mineral ilmenite ($FeTiO_3$) dan juga titanomagnetite (Fe_2TiO_4) merupakan salah satu mineral yang dapat diproses lebih lanjut untuk menghasilkan pigmen titanium dioksida (TiO_2) sintetik, yaitu dengan mereduksi unsur besi yang terkandung di dalamnya (M. Ikhwan, 2004).

Ketertarikan titanium di bidang industri dikarenakan sifat fisik yang dimilikinya. Titanium memiliki kerapatan massa yang rendah sehingga membuatnya menjadi logam yang ringan. Titanium memiliki kerapatan massa 60% dari *stainless-steel*, 50% dari tembaga, dan 170% dari aluminium. Kelebihan

lainnya terletak pada kekuatannya yang dua kali baja, sehingga titanium merupakan logam yang memiliki *strength-to-weight* terbesar diantara logam yang ada. Sifat lain yang merupakan keunggulan titanium, yaitu tahan korosi. Oksigen yang memiliki afinitas yang kuat dengan titanium akan membuat lapisan tipis oksida pada temperatur kamar yang dapat dilihat secara mikroskopis. Lapisan ini mencegah titanium untuk bereaksi lebih lanjut dan membuatnya tahan korosi dari larutan garam dan mineral asam. Ketahanan terhadap korosi ini hanya terjadi sampai suhu 1650 °C, dimana titik leleh titanium berada disekitar 1670 °C .

Sifat titanium yang tahan korosi, kuat dan ringan menyebabkan penggunaan bahan ini dapat ditemukan di berbagai bidang industri. Saat ini titanium dapat ditemukan dalam bidang penerbangan, otomotif, perlengkapan olah raga, pembangunan, dan medis. Penggunaan di bidang medis disebabkan titanium memiliki biokompabilitas dengan tubuh manusia dan selain itu titanium murni tidak beracun bagi tubuh manusia. Biokompabilitas dikarenakan cairan tubuh manusia mengandung larutan klorida dengan PH bernilai dari 7,4 sampai jangkauan asam dan juga mengandung asam organik dan media lainnya dimana titanium kebal terhadapnya. Dalam bidang olah raga titanium dijadikan sebagai bahan dasar pembuat sepeda, raket tenis, stik golf, kursi roda bagi penyandang cacat yang ingin berolah raga dan lainnya. Untuk bidang otomotif bahan ini dapat digunakan pada bagian suspensi dan rangka.

Titanium akan benar-benar menjadi bahan yang menguntungkan apabila dapat memecahkan masalah biaya pengolahan yang tinggi. Biaya yang dihabiskan untuk mengolah titanium empat kali lebih besar dari *stainless-steel*. Proses Kroll yang sekarang digunakan luas memiliki efisiensi yang buruk karena tidak mampu menutupi panas pembuangan. Pada proses reduksi dengan magnesium pun menggunakan biaya yang tidak sedikit. Sampai saat ini sedang dicari alternatif lain untuk mendapatkan titanium dengan efisiensi yang tinggi dan biaya yang lebih serendah mungkin.

Pada tahun 1998 telah dipatenkan oleh Chen dan Fray suatu metode untuk memperoleh logam yang berasal dari oksidanya secara langsung dengan cara reduksi. Proses ini dinamakan proses FFC (Fray-Farthing-Chen) Cambridge (K. S. Mohandes & D. J. Fray, 2004). Metode ini cocok dengan logam yang memiliki

titik leleh yang tinggi seperti titanium dan diyakini dapat menekan biaya produksi secara efektif. Keuntungan lainnya, yaitu proses ini yang ramah lingkungan dan dapat menekan konsumsi energi yang besar.

Penelitian ini berlandaskan pada metode FFC cambridge yang memiliki keuntungan yang telah disebutkan sebelumnya. Diharapkan hasil akhir dari penelitian ini didapatkan logam titanium dengan sedikit impuritas. Penelitian ini melanjutkan penelitian pendahuluan yang dikerjakan sebelumnya di Jurusan Fisika ini oleh M. Ikhwan (2004). Diharapkan dapat meningkatkan kualitas hasil dari penelitian sebelumnya.

1.2. Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Mempelajari proses reduksi TiO_2 menjadi Ti dengan metode FFC Cambridge.
2. Melakukan karakteristik elektroda TiO_2 hasil dari proses reduksi FFC Cambridge untuk mengetahui fasa yang terbentuk.
3. Mendapatkan logam titanium hasil proses dengan tingkat perolehan tinggi.
4. Mendapatkan logam titanium dalam bentuk *ingot*.

1.3. Batasan Masalah

Pada penelitian ini dilakukan suatu proses untuk mendapatkan logam titanium dengan cara reduksi langsung dari oksidanya. Sumber mineral berbentuk rutil (TiO_2) yang biasa digunakan sebagai pigmen cat. Penelitian ini berfokus pada proses FFC Cambridge dalam mereduksi rutil sintetik tersebut sehingga didapatkan logam titanium. Inti dari proses ini, yaitu proses elektrolisis dengan oksida logam yang dijadikan sebagai katoda (TiO_2) dan menggunakan elektrolit berupa *molten salt*. Kondisi yang diperhatikan dalam penelitian terletak pada beda potensial elektroda dan temperatur terjadinya proses ini. Kondisi ruangan saat proses ini berlangsung dibuat vakum untuk menghindari oksigen dan menghilangkan gas klor hasil sampingan elektrolisis ini.

Penelitian ini dilakukan dalam skala laboratorium dengan pengujian XRF dan XRD serta menggunakan piranti lunak pendukungnya. Pengujian-pengujian ini diharapkan dapat menjelaskan karakteristik dari hasil proses yang dilakukan. Dengan Karakteristik dapat dijadikan dasar analisa proses FFC yang dilakukan.

1.4. Metodologi penelitian

Metode penelitian dalam eksperimen ini dilakukan dengan tahap-tahap yang akan dijelaskan.

1.4.1. Studi kepustakaan

Studi kepustakaan dilakukan dengan cara mencari literatur-literatur yang diperlukan sebagai dasar acuan penelitian ini. Literatur-literatur tersebut dapat berupa skripsi, jurnal ilmiah, internet, buku-buku yang berhubungan, dan publikasi ilmiah lainnya. Studi kepustakaan juga dilakukan dengan mendiskusikan masalah yang dihadapi dengan dosen pembimbing dan rekan-rekan mahasiswa.

1.4.2. Penelitian laboratorium

Penelitian laboratorium dilakukan untuk mencapai tujuan yang telah disebutkan sebelumnya. Tahap ini dilakukan untuk mendapatkan data dari parameter yang diinginkan sebagai sumber pengolahan data lalu dianalisa agar memahami apa yang terjadi pada penelitian ini dan membandingkan dengan studi kepustakaan.

1.5. Sistematika penulisan

Sistematika penulisan berguna untuk membantu dalam penyusunan tugas akhir ini, sehingga penelitian ini dapat dijelaskan secara terstruktur agar mudah dipahami oleh yang membacanya.

1.5.1 BAB 1 Pendahuluan

Pada bagian ini penulis menjelaskan latar belakang dan tujuan dilakukannya penelitian ini. Selain itu, dijelaskan pula batasan masalah, metodologi penelitian dan sistematika dalam penulisan yang digunakan untuk menyusun skripsi ini.

1.5.2 BAB 2 Studi pustaka

Bagian yang digunakan sebagai sumber acuan dalam penelitian ini yang berupa teori-teori pendukung yang berhubungan dengan penelitian ini.

1.5.3 BAB 3 Metode Penelitian

Bagian ini untuk menjelaskan langkah-langkah yang perlu dilakukan dalam penelitian ini. Langkah-langkah ini terdapat dalam bentuk diagram alir penelitian beserta penjelasannya.

1.5.4 BAB 4 Hasil dan pembahasan

Bab ini dilakukan pengolahan serta analisis terhadap data-data yang diperoleh selama proses penelitian, menjelaskan masalah – masalah yang terjadi, serta memberikan pembahasan penyelesaiannya.

1.5.5 BAB 5 Kesimpulan dan saran

Merupakan bagian terakhir dan berisi inti dari hasil penelitian yang telah dicapai. Menyampaikan saran-saran yang membangun agar kesalahan yang sama tidak terulang sehingga menghemat waktu dan meningkatkan hasil yang didapat.

BAB 2 STUDI PUSTAKA

2.1. Titanium dioksida (TiO₂)

Nama titanium berasal dari Titan, dewa dalam mitologi Yunani. Titan merupakan anak dari Uranos dan Gaia. Titan sangat dibenci oleh sang ayah karena memiliki kekuatan yang luar biasa dan tanpa tanding. Oleh karena itu sang ayah lalu menahan dan mengurungnya di dalam permukaan bumi, kesamaan sifat fisik dan asal menjadikan titanium nama yang tepat untuk logam ini (J. Gambogi, 1996).

Titanium di alam tidak dapat berdiri sendiri dan berikatan dengan unsur lainnya, seperti oksigen dalam bentuk oksidanya. Di alam titanium umumnya ditemukan dalam bentuk batuan, endapan batuan, dan pasir. Titanium oksida(TiO₂) memiliki berbagai macam warna, dipengaruhi oleh kehadiran impuritasnya, seperti besi dan elemen lainnya, tetapi kristal dengan TiO₂ murni cenderung tidak berwarna. TiO₂ merupakan senyawa yang tidak mudah bereaksi kimia (inert) dan memiliki titik leleh yang tinggi, sekitar 1825 °C. senyawa ini tahan akan korosi akibat garam mineral, sehingga dengan sifatnya ini menjadikan senyawa tersebut tidak beracun bagi tubuh manusia. Dengan sifatnya yang tidak beracun, TiO₂ digunakan sebagai pigmen dalam cat berwarna putih untuk menggantikan timbal putih (2PbCO₃ . Pb(OH)₂) yang beracun bagi tubuh manusia. Selain itu, TiO₂ menyerap sinar Ultra Violet(UV) dengan kuat sehingga mencegah kerusakan, seperti pada pelapis polymer(J. Gambogi, 1996).

Logam titanium merupakan unsur yang memiliki kelimpahan terbanyak kesembilan pada kulit bumi (sekitar 0.63% massa kulit bumi). Titanium oksida memiliki fasa-fasa kristalin yang bergantung pada temperatur dan tekanan lingkungannya, sehingga disebut dengan polymorph. Fasa-fasa ini terdiri dari anatase, brookite dan rutile. Perbedaan dari ketiga fasa tersebut terletak pada sifat fisik yang dimiliki. Diantara ketiga fase kristalin tersebut hanya rutile dan anatase yang digunakan dalam kepentingan komersial.

Rutile memiliki struktur kristal tetragonal, sedangkan brookite memiliki struktur kristal orthorombik. Massa jenis anatase, rutile dan brookite berturut-turut adalah 3,90, 4,25, dan 4,27 g/cm³. Dengan masa jenis yang paling rendah menjadikan anatase fasa TiO₂ yang paling lunak.

Table 2.1 Perbandingan sifat dan struktur antara rutile dan anatase

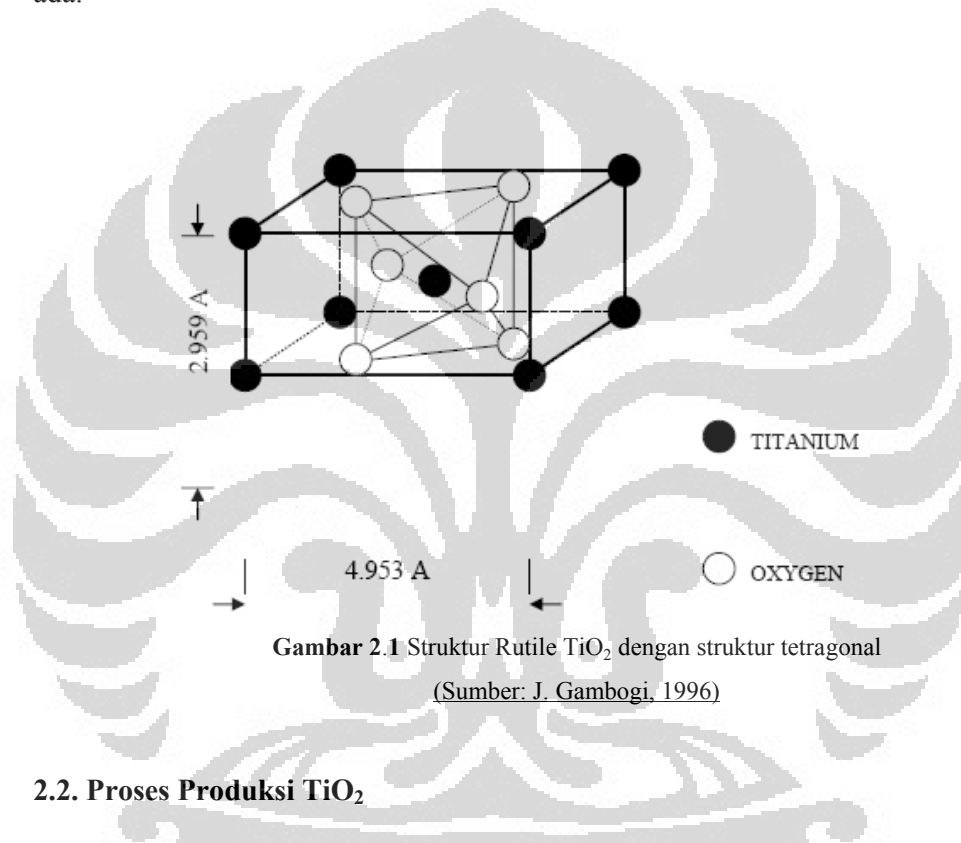
(Sumber: V. Ninndemona, 2006)

Sifat	Rutile	Anatase
Bentuk Kristal	Tetragonal	Tetragonal
Konstanta Kisi a (Å)	4,953	3,758
Konstanta Kisi c (Å)	2,959	9,514
Massa Jenis (g/cm ³)	4,25	3,90
Indeks Bias	2,809	2,52
Kekerasan (VHN)	6.0-6.5	5,5-6,0
Titik Leleh (°C)	1825	915 berubah menjadi Rutile

2.1.1. Rutile

Rutile merupakan salah satu bahan dalam pembuatan titanium. Nama Rutile berasal dari bahasa latin 'rutilus' yang berarti merah, sesuai dengan warnanya di alam. Rutile alam ditemukan di sungai, pantai dan bukit pasir yang memiliki kandungan TiO₂ dari 90%-98%. Rutile alam diperkirakan akan habis dalam 100 tahun, sehingga persediaan titanium dalam bentuk rutile cepat atau lambat mulai terbatas. Alternatif lain untuk mendapatkan rutile, yaitu dengan mengekstraksi ilmenite dan titomagnetik. Ilmenite dan titomagnetik merupakan mineral di alam yang mengandung besi dan titanium, sehingga dapat dijadikan sebagai bahan pembuatan rutile. Rutile yang berasal mineral ini disebut sebagai rutile sintetik dan mengandung TiO₂ sebanyak 85%-90%. Senyawa ini diproduksi dengan menghilangkan besi dari ilmenite dan titanomagnetik. Penggunaan ilmenite sebagai bahan baku dikarenakan jumlah ilmenite di alam sangat banyak, contohnya terdapat pada pasir mineral (L. Tauffany, 2007).

Rutile mengandung Ti dan O dengan fraksi massa masing-masing 59,93 wt% dan 40,07 wt%, sama seperti senyawa TiO_2 lainnya. Rutile memiliki struktur kristal tetragonal dengan space group $P42/mnm$. Sifat fisik mineral rutile ini, yaitu memiliki kekerasan 6 – 6,5 skala; specific gravity 4,18- 4,25; berat molekul 79,88 gr/mol dan mempunyai densitas $4,25 \text{ gr/cm}^3$. Rutile lebih diminati karena ia merupakan oksida titanium yang paling stabil diantara fase oksida titanium yang ada.



2.2. Proses Produksi TiO_2

Pasir mineral di Indonesia memiliki kelimpahan yang sangat besar. Pasir mineral ini terdiri dari berbagai macam senyawa. Apabila kita dapat memproduksi TiO_2 dari pasir mineral ini maka akan sangat mengurangi biaya produksi. Ada pun cara pengolahan pasir mineral ini sampai mendapatkan TiO_2 murni terdiri dari beberapa tahap. Membagi senyawa-senyawa dalam pasir mineral tersebut dengan kategori tertentu, kemudian melakukan proses ekstraksi untuk mendapatkan TiO_2 . Metode paling sederhana untuk mendapatkan Rutile ini yaitu melalui separasi secara magnetik dan dilanjutkan dengan separasi kimia

untuk menghilangkan pengotornya yang biasanya disebut dengan leaching(S. A. Medison, 2007).

2.2.1. Separasi Mineral secara Magnetik

Diperlukan pemisahan untuk mempermudah proses ekstraksi, karena senyawa yang berbeda memerlukan perlakuan ekstraksi yang berbeda pula. Pemisahan dari mineral ini dapat dilakukan berdasarkan sifat fisiknya. Perlakuan yang diberikan dapat dilakukan dengan memanfaatkan sifat magnetik dari senyawa-senyawa tersebut, ini disebut sebagai separasi magnetik. Senyawa yang memiliki sifat paramagnetik maupun ferromagnetik memiliki titanium di dalamnya. Senyawa tersebut bernama ilmenite (paramagnetik) dan titanomagnetik (ferromagnetik), sedangkan senyawa yang tidak berinteraksi dengan magnet yang diberikan secara teori tidak mempunyai titanium yang terkandung di dalamnya.

2.2.2. Ekstraksi Secara Kimia

Ekstraksi secara kimia adalah pemisahan satu atau beberapa material dari suatu padatan atau cairan dengan bantuan pelarut. Proses ekstraksi biasanya dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu:

- Pencampuran bahan ekstraksi dengan pelarut.
- Memisahkan larutan ekstrak dari residu, biasanya dengan proses pengendapan maupun penyaringan.
- Memisahkan ekstrak dari larutan ekstrak.

Dua proses utama untuk ekstraksi dan meningkatkan kadar TiO_2 dalam pasir mineral dengan metode *hydrometallurgy*, yaitu *leaching* (pelarutan) dengan asam sulfat maupun asam klorida, sehingga sampai saat ini terkenal dengan proses sulphat dan klorida. Proses *leaching* bertujuan untuk memecahkan bijih atau konsentrat dari bahan yang akan diekstraksi. Dalam proses ini dilakukan pelarutan zat dalam bijih atau konsentrat sehingga akan didapatkan bentuk konsentrat yang kaya logam berharga (L. Taufanny, 2007).

2.3. Karakteristik Logam Titanium

Titanium memiliki nomor atom 22 pada tabel periodik dan massa atom relatif (Ar) sebesar 4,790 g/mol. Perilaku kimia dari titanium memiliki kesamaan sifat dengan silica (Si) dan Zirconium (Zr), seperti pada unsur dari kelompok transisi pertama. Sifat kimianya di dalam paduan cair, khususnya dengan bilangan oksidasi yang rendah, memiliki kesamaan dengan chrome dan vanadium. Titanium merupakan logam yang kuat, berkilau, dan tahan akan korosi. Titanium murni tidak larut didalam air tetapi larut pada asam yang terkonsentrat.

Titanium memiliki bilangan oksidasi utama +4, selain itu ia memiliki keadaan +3 dan +2 yang merupakan keadaan yang kurang stabil. Titanium akan terbakar di udara ketika dipanaskan seperti saat peristiwa untuk mendapatkan oksidanya (TiO_2) pada suhu $610\text{ }^\circ\text{C}$ ($1130\text{ }^\circ\text{F}$) atau lebih dan penggabungannya dengan unsur halogen. Titanium mereduksi air dan membentuk dioksida dan hydrogen dengan cara bereaksi yang sama ketika dengan asam yang terkonsentrat yang dipanaskan. Logam titanium mengabsorpsi hydrogen membentuk TiH_2 , membentuk nitrit (TiN) dengan mengabsorpsi nitrogen, dan membentuk karbida (TiC) dengan mengabsorpsi karbon. Pada garam, titanium dikenal memiliki bilangan oksidasi +3.

Tabel 2.2 Karakteristik titanium

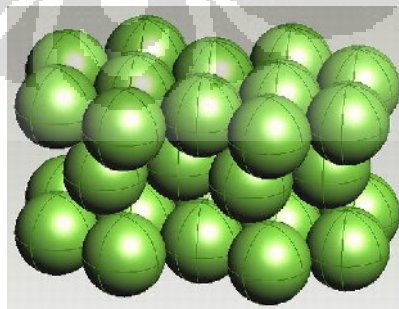
(Sumber: <http://www.lenntech.com/periodic-chart-elements/ti-en.htm>)

Nomor atom	22
Massa atom relative	47,9 g/mol
Kerapatan	4,51 g/cm ³
Keelektronegatifan	1,5
Titik leleh	1660 °C
Titik didih	3287 °C
Radius vanderwaals	0,147
Radius ionic	0,09 nm(+2) ; 0,068 nm (+4)
Kulit electron	[Ar] 3d1 4s2
Energi ionisasi pertama	658 kJ/mol

Energi ionisasi kedua	1310 kJ/mol
Energi Ionisasi ketiga	2652 kJ/mol
Energi Ionisasi keempat	4175 kJ/mol
Konduktivitas termal	21,6 W/mK
Koefisien ekspansi termal	$8,5 \times 10^{-6} /K$
Modulus elastisitas	110.000 Mpa
Penemu	William Gregor(1791)

Titanium dan alloynya merupakan logam yang kuat dan ringan. Pada suhu ruang titanium memiliki struktur kristal heksagonal. Mereka memiliki *tensile strengths* sekitar 30.000 psi sampai 200.000 psi (210 - 1380 MPa) yang menyamai kekuatan dari baja (*steel*). Titanium merupakan logam yang ringan dikarenakan kerapatannya yang rendah. Titanium memiliki kerapatan sekitar 56%-60% dari baja, setengah dari tembaga, dan 1,7 kali dari alumunium. Selain itu, Titanium memiliki modulus elastisitas setengah dari *stainless steel*, sehingga ia memiliki kelenturan yang membuatnya tahan lama dan tahan akan guncangan.

Titanium adalah paramagnetik (tertarik secara lemah oleh magnet, serta memiliki konduktivitas listrik dan termal yang agak rendah. Koefisien ekspansi termal dari titanium sekitar setengah dari *stainless steel* dan tembaga, dan sepertiga dari alumunium. Dengan koefisien ekspansi termal yang rendah menjadikan titanium menjadi logam yang didambakan. Titanium bukan merupakan penghantar listrik yang baik. Apabila tembaga dianggap memiliki konduktivitas 100% maka titanium memiliki konduktivitas sekitar 3,1%, sedangkan baja bernilai disekitar 3,5% dan alumunium 30%.



Gambar 2.2 struktur kristal titanium(HCP)

(Sumber:<http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/titanium.movies/titanium.html>)

2.4. Ekstraksi Titanium

Banyak metal diproduksi dengan cara mereduksi oksidanya. Proses reduksi bisa dilakukan dengan berbagai macam metode dan metode yang dipilih bergantung pada stabilitas relatif dari oksida logam dan oksida dari impuritasnya. Oksida yang relatif tidak stabil bisa direduksi dengan cara memberikan perlakuan panas sampai pada temperatur dekomposisinya seperti pada HgO. Oksida yang sedikit lebih stabil dapat direduksi memakai hidrogen yang dapat dilihat pada reduksi NiO. Reduktan yang paling banyak diketahui, yaitu karbon, baik digunakan dalam bentuk karbon murni maupun dalam bentuk karbon monoksida (R. O. Suzuki, 2007). Secara termodinamik, oksigen harus memiliki daya gabung yang lebih besar terhadap reduktan dibandingkan terhadap unsur logamnya, sehingga membentuk reaksi:



Dapat dikatakan oksida yang dibentuk oleh reduktan memiliki stabilitas yang lebih tinggi dari titanium dioksida. Secara teori karbon dapat mereduksi segala oksida-logam. Permasalahan muncul dikarenakan karbon memiliki afinitas yang tinggi dengan logam seperti titanium, sehingga terjadi reaksi dan membentuk karbida. Proses reduksi bisa dilakukan dengan cara elektrolisis dari cairan atau larutan lelehan garam dimana oksida logam yang ingin direduksi larut didalamnya (R. O. Suzuki, 2007).

Elektrolisis dalam bentuk lelehan garam merupakan cara yang tepat untuk mereduksi suatu campuran oksida logam yang memiliki kestabilan yang sangat tinggi. Metode ini hanya berlaku apabila logam yang terdeposisi dalam bentuk cair. Dengan kata lain, hanya berlaku pada logam yang memiliki titik leleh yang lebih rendah dari temperatur terjadinya reduksi, seperti pada proses reduksi Al_2O_3 menjadi Al. Jika logam tersebut memiliki titik leleh yang tinggi maka

elektrolisis dengan lelehan garam sangat sulit dilakukan (K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004).

Pada saat ini produksi titanium dimulai dari rutil(TiO_2). Rutil dipanaskan dicampurkan dengan *petroleum coke* dan diklorinasi dalam sebuah reactor berbasis fluida pada suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ untuk memproduksi TiCl_4 (dikenal sebagai *tickle*), dengan proses sebagai berikut:



Produksi ini mungkin dimulai dengan material yang tidak begitu menghabiskan biaya yang besar seperti ilmenite atau slag, tetapi kedua material ini mengandung banyak besi dan pengotor lainnya. Tickle cair dimurnikan dan diperkirakan 90% dari tickle ini dioksidasikan kembali menjadi TiO_2 yang selanjutnya dipakai sebagai pigmen dalam industri. Tickle merupakan titik awal untuk semua proses untuk keperluan komersial dan merupakan metode baru yang paling menjanjikan. Dua alasan utama memulai dari tickle (TiCl_4) dikarenakan memiliki kemurnian yang tinggi dan titanium dapat dipisahkan dari oksigen. Segala proses tanpa adanya tahap klorinasi harus menemukan jalan untuk menggantikan fungsi klorinasi ini.

2.4.1. Proses Hunter

Proses ekstraksi titanium yang pertama dilakukan oleh Matthew Albert Hunter dari Troy pada tahun 1910 dan proses ini pun dinamakan proses hunter. Kemurnian yang didapat pada proses ini berkisar 99,99%. Ia memakai TiO_2 sebagai bahan baku yang kemudian diklorinasi (2.2) untuk mendapatkan tickle yang sekarang banyak digunakan oleh industri. Tickle yang didapatkan direduksi memakai natrium untuk mendapatkan titanium dengan cara dipanaskan didalam bejana besi. Reaksi reduksi tickle dapat dilihat:



2.4.2. Proses Kroll

Produksi titanium secara komersial sampai saat ini masih berlandaskan pada proses Kroll yang telah dipatenkan pada tahun 1938. Seperti yang telah disebutkan sebelumnya bahwa produksi titanium saat ini dimulai dari rutil (TiO_2), begitu juga proses kroll. Rutil ini diklorinasi dengan proses (2.2) sehingga dapat digunakan untuk proses selanjutnya. Segala impuritas dan karbon monoksida hasil sampingan proses ini perlu dihilangkan sehingga tahap pemurnian perlukan. Pemurnian ini menggunakan *distillation tank* yang memanfaatkan pengendapan untuk memisahkan pengotornya. Tahap ini menghilangkan klorida-logam seperti besi, vanadium, zirconium, silikon, dan magnesium (M. Ikhwan, 2004).

Titanium tetraklorida yang telah dimurnikan, ditransfer dalam bentuk liquid ke sebuah bejana reaksi stainless steel. Berbeda dengan proses hunter yang memakai natrium sebagai pereduksi, dalam proses kroll ini menggunakan magnesium. Magnesium ditambahkan dan kontainer dipanaskan hingga sekitar 2012°F (1100°C). Argon dipompakan ke dalam kontainer sehingga udara dapat dibuang dan kontaminasi dengan oksigen atau nitrogen dapat dihindarkan. Magnesium bereaksi dengan klor menghasilkan magnesium klorida cair, dan kemudian menyisakan titanium padat murni. Berikut adalah reaksi kimia yang terjadi :



Titanium dikeluarkan dari reaktor dengan terowongan dan kemudian dilewatkan pada air dan asam klorida untuk menghilangkan sisa magnesium dan magnesium klorida. Padatan yang dihasilkan berbentuk logam berpori yang disebut *sponge*. Magnesium klorida yang merupakan hasil sampingan dari proses ini dapat diproses kembali menghasilkan magnesium.

Sponge titanium murni dapat dikonversi ke dalam paduan yang berguna, melalui *consumable-electrode arc furnace*. Pada proses ini, *sponge* dicampur dengan berbagai tambahan dan potongan logam. Proporsi yang tepat untuk suatu

paduan, telah diformulasikan sebelumnya untuk berbagai aplikasi. Campuran ini kemudian ditekan dan dilebur bersama, membentuk *sponge electrode*.

Kemudian *sponge electrode* diletakan pada *vacuum arc furnace* untuk dicairkan. Pada pendinginan air, kontainer tembaga, *arc listrik* digunakan untuk mencairkan *sponge electrode* hingga membentuk batangan (*ingot*). Vakum atau gas argon digunakan untuk menghindari kontaminasi. Biasanya, batangan dicairkan ulang satu atau dua kali, untuk menghasilkan batangan yang diterima secara komersil. Setelah batangan terbentuk, dia dipindahkan dari furnace. Batangan titanium dikirim ke berbagai perusahaan manufaktur, di mana dapat diolah lebih lanjut dan difabrikasi ke dalam berbagai produk(M. Ikhwan, 2004).

2.5. Eksraksi Titanium Langsung dari Oksidanya

Titanium yang diproduksi melalui pross kroll yang terdiri dari klorinasi dari TiO_2 dan reduksi $TiCl_4$ memakai magnesium memiliki kendala biaya produksi. Total efesiensi dalam produksi ini lebih buruk dari pembuatan baja (R. O. Suzuki, 2007). Walaupun peralatan dan prosedur telah ditingkatkan selama 50 tahun lebih, tetapi tetap tidak dapat menutup panas yang terbuang dalam proses ini. Dengan semakin banyaknya permintaan terhadap titanium di pasar maka dicari solusi untuk mendapatkan proses alternatif yang memiliki efesiensi yang lebih besar dan biaya produksi yang lebih murah. Proses yang diharapkan tidak terkontaminasi oleh oleh karbon dan oksigen. Karbon dan oksigen memiliki daya gabung (afinitas) yang kuat dengan titanium sehingga harus dihindarkan.

2.5.1. Reduksi Calciothermic

Oksigen hadir pada sistem logam-oksigen dalam dua bentuk . Bentuk yang pertama dalam bentuk ikatan kimia membentuk oksida dan yang kedua larut sebagai atom dan membentuk paduan padat(K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004). Metode singkat untuk memproduksi logam titanium dengan memanfaatkan

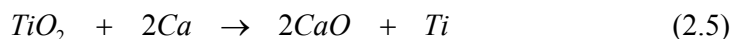
oksidanya secara langsung. Proses reduksi dengan memakai reduktan yang tepat akan menghilangkan oksigen yang terkandung dan dapat mempermudah perolehan titanium. Syarat reduktan yang dapat digunakan dalam mereduksi titanium secara termodinamika, yaitu memiliki daya afinitas yang tinggi terhadap oksigen atau unsur pengotor lainnya. Afinitas yang dimiliki harus lebih besar dari pada antara oksigen atau pengotornya dengan titanium. Dengan reaksi sebagai berikut:



Dimana R merupakan reduktan dan M(O) sistem logam-oksida.

Reduktor yang dapat menjadi kandidat untuk melakukan reduksi langsung terhadap TiO_2 dalam satu tahap, yaitu logam alkali tanah, seperti Ca dan Mg, dan juga unsur tanah jarang yang dimana keduanya dipilih secara termodinamika. Kedua unsur tersebut dipilih karena tidak larut kedalam Ti. Walaupun begitu, unsur tanah jarang tidak cocok digunakan sebagai reduktan karena sifatnya yang tidak ekonomis. Mg menjadi pilihan setelah Ca dikarenakan proses *acid-leaching* untuk menghilangkan hasil sampingan berupa MgO berjalan terlalu lama untuk produksi skala besar. Kalsium dan logam alkali tanah lainnya dapat mereduksi oksigen yang tersisa sampai dibawah 1000ppm (R. O. Suzuki & K. Ono, 2003). Pemakai aluminium dan karbon sebagai pereduksi akan mengotori hasil akhir titanium, sehingga dibutuhkan reduktan yang berkemungkinan tidak mengotori.

Pada tahun 1936 Alexander mengajukan cara untuk mereduksi TiO_2 dengan menggunakan Ca. Reaksi antara titanium-oksida dan kalsium dapat ditulis:



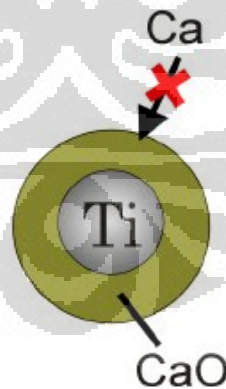
Efisiensi pada proses reduksi dengan mereaksikan antara kalsium dan TiO_2 bergantung pada aktifitas dari kalsium oksida (CaO) dan kalsium (Ca). CaO merupakan hasil sampingan dari proses reduksi ini yang dapat dilihat dari persamaan (2.5).

Konsentrasi oksigen didalam metal secara termodinamika yang dapat dinyatakan :

$$[O] = (a_{CaO} / a_{Ca}) (1 / \gamma_o) \exp (\Delta G^\circ / RT) \quad (2.6)$$

Dimana ΔG° merupakan perubahan energi bebas yang terjadi saat reaksi (2.5), a_{CaO} dan a_{Ca} merupakan aktifitas dari CaO dan Ca, dan γ_o merupakan aktifitas oksigen didalam logam.

Konsentrasi oksigen secara termodinamika tidak sepenuhnya sesuai dengan kenyataan pada saat kondisi tertentu. Semakin rendah perbandingan a_{CaO}/a_{Ca} maka efiseinsi dari proses reduksi semakin besar. Kondisi ketika CaO berkumpul didekat titanium dan membentuk suatu lapisan yang tebal maka aktifitas dari Ca akan menurun. Lapisan yang dibentuk CaO ini menghalangi Ca untuk bereaksi lebih lanjut dengan TiO_2 yang diselubungi oleh CaO, seperti yang dilihat pada gambar 2.3. Peristiwa ini dapat lihat pada proses *calciothermic* pada suhu 1000 °C dimana konsentrasi oksigen yang ditemukan hanya sebesar 1000 ppm, tidak mencapai 500 ppm seperti yang telah diperkirakan secara termodinamika. Proses *calciothermic* adalah proses kimia yang terjadi melalui proses *thermic*, seperti *endothermic* atau *exothermic*, dengan menggunakan logam kalsium pada temperature tinggi.



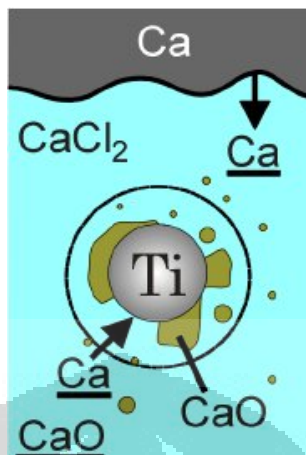
Gambar 2.3 Proses Calciothermic

(Sumber: R. O. Suzuki & K. Ono, 2003)

Masalah lain muncul yang diakibatkan oleh CaO saat pembuatan ingot titanium. CaO yang tersisip diantara grain titanium dan dikelilingi oleh titanium itu sendiri tidak dapat dikeluarkan baik oleh proses *leaching* dengan larutan asam (R. O. Suzuki, 2007). Reaksi yang terjadi pada persamaan (2.5) bersifat *exothermic*, sehingga Ti yang terbentuk akan tersinter secara rapat. Peristiwa sintering ini yang dapat menyebabkan fasa CaO terjebak di antara grain TiO₂. Oksigen yang kemungkinan dihasilkan oleh CaO ini saat proses *arc-melting* berpindah bercampur dengan lelehan titanium. Peristiwa ini menyebabkan *ingot* yang terbentuk menjadi *brittle* (rapuh). Dengan berbagai alasan yang telah disebutkan sebelumnya. Reduksi langsung titanium oksida menggunakan Ca tidak dianggap sebagai cara yang paling efisien untuk mendapatkan titanium.

2.5.2. Reduksi Calciothermic dalam lelehan garam

Proses reduksi dengan menggunakan Ca dimodifikasi untuk mengurangi aktifitas CaO. Modifikasi dengan menuntun reaksi deoksidasi ini didalam suatu medium yang dimana Ca dan CaO larut. Pada umumnya oksida tidak larut di dalam lelehan klorida, aneunya hanya logam alkali tanah klorida seperti CaCl₂ dan BaCl₂ dapat melarutkan oksida logam, sehingga menjadikannya medium yang cocok untuk teradinya proses deoksidasi. Lelehan garam kalsium klorida dapat melarutkan sekitar 20 mol% of CaO dan 2-4 mol % dari Ca (R. O. Suzuki & K. Ono, 2003) pada temperature 900 °C. Ketika deoksidasi dilakukan pada medium lelehan garam atau yang disebut *flux* maka CaO yang terbentuk akan larut di dalam *flux* ini. Dengan larutnya CaO maka akan mengurangi aktifitas kimia dari CaO pada wilayah reaktif (menyelubungi TiO₂). Berkurangnya aktifitas ini menyebabkan lapisan tipis CaO yang menyelubungi TiO₂ akan hilang, sehingga tidak akan menghalangi jalan Ca yang juga larut di dalam *flux* ini untuk mereduksi TiO₂ lebih lanjut dengan lebih lancar. Proses didalam *flux* ini dapat dilihat pada gambar 2.4.



Gambar 2.4 Proses Calciothermic dalam lelehan CaCl_2

(Sumber : R. O. Suzuki & K. Ono, 2003)

Efisiensi reduksi menggunakan Ca di dalam lelehan Garam ini sangat bergantung pada waktu. Pada awal proses ketika dimasukkan dengan titanium maka lelehan garam akan tersaturasi oleh keberadaan Ca. Seiring dengan berjalannya waktu, proses reduksi yang menghasilkan CaO ini akan tersaturasi oleh produk sampingan ini. CaO yang jumlahnya semakin banyak menyebabkan aktifitas CaO di sekitar wilayah reaktif meningkat dan membuat aktifitas Ca menurun. Efisiensi produk pun akan terus berkurang dengan meningkatnya jumlah CaO yang terbentuk. Hal ini menjadi batasan pada metode yang menggunakan kalsium dalam lelehan garam.

2.5.3. Proses reduksi dengan elektrolisis menggunakan elektrolit lelehan garam

Pada saat ini telah dilakukan banyak cara untuk mereduksi titanium secara langsung berdasarkan teori *halide-flux* (menggunakan lelehan garam), khususnya menggunakan CaCl_2 . Okabe *et al*(K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004) telah memodifikasi metode de-oksidasi *flux* (medium cair) kalsium-halida, dengan menggabungkan proses elektrokimia dengan cara menjadikan logam dengan pengotor sebagai katoda, karbon sebagai anoda dan kalsium klorida sebagai

elektrolit. Pada metode de-oksidasi elektrokimia, konfigurasi eksperimen identik dengan teknik *cathodic refining*. Teknik *cathodic refining* ini dilakukan pertama kali oleh Ward dan Hoar pada tahun 1960-an. Mereka berhasil menghilangkan oksigen, sulfur, selenium, dan tellurium yang terlarut dalam lelehan tembaga dengan teknik *electrochemical*. Beberapa proses dan mekanisme yang sedang menjadi perhatian, yaitu proses yang dilakukan oleh Fray, Farthing, dan Chen yang kemudian dipatenkan pada tahun 1997 dan proses yang dilakukan oleh Ono dan Suzuki yang diajukan pada tahun 2002. Kedua proses ini memiliki dasar yang sama, tetapi memiliki anggapan mekanisme yang berbeda.

2.6. Reduksi TiO_2 dengan proses OS (Ono-Suzuki)

K. Ono dan R.O. Suzuki mengajukan cara untuk memecahkan masalah saturasi CaO pada metode reduksi Ca dalam lelehan garam CaCl_2 pada tahun 2002. Solusi yang diajukan, yaitu melakukan elektrolisis terhadap CaO ini dan memakai hasil elektrolisis CaO dan CaCl_2 yang berupa Ca untuk mereduksi TiO_2 lebih lanjut. Secara teori beda potensial yang dibutuhkan untuk mendekomposisi CaCl_2 menjadi Ca sebesar 3.2 V dan CaO menjadi Ca diperlukan sekitar 2,6 V. Beda potensial yang dipakai bisa menurun menjadi berkisar 1,6 V apabila dapat memanfaatkan anoda karbon untuk mendekomposisi CaO dengan reaksi sebagai berikut:

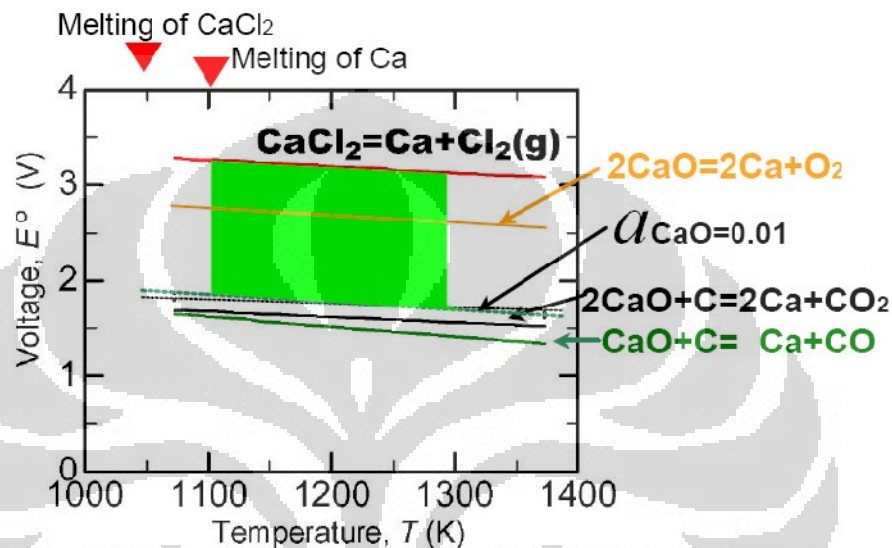


Beda potensial yang dibutuhkan untuk reaksi dekomposisi di atas dapat dilihat pada gambar 2.5.

Ono-Suzuki memakai TiO_2 yang berupa bubuk. TiO_2 ini akan dijatuhkan ke katoda yang berbentuk wadah(keranjang). Proses ini diawali dengan dekomposisi CaO. Pada saat terjadinya dekomposisi CaO, ion kalsium akan berada di dekat katoda yang seperti keranjang karena pengaruh medan listrik dan menerima $2e^-$ di katoda menjadi:



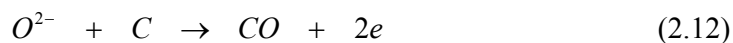
Kemudian larut dalam lelehan sebagai $\underline{\text{Ca}}$ dan bereaksi dengan bubuk TiO_2 di katoda dengan reaksi:



Gambar 2.5. Diagram potensial dekomposisi

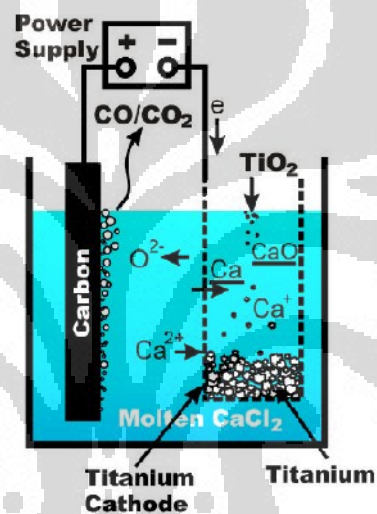
(Sumber: R. O. Suzuki & K. Ono, 2003)

$\underline{\text{CaO}}$ yang merupakan hasil sampingan pada reaksi di katoda akan larut didalam lelehan garam CaCl_2 . $\underline{\text{CaO}}$ ini dapat dinyatakan sebagai ion O^{2-} dikarenakan sifat alami ioniknya. Di Anoda O^{2-} ini akan lolos ke udara sebagai CO atau CO_2 setelah terjadi reaksi dengan anoda karbon dengan reaksi (2.11) dan (2.12). Keseluruhan mekanisme proses yang dilakukan oleh Ono-Suzuki dapat dilihat pada gambar 2.6.



Proses reduksi ini memiliki sisi buruk maupun keunggulan tersendiri. Sisi buruk dari proses ini ialah adanya karbon bebas yang akan bereaksi dengan logam

yang terbentuk. Peristiwa ini dapat terjadi karena gas-gas yang dihasilkan pada anoda bereaksi dengan Ca apabila tidak dihilangkan. Sedangkan beberapa keunggulannya antara lain, tidak perlu penambahan logam kalsium ke dalam *flux* dan CaO yang dihasilkan sebagai produk sampingan reduksi bisa di jaga jumlahnya di tingkat yang rendah, sehingga tidak bertambah jumlahnya selama proses berlangsung. Penambahan tidak diperlukan karena logam kalsium sebagai pereduksi dihasilkan secara *in-situ* melalui proses elektrolisis dari CaCl_2 maupun dari CaO . Dengan dijaganya jumlah CaO dengan elektrolisis membuat aktifitasnya terjaga dan tidak akan menghalangi Ca yang akan mereduksi.



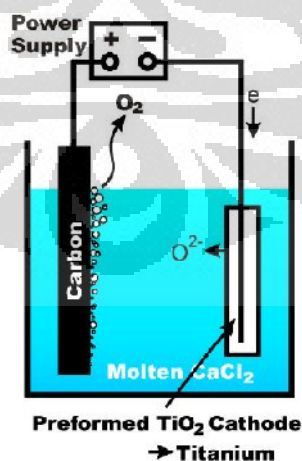
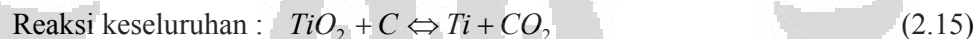
Gambar 2.6. Skematik proses OS
(Sumber: R. O. Suzuki et al., 2003)

2.7. Reduksi TiO_2 dengan proses FFC

D.J. Fray dan tim kerjanya mendemonstrasikan reduksi TiO_2 dalam CaCl_2 cair yang cukup sederhana mekanismenya (*Fray-Farthing-Chen [FFC] Cambridge Process*). Pada awalnya mereka menginvestigasi metode untuk menghilangkan lapisan tipis oksida pada permukaan logam titanium. Hasil kerja mereka memperlihatkan hasil yang sungguh menakjubkan, yaitu mereka menemukan jika logam titanium diberikan arus listrik akan mengkonversi secara

langsung titanium oksida tersebut menjadi logam titanium. Kemudian studi mereka mencapai pemanfaatan lelehan galam dengan cara elektrolisis.

Proses ini mendekomposisi TiO_2 menjadi titanium dan ion O^{2-} jika TiO_2 dijadikan katoda dan dialiri arus listrik. Skema pelepasan oksigen dari proses ini dapat dilihat pada Gambar 2.7. Titanium dioksida yang dipadatkan digunakan sebagai katoda dan graphite (karbon) sebagai anoda pada suatu wadah bertemperatur tinggi ($\sim 950^\circ C$) yang berisi lelehan kalsium klorida (titik leleh $762^\circ C$) yang berfungsi sebagai cairan elektrolit. Selama elektrolisis, kehadiran oksigen pada TiO_2 memisahkan elektron-elektron dan diubah menjadi ion oksigen, kemudian menjadi oksida dengan valensi yang lebih rendah dan akhirnya menjadi logam Ti. Dengan adanya potensial listrik yang diberikan dan tingginya temperatur, ion-ion oksigen meninggalkan katoda menuju anoda graphite melalui elektrolit (lelehan $CaCl_2$). Ion-ion tersebut kemudian kehilangan muatan pada anoda, dan akan terlepas sebagai karbon monoksida atau karbon dioksida ke udara. Reaksi sederhana pada elektroda dapat dituliskan sebagai berikut,



Gambar 2.7. Skematik proses FFC

(Sumber: R. O. Suzuki et al., 2003)

Jika anoda *inert* (tidak bereaksi) terhadap oksigen yang digunakan maka gas oksigen akan dilepaskan pada anoda, tetapi yang digunakan berupa karbon maka reaksi cell secara keseluruhan akan menjadi



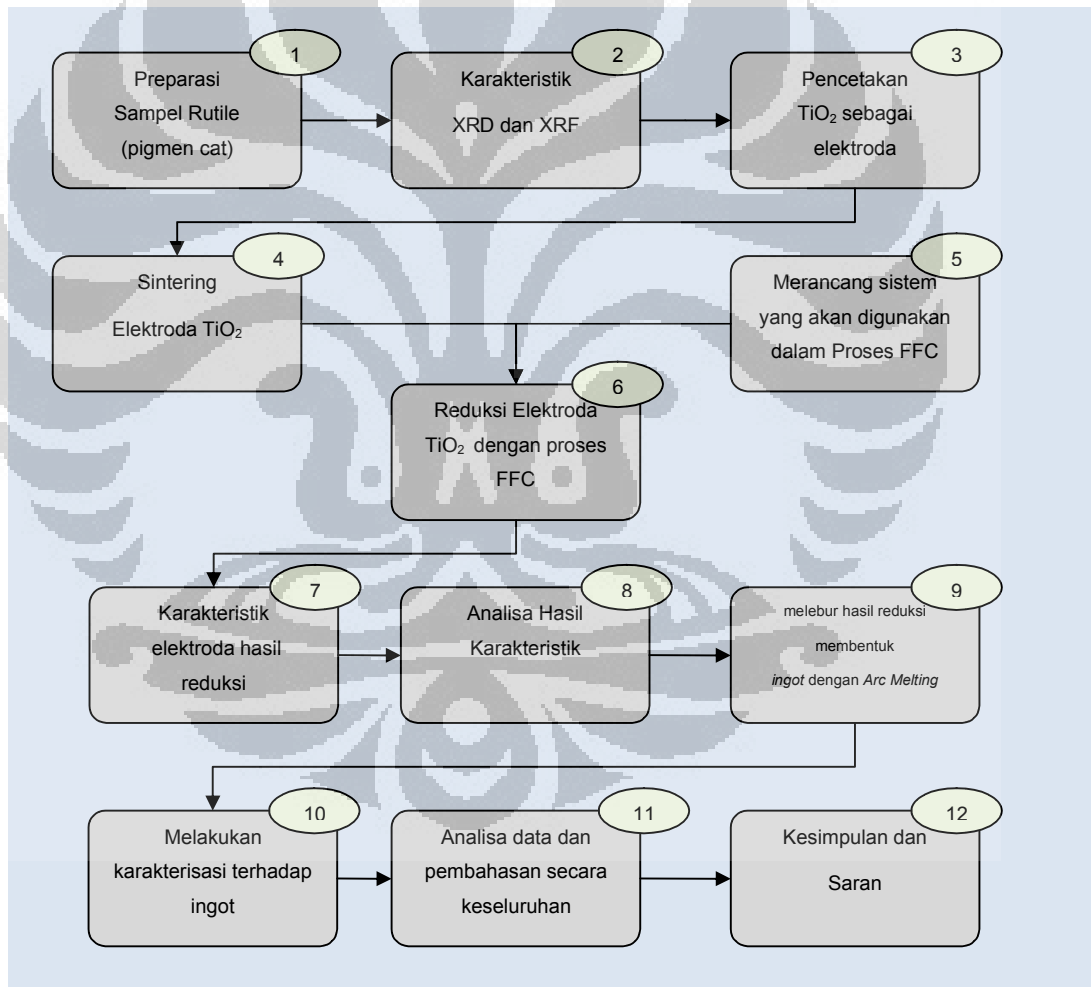
Dalam kebutuhan untuk memahami elektrokimia dari proses deoksidasi, Chen & Fray mengemukakan eksperimen *cyclic voltametric* dengan lembar titanium berlapis oksida sebagai elektroda dalam kalsium klorida cair pada temperatur 800-900 °C (K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004). Oksida sebagian besar terdiri dari TiO₂. *Voltammograms* menunjukkan bahwa ionisasi oksigen dari lapisan TiO₂ berada jauh lebih kecil potensial katodiknya dibandingkan dari dekomposisi kalsiumnya. Fray dan Chen telah menghitung potensial termodinamik untuk ionisasi oksigen untuk berbagai oksida dalam lelehan kalsium klorida dan menunjukkan bahwa potensial untuk deposisi ($Ca^{2+} + 2e = Ca$) yang sebesar -0.060 V adalah jauh lebih negatif dibanding untuk ionisasi oksigen ($O + 2e = O^{2-}$) yang mempunyai potensial sebesar 2.713 V. Katoda titanium yang ter-deoksidasi yang difokuskan untuk analisis kimia, namun tidak ada logam kalsium yang terdeteksi pada katoda. Begitu juga, tidak ada gas klorine yang terdeteksi pada gas anodik. Absen kalsium dan gas klorine memberi kesan bahwa dekomposisi kalsium klorida tidak mengambil tempat pada *cell*.

Potensial yang diberikan pada cell, termasuk penurunan IR dalam elektroda dan elektrolit, adalah 3,0 V, dimana lebih rendah dibandingkan potensial dekomposisi reversibel dari CaCl₂ (3,2 V) pada 950°C. Berdasarkan observasi ini, Chen dan Fray telah mengesampingkan kemungkinan adanya logam kalsium pada katoda oksida (K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004). Potensial yang diberikan, durasi elektrolisis, Ionisasi dari oksigen, kelarutan ion-ion oksigen dalam elektrolit kalsium klorida, transport oksigen menuju anoda dibawah pengaruh potensial yang diberikan dan kehilangan muatan pada anoda, diasumsikan sebagai langkah-langkah yang menyangkut de-oksidasi pada proses FFC Cambridge.

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahap-tahap tertentu yang tersusun sesuai urutannya. Tahapan ini dibuat agar penelitian lebih sistematis dan terencana. Untuk mempermudah mengerti tahapan yang akan dilakukan maka dibuat diagram penelitian yang dapat dilihat pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir acuan pelaksanaan kegiatan penelitian

3.2. Karakteristik TiO₂

Rutile TiO₂ sintetik digunakan diambil dari pigmen cat putih yang dipakai oleh industri. Rutile yang terdapat pada pigmen cat ini merupakan rutile sintetik yang berbentuk bubuk. Untuk memastikan keberadaan fasa rutile sintetik dan unsur penyusun dari pigmen cat ini maka dilakukan karakteristik awal. Karakterisasi ini menggunakan alat XRD(*X-Ray Difracion*) dan XRF(*X-Ray Fluorence*).

3.2.1. Preparasi Pigmen untuk Karakterisasi

Pigmen cat yang berbentuk bubuk yang sangat halus ini dibentuk pellet terlebih dahulu. Bentuk pellet ini akan mempermudah dalam penggunaan alat XRD mau pun XRF. Pembentukan pellet ini menggunakan alat *Hidraulic pressure* dengan merek JEOL SX-29020 dengan ditekan dengan berat 10 ton seperti yang terukur pada *pressure gauge* dan waktu tahan 1 menit. Cetakan yang digunakan memakai cetakan pipa PVC yang berbentuk silindris.

3.2.2. Karakterisasi Pigmen dengan XRD

Seperti yang diketahui titanium dapat memiliki beberapa fasa baik itu fasa yang terbentuk dengan oksigen atau unsur lainnya. Untuk memastikan titanium membentuk fasa Rutile TiO₂ maka diperlukan karakterisasi dengan XRD yang dapat mengetahui besarnya sudut difraksi (2θ) dan jarak antar bidang (d_{hkl}). Data-data hasil penggunaan alat XRD ini akan dibandingkan dengan database yang sudah ada dalam ICDD. Alat XRD yang digunakan bermerek Philips tipe PW 3710. dengan menggunakan tabung anoda berupa Co yang digunakan sebagai sumber X-Ray.



Gambar 3.2 XRD philips PW 3710

3.2.3. Karakterisasi Pigmen dengan XRF

Untuk mengetahui apakah unsur yang terdapat pada pigmen cat yang digunakan berbahan dasar titanium maka karakterisasi dengan XRF dilakukan. Karakterisasi ini dapat juga mengetahui unsur-unsur pengotor. XRF dapat menunjukkan jumlah unsur penyusun dalam ukuran persen berat (wt.%) dan dapat mendeteksi sampai unsur yang memiliki 0.1 wt%. Alat ini tidak dapat mendeteksi unsur-unsur di bawah nomor atom Na, seperti N, C dan O. Tetapi, dengan software yang telah tersedia dapat diperkirakan dan disimulasikan jumlah unsur-unsur tersebut dalam bentuk oksidanya. XRF yang digunakan bermerek JEOL Element Analyzer tipe JSX-3211.



Gambar 3.3 Alat XRF JEOL Element Analyzer tipe JSX-3211

3.3. Pembuatan Pellet Pigmen Cat untuk Katoda

Untuk keperluan proses FFC yang akan digunakan maka pigmen cat ini dicetak untuk dijadikan katoda. Cetakan yang dipakai berbahan *stainless-steel* yang berbentuk persegi dengan berukuran 1,5 cm x1,5 cm untuk panjang dan lebar lubang cetakan. Pemakaian cetakan stainless steel dari pada pipa PVC dikarenakan dibutuhkan pellet yang kuat dan padat pada proses FFC ini. Rutile ini dicetak bersama dengan kawat kanthal yang diselipkan melalui lubang yang tersedia pada cetakan. Kawat ditekan bersama dengan rutile bertujuan agar kontak antara kawat dan pellet semakin bagus yang merupakan sesuatu yang sangat diperlukan selama proses ini. Ketebalan yang dipakai 0.1 cm-0.5 cm dengan tidak memperhitungkan kawat kanthal, sehingga secara teori memanfaatkan massa pigmen cat sebesar 0.765 gram(0.1cm); 1,53 gram (0.2 cm); 2,295 gram(0.3 cm); 3,06 gram (0.4 cm) dan 3,85 gram (0.5 cm) . Gaya yang diberikan untuk menekan sehingga medapatkan pellet, yaitu sebesar 25kN (2,5 ton), dengan alat *Hidraulic Press* merek LH Leybold yang dapat dilihat pada gambar 3.4 . Perhitungan massa yang dibutuhkan terdapat pada lampiran A.

Tabel 3.1 Variasi tebal pellet dan massa yang diperlukan.

No	Tebal Pelet(mm)	Massa yang diperlukan(gram)
1	1	0.765
2	2	1.530
3	3	2.295
4	4	3.060
5	5	3.850



Gambar 3.4 Hidraulic Press LH Leybold

3.3.1. Sintering Pellet Katoda

Sintering terhadap pellet yang telah dicetak sebelumnya dilakukan untuk menghilangkan pengotor organik seperti C dan N, menghilangkan senyawa H_2O dan juga memadatkan. Pada sintering ini variabel yang diperhatikan, yaitu lamanya proses sintering yang akan mempengaruhi densitas atau porositas dari pellet. Dengan variasi densitas ini maka akan diketahui lama sintering optimal terhadap pellet untuk mendapatkan logam titanium pada proses FFC. Variasi lamanya sintering sebesar 1 jam dan 4 jam. Furnace yang digunakan memakai Thermolyne tipe 46100 yang sanggup mencapai suhu $1600^{\circ}C$. Suhu yang dipakai untuk sintering memakai acuan eksperimen sebelumnya (M. Ikhwan, 2004), yaitu $1050^{\circ}C$ dengan waktu kenaikan temperature 40 menit. Pemberian suhu sintering yang berbeda untuk mengetahui apakah terdapat perbedaan dan pengaruh terhadap proses reduksi metode FFC ini. Dikatakan porositas dari pellet yang terbentuk mempengaruhi kecepatan difusi ion O^{2-} untuk mencapai lelehan (K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004).

Tabel 3.2 Variasi waktu sintering

Nama Sampel	Waktu sintering
RS1	1 jam
RS4	4 jam



Gambar 3.5 Thermolyte 46100

3.4. Preparasi Proses FFC

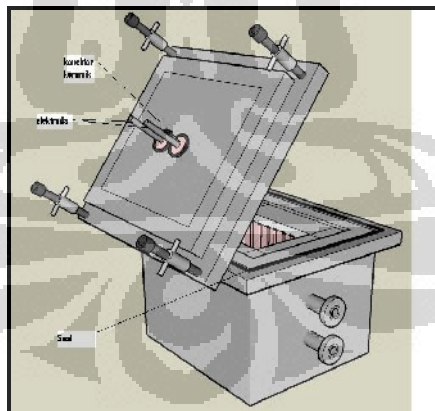
Sebelum melakukan proses ini ada beberapa kondisi yang perlu diperhatikan. Ada pun kondisi yang perlu dipersiapkan untuk kelancaran dan optimalisasi proses ini berlangsung, yaitu berupa sistem furnace yang akan digunakan, *crucible* yang digunakan sebagai wadah, kawat sebagai pengalir arus elektroda dan lainnya.

3.4.1. Pengembangan Sistem *Furnace*

Furnace yang dipakai memakai sistem kecap udara. Sistem ini berfungsi untuk melindungi perangkat elektrolisis dari kontaminasi lingkungan yang kaya akan oksigen maupun menciptakan ruang hampa yang bersih dari gas-gas yang bersifat korosif dan oksidatif. Penghilangan gas-gas ini berlangsung dengan cara menghisap udara dalam chamber dan menjaganya ditekanan tertentu selama proses berlangsung. Lingkungan di dalam *chamber* dijaga bersih karena proses ini

berlangsung pada suhu tinggi (sekitar 950°C) dan pada suhu ini material-material di dalam menjadi reaktif dengan lingkungan sekitar. Untuk mencapai sistem yang diperlukan beberapa hal perlu diperhatikan. Pertimbangan yang perlu diperhatikan berupa:

- Sistem vakum ini memanfaatkan pelindung(*seal*) untuk menjaga furnace tersebut agar tidak terkontaminasi dengan udara luar.
- *Furnace* ini akan terhubung dengan *vacuum pump* untuk memompa udara dalam chamber ke luar.
- Terdapat kawat penghubung elektroda untuk menghubungkan elektroda di dalam dengan sumber tegangan DC.
- Untuk mengetahui Temperatur di dalam furnace maka digunakan *thermocouple* yang dimasukkan melalui *seal* menuju *chamber* tempat proses FFC berlangsung. Sumber tegangan AC dipakai untuk memanaskan elemen pemanas dengan terlebih dahulu dihubungkan dengan *controller* untuk mengatur tegangan yang diberikan. Besarnya temperatur *furnace* bergantung pada besarnya tegangan AC yang diberikan.



Gambar 3.6 Desain awal furnace yang dibuat

3.4.2. *Crucible*

Pada penelitian sebelumnya *Crucible* yang digunakan memakai crucible karbon yang digunakan juga sebagai anoda. Crucible yang berbeda dipakai untuk

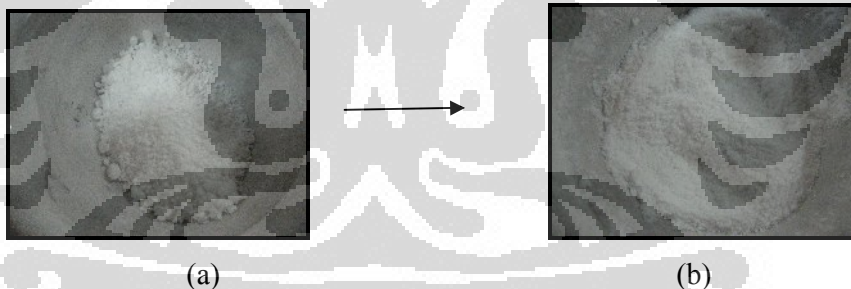
keperluan yang lebih ekonomis, yaitu crucible yang berbahan keramik. Crucible ini mampu bertahan sampai hingga suhu $>1000^{\circ}\text{C}$ dan tahan akan korosi.



Gambar 3.7 Crucible keramik 50 ml

3.4.3. Bahan Lelehan Elektrolit Garam CaCl_2

Pada percobaan ini digunakan CaCl_2 yang bukan untuk keperluan analitik tapi berupa CaCl_2 teknis dengan kemurnian 98%. CaCl_2 yang awalnya berbentuk granular kemudian dihaluskan dengan *mortar*. CaCl_2 dalam bentuk yang lebih halus diharapkan dapat meleleh lebih cepat dan merata.

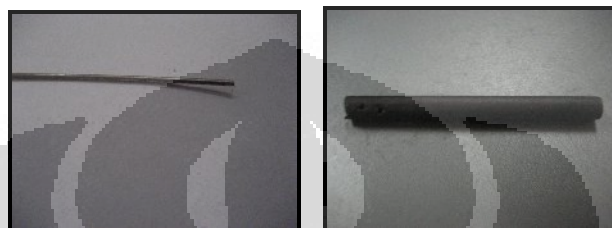


Gambar 3.8 (a) Bentuk awal CaCl_2 yang didapat. (b) Sesudah dihaluskan dengan *mortar*

3.4.4. Elektroda

Kawat elektroda yang dipakai memakai kanthal (M. Ikhwan, 2004)(Al 5.8 %, Cr 20.5-23,5%, dan sisanya C, Si, dan Mn) yang terhubung langsung dengan pellet dengan diameter 0.4 mm dan NiCr dengan diameter 1.2 mm sebagai *extender*. Kedua bahan ini biasanya dipakai sebagai elemen pemanas. Dipilihnya bahan ini karena tahan akan panas saat proses elektrolisis berlangsung yang

mencapai 950°C . Anoda yang digunakan berbeda bentuk dengan penelitian pendahuluan tetapi tetap memakai karbon. Sebelumnya anoda merupakan crucible yang dipakai dan sekaligus digunakan sebagai anoda. Diameter dari batang anoda sendiri sebesar 0.6 cm yang kemudian dihubungkan dengan kawat penghantar arus.



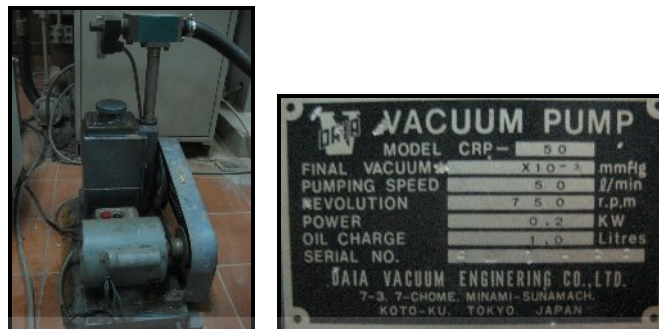
Gambar 3.9 Kawat elektroda NiCr dan batang anoda karbon

3.4.5. Sumber Tegangan DC

Sumber DC yang akan diberikan digunakan untuk proses elektrolisis yang nanti nya akan dihubungkan ke elektroda yang ada. Secara Teori dibutuhkan tegangan 2,9-3,3 Volt(K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004). Catu daya yang biasa dipakai pada komputer memiliki tegangan 12 Volt, 5 Volt dan 3,3 Volt. Diantara tegangan yang terdapat pada catu daya ini maka tegangan yang dipakai 3,3 Volt sesuai dengan beda potensial proses berlangsung.

3.4.6. *Vacuum Pump*

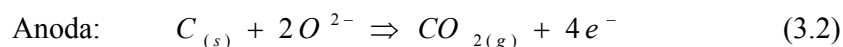
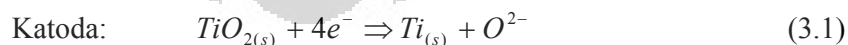
Furnace ini terhubung dengan pompa *vacuum*. Pompa ini bertujuan menyedot udara di dalam *chamber*, sehingga diharapkan oksigen yang terkandung di udara bebas dapat hilang atau dikurangi. Pompa akan tetap berjalan selama proses berlangsung sehingga lingkungan di dalamnya tidak menjadi korosif. Lingkungan yang korosif dihasilkan karena gas-gas yang terevolusi saat proses elektrolisis berlangsung maupun karena reaksi yang terjadi pada suhu yang mencapai 950°C . Gambar dari *vaccum pump* yang digunakan dapat dilihat pada gambar 3.10.



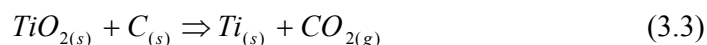
Gambar 3.10 *Vacuum pump* dan spesifikasinya,

3.5. Proses FFC dengan Elektrolisis pada lelehan CaCl_2

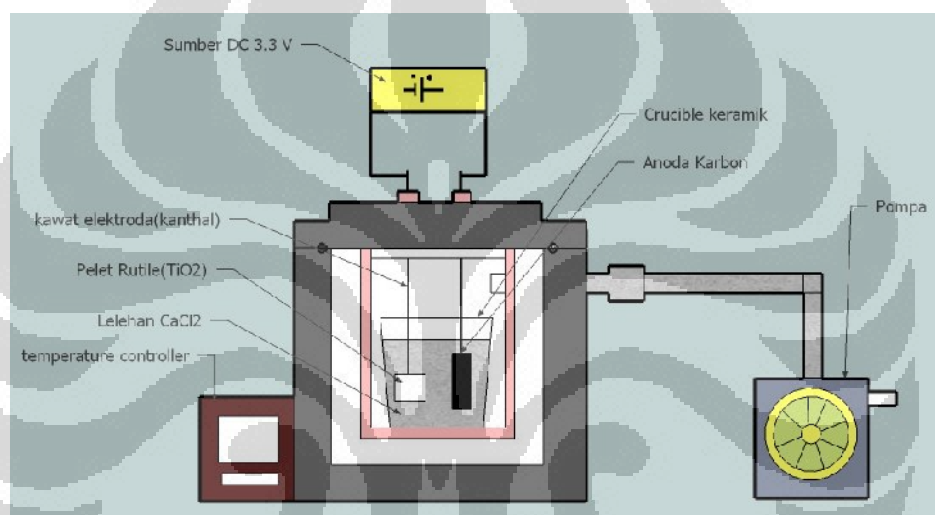
Proses yang dilakukan oleh Fray Farthing dan Chen ini berintikan pada proses elektrolisis dengan elektrolit lelehan garam dalam hal ini CaCl_2 pada sebuah sistem furnace agar temperatur saat proses terjadi dapat dijaga. Berbagai macam variabel sangat mempengaruhi dalam proses ini. CaCl_2 yang masih berbentuk padatan bubuk dimasukan ke dalam *crucible* yang dipakai bersamaan dengan dimasukkannya pellet rutile sebagai katoda dan batangan karbon sebagai anoda. Pellet dan anoda dibiarkan tenggelam hingga dasar *crucible* agar saat CaCl_2 meleleh pellet dan anoda masih tetap berada di dalam lelehan tersebut. Suhu dinaikan sampai tempetur yang ingin dicapai (950°C), kemudian pompa vakum dihidupkan untuk menjaga *chamber* dari furnace bebas dari oksigen dan gas yang bersifat korosif. Saat temperatur tercapai maka tegangan DC dengan besar 3,3 Volt DC diberikan selama 3 jam. Keseluruhan desain proses dapat dilihat pada gambar 3.11. Pemberian beda potensial dilakukan agar terjadi reaksi pada kedua elektroda. Adapun reaksi yang terjadi pada katoda:



Keseluruhan reaksi dapat ditulis sebagai berikut:



Setelah proses berakhir kemudian dilakukan metode untuk mengambil katoda hasil proses. Apabila proses ini berlangsung maka pellet yang sebelumnya pada menjadi rapuh karena berpori-pori. Terdapat kemungkinan pellet rontok kemudian mengendap pada dasar crucible. CaCl_2 merupakan garam yang larut oleh air. Garam yang sudah mengeras dan menggumpal dialiri air sehingga hilang. Pellet akan mulai terlihat ketika garam yang menutupinya telah larut. Untuk menghilangkan garam pada katoda maka katoda dihidrasi dengan aquades.



Gambar 3.11 Desain Proses FFC

3.6. Pengujian XRD, XRF dan SEM Hasil Proses FFC

Berbagai analisa diperlukan untuk mengetahui hasil akhir dari proses reduksi. Pellet yang digunakan sebagai katoda setelah direduksi menjadi *sponge* titanium dan dihidrasi menggunakan aquades. Fasa-fasa yang terbentuk perlu diketahui, apakah titanium membentuk senyawa dengan pegotornya atau tidak. Tingkat kemurnian titanium hasil reduksi juga dapat diketahui. Analisa ini bertujuan agar dapat mengetahui tingkat perolehan logam titanium dengan variabel yang optimal. Diharapkan data-data hasil analisa ini dapat menjadi acuan sebagai eksperimen selanjutnya.

3.6.1. Pengujian XRD

Pengujian XRD bertujuan untuk mengetahui senyawa - senyawa yang terkandung di dalam titanium hasil reduksi. Alat ini secara akurat dapat menghasilkan puncak-puncak difraksi untuk senyawa yang kristalin, namun tidak demikian untuk senyawa yang amorf. Analisa lebih ditujukan mengetahui kemurnian dan fase logam titanium yang terbentuk. Serta adanya kemungkinan kontaminasi fasa-fasa lain TiO_2 (belum tereduksi), CaTiO_x , CaCl_2 yang masih tersisa dan lain-lain, dimana x merupakan bilangan real positif.

Analisa XRD dilakukan pada rentang sudut difraksi (2θ) $20^\circ - 100^\circ$. Kemudian kendali pemantauan proses XRD dilakukan dengan software APD buatan Philips pada sebuah *Personal Computer* yang terintegrasi dengan mesin XRD. Pengujian ini memakai kembali alat XRD Philips tipe PW 3710 seperti yang dapat dilihat pada gambar 3.2.

3.6.2. Pengujian XRF

Setelah dilakukan pengujian XRD maka dilakukan pengujian XRF. Pengujian XRF bertujuan untuk mendeteksi unsur-unsur kimia lain yang tersisa pada titanium produk akhir (sesudah hidrasi dan pengeringan) yang tentunya diharap habis pada proses hidrasi. baik unsur utama maupun unsur-unsur pengotornya yang dinyatakan dalam persen berat (weight %) maupun atomic%. Hasil pengujian digunakan juga untuk memvalidasi hasil dari perhitungan XRD. Selain itu dapat mengetahui kemurnian titanium hasil reduksi dari berbagai pengotor yang dapat berasal dari kawat elektroda atau lainnya. Pengujian berlangsung memakai alat JEOL Element Analyzer tipe JSX-3211 seperti yang terlihat pada gambar 3.3.

3.6.3. Observasi SEM

Observasi SEM digunakan agar dapat secara visual melihat bentuk dan ukuran serbuk yang didapatkan melalui hasil ekstraksi atau dengan kata lain

morfologi butir dari titanium yang didapatkan. Sampel yang berupa bubuk ditempatkan pada wadah khusus yang telah tersedia. Sampel tersebut kemudian dilapisi dengan emas dengan alat yang dapat dilihat pada gambar 3.12. Setelah dilapisi emas sampel siap untuk diobservasi mikrostrukturnya. Alat SEM yang digunakan berupa JEOL Scanning Microscope (JSM) 5310 LV.



Gambar 3.12 Alat SEM JEOL Scanning Microscope (JSM) 5310 LV (kiri) dan alat pelapis emas pada sampel yang akan di-SEM(kanan)

3.7. Pembuatan *Ingot*

Pembuatan *ingot* ini memakai *Vacum Arc Furnace* yang terletak di lantai dasar Gedung Fisika FMIPA UI. Furnace ini dapat mencapai suhu $\sim 2000^{\circ}\text{C}$, sehingga melebihi titik leleh dari titanium. Furnace ini bekerja dengan memanfaatkan dua elektroda pada tegangan tinggi. Titanium hasil proses FFC yang telah dihidrasi dan berbentuk serbuk ini dilelehkan sehingga menjadi cair dan dicetak sesuai dengan cetakan yang tersedia. Furnace ini berkerja dengan memanfaatkan ruang vakum yang dijaga agar tekanannya -0.5 bar. *Chamber* dari furnace divacumkan sampai tekanan -1.0 bar yang kemudian diberikan gas argon yang berfungsi mendorong gas yang tersisa di dalam *chamber* sampai tekanan 0 bar dan divacumkan kembali. Proses pembersihan ini dilakukan selama 3-4 kali. Setelah proses pembersihan atmosfer dalam *chamber* dilakukan, kemudian divacumkan kembali sampai -1.0 bar lalu diberikan gas argon sampai tekanan *chamber* bertahan diangka -0.5 bar. Titanium dalam suhu yang sangat tinggi akan sangat reaktif, sehingga ruang vakum diperlukan agar logam yang sedang dilelehkan tidak bereaksi dengan udara sekitar seperti oksigen. Alat ini memakai *water cooling* untuk masalah pendinginan pada bagian dasarnya dan pengaman

berupa mati secara otomatis apabila dasar dari furnace ini terlalu panas. Gambar 3.13 menunjukkan tempat berlangsungnya *arc melting*.



Gambar 3.13 Tempat terjadinya *ArcMelting*(kiri) dan *chamber* terjadinya proses peleburan(kanan)



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab hasil dan pembahasan, pertama dibicarakan hasil-hasil yang bersifat observasi terkait dengan masalah teknis yang diamati sebagai respon dari sistem elektrolisis temperatur tinggi dengan menggunakan ruang dapur pemanas (*furnace*) dengan atmosfer yang dikontrol. Kedua, dibicarakan hasil proses elektrolisis reduksi elektroda TiO_2 menjadi Ti dengan variasi waktu sintering katoda TiO_2 . Hasil mencakup hasil pengujian XRF, XRD dan SEM.

4.1. Korosi pada Elektroda

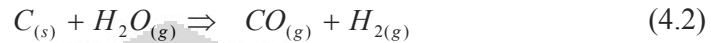
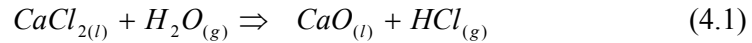
Pengembangan sistem *furnace* dilakukan untuk mengatasi masalah-masalah pada penelitian sebelumnya merupakan tujuan dari penelitian ini. Masalah tersebut berupa korosi akibat hasil gas sampingan proses elektrolisis dan teroksidasinya elektroda (karbon) yang dipakai akibat lingkungan yang kaya akan oksigen. Korosi pada kawat elektroda menyebabkan kawat terputus dan proses elektrolisis terhenti sebelum waktunya. Kawat NiCr yang terkorosi dapat dilihat pada gambar 4.1.



Gambar 4.1 . Hasil Pengujian Kawat NiCr yang terkorosi dan putus selama proses berlangsung pada sistem *furnace* sebelumnya.

Pemakaian suhu yang mencapai 950°C dalam proses elektrolisis ini menyebabkan karbon mudah bereaksi dengan O_2 yang terkandung di udara bebas dan membentuk gas CO_2 . Apabila CaCl_2 yang digunakan sebagai lelehan elektrolit bereaksi dengan uap air $\text{H}_2\text{O}_{(\text{g})}$ pada suhu tinggi maka dapat

menghasilkan gas asam klorida $\text{HCl}_{(g)}$ (H. Kondo, 1978) yang dapat menyebabkan korosi pada kawat katoda dalam hal ini kawat kanthal (Al 5,8%, Cr 20,5%-23,5%, dan sisanya Fe) dan NiCr. Sedangkan, anoda karbon akan menjadi gas $\text{CO}_{(g)}$ jika bereaksi dengan $\text{H}_2\text{O}_{(g)}$ pada suhu tinggi:



Dapat dilihat anoda karbon selain bereaksi dengan oksigen pada temperatur tinggi juga bereaksi dengan uap air. Reaksi yang membuat elektroda penghubung terkorosi menyebabkan terganggunya aliran elektron. Peristiwa ini dapat mempengaruhi ionisasi dari oksigen yang terdapat pada TiO_2 yang merupakan prinsip dasar terjadinya reduksi pada proses ini.

Uap air kemungkinan berasal dari garam CaCl_2 yang digunakan. Garam ini bersifat higroskopik yang berarti mudah mengikat $\text{H}_2\text{O}_{(g)}$ dan membentuk $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pada suhu ruang. Pada saat pemanasan $\text{H}_2\text{O}_{(g)}$ pada permukaan garam yang belum mencair terlepas ke udara dan lingkungan *chamber furnace* dapat mengandung banyak $\text{H}_2\text{O}_{(g)}$. Dengan banyaknya garam yang digunakan sebagai elektrolit maka kandungan $\text{H}_2\text{O}_{(g)}$ di udara pun semakin banyak. Secara fisik pengikatan uap air ini ditandai terbentuknya embun di sekitar wadah CaCl_2 dan terdapat butiran air kecil pada serbuk CaCl_2 ini.

4.2. Pengembangan Sistem *Furnace* Tempat Elektrolisis

Dengan masalah yang muncul dari sistem *furnace* sebelumnya maka dirancang kembali *furnace* yang dapat memecahkan masalah tersebut. Solusi awal, yaitu merancang *furnace* dengan *chamber* yang kedap udara. Di dalam *furnace* inilah akan diletakkan wadah untuk proses elektrolisis. Gambar 4. Menunjukkan *furnace* yang telah dibuat dengan pertimbangan-pertimbangan masalah dari *furnace* awal.



Gambar 4.2 Tempat terjadinya elektrolisis temperatur tinggi

▣ Sistem Pelindung (*Seal*)

Sistem ini memakai pelindung (*seal*) agar dapat menahan udara yang keluar maupun masuk saat proses yang terjadi di suhu tinggi ini berlangsung. Pemberian *seal* dilakukan agar tidak terjadi kebocoran. Pemakaian *seal* diletakan diposisi sambungan seperti pipa penghubung ke pompa vakum dan komponen bergerak seperti pintu dan tempat masuknya elektroda. Pada sambungan pipa diberikan *seal tape* yang mampu bertahan sampai suhu 370°C yang biasa dipakai pada pipa bertekanan tinggi dan pada saat pemakaian masih mampu bertahan. *Seal* Polimer diletakan pada posisi sepanjang lingkaran pintu karena pada pintu tidak terpapar langsung dengan udara panas dari *chamber*. Gambar 4.3 menunjukan tutup *furnace* yang terdapat *seal* polimer di sekelilingnya.



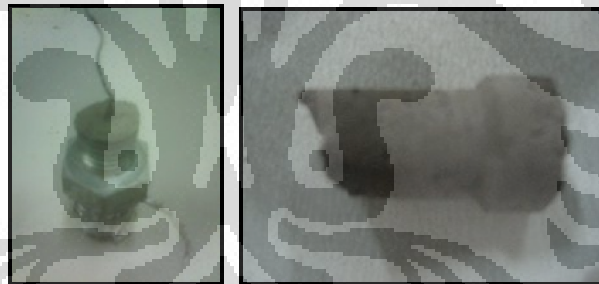
Gambar 4.3 Tutup *furnace* yang terdapat *seal*

Dibutuhkan *seal* yang memiliki sifat sebagai insulator listrik pada posisi elektroda karena elektroda digunakan sebagai penghantar arus agar terjadinya proses ionisasi oksigen. Untuk menutupi kebocoran arus maka diperlukan sifat

insulator listrik. Pilihan jatuh pada bahan Polimer yang sama seperti sebelumnya atau pada keramik.

Bahan polimer tidak dapat digunakan pada posisi elektroda. Polimer terkena langsung dengan udara panas sehingga mengkerut dan sifat adhesif dengan kawat elektroda hilang dan menyebabkan elektroda jatuh. Oleh sebab itu *seal* pada posisi ini memakai berbahan dasar keramik. Ketika dilakukan pengujian memakai multimeter, multimeter menunjukkan seperti rangkaian yang terputus (*cut off*), sehingga bahan ini cukup baik untuk melindungi elektroda dan menempel bagus pada lubang maupun kawat elektroda.

Secara pemakaian pemakaian bahan keramik ini tidak efektif apa bila dibandingkan berbahan polimer. Bahan keramik ini harus dicetak langsung pada lubang yang disediakan pada elektroda setiap ingin dilakukan proses. Untuk sementara *seal* ini bagus untuk menahan laju udara dari luar. Gambar 4.4 menunjukkan bahan keramik pada elektroda dan yang telah dikeluarkan dari lubang yang menjadi rapuh karena proses pengeluaran paksa.



Gambar 4.4 Baut elektroda dan *seal* keramik setelah proses.

▣ Atmosfir *Chamber* sistem Pemanas

Tekanan yang terukur pada dalam *chamber* akan dibaca oleh *gauge* yang tersambung. Karena *seal* tidak bermasalah dengan panas penggunaan maka dilakukan pengujian kededapan dengan memperhatikan tekanan *chamber*. Hasil yang ditunjukkan mengatakan masih terdapat kebocoran udara pada *chamber*. Hal tersebut terlihat ketika tekanan turun kemudian keran penghubung pompa dan *chamber* ditutup maka tekanan menjadi normal kembali. Kebocoran mungkin

berasal dari salah satu *seal* yang belum sempurna atau mungkin di suatu tempat pada badan *furnace*. Tekanan yang dapat turun disebabkan besarnya kebocoran tidak melebihi lubang pipa penghubung antara *furnace* dan pompa sehingga tekanan yang turun kemudian mengalami saturasi pada titik tertentu. Berkurangnya tekanan akan menyebabkan berkurangnya volume udara dalam *chamber*. Walaupun kekedapan tidak sempurna, tetapi dengan terus dihisap saat terjadinya proses dan dijaga pada tekanan saturasi diharapkan tingkat korosifitas berkurang dalam *chamber*.

▣ Elemen Pemanas dan *Temperature Controller*

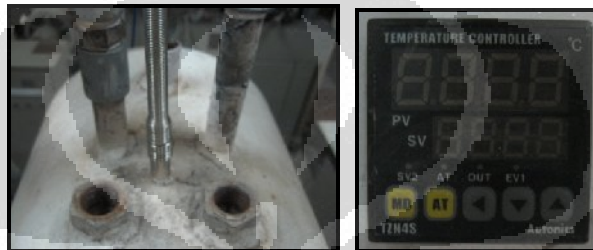
Terdapat sedikit perubahan dari desain awal. Salah satunya posisi *heating element* yang ditanamkan pada dinding *chamber*. Hal ini dilakukan agar dapat bertahan di lingkungan yang korosif. Dinding *Chamber* terbuat dari semen tahan api yang kemudian dilapisi *fire brick* dan *alumina towel* sebagai insulator panas. Gambar 4.5. Menunjukkan isi *chamber* dari *furnace* ini. Elemen pemanas yang digunakan berupa nikelin yang mampu bertahan hingga 1600°C berdasarkan spesifikasi.



Gambar 4.5 *Chamber* dari *furnace*

Termokopel yang digunakan berupa tipe-K yang mampu bertahan hingga temperature 1300°C. Termokopel ini terhubung dengan *controller* merek Autonic versi TZN4S. Untuk menahan temperatur di dalam maka *controller* ini terhubung pada relay. Relay ini akan memutus arus apabila temperature terbaca sudah melewati temperatur program yang kita masukan. Posisi termokopel diletakan berdekatan dengan posisi *crucible* untuk mengurangi gradient temperature antara

posisi proses berlangsung dengan temperature yang terbaca pada *controller*. Lamanya kenaikan suhu berbeda-beda tergantung pada kondisi sumber AC yang diberikan. Simpangan temperature pada posisi apabila diacu pada suhu program memiliki besar $\pm 10^{\circ}\text{C}$ yang beresilasi terhadap temperature acuan. Apabila dipanaskan diikuti dengan penyedotan udara maka kenaikan suhu yang dibutuhkan akan lebih lama dari kondisi normal yang disebabkan tekanan yang berkurang



Gambar 4.6 Posisi termokopel yang berdekatan dengan lubang elektroda dan *Temperature controller*.

4.3. Hasil Kawat Elektroda Setelah Proses

Dengan mengamati bentuk fisik dari kawat penghantar arus mau pun anoda ingin diketahui apakah korosi yang parah terjadi pada elektroda. Sistem kedap yang tidak sempurna menyebabkan lingkungan yang tidak sama sekali korosif sulit untuk didapatkan. Walaupun begitu diharapkan tingkat korosifitas yang terjadi berkurang. Setelah melewati suhu 950°C dimana suhu elektrolisis berlangsung dengan terpapar langsung dengan lelehan garam selama 3 jam didapat kawat hanya berwarna hitam, tetapi yang tidak terpapar langsung hanya berwarna lebih tua dari warna asal. Kawat tetap lentur dan tidak mudah putus tidak seperti pada kawat yang digunakan pada sistem *furnace* sebelumnya yang menjadi rapuh. Kawat kanthal sebagai penghubung dengan pellet TiO_2 tetap sama kondisinya seperti pada *furnace* awal, yaitu menjadi rapuh dan tidak lentur lagi. Lingkungan yang masih korosif dan diameter kawat yang lebih kecil dari NiCr membuatnya lebih mudah terkorosi oleh lingkungan dari pada kawat NiCr.



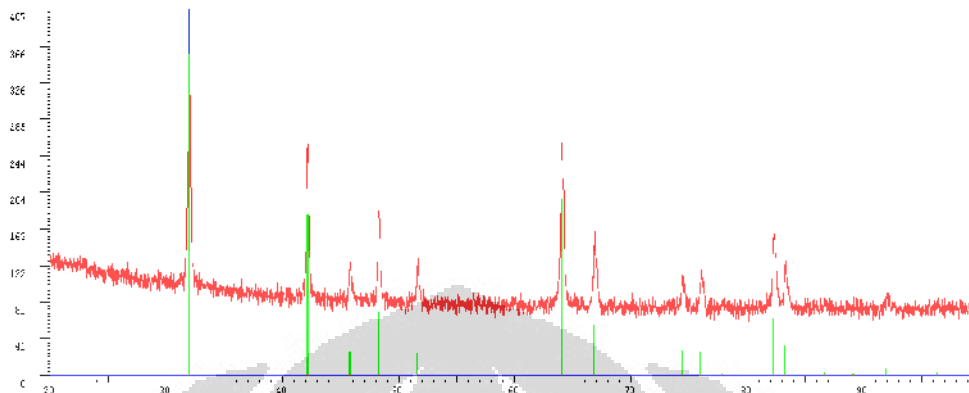
Gambar 4.7 Kawat penghantar arus sesudah proses berlangsung. NiCr (kiri) dan kanthal (kanan) .

4.4. Hasil Preparasi Sampel Sebelum dilakukan Proses FFC

Seperti yang diketahui penelitian ini melanjutkan penelitian sebelumnya. Bahan baku rutil TiO_2 yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari pigmen cat putih yang dijual secara komersial tetapi memiliki merek yang berbeda dengan penelitian pendahuluan yang telah dilakukan. Untuk mengidentifikasi apakah bahan ini memakai rutil atau tidak maka dilakukan beberapa Analisa secara kualitatif dan kuantitatif. Adapun karakteristik yang digunakan berupa XRD dan XRF. Analisis secara kualitatif dilakukan dengan melihat pola difraksi sinar X. Pola difraksi ini dibandingkan dengan data literatur yang sudah ada di dalam database ICDD PDF2.

4.4.1. Identifikasi Pigmen Cat yang digunakan

Gambar 4.8 memperlihatkan pola difraksi dari pigmen cat putih. Jumlah puncak-puncak difraksi yang signifikan untuk diidentifikasi disajikan pada Tabel 4.1. Sebagaimana yang diperlihatkan, ada 11 puncak difraksi yang digunakan untuk identifikasi. Berdasarkan hasil identifikasi diketahui bahwa puncak-puncak difraksi sangat sesuai dengan puncak-puncak difraksi pada TiO_2 dari data file no. ID 78-2485. Dari perbandingan pola ini dapat disimpulkan rutil yang digunakan dalam pigmen ini berupa rutil synthetic dan dalam ICDD memiliki no. 78-2485. Perbandingan puncak pola hasil XRD dan data ICDD 78-2485 secara 2-theta dapat dilihat pada gambar 4.8 Pengidentifikasi secara grafik ini memakai software Xpowder versi 2004.04.46. Sedangkan perbandingan d_{hkl} antara ICDD 78-2485 dan XRD dapat dilihat pada table 4.1.



Gambar 4.8 Pola difraksi XRD Pigmen TiO_2 (merah) dan Puncak Difraksi TiO_2 (rutile sintetik) berdasarkan database ICDD 78-2485 (hijau)

Dapat dilihat keseluruhan puncak yang terdeteksi merepresentasikan fasa rutile sintetik secara d_{hkl} maupun 2-theta dan tidak terdeteksi fasa lain dalam pola difraksi ini. Karena fasa yang terdeteksi hanya milik rutile maka tidak diperlukan analisis kuantitatif, hanya akan dilakukan secara kualitatif dari pola XRD.

Tabel 4.1 Perbandingan d_{hkl} antara ICDD dan eksperimen-Pigmen TiO_2

no	Nilai d_{hkl}		Senyawa	No ID
	Eksp.	ICDD		
1	3,2521	3,2482	TiO_2	78-2485
2	2,4886	2,4874	TiO_2	78-2485
3	2,2963	2,2968	TiO_2	78-2485
4	2,1876	2,1873	TiO_2	78-2485
5	2,0533	2,0543	TiO_2	78-2485
6	1,6873	1,6874	TiO_2	78-2485
7	1,6234	1,6241	TiO_2	78-2485
8	1,4790	1,4793	TiO_2	78-2485
9	1,4521	1,4526	TiO_2	78-2485
10	1,3592	1,3599	TiO_2	78-2485
11	1,3455	1,3463	TiO_2	78-2485

Analisis dari XRF menunjukkan presentase unsur yang terdapat dalam pigmen cat ini tetapi tidak dapat mendeteksi unsur dengan nomor atom dibawah 11 (Natrium). Presentase kandungan berdasarkan analisis XRF ditunjukkan pada

table 4.2. Tabel 4.2.a menunjukkan presentase unsur yang terkandung dalam pigmen, sedangkan table 4.2.b merupakan hasil simulasi software yang mendukung alat XRF ini apabila unsur tersebut semua dalam bentuk oksidanya. Apabila dilihat berdasarkan hasil simulasi ini terdapat 3.35% fasa Al_2O_3 selain dari fasa TiO_2 . Fasa ini tidak terdeteksi pada XRD karena XRD tidak mendeteksi fasa dengan weight%(wt%) kurang dari 4% dan begitu pula 0.65 wt% fasa lainnya pun tidak teridentifikasi, sehingga puncak yang terdeteksi hanya puncak dari fasa TiO_2 .

Tabel 4.2 wt% Pigmen TiO_2 berdasarkan analisis XRF.(a) wt% unsur yang terkandung.(b) wt% apabila diestimasi menjadi senyawa oksida

(a)

No	XRF	
	Senyawa	Weight %
1	Al	2.3493
2	Si	0.0883
3	Ti	96.7909
4	V	0.2338
5	Zr	0.5337
	Jumlah	99.9966

(b)

No	XRF	
	Senyawa	Weight %
1	Al_2O_3	3.3576
2	SiO_2	0.1496
3	TiO_2	95.9219
4	V_2O_3	0.2029
5	ZrO_2	0.3767
	Jumlah	100.00

Hasil karakteristik yang didapat tidak berbeda jauh dengan pigmen TiO_2 pada penelitian selanjutnya. Pigmen yang digunakan bukan untuk keperluan analisis sehingga banyak senyawa lain yang terkandung di dalam, seperti Al yang mencapai 2,3 %, untuk keperluan industri cat.

4.4.2. Katoda dalam proses FFC

Dengan mengacu pada penelitian sebelumnya maka gaya tekan untuk menghasilkan pellet sebagai elektroda yang bagus sebesar 25 kN(2.5 ton), tetapi dicoba untuk menghasilkan pellet dengan ketebalan yang optimum agar menjadi pellet yang bagus. Masalah untuk mendapatkan pellet yang bagus timbul dikarenakan bubuk rutile dicetak bersamaan dengan kawat elektroda (kanthal). Rutile yang dicetak dengan tidak memakai kawat tidak memiliki masalah dengan ketebalan yang ingin dihasilkan. Dari beberapa kali melakukan proses pencetakan maka dihasilkan katoda yang bagus atau tidak pecah saat dikeluarkan dari cetakan dengan asumsi ketebalan 0.1 cm dengan berat yang telah dikalkulasi secara teori 0.765 gram. Semakin tebal katoda maka semakin mudah pecah di tengah tepatnya dibagian kawat terletak. Katoda yang digunakan untuk proses selanjutnya mempunyai tebal 0.1 cm secara perhitungan.

Sintering yang dilakukan mencapai 1050°C agar didapatkan katoda yang kuat. Pada temperatur ini katoda menjadi padat dan tidak mudah pecah dan juga fasa yang sebelumnya rutile tidak berubah fasa. Apabila terjadi keretakan yang sedikit saja pada pellet maka akan menyebabkan keretakan semakin melebar setelah dipanaskan. Dari segi fisik tidak terjadi perubahan yang berarti pada sampel RS1 dan RS4, pellet yang dihasilkan berwarna putih kekuning-kuningan. Gambar 4.9 menunjukkan foto pellet yang telah disintering 1050°C selama 1 jam.



Gambar 4.9 Katoda hasil Sintering 1050°C selama 1 jam

4.5. Sampel hasil proses FFC

Setelah dilakukan proses reduksi dengan metode FFC didapat sampel 2 buah, yaitu RS1 dan RS4. Kedua sampel tersebut diidentifikasi langsung dengan XRD setelah terlebih dahulu dilakukan hidrasi. Untuk menghasilkan puncak difraksi yang bagus maka dilakukan peleburan dengan metode *arc melting* dengan kode RMX. Hasil peleburan ini diidentifikasi kembali dengan XRD, XRF, dan SEM.

4.5.1 Identifikasi Sampel RS1

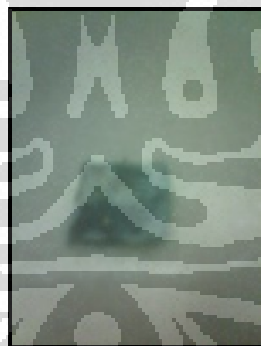
Sampel RS1 merupakan TiO_2 dengan fasa rutil sintetik yang telah disintering selama 1 jam. Sampel ini dimasukkan ke dalam bubuk CaCl_2 pada crucible keramik sebagai katoda dan batang karbon sebagai anoda yang kemudian dipanaskan hingga 950°C sampai CaCl_2 tersebut menjadi lelehan. Pemberian tegangan 3.3 Volt dc dilakukan pada kedua elektroda agar terjadi reduksi pada titanium dioksida menjadi titanium logam setelah temperatur tercapai.

Kawat elektroda penghantar arus pada katoda menjadi rapuh sehingga dengan sedikit sentuhan saja akan putus dan meninggalkan katoda di dalam CaCl_2 yang sudah membeku. Karena sifat garam yang mudah larut oleh air maka pengambilan katoda dilakukan dengan menghilangkan CaCl_2 yang menyelubunginya dengan air yang berupa aquades yang dialirkan. Katoda yang berhasil diekstrak dari lelehan garam yang membeku apabila diletakan pada udara bebas akan terlihat basah walaupun sudah dikeringkan sebelumnya. Basahnya katoda kemungkinan disebabkan CaCl_2 masih terdapat pada katoda dan tidak bisa dihilangkan dengan mudah. Untuk menghilangkan CaCl_2 yang tersisip maka katoda pun direndam dalam aquades selama semalam. Setelah direndam dalam aquades katoda dikeringkan diatas kertas saring dan tidak basah lagi seperti sebelumnya. Perubahan fisik setelah dihidrasi, yaitu pellet yang menjadi lebih rapuh. Ini menandakan posisi yang sebelumnya ditempati oleh CaCl_2 sudah kosong karena larut dalam aquades sehingga katoda menjadi lebih berpori-pori dan mudah hancur.



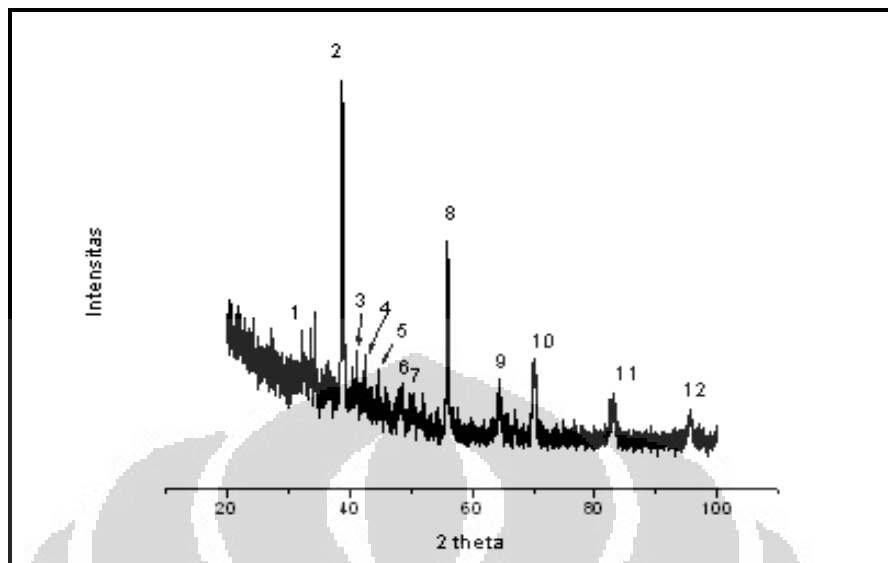
Gambar 4.10 Proses hidrasi pellet untuk menghilangkan CaCl_2 yang tersisa

Terjadi perubahan bentuk fisik pada terutama pada warna katoda yang telah dielektrolisis. Perubahan tersebut dapat dilihat pada gambar 4.11. Katoda yang sebelumnya berwarna putih kekuning-kuningan menjadi berwarna hitam keabu-abuan. Perubahan warna ini menandakan telah terjadi suatu reaksi selama proses FFC ini berlangsung. Reaksi ini diakibatkan pemberian beda potensial pada kedua elektroda tersebut. Perubahan warna yang mencolok tidak akan terjadi apabila tidak diberikan beda potensial, hal tersebut telah dilakukan pada penelitian sebelumnya oleh M. Ikhwan (2004).



Gambar 4.11 Sampel RS1 setelah proses FFC

Untuk mengetahui fasa apakah yang telah terbentuk akibat proses ini maka dilakukan pengidentifikasian pola difraksi sinar-X yang telah dilakukan. Pola difraksi sampel RS1 dapat dilihat pada gambar 4.12 tanpa memperhatikan skala dari intensitas yang terbentuk



Gambar 4.12 Pola difraksi RS1 setelah proses FFC

Dengan memakai literatur database ICDD PDF2 yang dibuka memakai PCPDFWIN terdapat 12 puncak yang berhasil teridentifikasi. Pencocokan puncak yang terbaca dengan memperhatikan jarak antar bidang (d_{hkl}) difraksi sinar-X yang teramati dengan database. Hasil identifikasi puncak dapat dilihat pada tabel

Tabel 4.3 Hasil identifikasi puncak RS1 paska proses FFC

No	Nilai d_{hkl}		Senyawa	No ID
	Eksp.	ICDD		
1	3,2250	3,2482	TiO ₂	782485
2	2,6973	2,7032	CaTiO ₃	781013
3	2,5464	2,5550	Ti	441294
4	2,4738	2,4874	TiO ₂	782485
5	2,3478	2,3410	Ti	441294
6	2,2944	2,2968	TiO ₂	782485
7	2,1862	2,1873	TiO ₂	782485
8	1,9081	1,9129	CaTiO ₃	781013
9	1,6831	1,6874	TiO ₂	782485
10	1,5597	1,5555	CaTiO ₃	781013
11	1,3489	1,3516	CaTiO ₃	781013
12	1,2082	1,2081	CaTiO ₃	781013

Berdasarkan identifikasi yang dapat dilihat pada tabel 4.3 terdapat 3 fasa utama yang terdeteksi pada pola difraksi yang teramati. Fasa tersebut berupa CaTiO_3 , TiO_2 dan Ti. Semua fasa dominan mengandung unsur Ti yang merupakan unsur penyusun utama pada bahan dasar katoda ini seperti yang dapat dilihat pada tabel 4.3. Terdapat 5 puncak yang terdeteksi memiliki kesesuaian nilai d_{hkl} teramati dengan database PDF2 dengan no. file 78-1013, yaitu puncak no. 2, 8, 10, 11, dan 12 yang dapat dilihat pada gambar 4.12. Puncak bahan dasar katoda (Rutile sintetik) masih terdeteksi pada pola difraksi ini, puncak ini ditunjukkan dengan no. 1, 4, 6, 7, dan 9 yang bersesuaian dengan no. file 78-2585 pada database PDF2. Puncak fasa titanium yang terdeteksi memiliki intensitas relatif yang sangat kecil hampir seperti *noise* yang ditunjukkan pada no.3 dan 5 pada tabel 4.3 maupun gambar 4.12. Fasa titanium ini memiliki kesesuaian d_{hkl} dengan fasa titanium database PDF2 no. file 44-1294. Dari ketiga fasa yang terbentuk puncak yang memiliki intensitas terbesar pada sudut 2-theta $38,735^\circ$ dengan d_{hkl} 2.6973 yang dimiliki oleh fasa CaTiO_3 .

4.5.2. Identifikasi Sampel RS4

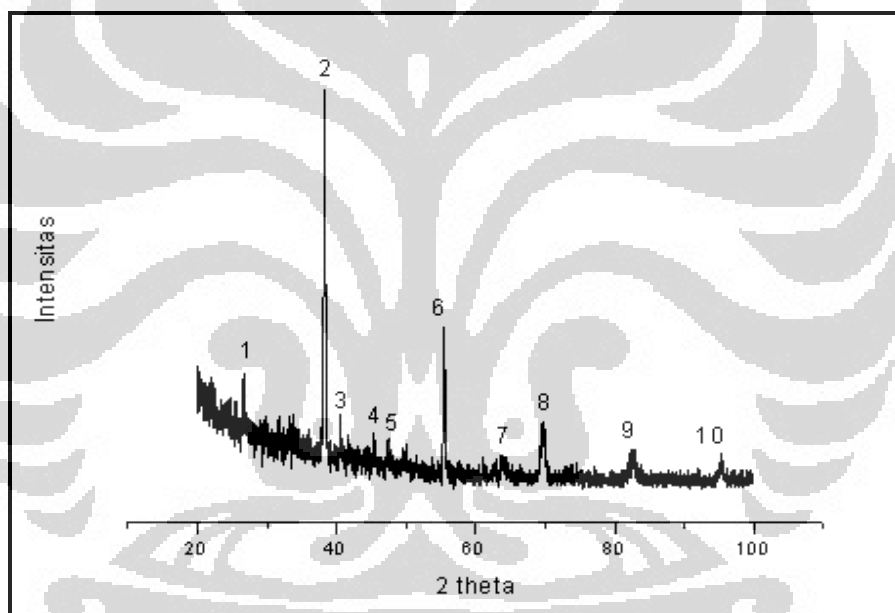
Sampel RS4 merupakan TiO_2 dengan fasa rutile yang telah disintering selama 4 jam. Digunakan sebagai katoda yang akan lalu diberikan beda potensial pada suhu 950°C dengan menggunakan elektrolit lelehan garam dan anoda berupa batang karbon. Pemberian beda potensial 3,3 Volt DC dilakukan setelah temperatur mencapai 950°C .



Gambar 4.13 Sampel RS4 setelah proses FFC

Proses pengambilan sampel dari lelehan garam yang sudah membeku sama seperti sampel RS1. Sampel ini dihidrasi dengan aquades selama semalaman untuk menghilangkan CaCl_2 yang masih tertinggal dalam CaCl_2 . Bentuk fisik dari sampel RS4 berwarna hitam dan terdapat bagian yang berwarna abu-abu sama seperti sampel RS1 tetapi dengan jumlah yang lebih sedikit. Dari segi fisik tidak terdapat perbedaan yang berarti antara kedua sampel ini. Pellet sampel RS4 menjadi rapuh setelah dihidrasi untuk menghilangkan CaCl_2 yang tersisa.

Pengidentifikasian fasa yang terbentuk kembali dilakukan dengan mengamati pola hasil difraksi sinar-X. Pada gambar 4.14 diperlihatkan gambar pola difraksi sinar-X sampel RS4 tanpa memperhatikan skala intensitas puncak.



Gambar 4.14 Pola difraksi RS4 setelah proses FFC

Pengidentifikasian puncak dilakukan dengan mengacu pada database ICDD PDF2. Terdapat 10 puncak pola difraksi yang berhasil diidentifikasi dari pola difraksi teramati karena kesesuaiannya dengan nilai d_{hkl} dari database ini. Keseluruhan puncak yang berhasil dideteksi dapat dilihat pada tabel 4.4 dalam bentuk nilai d_{hkl} .

Tabel 4.4 Hasil identifikasi sampel RS4 paska proses FFC

No	Nilai d_{hkl}		Senyawa	No ID
	Eksp.	ICDD		
1	3,8875	3,8259	CaTiO ₃	782485
2	2,7271	2,7032	CaTiO ₃	781013
3	2,5791	2,5550	Ti	441294
4	2,3176	2,3410	Ti	441294
5	2,2311	2,2430	Ti	441294
6	1,9230	1,9129	CaTiO ₃	781013
7	1,6906	1,6874	TiO ₂	782485
8	1,5624	1,5555	CaTiO ₃	781013
9	1,3537	1,3516	CaTiO ₃	782485
10	1,2116	1,2140	CaTiO ₃	781013

Berdasarkan pengidentifikasian fasa dari pola difraksi ini terdapat 3 fasa yang puncak-puncaknya terdeteksi. Tiga fasa tersebut berupa fasa TiO₂, Ti dan CaTiO₃. Puncak dari fasa TiO₂ terdeteksi dengan jelas pada pola yang teramati hanya pada posisi puncak no.7. Tiga puncak terbesar dari titanium terdeteksi pada RS4 tetapi tetap memiliki intensitas relatif yang kecil bila dibandingkan puncak CaTiO₃ no.2. Ketiga puncak tersebut terdapat pada puncak no. 3, 4, dan 5 yang memiliki kesesuaian dengan PDF2 no. file 44-1294. Puncak dari fasa CaTiO₃ ditunjukkan oleh puncak no. 1, 2, 6, 7, 8, 9 dan 10 yang memiliki kesesuaian d_{hkl} dengan database PDF2 no. file 78-1013. Puncak titanium pada RS4 lebih terlihat jelas dari pada puncak titanium dari RS1, tetapi dengan intensitas relatif yang sama kecil.

4.5.3. Analisa hasil identifikasi RS1 dan RS4

Secara bentuk fisik terjadi perubahan warna yang tidak merata pada sampel RS1 dan RS4. Berdasarkan pada identifikasi fasa dari pola difraksi masih ditemukan fasa rutile sintetik. Bagian sampel yang berwarna abu-abu diperkirakan merupakan fasa dari rutile yang tercampur dengan fasa lainnya seperti CaTiO₃ atau Ti karena rutile yang dipakai memiliki warna putih kekuningan. Sedangkan

wana kehitaman diperkirakan dimiliki sebagian besar oleh fasa CaTiO_3 yang memiliki puncak dengan intensitas relatif terbesar. Pada sampel ini terlihat indikasi pembentukan fasa titanium dengan puncak yang intensitas relatifnya sangat kecil hampir menyerupai *noise*.

Pembentukan oksida yang mengandung Ca seperti CaTiO_3 pada proses ini tidak bisa dijelaskan tanpa peristiwa pembentukan CaO . Terdapat beberapa analisa mengenai pembentukan CaO ini. Salah satunya, yaitu karena CaCl_2 yang bersifat higroskopik ini mengikat H_2O gas yang terdapat pada sekitarnya seperti pada udara bebas dan membentuk $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Ketika H_2O terlepas dari CaCl_2 dan menjadi gas maka mereka pada suhu tinggi akan bereaksi membentuk CaO dan HCl dengan reaksi pada persamaan (4.1).

Endapan berwarna putih terlihat pada sekitar dinding crucible. Endapan ini tidak larut apabila diberikan air dan menempel dengan kuat pada dinding crucible keramik. Diperkirakan endapan ini merupakan CaO yang terbentuk selama pemanasan berlangsung. CaO hasil reaksi ini akan membentuk CaTiO_3 apabila kontak dengan TiO_2 walaupun elektroda tidak dialiri oleh arus akibat beda potensial yang diberikan. Pada penelitian sebelumnya terbentuk fasa CaTiO_3 tanpa diberikan beda potensial dengan puncak yang terbaca memiliki intensitas relatif yang kecil (M. Ikhwan, 2004).

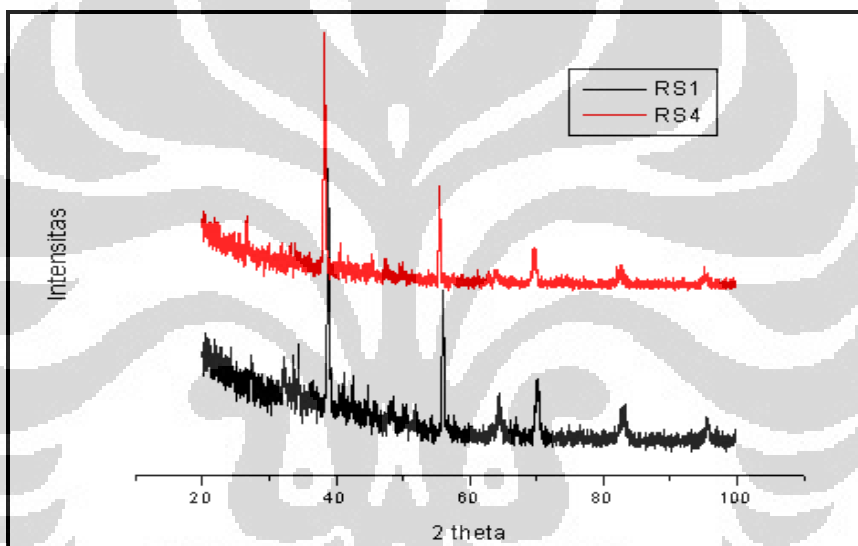
Pembentukan CaTiO_3 dapat terjadi juga secara elektrokimia. Katoda yang berupa oksida titanium menjadi reaktif di dalam lelehan CaCl_2 (K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004). Reaksi-reaksi yang melibatkan ion Ca^{2+} dan TiO_2 pada katoda dapat ditulis sebagai berikut:



Reaksi ini melibatkan ion Ca^{2+} yang berada di dekat katoda. Apabila reaksi ini berlangsung secara sempurna pada katoda maka reaksi elektrokimia ini akan membantu proses reduksi dari TiO_2 untuk menjadi logam titanium. Kontak fisik antara CaO dan TiO_2 akan membentuk endapan CaTiO_3 pada sampel. Fasa CaTiO_3 yang berasal dari kontak CaO hasil reaksi elektrokimia merupakan fasa

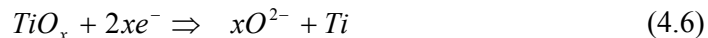
intermediate yang terbentuk selama proses elektrolisis. Sedangkan fasa CaTiO_3 yang berasal dari kontak CaO hasil reaksi CaCl_2 dengan H_2O merupakan fasa pengotor yang akan mengganggu aliran ion O^{2-} yang akan menuju ke anoda.

Perbandingan pola difraksi antara sampel RS1 dan RS4 dapat dilihat pada gambar 4.15. Kedua Sampel menunjukkan indikasi pembentukan fasa titanium dengan terdapatnya puncak-puncak fasa titanium pada pola difraksi walaupun dengan intensitas yang kecil. Pada RS1 masih terlihat puncak-puncak yang berasal dari TiO_2 walaupun sangat kecil, sedangkan pada pola RS4 puncak TiO_2 tidak terlihat atau mungkin tertutup oleh *noise*. Sedangkan fasa paling dominan ditunjukkan oleh fasa CaTiO_3 .



Gambar 4.15 Perbandingan antara sampel RS1 dan RS4

Terbentuknya fasa CaTiO_3 yang sangat dominan dapat disebabkan CaO yang telah mengendap pada TiO_2 tidak larut ke dalam lelehan yang ada. Oksida sesungguhnya tidak dapat larut dalam lelehan klorida, tetapi CaO dikatakan memiliki kelarutan terhadap lelehan CaCl_2 sebanyak 20mol%.(R. O. Suzuki, 2007). CaO yang mengendap lalu membentuk ikatan dengan TiO_2 dan membentuk CaTiO_3 . Fasa akan ini menghalangi aliran elektron untuk mengionisasi O^{2-} dalam TiO_2 dengan reaksi pada katoda secara perlahan sebagai berikut :



Jika reaksi diatas berlangsung maka TiO_{2-x} memiliki sifat yang konduktif akan mengalirkan elektron melalui TiO_{2-x} ini yang biasa disebut sebagai fasa magnelli (K.S. Mohandas & D. J. Fray, 2004).

Endapan CaO yang tidak larut dalam $CaCl_2$ disebabkan garam ini tidak meleleh secara sempurna. Lelehan garam yang telah membeku dapat dilihat pada gambar 4.16. Pada gambar tersebut permukaan lelehan garam yang terbentuk tidak rata tetapi masih kasar. Fasa CaO hasil reaksi elektrokimia yang terjadi disekitar katoda sukar untuk larut kedalam $CaCl_2$ yang tidak meleleh, sehingga hanya mengendap pada katoda. Teramati indikasi pembentukan fasa titanium dengan puncak-puncak yang kecil. Hal ini menandakan garam tidak sepenuhnya tidak meleleh tetapi hanya sebagian yang meleleh. Ionisasi O^{2-} maupun reduksi langsung oleh Ca yang terbentuk di katoda diperlukan medium untuk membawa ion O^{2-} ini untuk menuju pada anoda dan melepas CaO dari katoda.



Gambar 4.16 Lelehan Garam yang telah membeku

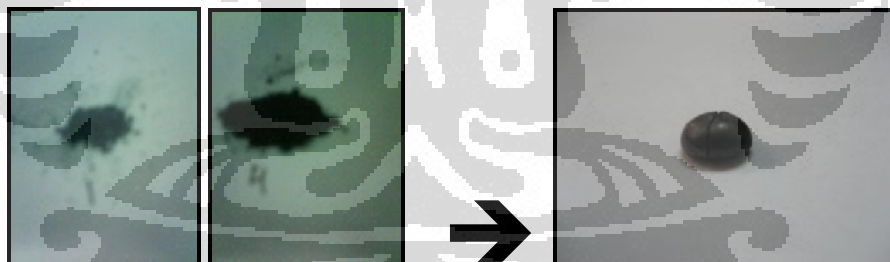
Titik Leleh dari garam $CaCl_2$ berada disekitar tempertur $762^{\circ}C$. Pembacaan temperatur pada *temperature controller* menunjukkan angka $950^{\circ}C$ pada saat proses berlangsung. Garam yang seharusnya meleleh ternyata tidak meleleh sempurna pada suhu $950^{\circ}C$. Hal ini disebabkan kekeliruan pembacaan oleh *temperture controller* yang digunakan.

Sistem vakum yang belum sempurna menyebabkan belum dapat menghindari proses oksidasi kembali setelah terjadinya reduksi. Pada saat temperatur tinggi oksigen dapat berdifusi ke dalam garam yang sedang meleleh. Apabila ini terjadi maka Ti yang telah terbentuk akan kembali menjadi TiO_2 ,

karena Ti sangat mudah teroksidasi. Masih terbentuknya fasa TiO_2 pada pola difraksi mungkin disebabkan oleh peristiwa ini, walaupun dengan hasil TiO_2 yang tidak signifikan.

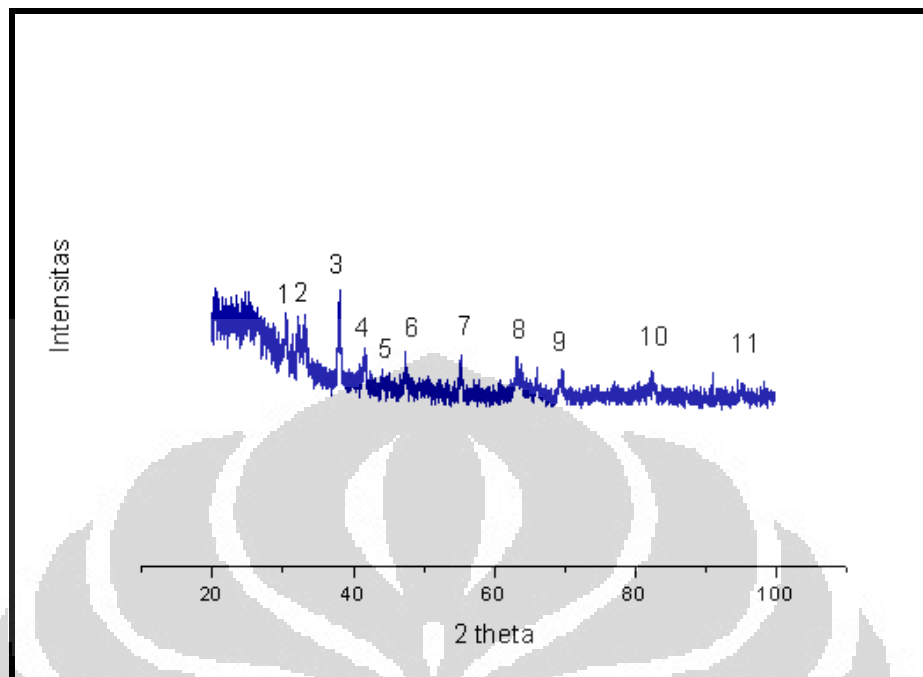
4.5.4. Identifikasi Sampel Paska *Arc Melting*

Sampel RS1 dan RS4 yang telah dilakukan karakteristik kemudian dicampur dan dilelehkan memakai *Arc Melting*. Proses *Arc Melting* dilakukan agar terjadi kristalisasi fasa titanium sehingga dapat mendapatkan puncak fasa titanium dengan intensitas relatif yang lebih tinggi dari pada saat setelah proses FFC sehingga lebih mudah dideteksi dengan XRD dan menghilangkan pengotor-pengotor lainnya. Gambar 4.17 menunjukkan sampel RS1 dan RS4 yang sudah menjadi bubuk dan ingot (RMX) yang didapat setelah *melting*. Sampel RMX ini berwarna hitam sesuai dengan warna ketika menjadi bubuk. Sampel RS1 dan RS4 dihancurkan kemudian dicetak menjadi pellet dan dimasukkan ke dalam *chamber*. Sampel dalam bentuk pellet dibutuhkan agar sampel tidak terbang saat proses *melting*.



Gambar 4.17 Sampel RS1 dan RS4 sebelum *melting* (kiri) dan *ingot*(RMX) yang di dapat setelah proses *melting*

Sampel RMX yang didapat dari proses Arc melting ini bersifat *brittle*. Sifat ini dikarenakan masih terdapat fasa CaTiO_3 dan TiO_2 yang terkandung di dalam RMX. Karena masih bersifat *brittle* maka untuk mempermudah pengambilan pola difraksi ingot ini dihancurkan kembali untuk mendapatkan bentuk bubuknya kemudian diletakkan diatas preparat yang telah diberikan *double tip* terlebih dahulu. Pola difraksi sinar-X dari sampel RMX dapat dilihat pada gambar 4.18.



Gambar 4.18 Pola difraksi sampel RMX bubuk

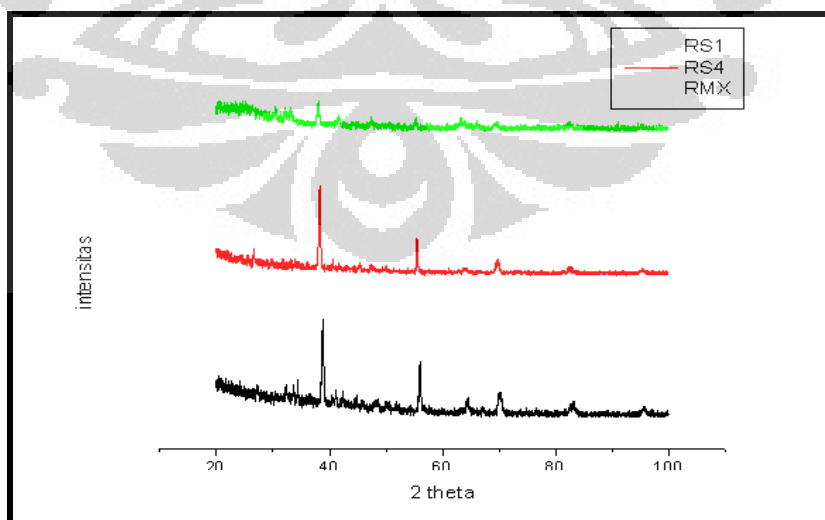
Pengidentifikasi puncak dilakukan memakai database ICDD PDF2 yang dapat dibuka memakai PCPDFWIN. Keseluruhan puncak yang telah teridentifikasi terdapat 11 buah dan terangkum pada table 4.5 . Pengidentifikasi dilakukan dengan pencocokan nilai d_{hkl} dari sampel RMX dengan database.

Tabel 4.5 Hasil identifikasi Sampel RMX

no	Nilai d_{hkl}		Senyawa	No ID
	Eksp.	ICDD		
1	3,4072	3,4209	CaTiO ₃	781013
2	3,2284	3,2482	TiO ₂	782485
3	2,7450	2,7032	CaTiO ₃	781013
4	2,5238	2,5550	Ti	441294
5	2,3839	2,3410	Ti	441294
6	2,2251	2,2430	Ti	441294
7	1,9300	1,9129	CaTiO ₃	781013
8	1,7085	1,6874	TiO ₂	781013
9	1,5680	1,5555	CaTiO ₃	781013
10	1,3565	1,3516	CaTiO ₃	781013
11	1,2120	1,2081	CaTiO ₃	781013

Berdasarkan pengidentifikasian terdapat 3 fasa penyusun sampel RMX. Fasa tersebut berupa CaTiO_3 , TiO_2 , dan Ti. Puncak-puncak yang terdeteksi memiliki kemiripan dengan sampel RS1 dan RS4. Fasa CaTiO_3 memiliki puncak dengan intensitas relatif terbesar, yaitu di titik d_{hkl} 2.7450 pada puncak no. 3. Secara keseluruhan terdapat 7 puncak CaTiO_3 yang berhasil teridentifikasi dan puncak tersebut terdapat pada puncak no.1, 2, 3, 7, 9, 10, dan 11 berdasarkan pada PDF2 file no. 78-10138. Fasa titanium yang pada PDF2 memiliki no. file 44-1294 terdeteksi 3 puncak terbesarnya lebih jelas dari pada sampel RS1 dan RS4. Puncak pada fasa Ti dapat dilihat pada puncak no. 4, 5, dan 6. Terlihat masih terdapat fasa TiO_2 rutile yang mungkin berasal dari sampel RS1 pada puncak no. 2 dan 8. Pencocokan fasa rutile TiO_2 memakai ICDD PDF2 no. 78-2485. Perbandingan pola difraksi ketiga sampel, RS1, RS4, dan RMX, dapat dilihat pada gambar 4.19.

Terlihat intensitas relatif keseluruhan fasa terhadap fasa CaTiO_3 meningkat. Besarnya intensitas relatif fasa titanium terhadap CaTiO_3 yang meningkat mungkin disebabkan intensitas CaTiO_3 yang berkurang. Bila diperhatikan intensitas TiO_2 yang juga meningkat terhadap CaTiO_3 . Titik leleh oksida CaTiO_3 yang sangat tinggi dibandingkan fasa yang lain menyebabkan CaTiO_3 sulit untuk melebur (titik leleh CaTiO_3 : 1975°C). Hal ini diperlihatkan dengan berkurangnya fasa jumlah CaTiO_3 yang sebanding dengan intensitas pola difraksi.



Gambar 4.19 Perbandingan pola difraksi RMX, RS1, dan RS4

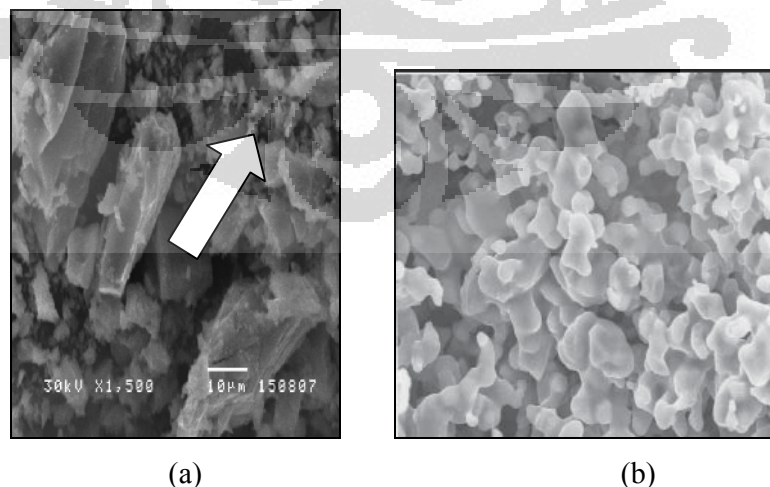
Tabel 4.6 Hasil XRF sampel RMX

Unsur	wt%	at/mol(%)
Al	1,5485	2,6655
Si	0,4187	0,6924
Ca	8,6212	9,9901
Ti	89,4014	86,4014
Fe	0,3013	0,2506

Tabel 4.6 menunjukkan besarnya wt% dan at% dari unsur-unsur penyusun dari sampel RMX. Kandungan Ca yang sampai 10 at/mol % apabila berubah seluruhnya menjadi fasa CaTiO_3 maka akan terbentuk CaTiO_3 sejumlah ~20 % setelah proses peleburan. Sisa penyusun dapat berbentuk TiO_2 maupun Ti karena kedua fasa tersebut terdeteksi melalui pola difraksi sinar-X.

4.5.5. Hasil Observasi SEM Sampel RMX

Pengamatan menggunakan SEM untuk melihat apakah butir titanium telah terbentuk. Butir titanium berbentuk seperti anggur (K. S. Mohandas & D. J. Fray, 2004). Observasi SEM dilakukan pada sampel RMX yang telah dihancurkan. Perbesaran yang dilakukan sebesar 1500x. Butir yang menyerupai titanium hasil proses FFC ini ditunjukkan dengan tanda panah pada gambar 4.20.(a). Titanium ini dikelilingin butir CaTiO_3 yang besar dan TiO_2 .



Gambar 4.20 (a) merupakan foto SEM dari sampel RMX. (b) Foto SEM titanium hasil grup peneliti pencetus proses FFC(Sumber: K. S. Mohandas, 2004)

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian reduksi TiO_2 untuk perolehan logam melalui proses FFC maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

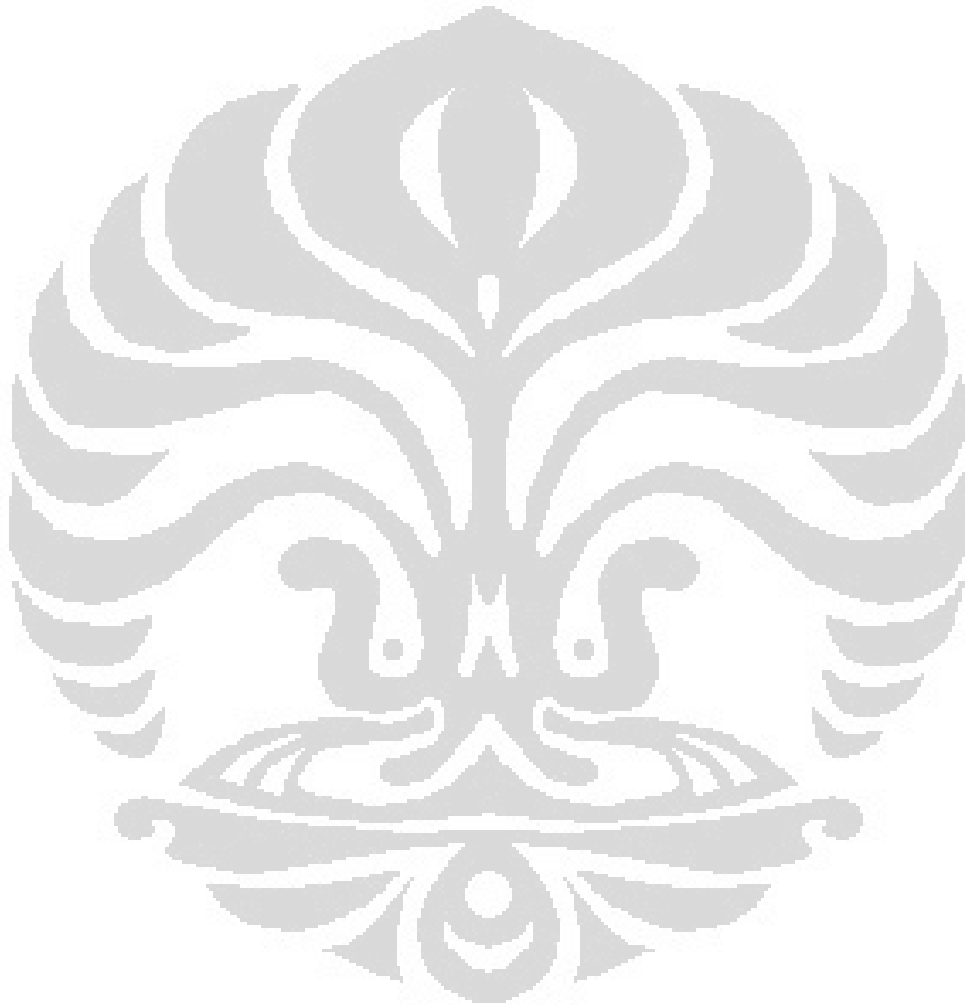
1. Sistem *furnace* dapat mengurangi masalah korosifitas walaupun kurang sempurna.
2. Fasa penyusun utama sampel hasil reduksi berupa CaTiO_3 , Ti, dan TiO_2 sehingga belum tercapainya kondisi optimal proses.
3. Reduksi yang dilakukan berhasil dengan munculnya puncak fasa titanium walaupun dengan intensitas relatif yang kecil di bandingkan fasa CaTiO_3 .
4. Peleburan hasil reduksi mampu mengurangi kandungan fasa CaTiO_3 walaupun tidak hilang secara keseluruhan dengan ingot yang didapat bersifat *britle* karena banyak unsur oksida dan pengotor lain didalamnya.

5.2. Saran

Berikut ini adalah beberapa saran yang dapat dilakukan agar hasil penelitian-penelitian selanjutnya dapat lebih maksimal.

1. Melakukan peleburan hasil proses reduksi FFC dengan menggunakan temperatur titik lebur titanium sehingga titanium dapat terpisah dari pengotor-pengotornya (TiO_2 dan CaTiO_3) yang memiliki titik lebur yang lebih tinggi dan dilakukan dalam suasana vakum sehingga titanium tidak teroksidasi kembali.
2. Dilakukan pembacaan arus dengan skala mA untuk mendeteksi apakah proses berlangsung atau tidak dan dapat juga untuk mengetahui lamanya proses berlangsung.
3. Kalibrasi pembacaan *temperature controller* sebelum proses karena besarnya tempertur sangat mempengaruhi keoptimalan hasil.

4. Penggunaan kawat elektroda yang terhubung langsung dengan pellet dengan diameter yang lebih besar dari sekarang(0.4 mm) sehingga apabila terkorosi hanya pada permukaannya saja.
5. Melakukan pembersihan kondisi dalam *chamber (flashing)* dengan gas argon sampai beberapa kali apabila sistem vakum telah sempurna.



DAFTAR REFERENSI

- Beän, R. & B. du Preez, W. (2007). *Titanium-The Evulsive Metal*. Material Science and Manufacturing, CSIR, Pretoria.
- Gambogi, J. (1996). *Titanium*. U.S. Geological Survey – Mineral Information-.
- Ikhwan, M. (2007). *Studi Pendahuluan Proses Reduksi Titanium Dioksida melalui Elektrolisis pada Lelehan Kalsium Klorida (CaCl₂)*. Skripsi S1 Fisika, FMIPA UI.
- Kondo, H., Asaki, Z. & Kondo, Y. (1978). *Hydrolisis of Fused Calcium Chloride at High Temperature*. Met. Trans. B, **9B**.
- Mohandas, K.S. & Fray D.J. (2004). *FFC Cambridge Process and Removal of Oxygen from Metal-Oxygen Systems By Molten Salt Electrolysis: An Overview*, Trans. Indian Inst. Met., **67(6)**, 579-592.
- Ninndemon, V. (2006). *Ekstraksi TiO₂ dari Pasir Mineral dan Penerapannya Sebagai Fotokatalis*. Tesis Magister Ilmu Kimia, Program Studi Madister Ilmu Kimia FMIPA UI.
- Simon, A.M. (2007). *Perolehan TiO₂ dari Pasir Mineral yang Mengandung Senyawa Besi-Titanium Melalui Proses Reduksi dan Leaching*. Skripsi S1 Fisika, FMIPA UI.
- Suzuki, R.O. & Ono, K. (2003). *OS Process – Thermochemical Approach to Reduce Titanium Oxide in The Molten CaCl₂*. The Mineral, Metals & Materials Society(TMS).
- Suzuki, R.O. (2007, Januari). *Direct Reduction Processes for Titanium Oxide in Molten Salt*. J. Minerals Metal & Material Society(JOM), pp. 68-71.
- Taufanny, L. (2007). *Tingkat Perolehan TiO₂ dari Pasir Mineral Melalui Proses Leaching HCl dengan Reduktor Fe*. Skripsi S1 Fisika, FMIPA UI.
- Titanium. (2005, April). *Metal Bulletin Monthly*, pp. 44-45.
- <http://www.csa.com/discoveryguides/titanium/overview.php>
- <http://www.key-to-metals.com/Article122.htm>
- <http://www.lenntech.com/periodic-chart-elements/ti-en.htm>
- <http://www.mcwelding.com/morelinks/titanium.html>
- <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/titanium.movies/titanium.html>

LAMPIRAN A

Densitas kompak TiO₂ yang akan terbentuk:

$$80\% \times 4.25g/cc = 3.4g/cc$$

- Untuk membentuk kompak dengan ketebalan 1 mm

$$\text{Volume dari pellet: } v_1 = 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 1 \text{ mm} = 225 \text{ mm}^3 = 2.25 \times 10^{-1} \text{ cc}$$

$$\text{Massa yang di butuhkan : } 3.4 \text{ g/cc} \times 2.25 \times 10^{-1} \text{ cc} = 0.765 \text{ g}$$

- Untuk membentuk kompak dengan ketebalan 2 mm

$$\text{Volume dari pellet: } v_1 = 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} = 450 \text{ mm}^3 = 4.50 \times 10^{-1} \text{ cc}$$

$$\text{Massa yang di butuhkan : } 3.4 \text{ g/cc} \times 4.50 \times 10^{-1} \text{ cc} = 1.530 \text{ g}$$

- Untuk membentuk kompak dengan ketebalan 3 mm

$$\text{Volume dari pellet: } v_1 = 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} = 675 \text{ mm}^3 = 6.75 \times 10^{-1} \text{ cc}$$

$$\text{Massa yang di butuhkan : } 3.4 \text{ g/cc} \times 6.75 \times 10^{-1} \text{ cc} = 2.295 \text{ g}$$

- Untuk membentuk kompak dengan ketebalan 4 mm

$$\text{Volume dari pellet: } v_1 = 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 4 \text{ mm} = 900 \text{ mm}^3 = 9 \times 10^{-1} \text{ cc}$$

$$\text{Massa yang di butuhkan : } 3.4 \text{ g/cc} \times 9 \times 10^{-1} \text{ cc} = 3.060 \text{ g}$$

- Untuk membentuk kompak dengan ketebalan 5 mm

$$\text{Volume dari pellet: } v_1 = 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 5 \text{ mm} = 1110 \text{ mm}^3 = 1.11 \text{ cc}$$

$$\text{Massa yang di butuhkan : } 3.4 \text{ g/cc} \times 1.11 \text{ cc} = 3.850 \text{ g}$$