



Artikel Penelitian

PENENTUAN KOMPOSISI UNSUR PASIR PUYA MELALUI REAKSI FUSI ALKALI DENGAN NATRIUM HIDROKSIDA

Titin A. Zaharah, Agustina D. Lestari, Albert Sembiring, Imelda H. Silalahi*

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Tanjungpura, Pontianak, Indonesia 78124

INFO ARTIKEL**ABSTRAK****Riwayat Artikel**

Diterima 23 Juli 2023

Direvisi 09 September 2023

Tersedia online 07 Maret 2023

* Email korespondensi:

imelda.h.silalahi@chemistry.untan.ac.id

DOI: 10.18860/al.v12i1.23017

Puya sand is a well-known name by people in West Borneo, for residual sand from gold mining conducted by local people, contains a mixture of minerals consisting of elements, such as zirconium, silicon, iron, titanium and rare earth metals. In order to recover and separate the minerals, an initial chemical process, i.e., alkali fusion reaction with sodium hydroxide has been conducted. Puya sand that has been pretreated, called magnetic sand (pasir tertarik magnet, PTM) was reacted with NaOH in various masses of PTM:NaOH 1:0.5, 1:1 and 1:2 as well as various temperature of 550°C, 600°C, 700°C and 800°C for each concentration variant. The X-ray diffraction (XRD) analysis showed that the main mineral found in PTM is zirconium silicate, $ZrSiO_4$ which is crystalline, however it became an amorphous material after it was reacted with NaOH at 550°C. In a mass ration of PTM:NaOH of 1:2 at 550°C, the reaction product calcinated at 800°C appeared to form hematite, zirconia and silica as shown by the XRD analysis. The analysis of X-ray fluorescence (XRF) demonstrated a different elemental composition under different reaction conditions. Zirconium silicate likely was decomposed to zirconate and silicate assigned by a high Zr/Si ratio, seen more obvious at the temperature of 700°C, in which the highest Zr/Si ratio was found at the mass ratio of PTM:NaOH, 1:2. The fusion reaction between PTM and NaOH at 600°C and PTM:NaOH ratio of 1:2 resulted in a material with the highest concentration of iron relative to other elements. The reaction performed at 700°C and mass ratio of PTM:NaOH of 1:0.5 gave a product with the highest concentration of titanium elements or oxide. Dependent on the mineral target decomposed, the condition of the alkali fusion reaction is an important aspect to consider.

Keywords: alkali fusion; zirconium silicate; ilmenite; puya sand

Pasir puya adalah nama yang dikenal oleh masyarakat Kalimantan Barat untuk pasir sisa penambangan emas yang dilakukan oleh masyarakat lokal, mengandung campuran mineral yang terdiri dari unsur-unsur zirkonium, silikon, besi, titanium dan tanah jarang. Untuk mendapatkan kembali dan memisahkan mineral, proses awal yaitu reaksi fusi alkali antara pasir puya dengan natrium hidroksida telah dilakukan. Pasir puya yang telah mengalami perlakuan awal yang disebut pasir tertarik magnet (PTM) direaksikan dengan NaOH dalam variasi massa PTM: NaOH (g/g) 1:0,5; 1:1 dan 1:2 serta variasi suhu pada 550°C, 600°C, 700°C dan 800°C pada setiap variasi rasio massa. Analisis X-ray diffraction (XRD) menunjukkan bahwa mineral utama dalam PTM adalah zirkonium silikat, ($ZrSiO_4$) yang bersifat kristalin, namun mulai menjadi material amorf setelah bereaksi dengan NaOH pada 550°C. Dalam reaksi dengan rasio massa PTM: NaOH 1:2 pada suhu 550°C, produk yang telah dikalsinasi pada suhu 800°C menunjukkan indikasi terbentuknya hematit, zirkonia dan silika berdasarkan analisis XRD. Analisis X-ray fluorescence (XRF) menunjukkan komposisi unsur yang berbeda pada kondisi reaksi yang berbeda. Zirkonium silikat kemungkinan terurai menjadi mineral zirkonoat dan silikat, ditandai dari rasio Zr/Si yang tinggi, terlihat paling nyata pada suhu reaksi 700°C, dimana rasio Zr/Si paling tinggi

diamati pada variasi massa PTM:NaOH, 1:2. Reaksi fusi antara pasir puya dengan NaOH pada suhu 600°C dengan variasi massa PTM:NaOH, 1:2 menghasilkan material dengan kadar unsur besi paling tinggi relatif terhadap unsur-unsur lain. Dalam reaksi fusi antara PTM dan NaOH dengan rasio massa 1:0.5 pada suhu 700°C menghasilkan material dengan konsentrasi paling tinggi adalah unsur atau oksida titanium. Bergantung pada target mineral yang akan didekomposisi, kondisi reaksi fusi alkali menjadi penting untuk menghasilkan produk yang diinginkan.

Kata kunci: fusi alkali, zirkonium silikat, ilmenit, pasir puya

1. Pendahuluan

Pasir puya adalah sebutan masyarakat lokal Kalimantan Barat untuk pasir sisa penambangan emas lokal. Nama lain yang juga dikenal masyarakat untuk material sisa penambangan tersebut adalah pasir zirkon karena mengandung mineral zirkonium silikat, $ZrSiO_4$. Pasir puya ditemukan melimpah dan dibiarkan di lokasi-lokasi penambangan emas yang dikelola secara tradisional oleh masyarakat dan belum dimanfaatkan dengan baik. Pasir puya mengandung beberapa mineral sisa yang dapat dimanfaatkan dengan komposisi sekitar 50% batuan dan 50% air. Mineral yang terkandung diantaranya titanium dioksida, zirkonium, dan masih banyak lagi beberapa mineral lainnya bergantung pada lokasi. Pasir puya yang berasal dari Sintang, Kalimantan Barat dilaporkan mengandung mineral berharga lain seperti titanium yang berada dalam bentuk ilmenit ($FeO \cdot TiO_2$) dan/atau dalam bentuk rutil (TiO_2), logam serium (Ce), dan logam tanah jarang lainnya seperti (Y, Tb, Gd, La, Nd, Pr, dan Sm) [1] [2] [3] [4].

Pasir puya yang diketahui mengandung mineral berharga penting untuk ditelusuri dan dioptimalkan lebih lanjut. Salah satu mineral berharga yang dapat diperoleh kembali dalam komposisi lebih tinggi ialah mineral zirkon. Dalam mineral zirkon terdapat zirkonium yang merupakan unsur yang tidak berada dalam bentuk bebas di alam melainkan terdapat dalam bentuk zirkonium silikat ($ZrSiO_4$) dan zirkonium oksida (ZrO_2). Zirkonium biasanya terdapat dalam mineral yang disebut *baddeleyit* (kandungan ZrO_2 67,2%, SiO_2 30,1% dan Hf 2%), dan zirkonium juga terdapat pada senyawa titanat dalam jumlah sedikit [5].

Senyawa lainnya yang memiliki potensi nilai ekonomis tinggi adalah titanium yang berada dalam mineral ilmenit ($FeO \cdot TiO_2$), dan dalam bentuk rutil (TiO_2). Senyawa TiO_2 sering digunakan untuk produksi pigmen putih, bahan baku cat, plastik, *filler* pada produksi kertas, serta berpotensi besar untuk aplikasi sensor gas, pembersihan lingkungan dan *photovoltaic cells* karena memiliki karakteristik yang unik. TiO_2 atau titania dapat diperoleh dari ekstraksi ilmenit ($FeTiO_3$) yang terkandung dalam pasir zirkon [6] [7] [8].

Metode pemisahan yang cukup sering digunakan untuk pemisahan mineral-mineral tersebut adalah hidrometalurgi dengan menggunakan reaksi fusi alkali (*alkali fusion*) yaitu reaksi basa dengan pemanasan pada suhu yang cukup tinggi. Reaksi ini dapat menguraikan (dekomposisi) mineral menjadi senyawa-senyawa dengan sifat fisik dan kimia yang berbeda. Senyawa hasil reaksi tersebut diharapkan merupakan campuran mineral yang dapat dipisahkan melalui proses pelindian (*leaching*), sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber mineral tertentu. Metode tersebut telah sering digunakan oleh beberapa peneliti karena pengoperasian yang praktis dengan hasil yang cukup baik [9]. Oleh karena itu reaksi yang digunakan pada penelitian ini adalah reaksi fusi alkali.

Senyawa NaOH dipilih sebagai pereaksi basa dalam proses dekomposisi karena merupakan pereaksi basa yang memiliki titik lebur yang rendah dibandingkan basa alkali lainnya dalam satu golongan seperti LiOH dan KOH sehingga dapat menghemat energi pada saat pemanasan, dan juga merupakan bahan yang terjangkau dan mudah ditemukan [10]. Suhu dan waktu yang baik merujuk pada penelitian [11] yaitu menggunakan suhu 550°C dalam waktu 2 jam dimana suhu dan waktu tersebut merupakan suhu dan waktu yang optimal untuk mendekomposisi mineral. Dalam karya ilmiah ini dilaporkan komposisi unsur dari material pasir puya produk reaksi fusi alkali dalam variasi suhu dan rasio massa pasir dengan NaOH. Komposisi unsur dalam material dianalisis menggunakan XRF sedangkan metode XRD digunakan untuk menganalisis jenis mineral dalam pasir maupun produk reaksi.

2. Bahan dan Metode

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan yaitu akuades (H_2O), natrium hidroksida (NaOH) (Merck), dan pasir puya desa Nanga Jetak Kabupaten Sintang. Pasir ini langsung diambil dari tumpukan sisa penambangan emas lokal di desa Nanga Jetak, Dusun Lengkong, Kecamatan Dedai, Kabupaten Sintang, Kalimantan Barat (0°00'19.0"S111°38'36.9"E). Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah ayakan 200 *mesh*, alat pemanas, alat pengaduk, mortar, seperangkat alat gelas, tanur, timbangan analitik, perangkat XRF, dan XRD.

2.2 Metode

2.2.1. Persiapan Sampel

Sampel didulang terlebih dahulu untuk mengurangi pasir silika yang terkandung pada sampel yang berasal dari desa Nanga Jetak, Dusun Lengkong, Kecamatan Dedai, Kabupaten Sintang, Kalimantan Barat (0°00'19.0"S111°38'36.9"E), setelah itu sampel dicuci dengan air mengalir sambil diaduk selama 15 menit untuk menghilangkan kotoran, kemudian dikeringkan dengan cara dijemur di bawah sinar matahari untuk mengurangi kadar air yang terkandung, kemudian ditumbuk untuk memperoleh bentuk serbuk dengan ukuran kecil dan untuk memperbesar luas permukaan. Serbuk pasir puya disaring menggunakan ayakan 200 mesh untuk memperoleh ukuran serbuk yang seragam, kemudian dianalisis secara XRF untuk mengkarakterisasi komposisi senyawa oksida dan unsur-unsur yang terkandung didalamnya. Sampel pasir puya yang telah dikeringkan dilanjutkan pada tahap separasi magnetik. Sampel pasir puya ditarik menggunakan magnet besi, kemudian didapatkan sampel tertarik yaitu sampel magnetik dan sampel tertinggal. Sampel yang tertinggal ditarik kembali menggunakan magnet neodmium, sampel tertarik oleh magnet neodmium (STM) ini merupakan logam-logam lemah dan sampel tertinggal yaitu sampel nonmagnetik (SNM). Sampel tertarik (STM) dihaluskan dan digerus, kemudian diayak dengan ukuran 200 mesh, yang akan digunakan untuk reaksi fusi alkali.

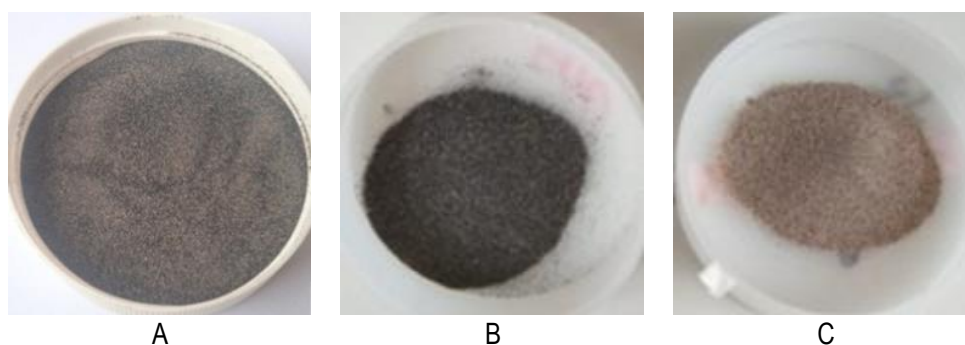
2.2.2. Reaksi Fusi Alkali

Sebanyak 10 g pasir puya yang telah dipreparasi, direaksikan dengan alkali yaitu dengan NaOH pada perbandingan massa STM/NaOH sebesar 1:0,5; 1:1; dan 1:2 dalam variasi suhu 550, 600, 700 dan 800°C. Suhu dinaikkan bertahap dengan menahan suhu tetap selama 2 jam pada suhu 200, 400, 550°C (untuk variasi suhu 550°C). Untuk variasi suhu reaksi 600°C, suhu dilanjutkan hingga 600°C, ditahan selama 2 jam. Untuk variasi suhu reaksi 700°C, pemanasan dilanjutkan pada 600 kemudian 700°C dengan masing-masing penahanan selama 2 jam. Untuk variasi suhu reaksi 800°C, peningkatan suhu dilanjutkan pada 600 dan 800°C dengan menahan selama 2 jam dalam setiap suhu tersebut. Setelah reaksi diakhiri dan didinginkan hingga suhu ruangan, produk reaksi dicuci dengan akuades hingga air cucian netral. Padatan yang telah netral dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada suhu 110°C. Seluruh padatan netral dan kering yang diperoleh dari reaksi fusi alkali dalam variasi kondisi reaksi dianalisis unsur menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF).

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Preparasi Pasir Puya

Preparasi awal sampel yaitu pemisahan mineral secara fisika melalui pendulangan dan pemisahan secara magnetik bertujuan untuk mengurangi kadar silika dari pasir. Dalam proses pendulangan dengan prinsip flotasi, pasir kuarsa atau silika yang memiliki berat jenis lebih kecil daripada mineral zirkon, ilmenit, hematit dan rutil, mineral-mineral yang potensial berada dalam pasir, akan terpisah. Demikian pula pada pemisahan secara magnetik, mineral pasir kuarsa atau pasir yang tidak mengandung mineral magnetik akan terpisah dari sampel. Dalam Gambar 1 diperlihatkan foto penampakan pasir sebelum dan sesudah preparasi awal.



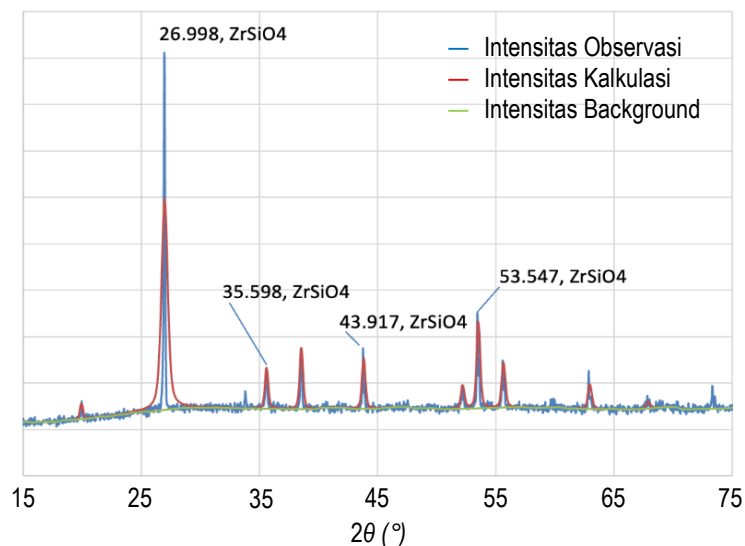
Gambar 1. Pasir puya A) sebelum pemisahan magnetik, B) Pasir Tertarik Magnet (PTM), C) Pasir Nonmagnetik (PNM).

Analisis unsur dan oksida dari pasir non-magnetik (PNM) dan pasir tertarik magnet (PTM) (Tabel 1) menunjukkan komposisi yang berbeda yang mengindikasikan terjadi pemisahan. Secara umum, mineral yang mengandung unsur-unsur titanium dan besi kebanyakan berada dalam pasir yang tertarik magnet sedangkan mineral yang mengandung unsur-unsur zirkonium dan silika berada dalam material yang tidak tertarik magnet. Unsur atau oksida dari hafnium dan neodmium berada bersama dengan mineral zirkonium.

Tabel 1. Komposisi Unsur dan Oksida dari Pasir Puya (PP), Pasir Tertarik Magnet (PTM) dan Pasir Non-magnetik (PNM) berdasarkan Analisis XRF

Unsur	Jumlah (%)			Oksida	Jumlah (%)		
	PP	PTM	PNM		PP	PTM	PNM
Ti	23,932	35,558	10,8	TiO ₂	25,997	39,494	11,826
Fe	16,537	30,638	5,038	Fe ₂ O ₃	15,09	28,308	4,682
Zr	41,003	23,349	63,98	ZrO ₂	33,854	19,671	53,727
Si	8,276	2,732	11,673	SiO ₂	13,817	4,576	19,826
Mn	0,774	1,665	0,235	MnO	0,64	1,395	0,198
P	1,139	1,326	1,622	P ₂ O ₅	1,966	2,312	2,827
Ag	1,436	1,274	0,344	Ag ₂ O	1,021	0,936	0,241
Hf	1,462	0,997	1,808	HfO ₂	1,097	0,751	1,388
Al	1,195	0,555	1,055	Al ₂ O ₃	1,821	0,838	1,656
Cr	0,333	0,531	0,266	Cr ₂ O ₃	0,314	0,509	0,254
Ca	0,357	0,463	0,317	CaO	0,328	0,439	0,292
Y	0,298	0,272	0,384	Y ₂ O ₃	0,233	0,216	0,307
V	0,105	0,216	0,073	V ₂ O ₅	0,114	0,239	0,083
Th	0,228	0,184	0,308	ThO ₂	0,16	0,131	0,222
Zn	0,02	0,053	-	ZnO	0,016	0,042	-
Bi	0,019	0,029	0,014	Bi ₂ O ₃	0,013	0,021	0,01
Yb	0,022	0,028	0,034	Yb ₂ O ₃	0,016	0,020	0,025
U	0,053	0,028	0,078	U	0,033	0,018	0,049
Pb	0,008	0,013	0,006	PbO	0,006	0,009	0,004
Nd	0,471	-	0,55	Nd ₂ O ₃	0,352	-	0,418

Analisis XRD dari pasir tertarik magnet (Gambar 2) memperlihatkan keberadaan mineral zirkonium silikat, ZrSiO₄ dengan puncak-puncak 2 teta yang tajam menandakan kristalinitas yang tinggi dari mineral.

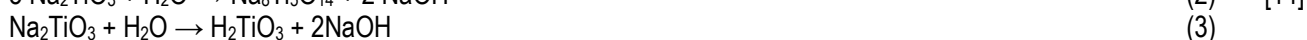
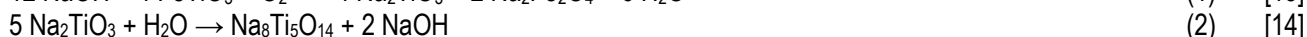
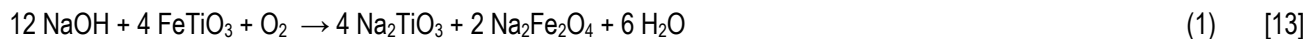
**Gambar 2.** Difraktogram XRD dari pasir puya tertarik magnet (PTM)

3.2. Reaksi Fusi Alkali antara Pasir Puya dengan NaOH

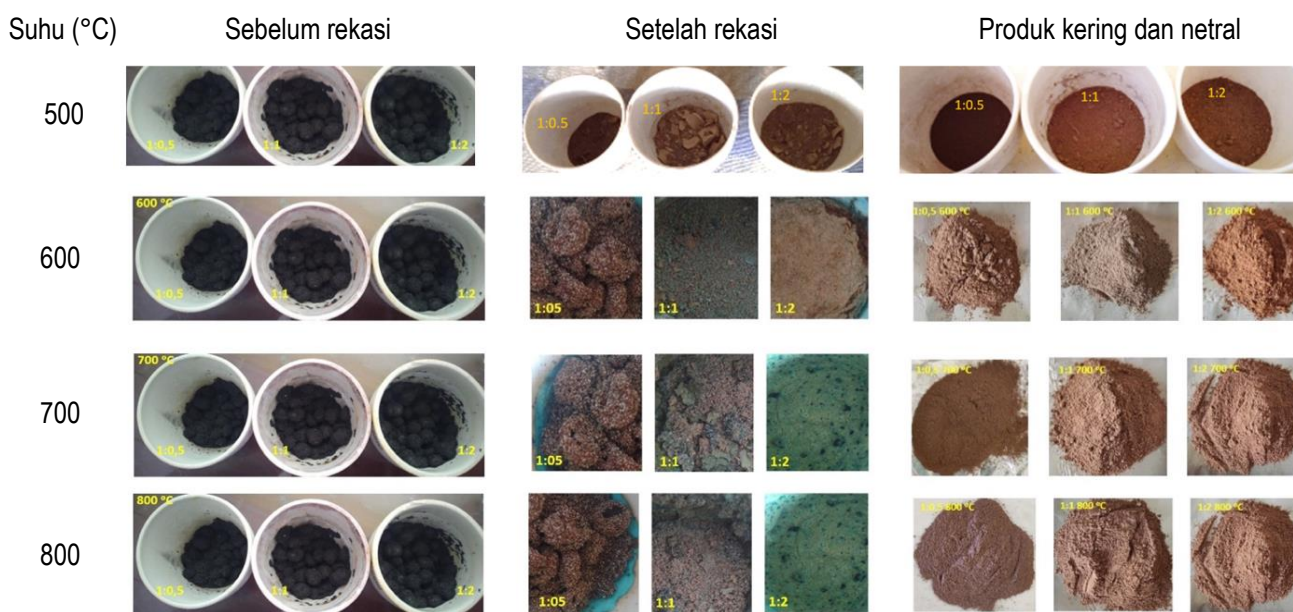
Reaksi yang menggunakan basa sebagai agen dekomposisi suatu senyawa biasa disebut dengan reaksi fusi alkali (*alkali fusion*) [12]. Jenis basa dan kondisi reaksi, yaitu rasio massa material dengan basa, suhu reaksi dan waktu reaksi akan mempengaruhi hasil proses fusi alkali. Mempertimbangkan komposisi mineral dalam PTM yang mengandung zirkon

yang kestabilan termal dan kimianya yang tinggi; dan ilmenit yang ketahanannya lebih rendah daripada zirkon, maka dilakukan reaksi dalam variasi suhu dan variasi rasio massa.

Pertama-tama PTM ditimbang sebanyak 10 g kemudian dimasukkan ke dalam krus, setelah itu NaOH ditimbang sesuai dengan perbandingan dan dimasukkan dalam krus sebagai agen dekomposisi dalam proses *alkali fusion*. Senyawa NaOH dipilih sebagai pereaksi basa dalam proses dekomposisi mineral karena merupakan pereaksi basa yang memiliki titik lebur yang rendah dibandingkan basa alkali lainnya dalam satu golongan seperti LiOH dan KOH sehingga dapat menghemat energi pada saat pemanasan, dan juga merupakan bahan yang terjangkau dan mudah ditemukan [10]. Campuran pasir dengan NaOH digerus hingga bercampur homogen sebelum direaksikan. Suhu reaksi dinaikkan bertahap setiap 200°C dan setiap peningkatan, suhu ditahan selama 2 jam. Proses ini dilakukan supaya dekomposisi mineral berlangsung secara bertahap dan menyeluruh. Reaksi yang mungkin terjadi selama proses pemanasan pasir dalam NaOH adalah



Selama reaksi diduga mineral ilmenit akan terdekomposisi menjadi Na_2TiO_3 serta $\text{Na}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$, mineral silika akan berubah menjadi natrium silikat Na_2SiO_3 , sedangkan zirkon silikat akan membentuk natrium zirkonat, Na_2ZrO_3 . Produk reaksi ini akan memiliki sifat ketahanan kimia yang berbeda dari mineral asalnya sehingga dapat dipisahkan satu sama lain melalui proses pelindian air atau asam bergantung pada reaktivitas senyawa-senyawa tersebut dalam larutan berair. Foto campuran produk reaksi dalam variasi suhu dan rasio massa terlihat berbeda, sebelum dan sesudah reaksi (Gambar 3).



Gambar 3 Foto campuran reaksi dalam variasi suhu dan rasio massa pada sebelum reaksi, sesudah reaksi dan produk setelah kering dan netral.

Pencucian campuran reaksi dengan akuades melarutkan natrium silikat dan memindahkannya ke filtrat. Pencucian dengan akuades kelihatannya juga memindahkan ion besi(II) dari campuran reaksi yang terlihat dari air cucian yang berwarna hijau, dan kemudian berwarna orange kekuningan akibat oksidasi besi(II) menjadi besi(III) ketika terpapar di udara. Pencucian campuran reaksi hingga netral penting untuk memindahkan mineral terdekomposisi yang mengandung unsur-unsur ringan seperti aluminium, magnesium dan silikon. Massa produk reaksi dari berbagai variasi kondisi juga berbeda ditabulasi dalam Tabel 2.

Tabel 2. Massa Pasir Mula-mula dan Produk Reaksi dalam Variasi Suhu dan Rasio Massa Pasir:NaOH

Suhu(°C)	Massa Pasir Mula-mula dan Produk dalam Variasi Massa Pasir Puya:NaOH (g)					
	1:0.5		1:1		1:2	
	Mula-mula	Produk	Mula-mula	Produk	Mula-mula	Produk
550	10,000	10,863	10,000	11,419	10,000	14,325
600	10,006	7,418	10,007	8,915	10,007	4,744
700	10,004	8,862	10,005	8,757	10,006	8,574
800	10,008	9,362	10,004	9,074	10,002	6,455

Pencucian campuran reaksi dari variasi kondisi pada suhu 550°C dilakukan hingga pH cucian masih berkisar 8, namun campuran reaksi dari variasi suhu lebih tinggi dicuci hingga pH cucian menjadi netral sehingga pH produk juga netral. Perbedaan pencucian ini menyebabkan massa produk berbeda, menunjukkan bahwa massa turunan natrium hidroksida masih terdapat dalam campuran reaksi jika pencucian tidak dilakukan hingga pH netral, diperlihatkan dari massa produk-produk dari reaksi dalam 550°C lebih besar dari massa pasir mula-mula.

Produk reaksi dari variasi rasio massa PTM:NaOH, 1:1 dan 1:2 menunjukkan inkonsistensi (tidak konsisten) dalam variasi suhu, sedangkan produk dari rasio massa 1:0,5 menunjukkan peningkatan massa produk seiring dengan meningkatnya suhu. Pengamatan yang paling kontras adalah pada variasi rasio massa 1:2, dimana pada suhu 600°C perolehan produk hanya 47,4%, pada suhu 800°C diperoleh 64,5% sedangkan pada suhu 700°C diperoleh 85,7%. Produk reaksi dari variasi massa 1:1 menunjukkan perolehan 87,5% hingga 90,7% pada suhu 600 – 800°C. Analisis komposisi unsur dari produk reaksi dilakukan dengan metode XRF, diperlihatkan dalam Tabel 3.

Tabel 3. Komposisi Unsur Produk Reaksi Fusi Alkali dalam Variasi Suhu dan Rasio Massa PTM:NaOH

Unsur	PTM	Jumlah (%)											
		800°C			700°C			600°C			550°C		
		1:2	1:1	1:0,5	1:2	1:1	1:0,5	1:2	1:1	1:0,5	1:2	1:1	1:0,5
Al	0.628	1.375	1.84	0.36	0.854	0.886	0.372	0.816	1.054	1.735	7.758	3.969	0.873
Si	4.618	3.057	3.961	1.802	2.222	2.362	1.959	2.051	3.126	5.3	11.734	7.489	7.882
P	0.888	1.497	1.071	1.761	0.669	0.858	1.274	0.962	1.224	1.419	1.188	1.184	0.963
Ca	0.518	0.553	0.626	0.601	0.563	0.578	0.513	0.555	0.621	0.319	0.457	0.356	0.39
Ti	32.591	23.158	26.45	26.103	27.887	27.844	29.296	23.931	26.76	27.276	24.687	31.686	30.872
V	0.183	0.164	0.265	0.212	0.275	0.243	0.221	0.203	0.25	0.243	0.227	0.313	0.314
Mn	1.292	0.46	1.358	1.537	0.909	1.031	1.135	0.696	1.115	1.056	1.103	1.397	1.511
Fe	26.319	34.326	28.848	28.322	29.106	29.794	28.728	45.104	26.507	30.083	29.344	35.339	30.346
Zn	0.029	0.055	0.046	0.038	0.039	0.031	0.035	0.038	0.033	0.035	0.039	0.053	0.051
Y	0.163	0.145	0.15	0.203	0.121	0.14	0.166	0.092	0.191	0.139	0.187	0.165	0.257
Zr	29.954	30.612	31.999	35.395	34.075	33.375	31.944	22.657	35.725	28.877	20.403	14.793	22.717
Nb	0.03	0.035	0.043	0.034	0.046	0.045	0.038	0.044	0.054	0.041	0.04	0.062	0.053
Ag	0.74	0.639	0.864	1.16	0.826	0.756	1.524	0.94	1	1.171	1.253	1.305	1.337
Sn	0.149	0.23	0.273	0.241	0.395	0.192	0.125	0.37	0	0.301	0	0	0
Nd	0.251	0.239	0.656	0.593	0.346	0.428	0.517	0.196	0.526	0.544	0.472	0.58	0.862
Yb	0.025	0.013	0.017	0.024	0.011	0.025	0.02	0.005	0.024	0.023	0.021	0.025	0.028
Hf	1.288	0.921	1.066	1.281	1.173	1.1	1.28	0.711	1.266	1.065	0.656	0.552	0.786
Pb	0.015	0.02	0.016	0.017	0.017	0.015	0.014	0.03	0.013	0.011	0.014	0.016	0.015
Bi	0.031	0.024	0.027	0.021	0.029	0.028	0.022	0.035	0.021	0.133	0.026	0.037	0.034
Th	0.112	0.169	0.196	0.201	0.188	0.154	0.173	0.116	0.182	0.206	0.162	0.182	0.229

Analisis XRF produk reaksi fusi alkali memperlihatkan perbedaan komposisi unsur dalam kondisi yang berbeda maupun dibandingkan dengan PTM. Kadar Fe lebih besar dalam semua produk reaksi dibandingkan dengan sebelum reaksi yang dianalisis sebagai unsur (Tabel 3) maupun senyawa oksida (Tabel 4). Kadar besi paling tinggi diperoleh dari produk reaksi alkali fusi pada suhu 600°C dalam variasi massa PTM:NaOH, 1:2. Kadar titanium dalam produk reaksi secara keseluruhan lebih rendah daripada dalam PTM dengan kadar tertinggi terdapat dalam produk reaksi pada suhu 700°C dan rasio massa PTM:NaOH, 1:0,5. Dalam seluruh produk diperoleh kadar besi lebih tinggi daripada kadar titanium kecuali pada kondisi reaksi suhu 700°C dan rasio massa PTM:NaOH, 1:0,5, kadar titanium lebih tinggi daripada besi.

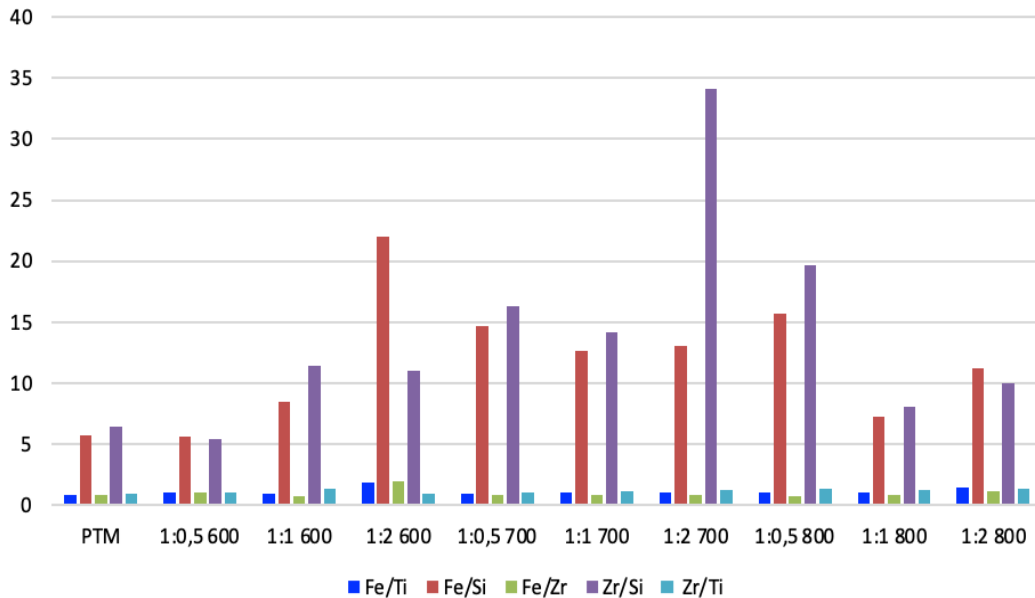
Komposisi silikon dan zirkonium juga berubah dalam produk reaksi. Kadar unsur Si paling rendah diamati dalam produk reaksi pada suhu 700°C dan 800°C pada rasio massa PTM:NaOH, 1:0,5 menandakan perlunya suhu tinggi untuk mendekomposisi mineral silika atau silikat dalam pasir puya meskipun konsentrasi NaOH dalam reaksi relatif lebih kecil. Kadar unsur zirkonium dalam hampir seluruh produk reaksi terlihat lebih besar dibandingkan dalam PTM. Hal ini mengindikasikan kestabilan mineral zirkon dalam kondisi fusi alkali hingga suhu 800°C. Sebelumnya telah kami laporkan kondisi reaksi untuk dekomposisi zirkon silikat memerlukan suhu hingga 900°C dengan kadar NaOH tinggi untuk selanjutnya memperoleh zirkon dioksida [2]. Kadar unsur hafnium diamati kecenderungannya mengikuti unsur zirkonium seperti telah diskusikan sebelumnya tentang kandungan unsur dan mineral dalam pasir puya [1].

Tabel 4. Komposisi Senyawa Oksida dalam Produk Reaksi Fusi Alkali dalam Variasi Suhu dan Rasio Massa PTM: NaOH

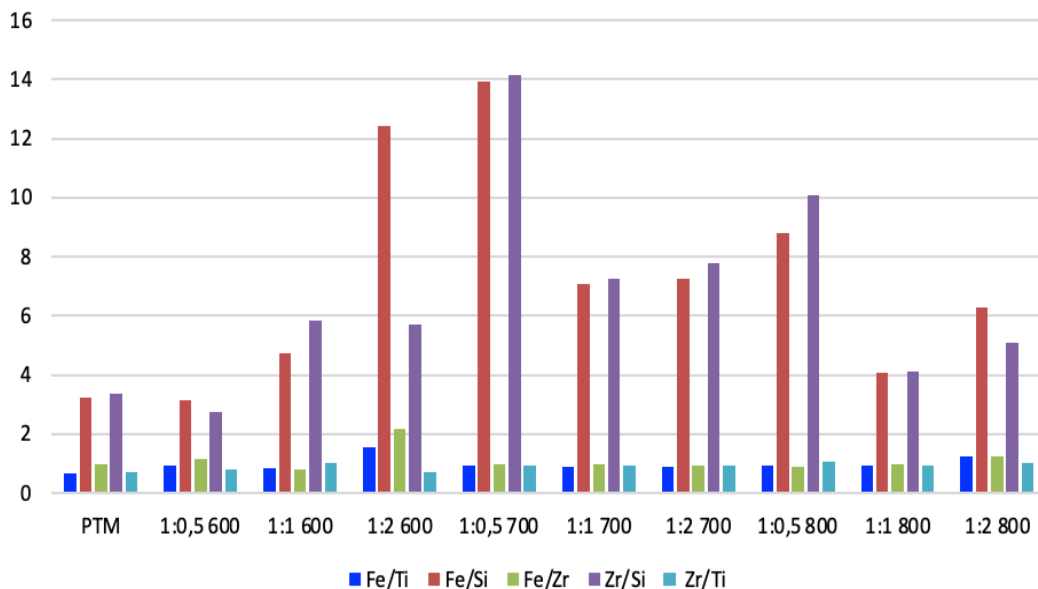
Oksida	Pasir Besi	Jumlah (%)											
		800°C			700°C			600°C			550°C		
		1:2	1:1	1:0,5	1:2	1:1	1:0,5	1:2	1:1	1:0,5	1:2	1:1	1:0,5
Al ₂ O ₃	0.945	2.082	2.797	0.555	1.307	1.364	0.57	1.233	1.619	2.612	11.11	5,757	1,283
SiO ₂	7.606	5.13	6.664	3.081	3.817	4.015	3.329	3.455	5.314	8.83	18,411	12,034	12,804
P ₂ O ₅	1.046	2.618	1.927	3.132	1.527	1.448	2.249	1.736	2.173	2.496	1,939	1,999	1,787
CaO	0.49	0.526	0.594	0.582	0.542	0.557	0.493	0.539	0.594	0.299	0.399	0.325	0.361
TiO ₂	36.3	25.947	29.558	29.791	31.652	31.619	33.151	27.31	30.211	30.049	25.17	33,617	33,419
V ₂ O ₅	0.205	0.189	0.308	0.251	0.326	0.285	0.257	0.237	0.293	0.275	0.233	0.333	0.347
MnO	1.09	0.39	1.151	1.335	0.784	0.89	0.976	0.6	0.958	0.88	0.839	1,103	1,229
Fe ₂ O ₃	24.521	32.169	26.992	27.163	27.719	28.385	27.254	42.876	25.129	27.653	24,558	30,712	27,226
ZnO	0.023	0.045	0.037	0.032	0.032	0.025	0.029	0.031	0.027	0.028	0.028	0.039	0.04
Y ₂ O ₃	0.131	0.117	0.121	0.168	0.099	0.115	0.136	0.075	0.156	0.11	0.132	0.122	0.197
ZrO ₂	25.47	26.082	27.261	31.041	29.635	29.056	27.696	19.638	30.909	24.103	15,213	11,592	18,471
Nb ₂ O ₅	0.027	0.032	0.038	0.031	0.042	0.042	0.035	0.041	0.05	0.037	0.032	0.052	0.045
Ag ₂ O	0.54	0.47	0.633	0.866	0.614	0.562	1.131	0.706	0.738	0.849	0.85	0.926	0.96
SnO ₂	0.128	0.199	0.236	0.212	0.346	0.168	0.11	0.327	0	0.257	0	0	0
Nd ₂ O ₃	0.192	0.183	0.504	0.466	0.269	0.334	0.402	0.153	0.409	0.41	0.325	0.415	0.635
HfO ₂	0.982	0.167	0.816	1.006	0.914	0.858	0.994	0.549	0.983	0.799	0.444	0.387	0.574
PbO	0.01	0.01	0.011	0.012	0.012	0.011	0.01	0.021	0.009	0.007	0.009	0.01	0.01
Bi ₂ O ₃	0.022	0.704	0.02	0.015	0.021	0.021	0.016	0.025	0.016	0.014	0.017	0.025	0.023
ThO ₂	0.081	0.014	0.142	0.149	0.139	0.114	0.127	0.085	0.134	0.146	0.102	0.121	0.158
Yb ₂ O ₃	0.018	0.122	0.012	0.018	0	0.018	0.015	0.003	0.018	0.017	0.014	0.017	0.019
Cr ₂ O ₃	0.171	0	0	0.093	0	0.11	0.106	0.064	0.093	0.127	0.058	0.201	0.261

Data persentase massa unsur dipelajari juga dengan membandingkan massa relatif satu unsur dengan unsur lain yang paling dominan, yaitu Fe, Ti, Zr, Si, Hf. Gambar 4 dan Gambar 5 menunjukkan rasio unsur untuk Fe/Ti, Fe/Si, Fe/Zr, Zr/Si, Zr/Ti, Zr/Hf berdasarkan persentase massa unsur maupun oksida. Gambar 4 menunjukkan perubahan rasio unsur antara PTM dengan produk reaksi fusi alkali. Perubahan nyata terlihat mulai dari variasi suhu 600, rasio massa PTM:NaOH, 1:1, dimana rasio Zr/Si dan Fe/Si meningkat dengan signifikan mengindikasikan pengurangan drastis kadar silikon setelah

reaksi fusi alkali seperti diharapkan. Rasio Zr/Si paling tinggi diamati pada variasi suhu 700°C dengan rasio massa PTM:NaOH, 1:2, namun rasio ini berkurang pada saat peningkatan suhu. Pengamatan ini menandakan bahwa mineral zirkon mulai terdekomposisi pada suhu 800°C, sesuai dengan pengamatan yang telah kami laporkan sebelumnya [2]. Rasio konsentrasi unsur Fe terhadap Ti, Zr dan Si paling tinggi diamati pada suhu 600°C, rasio massa PTM:NaOH, 1:2 yang menandakan ketahanan mineral besi dalam kondisi reaksi relatif terhadap unsur-unsur lain. Rasio Fe/Ti dalam hampir semua produk reaksi berada dalam angka lebih kecil daripada 1, kecuali dalam produk reaksi pada suhu 700°C, rasio massa PTM:NaOH, 1:0,5, kadar titanium lebih besar daripada besi.

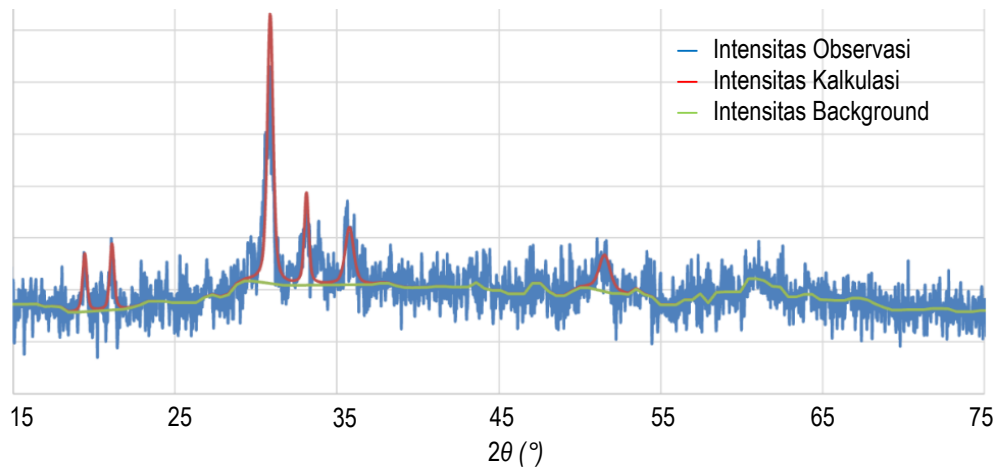


Gambar 4. Konsentrasi unsur-unsur dalam produk reaksi alkali fusi dalam variasi suhu dan rasio massa PTM:NaOH, berdasarkan analisis XRF



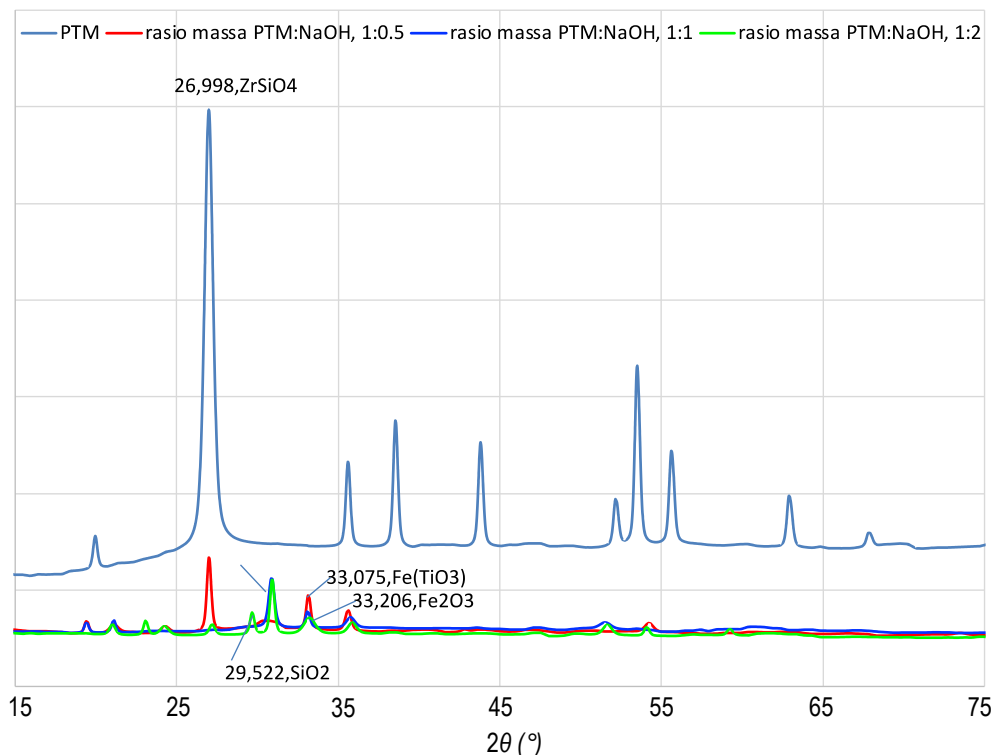
Gambar 5. Rasio konsentrasi oksida dalam produk reaksi alkali fusi dalam variasi suhu dan rasio massa PTM:NaOH, berdasarkan analisis XRF

Analisis XRD produk reaksi fusi alkali pada suhu 550°C, dikalsinasi pada suhu 800°C memperlihatkan struktur amorf material dalam ketiga variasi rasio massa PTM:NaOH. Difraktogram satu produk pada rasio massa PTM:NaOH, 1:1 yang menunjukkan *noise* yang tinggi sebagai tanda sifat amorf material ditunjukkan dalam Gambar 6. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi dengan basa di bawah pemanasan hingga suhu tersebut telah menyebabkan struktur mineral mulai berubah menjadi amorf.



Gambar 6. Difraktogram XRD produk reaksi fusi pada suhu 550°C, rasio massa PTM:NaOH, 1:1

Analisis XRD pada suhu 550°C, dalam variasi massa NaOH menunjukkan sedikit perbedaan jenis mineral yang muncul seperti digambarkan dalam Gambar 7. Produk dari reaksi dengan rasio massa PTM: NaOH, 1:0,5 masih menunjukkan keberadaan zirkonium silikat namun telah muncul puncak 2 teta utama dari mineral ilmenit pada 33,075°. Pada variasi massa 1:2 puncak-puncak utama dari zirkonium silikat telah mulai menghilang, seiring dengan munculnya puncak utama dari hematit, Fe₂O₃ pada 33,206° dan silika, SiO₂ pada 29,522°.



Gambar 7. Difraktogram XRD produk reaksi pada suhu 550°C dibandingkan dengan pasir tertarik magnet (PTM)

4. Kesimpulan

Pasir puya yang mengandung mineral utama zirkonium silikat memiliki ketahanan tinggi secara fisika dan kimia dapat diproses melalui tahap reaksi fusi alkali sebelum dilanjutkan ke tahap pemisahan seperti pelindian atau ekstraksi. Dalam penelitian ini telah diperlihatkan bahwa reaksi fusi dengan NaOH pada suhu 550°C telah terjadi dekomposisi mineral. Bergantung pada target mineral yang akan dipisahkan, suhu dan variasi rasio massa pasir dengan NaOH menjadi aspek yang perlu diperhatikan. Penguraian zirkonium silikat yang ditandai dari rasio Zr/Si yang tinggi memerlukan suhu reaksi 700°C, dimana rasio Zr/Si paling tinggi diamati pada variasi massa PTM:NaOH, 1:2. Reaksi fusi antara pasir puya dengan NaOH pada suhu 600°C dengan variasi massa PTM:NaOH, 1:2 menghasilkan material dengan kadar unsur Fe paling tinggi relatif terhadap unsur-unsur lain. Reaksi fusi PTM dengan NaOH dengan rasio massa 1:0.5 pada suhu 700°C menghasilkan material dengan konsentrasi paling tinggi adalah unsur atau oksida titanium.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura yang membiayai penelitian ini melalui dana DIPA Tahun 2021.

Daftar Pustaka

- [1] Agustina D, Nofiani R, Silalahi IH. 2021. Komposisi Unsur dan Karakteristik Mineral Pasir Puya dari Sintang, Kalimantan Barat. *Indo. J. Pure App. Chem.* 4 (1), pp.11-16
- [2] Senyan H, Silalahi, IH, Harlia. 2013. Pengaruh Variasi Massa Natrium Hidroksida pada Pembuatan Zirkonium Oksida dari Pasir Mineral Zirkon Asal Mandor Kabupaten Landak. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, volume 2(3): 157-162
- [3] Rena, Zaharah TA, Shofiyani A. 2018. Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Cerium (IV) Dari Tailing Peti Menggunakan Komposit Kitosan Karbon Beads Terikat Silang Glutaraldehyd. Skripsi. Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura
- [4] Chang LLY. 2002. *Industrial mineral: Materials, Process, and Uses* (Upper Saddle River, New Jersey, Prentice Hall, 2002)
- [5] Sulisty B. 2005. Pembuatan Zirkon Tetraklorida dari Pasir Zirkon dengan Proses Kering Secara Langsung. Bidang Kimia dan Proses Bahan, PTAPB, BATAN, Yogyakarta
- [6] Fouda MFR, Ami RS, Saleh HI, Mousa, HA. 2010. Extraction of Ultrafine Titania from Black Sands Broaden on the Mediterranean Sea Coast in Egypt by Molten Alkalies. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 4(9), 4256-4265 (2010)
- [7] Zhang Y, Tao Q, and Zhang Y. 2009. A novel preparation of titanium dioxide from titanium slag, *Hydrometallurgy*, vol. 96, pp. 52–56
- [8] Gueguin M, and Cardarelli F. 2007. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, 28, 1-58 (2007)
- [9] Setyani E, Rahman TP, Nugroho DW, Fitria SR, Irawan, Ikono R, Rochman NT, Dwandaru WSB. 2014. The Effect of Roasting Temperature at 400_C and Sulphuric Acid Concentration on TiO₂ Extraction Process from Zircon Sand Ilmenite. Physics Education Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Yogyakarta State University, Yogyakarta
- [10] Septawendar R, Sutardi S, Karsono, U, Sofiyarningsih N. 2016. A Low-Cost, Facile Method on Production of Nano Zirconia and Silica from Local Zircon in a Large Scale Using a Sodium Carbonate Sintering Technology: *Journal of The Australian Ceramic Society*, 52(2):92-102
- [11] Dong W, Chu J, Li J, Qi T, Weng W. 2012. Anti-Caking in The Production of Titanium Dioxide Using Low Grade Titanium Slag Via the NaOH Molten Salt Method. *Powder Technology*. 232, 99-105
- [12] Silva RJFD, Dutra AJB dan Afonso JC. 2012. Alkali Fusion Followed by a Two-Step Leaching of a Brazilian Zircon Concentrate. *Hydrometallurgy*, vol. 117-118, hal. 94-100
- [13] Segado, S. S., Lahiri, A., Jha, A., 2015. Alkali roasting of bomar ilmenite: rare earths recovery and physico-chemical changes. *Open Chem.*, 2015; 13: 270–278
- [14] Lasheen, T. A. 2008. Soda Ash Roasting of Titania Slag Product from Rosetta Ilmenite. *Hydrometallurgy*, 93, 24-128 (2008)
- [15] Abdelkader AM, Daher A, Kashef EE. 2007. Novel decomposition method for zircon. Department of Petroleum, Mining, and Metallurgical Engineering, Cairo University, Egypt
- [16] Sari A, dan Suprpto. 2013. Studi Pengaruh Dekomposisi Pasir Besi Dengan NaOH Terhadap Pemisahan Titanium. Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Surabaya