



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik Titanium Dioksida dari Ilmenit dan Asam Sulfat dengan Proses Sulfat "

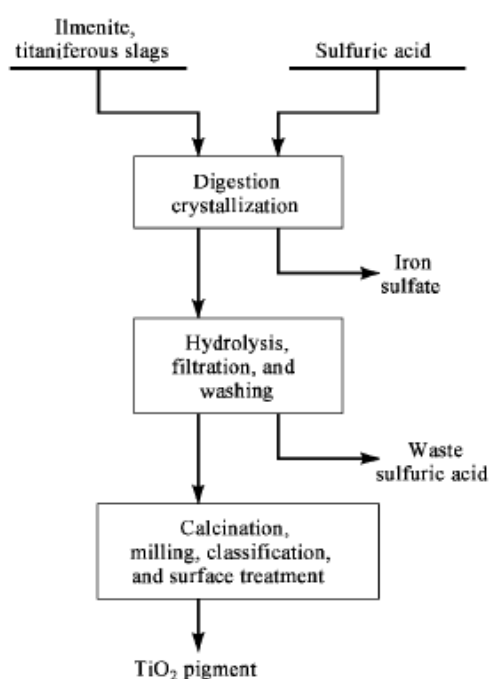
BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1. Macam Proses

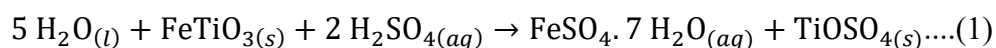
Dalam pengolahan *Ilmenit* menjadi TiO_2 dapat melalui 2 proses yaitu proses sulfat dan juga proses klorida. Keduanya memiliki perbedaan, berikut merupakan penjelasan dari kedua proses tersebut :

II.1.1 Proses Sulfat



Gambar II. 1 Diagram Alir Pembuatan Titanium Dioksida dengan Proses Sulfat

Pada proses sulfat, mineral ilmenit direaksikan dengan asam sulfat pada suhu sekitar 150–180°C. Berikut merupakan reaksi pembentukan dalam reaktor :



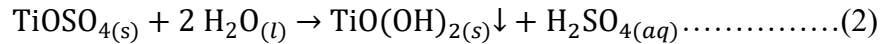
Sehingga terbentuk Besi (II) Sulfat Heptahidrat dan Titanil Sulfat. Setelah reaksi berlangsung, material padat yang tidak larut dipisahkan dari larutan. Larutan kemudian didinginkan untuk mengkristalkan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, yang selanjutnya dipisahkan melalui filtrasi. Filtrat yang diperoleh kemudian, dipanaskan hingga



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik Titanium Dioksida dari Ilmenit dan Asam Sulfat dengan Proses Sulfat "

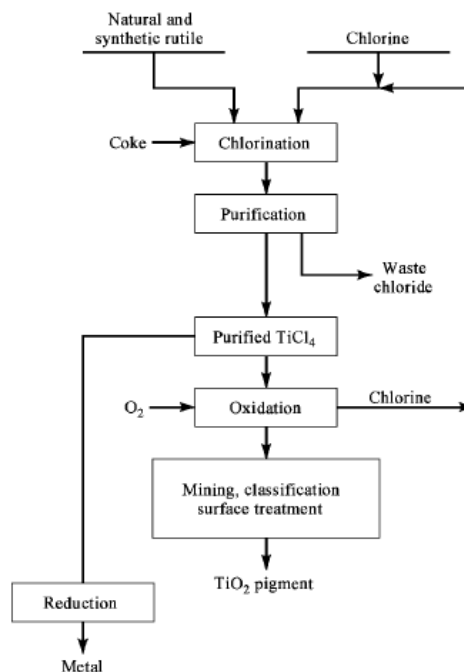
$\pm 90^{\circ}\text{C}$ untuk menghidrolisis Titanil Sulfat menjadi Titanil Hidroksida yang tidak larut, sekaligus menghasilkan kembali asam sulfat.



Endapan Titanil Hidroksida yang diperoleh dalam bentuk slurry kemudian disaring dan dialirkan ke dalam kalsiner. Pada tahap ini, terjadi pembentukan kristal titanium dioksida serta penghilangan sisa air dan asam sulfat. Produk TiO_2 kering selanjutnya diproses pada tahap finishing pigmen, yang meliputi penggilingan dan/atau perlakuan kimia, seperti pelapisan permukaan menggunakan silika atau alumina untuk meningkatkan kualitas produk.

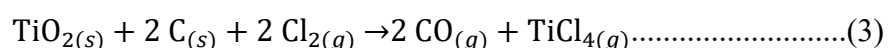
(Kirk-Othmer, 2004)

II.1.2 Proses Klorida



Gambar II. 2 Diagram Alir Pembuatan Titanium Dioksida dengan Proses Klorida

Pada proses klorida, bahan baku yang mengandung titanium dioksida dengan kadar tinggi diklorinasi dalam reaktor fluidized-bed menggunakan karbon (arang) pada suhu sekitar $925\text{--}1010^{\circ}\text{C}$, sehingga menghasilkan gas karbon monoksida dan titanium tetraklorida (TiCl_4).





PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik Titanium Dioksida dari Ilmenit dan Asam Sulfat dengan Proses Sulfat "

Klorida yang bersifat mudah menguap (volatile) akan dikumpulkan, sedangkan sisa padatan yang tidak bereaksi serta klorida non-volatil dipisahkan dan dibuang. Titanium tetraklorida kemudian dimurnikan dari klorida lain melalui proses distilasi bertingkat. Pengotor seperti vanadium oksiklorida (VOCl_3), yang memiliki titik didih mendekati TiCl_4 , dipisahkan dengan beberapa metode, seperti pembentukan kompleks dengan minyak mineral, reduksi menggunakan H_2S menjadi VOCl_2 , atau dengan pengompleksan menggunakan tembaga. Gas buang dari unit klorinasi selanjutnya diolah dalam caustic scrubber untuk menyerap sisa gas klorin (Cl_2) yang terbawa. TiCl_4 yang telah dimurnikan kemudian dioksidasi untuk menghasilkan TiO_2 , sementara gas klorin yang dihasilkan akan didaur ulang kembali ke reaktor klorinasi. Produk padat TiO_2 murni yang diperoleh kemudian dialirkan ke tahap finishing untuk proses akhir.

(Kirk-Othmer, 2004)

II.2 Seleksi Proses

Berdasarkan beberapa proses yang telah dilakukan terhadap pembentukan Titanium Dioksida, maka dapat disusun perbandingan sebagai berikut untuk melihat efektivitas dari setiap proses:

Tabel II. 1 Perbandingan Proses Pembuatan Titanium Dioksida

Proses Sulfat	Proses Klorida
Sudah lama digunakan (teknologi sederhana)	Teknologi baru
Menggunakan bahan baku dengan kualitas TiO_2 rendah (kadar TiO_2 sekitar 30-60%)	Mebutuhkan bahan baku dengan kualitas TiO_2 yang tinggi ($\text{TiO}_2 > 90\%$)
Suhu reaksi 100-200°C dan proses reaksi <i>semi - batch</i> untuk memaksimalkan <i>yield</i>	Proses kontinu dalam <i>fluidized bed</i> pada suhu 1000°C
Limbah yang terbentuk banyak	Limbah yang terbentuk sedikit dengan masalah toksisitas: Cl_2 dan TiCl_4

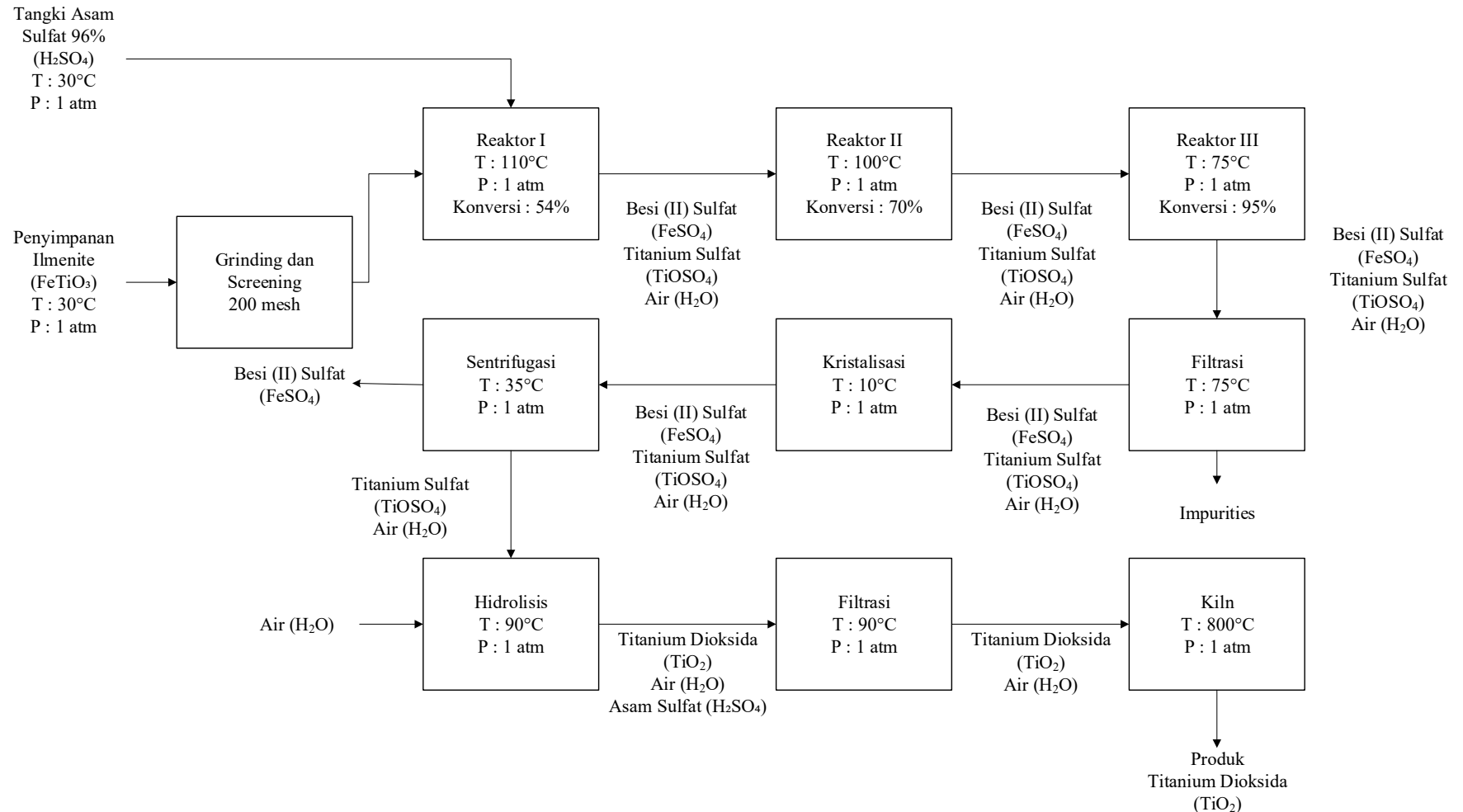


PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik Titanium Dioksida dari Ilmenit dan Asam Sulfat dengan Proses Sulfat "

Menghasilkan titanium dioksida jenis <i>anatase</i> dan <i>rutile</i>	Menghasilkan titanium dioksida dengan kualitas tinggi jenis <i>rutile</i>
Pada proses sulfat <i>yield</i> yang dihasilkan 93–96%	Pada proses klorinasi <i>yield</i> yang dihasilkan 95–100%
Konversi yang didapat sebesar 93–96%	Konversi yang didapat sebesar 95–100%

II.3. Uraian Proses



Gambar II. 3 Diagram Alir Pembuatan Titanium Dioksida melalui Proses Sulfat dari Ilmenit



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik Titanium Dioksida dari Ilmenit dan Asam Sulfat dengan Proses Sulfat "

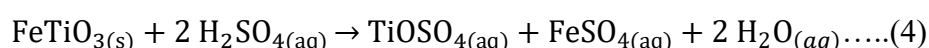
II.3.1 Tahapan Pengendalian Bahan Baku

Asam sulfat berkonsentrasi 98% dari tangki penyimpanan dipompa menuju tangki pengenceran hingga mencapai konsentrasi 96%, kemudian dialirkan ke unit pemanas untuk dinaikkan suhunya sampai sekitar 150°C. Sementara itu, ilmenit dari gudang penyimpanan dipindahkan menggunakan belt conveyor, lalu diangkat dengan bucket elevator dan digiling menggunakan ball mill hingga mencapai ukuran partikel sekitar $\pm 200-100$ mesh. Setelah itu, material disaring menggunakan screen, dan fraksi yang lolos dialirkan ke dalam reaktor.

II.3.2. Tahap Reaksi Proses

1. Sulfatasi

Ilmenit dengan proses sulfat diawali dengan tahap persiapan bahan baku, yaitu ilmenit (FeTiO_3) yang dialirkan dari unit penyimpanan menuju sistem reaktor menggunakan belt conveyor dan bucket elevator. Sementara itu, asam sulfat (H_2SO_4) terlebih dahulu diencerkan hingga mencapai konsentrasi sekitar 96% sebelum digunakan dalam proses reaksi. Ilmenit direaksikan dengan asam sulfat pekat untuk menghasilkan titanium sulfat (TiOSO_4) dan besi(II) sulfat (FeSO_4). Persamaan reaksi utama:



Tahap utama dalam proses ini adalah reaksi digesti yang dilakukan menggunakan sistem tiga reaktor secara bertingkat (three-stage digester). Reaksi yang terjadi merupakan reaksi antara ilmenit dan asam sulfat yang menghasilkan larutan titanyl sulfat (TiOSO_4), besi(II) sulfat (FeSO_4) dan air (H_2O). Reaksi ini berlangsung secara eksotermis dan dikendalikan melalui pengaturan suhu pada masing-masing reaktor. Pada reaktor pertama, reaksi berlangsung pada temperatur yang relatif tinggi, yaitu sekitar 110°C. Kondisi ini dimaksudkan untuk mempercepat pelarutan ilmenit sehingga sebagian besar reaksi berlangsung pada tahap awal. Selanjutnya, aliran reaksi dialirkan ke reaktor kedua yang beroperasi pada temperatur lebih rendah, yaitu sekitar 100°C. Penurunan temperatur ini bertujuan untuk



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik Titanium Dioksida dari Ilmenit dan Asam Sulfat dengan Proses Sulfat "

melanjutkan reaksi terhadap ilmenit yang belum bereaksi sekaligus menjaga kestabilan larutan yang terbentuk. Tahap akhir digesti dilakukan pada reaktor ketiga dengan temperatur sekitar 75°C . Pada kondisi ini, reaksi disempurnakan dan diupayakan agar tidak terjadi hidrolisis dini dari titanyl sulfat, yang dapat berdampak pada penurunan kualitas produk.

2. Filtrasi 1

Setelah keluar dari reaktor ketiga, sebelum proses berlanjut dilakukan filtrasi untuk memisahkan hasil reaksi TiOSO_4 , FeSO_4 dan H_2O dengan impurities yang berupa SiO_2 , Al_2O_3 , MgO , CaO , yang masih terkandung dalam ilmenit.

3. Kristalisasi

Proses kristalisasi larutan hasil pemisahan kemudian didinginkan hingga temperatur sekitar 10°C untuk mengkristalkan besi(II) sulfat dalam bentuk $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Kristal yang terbentuk dipisahkan melalui proses filtrasi sehingga diperoleh larutan dengan kandungan titanium yang lebih murni.

4. Sentrifugasi

Campuran slurry dari crystallizer dialirkan menuju centrifuge untuk memisahkan kristal $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dari larutan titanium sulfat. Prinsip pemisahan dilakukan berdasarkan perbedaan densitas antara fase cair dan fase padat. Kristal $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ keluar sebagai produk samping, sedangkan larutan kaya titanium sulfat dialirkan menuju tahap hidrolisis. Tahap ini sangat menentukan kualitas produk karena kandungan besi yang masih terbawa dapat menurunkan tingkat keputihan titanium dioksida yang dihasilkan.

5. Hidrolisis

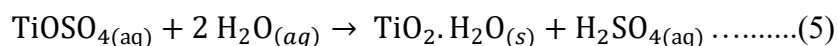
Titanium sulfat (TiOSO_4) dihidrolisis dengan penambahan H_2O untuk menghasilkan titanium dioksida hidrat ($\text{TiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) sebagai produk utama dan asam sulfat sebagai produk samping. Proses ini berlangsung pada suhu sekitar 90°C dan tekanan 1 atm.

Persamaan reaksi:



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik Titanium Dioksida dari Ilmenit dan Asam Sulfat dengan Proses Sulfat "



Produk kemudian dipisahkan melalui proses filtrasi untuk memperoleh padatan TiO_2 hidrat.

6. Filtrasi 2

Slurry hasil hidrolisis yang terdiri dari titanium dioksida hidrat dan larutan asam sulfat dipisahkan menggunakan filter. Padatan titanium dioksida hidrat tertahan sebagai cake filter, sedangkan filtrat yang mengandung asam sulfat dan air dikirim ke unit pengolahan limbah atau sistem recovery asam. Pencucian cake dilakukan menggunakan air demineralisasi untuk menghilangkan sisa ion sulfat yang masih menempel pada padatan sehingga kualitas produk akhir meningkat.

7. Kalsinasi

Padatan TiO_2 hasil filtrasi dikalsinasi menggunakan rotary kiln. Selama proses kalsinasi, terjadi transformasi struktur kristal dari bentuk amorf atau hidrat menjadi fase kristalin TiO_2 yang stabil. Suhu yang digunakan selama proses sekitar 800°C untuk menghilangkan kandungan air dan menghasilkan titanium dioksida (TiO_2) dalam bentuk struktur kristal rutil.

8. Pendinginan dan Penyimpanan

Padatan TiO_2 hasil kalsinasi akan dialirkan menuju *rotary cooler* lalu menuju *cooling conveyor* agar temperatur produk turun menjadi temperatur ruang yaitu sekitar 30°C . Padatan TiO_2 kemudian dialirkan menuju silo penampung produk.