

IDENTIFIKASI SENYAWA MINERAL DAN EKSTRAKSI TITANIUM DIOKSIDA DARI PASIR MINERAL

Zulfalina¹ dan Azwar Manaf²

¹Fakultas MIPA Jurusan Fisika Universitas Syiah Kuala
Darussalam, Banda Aceh 23111

²Program Studi Ilmu Material, Program Pascasarjana FMIPA, Universitas Indonesia
Jalan Salemba Raya No. 4, Jakarta 10430

ABSTRAK

IDENTIFIKASI SENYAWA MINERAL DAN EKSTRAKSI TITANIUM DIOKSIDA DARI PASIR MINERAL. Telah dilakukan investigasi terhadap pasir mineral atau pasir besi untuk menentukan kandungan mineral dan hasil ekstrasinya. Identifikasi unsur didalam pasir mineral menggunakan *X-ray fluorescence*, diperoleh bahwa unsur utama sebagai unsur mayoritas adalah Fe dan Ti dengan fraksi berat masing-masing unsur sebesar 69,15 % dan 13,58 %, sedangkan sisanya terdiri dari unsur-unsur lain bersifat minor. Separasi magnetik terhadap pasir berhasil memisahkan antara bagian yang bersifat magnetik dan non-magnetik ditandai dengan meningkatnya fraksi berat unsur Fe menjadi 80,1 % sedangkan Ti menjadi 11,06 % didalam pasir magnetik. Analisis difraksi sinar-x terhadap pasir magnetik memberikan informasi bahwa unsur-unsur major dalam pasir berupa senyawa *magnetite*, Fe_3O_4 dan ilmenit, $FeTiO_3$ dengan fraksi berat untuk senyawa $FeTiO_3$ dan Fe_3O_4 masing-masing adalah 15,67 % dan 84,33 %. Ekstraksi TiO_2 dari pasir besi konsentrat telah berhasil dilakukan dengan cara pelarutan menggunakan H_2SO_4 dengan konsentrasi 7,5 M dan diperoleh hasil berupa endapan TiO_2 dengan tingkat kemurnian mencapai ~ 85 %. Proses ekstraksi TiO_2 dengan cara ini menghasilkan tingkat efisiensi sebesar 35,75 %.

Kata kunci : Pasir mineral, Ilmenit, ekstraksi, Titanium.

ABSTRACT

IDENTIFICATION OF MINERAL COMPOUNDS AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM DIOXIDE FROM MINERAL SAND. Series of investigation on mineral sand or iron sand for determination of their minerals content and results of extraction have been done. Constitution elements of the sand samples have been identified by means of x-ray fluorescence spectrometer which indicated that Fe and Ti as the major constituent element with weight fraction of 69,15 % and 13,58 % respectively. The remaining fraction consists of other elements as the minor one. Magnetic separation to the mineral sand has resulted in magnetic sand and non-magnetic one indicated by an increase in weight fraction of Fe to 80,19 % and a decrease in Ti to 11,06 % in magnetic sand. According to XRD analysis, both major elements in the magnetic sand is to form compounds of ilmenite, $FeTiO_3$ and magnetite, Fe_3O_4 with weight fraction of 15,67 % and 84,33 % respectively. Extraction of TiO_2 from the magnetic sand has been successfully made through chemical reaction using solution of H_2SO_4 with concentration of 7,5 M and resulted in TiO_2 precipitates with a purity level of ~ 85 % and the efficiency for the process was 35,75 %.

Key words : Mineral sand, Ilmenite, extraction, Titanium.

PENDAHULUAN

Pengolahan bahan baku alam menjadi bahan jadi diperlukan untuk menopang peningkatan pembangunan di bidang industri. Hal ini tidak mungkin tercapai bila penelitian terhadap bahan baku secara berkesinambungan tidak dilakukan. Pasir mineral atau pasir besi merupakan bahan mentah yang tersedia secara luas di Indonesia tersebar di sepanjang pesisir pulau Jawa, Sumatra, Kalimantan dan Bangka [1]. Pasir besi diduga mengandung mineral-mineral bernilai lebih dengan mineral utamanya adalah magnetit (Fe_3O_4),

ilmenit ($FeTiO_3$), *rutile* (TiO_2) dan hematit (Fe_2O_3), juga mineral yang mengandung logam tanah jarang (*rare earth*) seperti *monasite* dan *xenotime* yang cadangannya banyak tersebar di daerah Kalimantan Barat dan Bangka Belitung [2]. Berdasarkan proses endapan dan lokasi pasir yang berbeda-beda, memungkinkan pada pasir mineral adanya perbedaan karakter fisis kandungan pasir, seperti Fe, Ti, Mg, dan Si. Oleh karena itu perlu dilakukan karakterisasi terhadap pasir besi, mengingat sangat beranekaragamnya mineral yang ada di alam [3].

Di Indonesia, penelitian tentang pasir mineral belum intensif, tidak banyak publikasi yang tentang nilai tambah yang diperoleh dari pasir mineral. Tidak mengherankan bila pasir besi banyak dieksploitasi tanpa melalui kegiatan investigasi untuk tujuan peningkatan nilai tambah pasir besi itu sendiri. Tidak pula mengherankan bila pasir besi di Indonesia digunakan pada aplikasi yang kurang tepat seperti untuk keperluan campuran produk suatu industri seperti industri semen. Bahkan pasir telah pula masuk sebagai salah satu komoditi ekspor Indonesia dalam skala yang cukup besar meskipun ini sangat disayangkan, namun tidak terelakkan karena kurangnya informasi yang tersedia tentang potensi yang terkandung di dalam pasir.

Banyak publikasi memperlihatkan bahwa salah satu senyawa yang penting dalam pasir besi adalah FeTiO_3 dan TiO_2 [4-7]. Dengan perkataan lain pasir besi dapat menjadi salah satu bahan baku untuk memproduksi titanium dioksida, yang banyak digunakan sebagai pigmen putih atau pada industri pembuatan logam titanium. Sejumlah peneliti telah memperlihatkan teknik-teknik ekstraksi TiO_2 dari mineral ilmenit, seperti menggunakan reaksi sulfurisasi terhadap ilmenit yang dihaluskan dengan *ball mill* pada suhu kamar [8]. Proses ini menghasilkan TiO_2 dan FeS_2 setelah pemanasan pada suhu 600 °C sampai dengan 800 °C. Proses yang hampir sama yaitu penggunaan *ball mill* juga diterapkan [9] namun dengan memperkenalkan Si untuk mereduksi FeTiO_3 selama proses *milling* sehingga terbentuk Fe, TiO_2 dan SiO_2 . Teknik hidrometalurgi melalui proses *leaching* menggunakan pelarut asam klorida telah pula digunakan untuk ekstraksi TiO_2 dari mineral ilmenit dan cukup efektif untuk memisahkan pigmen ini dengan Fe yang cenderung membentuk FeCl_2 [10]. Proses *leaching* yang lain, menggunakan pelarut asam sulfat untuk memutuskan ikatan FeTiO_3 membentuk FeSO_4 [11-12].

Makalah ini membicarakan hasil identifikasi mineral-mineral yang terdapat di dalam pasir besi dan mengekstraksi TiO_2 dari material pasir yang kaya dengan ilmenit melalui proses *leaching* menggunakan pelarut asam sulfat. Efisiensi proses ekstraksi juga dibicarakan singkat dalam makalah ini.

METODE PERCOBAAN

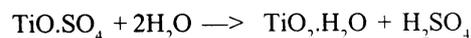
Pasir besi yang di gunakan pada penelitian ini berasal dari salah satu lokasi di Jawa Barat. Pasir besi murni dikeringkan terlebih dahulu selama ± 4 jam di bawah terik matahari dan diaduk untuk menjamin homogenitas mineral-mineral penyusun yang ada di dalam pasir. Selanjutnya pasir besi di bagi menjadi dua bagian, satu bagian untuk tujuan identifikasi mineral-mineral yang ada dalam pasir sedangkan bagian yang lain ditujukan untuk pemisahan mineral-mineral yang bersifat magnetik dan non-magnetik menggunakan magnet batang dengan kuat medan magnet 4,2 kG. Ketiga bagian pasir ini yaitu pasir besi, pasir magnetik dan pasir

tailing dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *Jeol Element Analyzer* jenis JSX-3211 untuk identifikasi unsur, dilanjutkan dengan identifikasi senyawa menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, Philips PW3710 dikontrol komputer. Radiasi Co K_α , $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$ pada kondisi tegangan $\sim 40 \text{ kV}$ dan arus 30 mA digunakan untuk mendifraksi sampel dalam rentang sudut difraksi $20^\circ - 100^\circ$.

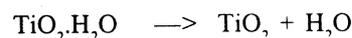
Pasir magnetik yang kaya dengan mineral ilmenit selanjutnya dihaluskan dengan alat *disc mill* sehingga lolos saring $\sim 53 \mu\text{m}$ dan sebanyak 20 gram selanjutnya menjalani proses *leaching* dengan pelarut asam sulfat 40 % (7,5 M) sebanyak masing-masing 25 mL, EPSB-25 dan 50 mL, EPSB-50 pada suhu pemanasan 110 - 120 °C. Prediksi reaksi kimia pada proses *leaching* ini adalah sebagai berikut:



Pada tahapan ini kemudian ditambah serbuk Fe untuk mereduksi Fe^{3+} yang mungkin ada menjadi Fe^{2+} untuk mengikat sulfat. Hasil proses ini adalah berupa cairan kental (*slurry*). Setelah pendinginan, cairan kental disaring untuk mendapat filtrat yang kaya dengan Ti dan kemudian dilakukan penambahan air dilanjutkan dengan pemanasan $\sim 90 \text{ }^\circ\text{C}$. Pada tahapan ini diharapkan terjadi reaksi sebagai berikut:



Endapan $\text{TiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dibersihkan melalui pencucian dengan air untuk menghilangkan asam sulfat yang ada. $\text{TiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang telah bebas dari asam sulfat dipanaskan pada suhu 1000°C selama 6 jam dengan menggunakan *furnace thermolyne 6000* untuk mendapatkan pigmen TiO_2 sesuai dengan reaksi berikut ini :



Untuk memastikan hasil akhir ekstraksi, dilakukan pengujian identifikasi unsur dan observasi morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Jeol 5310 LV* yang dilengkapi penganalisis energi, EDS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Identifikasi Senyawa Kimia Penyusun Pasir Mineral

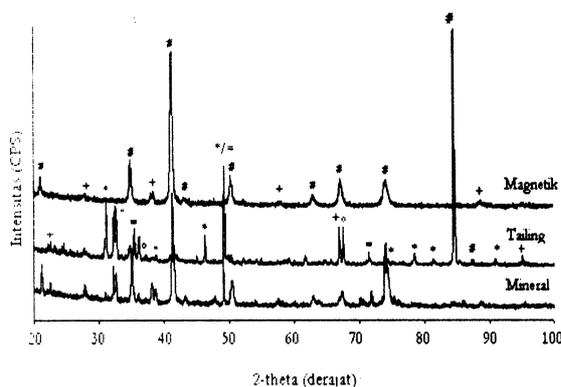
Tabel 1 adalah hasil identifikasi unsur yang terkandung dalam pasir besi berdasarkan pengujian XRF untuk tiga jenis sampel yang terdiri dari pasir mineral baku, PMB; pasir magnetik, PMM dan non-magnetik, PNM, hasil separasi medan magnet.

Berdasarkan hasil pada Tabel 1, pasir mineral yang diteliti minimal memiliki 9 buah unsur kimia berbeda, namun hanya ada tiga jenis unsur dengan fraksi berat relatif besar yaitu Fe, Ti dan Si, sesuai dengan urutan fraksi terbesar. Setelah separasi magnet, ketiga unsur ini masih terdeteksi baik dalam bagian yang bersifat

Tabel 1. Komposisi kimia kandungan pasir mineral magnetik dan *tailing* dalam fraksi berat (wt%)

No	Unsur	Fraksi berat unsur (wt%)		
		PMB	PMM	PNM
1	Mg	3,35	2,05	8,85
2	Al	2,49	2,43	5,49
3	Si	7,31	1,84	32,57
4	Ca	1,88	0,25	16,30
5	Ti	13,58	11,06	6,78
6	V	0,60	0,76	0,13
7	Cr	0,17	-	0,15
8	Mn	1,47	1,43	1,15

magnetik, PMM maupun non-magnetik, PNM, tetapi dengan fraksi terbesar adalah Si diikuti dengan Ca pada PNM. Sedangkan unsur Fe dan Ti masih ditemukan pada kedua pasir hasil separasi. Pola difraksi ketiga jenis sampel ini diperlihatkan pada Gambar 1. Identifikasi puncak difraksi misalnya pada PMB memperlihatkan ketiga jenis unsur dominan yaitu Fe, Ti dan Si ternyata berupa senyawa FeTiO_3 , Fe_3O_4 dan SiO_2 , dan kemungkinan senyawa-senyawa tambahan dari unsur-unsur lain yang tidak mampu terdeteksi karena fraksinya terlalu rendah kurang dari 4 % [13]. Pada PNM, ketiga senyawa tersebut masih hadir tetapi intensitas puncak-puncak difraksi dari senyawa FeTiO_3 dan Fe_3O_4 telah jauh berkurang. Sebaliknya intensitas puncak-puncak difraksi SiO_2 makin meningkat mengindikasikan adanya peningkatan fraksi senyawa ini. Disamping itu, terdapat tambahan puncak-puncak difraksi dari senyawa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Berbeda dengan pola difraksi kedua jenis sampel ini, maka pola difraksi sampel PMM dengan tegas menunjukkan terdapat dua senyawa berbeda masing-masing FeTiO_3 dan Fe_3O_4 dimana kedua-duanya bersifat magnetik. Jadi hasil identifikasi unsur seperti Tabel 1 dan identifikasi senyawa seperti Gambar 1 telah memberikan informasi saling melengkapi sehingga disimpulkan bahwa ketiga jenis sampel sama-sama



Gambar 1. Pola difraksi sinar-x pasir mineral o($\text{Mg}(\text{OH})_2$);=(Al_2O_3);*(SiO_2);"($\text{Ca}(\text{OH})_2$); +(FeTiO₃) dan #(Fe_3O_4).

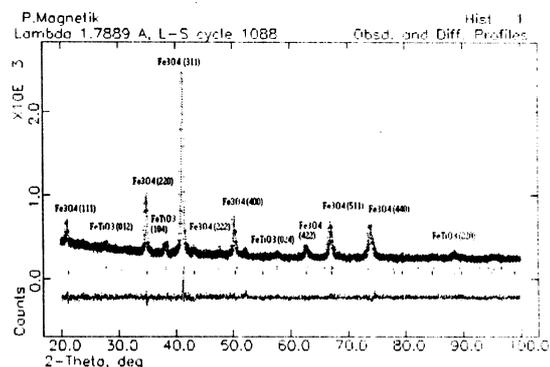
mengandung FeTiO_3 dan Fe_3O_4 namun secara kualitatif kedua jenis senyawa ini lebih kaya pada PMM, sedangkan pada PNM kaya dengan senyawa SiO_2 dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$, cukup konsisten dengan efek penggunaan medan magnet sebagai separator.

Validitas seluruh senyawa yang teridentifikasi dari puncak-puncak difraksi Gambar 1 tersebut adalah mengacu kepada *the Powder Diffraction Database* dengan nomor *file* yang menjadi referensi diringkas pada Tabel 2. Jadi didalam pasir mineral minimal terdapat 6 jenis senyawa kimia.

Tabel 2. Senyawa pasir mineral yang teridentifikasi

NO. PDF	Senyawa	
83-0114	$\text{Mg}(\text{OH})_2$	Brucite
75-0786	Al_2O_3	Corundum
79-1910	SiO_2	Quartz
76-0571	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	Calcium Hydroxide
83-0192	FeTiO_3	Iron Titanium Oxide
02-1035	Fe_3O_4	Magnetit

Pada Gambar 2 diperlihatkan pola difraksi pasir magnetik yang telah diproses dengan GSAS (*General Structure Analysis System*) [14]. Parameter *input* untuk analisis GSAS yang digunakan adalah data kristalografi dari senyawa hasil identifikasi manual, antara lain senyawa Fe_3O_4 memiliki *space group* Fd3m dengan parameter kisi $a = 8,41 \text{ \AA}$, sesuai dengan PDF No. 02-1035 dan senyawa FeTiO_3 yang memiliki *space group* R3c dengan parameter kisi $a = 5,123 \text{ \AA}$ dan $c = 13,760 \text{ \AA}$ sesuai dengan PDF No. 83-0192. Hasil *fitting* antara kurva pengukuran dan teoritik memperlihatkan selisih yang kecil sekali mengindikasikan kesesuaian antara pola difraksi pengukuran dan teoritik. Hasil ini juga ditunjukkan pada Tabel 3 yang membandingkan nilai d puncak-puncak difraksi setelah proses *fitting* dengan nilai d senyawa kimia dari PDF. Berdasarkan hasil pada Tabel 3., nilai d hasil *fitting* umumnya memiliki kesesuaian sampai 2 angka desimal dibelakang koma



Gambar 2. Pola difraksi sinar-x pasir magnetik dengan menggunakan GSAS.

Tabel 3. Hasil identifikasi puncak difraksi pasir magnetik

No Peak	Titik d_{hkl}		hkl	Senyawa
	GSAS	File		
1	4,8464	4,8479	1 1 1	Fe ₃ O ₄
2	3,6985	3,7288	0 1 2	FeTiO ₃
3	2,9867	2,9800	2 2 0	Fe ₃ O ₄
4	2,7169	2,7186	1 0 4	FeTiO ₃
5	2,5310	2,5400	3 1 1	Fe ₃ O ₄
6	2,4232	2,4300	2 2 2	Fe ₃ O ₄
7	2,0986	2,0900	4 0 0	Fe ₃ O ₄
8	1,8493	1,8644	0 2 4	FeTiO ₃
9	1,7135	1,7100	4 2 2	Fe ₃ O ₄
10	1,6155	1,6100	5 1 1	Fe ₃ O ₄
11	1,6075	1,6037	0 1 8	FeTiO ₃
12	1,4839	1,4800	4 4 0	Fe ₃ O ₄
13	1,3273	1,3300	6 2 0	Fe ₃ O ₄
14	1,2801	1,2808	2 2 0	FeTiO ₃

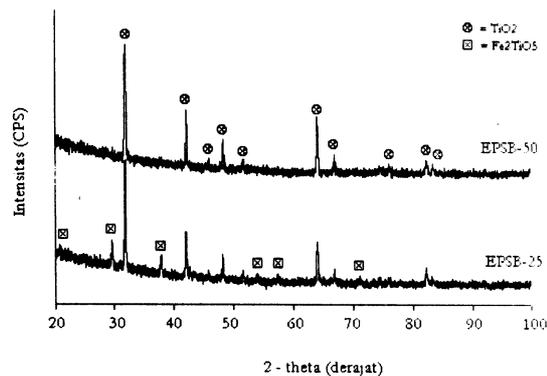
dengan nilai d untuk senyawa FeTiO₃ dan Fe₃O₄. Disamping berhasilnya diidentifikasi jenis senyawa didalam pasir magnetik, melalui analisis GSAS juga berhasil ditentukan fraksi berat dari senyawa yang ada yaitu Fe₃O₄ sebesar 84,33 % dan FeTiO₃ 15,67 %.

Ekstraksi TiO₂ dari Pasir Magnetik

Komposisi unsur dari hasil proses ekstraksi pasir magnetik berdasarkan analisis EDS dijabarkan pada Tabel 4. Hasil ekstraksi ini memperlihatkan unsur Ti dapat ditingkatkan hingga mencapai 87,15 % pada EPSB-50 dan 75,69 % untuk EPSB-25, namun masih ditemukan beberapa unsur pengotor yang belum berhasil dipisahkan antara lain Si, V dan Fe. Berdasarkan pola difraksi material hasil ekstraksi ini seperti terlihat pada Gambar 3, unsur Ti dalam kedua material berupa senyawa TiO₂, tetapi pola difraksi material ekstraksi EPSB-25 memiliki tambahan satu pola difraksi dari senyawa lain. Senyawa TiO₂ hasil identifikasi ini bersesuaian dengan PDF No. 84-1283 memiliki *space group* P4₂/mnm, parameter kisi a = 4,593 Å dan c = 2,958 Å dengan struktur tetragonal yang menyerupai *rutile*. Jadi proses ekstraksi dapat dikatakan berjalan dengan baik pada EPSB-50 menghasilkan material fasa tunggal. Namun, tidak demikian halnya dengan EPSB-25 dengan adanya tambahan satu fasa lain berasal dari senyawa Fe₂TiO₅. Senyawa ini teridentifikasi pada PDF No. 76-1158 dengan *space group* Cmc2m dan parameter kisi a = 3,793 Å, b = 9,779 Å dan c = 9,978 Å serta memiliki struktus kristal *orthorombic*. Hasil *fitting* GSAS dari pola difraksi

Tabel 4. Identifikasi unsur dan fraksi berat dari ekstrak TiO₂ pasir PMA

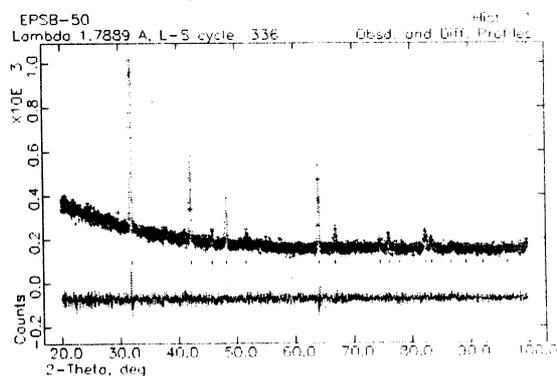
No	Unsur	EPSB-50 (wt%)	EPSB-25 (wt%)
1	Si	4,82	2,81
2	Ti	87,15	75,69
3	V	1,36	1,38
4	Fe	3,4	19,87



Gambar 3. Pola difraksi sinar-x hasil ekstraksi pasir PMA

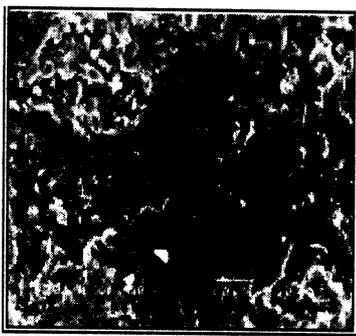
EPSB-25 memberikan nilai Chi² sebesar 1,112 dan wRP = 0,077 [15]. Diperoleh fraksi berat TiO₂ dan Fe₂TiO₅ dalam EPSB-25 masing-masing sebesar 74,7 % dan 25,3%. Jadi berbeda dengan EPSB-50, maka hasil ekstraksi material EPSB-25 berupa material dua fasa masing-masing TiO₂ dan Fe₂TiO₅. Kehadiran senyawa Fe₂TiO₅ dapat diduga berasal dari dekomposisi FeTiO₃ menjadi Fe₂TiO₅ dan TiO₂ karena proses kalsinasi suhu tinggi sesuai dengan hasil penelitian Zhang [16]. Dengan demikian, proses ekstraksi TiO₂ terhadap sampel EPSB-25 berjalan kurang baik yaitu masih menyisakan FeTiO₃. Dengan perkataan lain jumlah larutan asam sulfat yang digunakan tidak cukup mengikat Fe atau melepaskannya dari Ti secara keseluruhan.

Pada Gambar 4 diperlihatkan hasil analisis GSAS terhadap pola difraksi EPSB-50. Selisih intensitas antara kedua pola tersebut relatif kecil sepanjang rentang sudut



Gambar 4. Pola difraksi sinar-x EPSB-50 hasil

difraksi menunjukkan pola difraksi dari senyawa TiO_2 , yaitu tidak ada indikasi hadirnya senyawa lain, menjadikan sampel ini sebagai material senyawa tunggal. Gambar 5 memperlihatkan fotomikro dari material tersebut dan pada Tabel 4 ditampilkan hasil analisis mikro dengan EDS. Berdasarkan hasil analisis ini, ternyata kandungan Ti dalam sampel hanya mencapai 87,15 % atau hanya 85 % dalam bentuk senyawa TiO_2 . Jadi terdapat 15 % senyawa lain yang mungkin berupa campuran SiO_2 , Fe_3O_4 dan V_2O_5 dengan fraksi yang minor, sehingga tidak terdeteksi oleh XRD.



Gambar 5. Foto mikro material hasil ekstraksi berupa senyawa TiO_2 .

Seperti dijelaskan terdahulu bahwa proses ekstraksi dilakukan terhadap 20 gram PMM yang didalamnya terdapat $FeTiO_3$ sebanyak 15,67 % atau 3,13 gram. Didalam 3,13 gram $FeTiO_3$ terdapat 1,65 gram TiO_2 . Sedangkan proses ekstraksi material EPSB-50 menghasilkan material ekstraksi sebanyak 0,7 gram. Bila ke 87,15 % Ti dalam material hasil ekstraksi membentuk TiO_2 , maka fraksi berat senyawa ini adalah 85 % dari berat total material hasil ekstraksi atau 0,59 gram. Dengan perkataan lain proses ekstraksi TiO_2 dari material EPSB-50 berjalan dengan tingkat efisiensi 35,75 %. Adapun tingkat efisiensi yang relatif rendah ini dapat dikarenakan proses filtrasi yang kurang baik.

KESIMPULAN

Berdasarkan diskusi tersebut diatas dapat ditarik kesimpulan bahwa pasir mineral tersusun oleh minimal 6 senyawa berbeda yaitu $Mg(OH)_2$, Al_2O_3 , SiO_2 , $Ca(OH)_2$, $FeTiO_3$ dan Fe_3O_4 . Proses separasi magnet terhadap pasir mineral berhasil mereduksi senyawa-senyawa non-magnetik sehingga pasir mineral menjadi material 2 fasa terdiri dari $FeTiO_3$ dan Fe_3O_4 dengan komposisi 15,67 : 84,33. Ekstraksi TiO_2 dari material 2 fasa berhasil dilakukan melalui proses *leaching* menggunakan asam sulfat dengan tingkat efisiensi proses 35,75 %.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada Program Studi Ilmu Material, Program Pascasarjana FMIPA, Universitas Indonesia dan Akademi Kimia

Analisis Caraka Nusantara atas segala fasilitas peralatan yang disediakan. Tanpa itu semua, penelitian ini tidak dapat diselesaikan.

DAFTAR ACUAN

- [1]. SUNARYA, YAYA, *Potensi Sebaran Mineralisasi di Indonesia*, DSDM (1998)
- [2]. A. MANAF dan RIDWAN, "Current status of research and development on magnetic materials in Indonesia", *Prosiding Pertemuan Sains Materi III* (1998)
- [3]. Klein, Cornelis., *Manual of Mineralogy*, 20th, John Wiley and Sons (1985).
- [4]. N.C.EKA.D, A. MANAF dan BUDI.B, "Identifikasi Kandungan Senyawa Kimia pada Pasir Mineral", *Prosiding Seminar Nasional Bahan Magnet I* (2000).
- [5]. BARBARA ELVERS et al, *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 5th, A.20 (1996).
- [6]. S.TAYIB, "Beberapa Data Geologi dan Kimia dari Pasir Besi Cilacap", *Batan*, (1974).
- [7]. DOUGLASM, CONSIDINE, *Chemical and process Technology Encyclopedia*, Mc Graw-Hill Book Company (1974).
- [8]. Y. CHEN, M. MARSH, J.S. WILLIAMS and B. NINHAM, *J. Alloys and Compounds*, **245** (1996) 54-58.
- [9]. NEWMAN N.J, *J. Alloys and Compounds*, **274** (1998) 303-307.
- [10]. MARSHALL R. LANYON, THAUNG LWIN and RICHARD R MERRITT, *Hydrometallurgy*, **51** (1999) 299-323.
- [11]. T. HERNET, *Mineral Engineering*, **12**(5), (1999) 485-495
- [12]. MUTA'ALIM, TRI MURTI, TONIS, *PPTM*, **14** (8) (1992) 12-19.
- [13]. B.D. CULITY, *Elements of x-ray diffraction*, 2nd, Addison-Wesley Publishing Company, Inc, (1978)
- [14]. LARSON, A.C and VON DREELE, R.B, *General Structure Analysis System (GSAS)*, *Lansce, MS-H805*, Los Alamos National Laboratory, Los Alamos (2001).
- [15]. ZULFALINA, *Tesis Magister*, Program Studi Ilmu Material, Program Pascasarjana FMIPA, Universitas Indonesia (2003).
- [16]. GUANGQING ZHANG, O. OSTROVSKI, *Int. J. Miner. Process*, **64**(2002) 201-218.