

LAPORAN TUGAS AKHIR PENELITIAN
SINTESIS ZIRKONIA DARI PASIR ZIRKON ($ZrSiO_4$)
BANGKA BELITUNG
DI NANO CENTER INDONESIA - PUSAT INOVASI
LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
(1 FEBRUARI-30 JUNI 2016)



OLEH :

Aprilia Susanti

1512070

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER
POLITEKNIK STMI JAKARTA
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN
2016

LAPORAN TUGAS AKHIR PENELITIAN
SINTESIS ZIRKONIA DARI PASIR ZIRKON (ZrSiO₄)
BANGKA BELITUNG
DI NANO CENTER INDONESIA - PUSAT INOVASI LEMBAGA
ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
(1 FEBRUARI-30 JUNI 2016)

Diajukan sebagai salah satu syarat penyelesaian akademik
Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta



OLEH :

Aprilia Susanti

1512070

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER
POLITEKNIK STMI JAKARTA
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN
2016

ABSTRAK

Zirkonia merupakan salah satu bahan keramik refraktori yang mempunyai beberapa aplikasi dalam beberapa bidang industri. Perkembangan teknologi industri berbasis zirkonium oksida maupun produk derivatnya mengalami peningkatan sehingga perkembangan bahan ini memiliki prospek yang besar. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh variasi massa NaOH dengan massa pasir zirkon, mengetahui pengaruh variasi suhu leaching asam pada sampel dengan perbandingan massa NaOH tertinggi dari pasir zirkon Belitung, dan mengetahui hasil karakterisasi yang dihasilkan dari pasir zirkon Belitung. Adapun pada penelitian ini dilakukan sintesis zirkonia dari pasir zirkon dengan perbandingan variasi massa Natrium Hidroksida terhadap massa pasir zirkon yakni 1:1, 1:2, dan 1:3. Teknik ini dilakukan dengan menggunakan NaOH untuk mendestruksi pasir zirkon yang telah digerus, lalu dibakar pada suhu 500⁰C. Setelah itu dileaching dengan lalu ditambahkan H₂SO₄ pekat untuk mengkonversi natrium zirkonat menjadi zirkonoksi sulfat. Pada leaching asam dilakukan variasi suhu pada perbandingan sampel dengan perbandingan massa NaOH tertinggi yakni suhu 50⁰C, 100⁰C, dan 150⁰C selama 30 menit. Larutan yang telah dileaching asam diendapkan dengan NH₄OH hingga mencapai pH 7, lalu dikalsinasi pada suhu 700⁰C. Serbuk yang diduga zirkonia dikarakterisasi dengan XRD. Hasil penelitian diperoleh bahwa perbandingan massa Natrium Hidroksida dengan massa serbuk pasir zirkon menunjukkan semakin banyak massa Natrium Hidroksida dibandingkan dengan serbuk pasir zirkon, zirkonia yang terbentuk semakin banyak. Adapun diperoleh dari perbandingan variasi suhu leaching asam pada sampel dengan variasi massa NaOH tertinggi selama 30 menit menunjukkan sampel pada suhu 100⁰C dan 150⁰C mendapatkan hasil prosentase lebih tinggi yaitu 46,5% dan 48,7%. Hal ini menunjukkan semakin tinggi suhu leaching asam maka semakin mudah terdekomposisi dan bereaksi dengan zat lain. Hasil dari karakterisasi XRD dari produk zirkon pada suhu 100⁰C dan 150⁰C selama 30 menit sudah terlihat sifat-sifat senyawa Zirkonia seperti memiliki sifat konduktivitas panas rendah, polimorf, dan bio-kompatibel dengan intensitas puncak tertinggi pada sudut 29.5⁰ dan 30.5⁰

Kata kunci : pasir zirkon, zirkonia, dekomposisi zirkon, suhu, XRD

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah dengan penuh rasa syukur penulis berhasil menyelesaikan penyusunan laporan setelah melakukan penelitian selama 4 bulan di Nano Center Indonesia – Pusat Inovasi Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Cibinong, Bogor. Laporan ini dibuat sebagai persyaratan untuk memenuhi tugas akhir yang merupakan salah satu syarat memperoleh gelar sarjana sains terapan di Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta-Kementrian Perindustrian RI.

Pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu, membimbing, serta mendukung dalam keseluruhan kegiatan penelitian dan penyusunan laporan ini, terutama kepada :

1. Allah SWT karena telah mengabulkan doa-doa penulis untuk bisa menjalani penelitian dan menyusun laporan ini
2. Orangtua, kakak dan adik penulis yang selalu mendoakan dan mendukung untuk terus semangat dalam melakukan penelitian dan menyusun laporan ini.
3. Dr.Mustofa, ST MT., selaku Direktur Politeknik STMI Jakarta.
4. Ir. Roosmariharso, MBA., selaku ketua program studi Teknik Kimia Polimer, Politeknik STMI Jakarta.
5. Sakri Widhianto S.teks, MM.,sebagai dosen pembimbing penelitian di Politeknik STMI Jakarta.
6. Dwi Wahyu Nugroho, M.Si, selaku pembimbing di Nano Center Indonesia
7. Bapak Ikono, Mbak Qudratun, Mbak Siti , selaku staf Nano Center yang membimbing dan memberi semangat penulis selama penelitian.

8. Bapak Sudrajat selaku teknisi laboratorium di Universitas Indonesia yang memberi semangat dan dukungan penulis.
9. Puji Setiaty sebagai sahabat penulis di penelitian Nano Center Indonesia
10. Sahabat-Sahabat dari LDK Foskomi, Universitas Sumbawa, Komunitas PKWriterpreneur, CIDIS, Markaz Inspirasi, ODOLA, KBMO, Sahabat Sumbawa, dll yang turut memberi semangat dan dukungan kepada penulis.
11. Rekan-rekan Teknik Kimia Polimer angkatan 2012 yang turut mendukung dan memberi semangat selama penelitian berlangsung, dan
12. Semua pihak staff Politeknik STMI Jakarta yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa penulisan laporan ini masih jauh dari kesempurnaan. Untuk itu dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan laporan ini. Penulis mengharapkan laporan ini dapat menjadi kontribusi yang bermanfaat bagi semua pihak.

Jakarta, November 2016

Penulis

MOTTO

“Allahu Ma’i... Allahu Naadhiri.. Allahu Syaahidi!”

“ Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan,sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai dari sesuatu urusan, tetaplah bekerja keras untuk urusan yang lain. Dan hanya kepada Rabb-mu engkau berharap”

(Q.S. Asy-Syarah : 5-8)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
ABSTRAK	vi
MOTTO.....	
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1.Latar Belakang	1
1.2.Rumusan Masalah	4
1.3.Batasan Penelitian	5
1.4.Tujuan Penelitian	5
1.5.Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1.Pasir Zirkon ($ZrSiO_4$)	6
2.2.Zirkonium (Zr)	8
2.3. Zirkonia (ZrO_2).....	10
2.4. Metode Ekstraksi.....	15
2.4.1. Metode Hidrometalurgi.....	15
2.4.2. Metode Pirometalurgi	16

2.4.3. Metode Elektrometalurgi	17
2.5. Analisa Senyawa dengan X-Ray Diffraction (XRD)	18
BAB III METODE PENELITIAN	20
3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian	20
3.2. Alat dan Bahan	20
3.2.1. Alat Penelitian	20
3.2.2. Bahan Penelitian	20
3.3. Prosedur Penelitian	21
3.3.1. Preparasi Bahan	22
3.3.2. Pembuatan Sampel	22
3.3.3. Karakterisasi Sampel	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1. Karakterisasi Awal Sampel	27
4.2. Separasi Magnetit	28
4.3. Proses Fusi	29
4.4. Proses Hidrolisis	29
4.5. Proses Leaching Asam	30
4.6. Proses Leaching Basa	31
4.7. Kalsinasi	33
4.8. Hasil Dekomposisi Pasir Zirkon	34
4.7. Hasil Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i>	35
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	37
5.1. Kesimpulan	37
5.2. Saran	37

DAFTAR PUSTAKA..... 38

LAMPIRAN..... 40

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Sifat-Sifat Zirkonium.....	9
Tabel 3.1 Perbandingan Variasi Suhu Saat Leaching Asam	24
Tabel 4.1 Perbandingan Massa.....	29
Tabel 4.2. Hasil Dekomposisi Pasir Zirkon Pada Sampel.....	34
Tabel 4.3. Hasil Karakterisasi Senyawa XRD.....	35

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Peta Keberadaan Pasir Zirkon di Indonesia.....	6
Gambar 2.2. Wilayah Kuasa Pertambangan Timah Zirkon.....	7
Gambar 2.3. Pasir Zirkon.....	8
Gambar 2.4. Logam Zirkonium	9
Gambar 2.5. Transformasi Fasa Struktur Zirkonia.....	12
Gambar 2.6. Struktur Kristal Polimorf Zirkonia	13
Gambar 2.7. Serbuk Zirkonia	13
Gambar 2.8. Alat XRD	19
Gambar 2.9. Hasil Pola Difraksi XRD	19
Gambar 3.1. Diagram Alir Prosedur Penelitian.....	21
Gambar 3.2. Persiapan bahan	22
Gambar 3.3. Mortar Pasir Zirkon dan NaOH	23
Gambar 3.4. Alat <i>Furnace</i>	23
Gambar 3.5. <i>Leaching</i> Air	24
Gambar 3.6. X-Ray Diffraction (XRD)	26
Gambar 3.7. Hasil pola data XRD	26
Gambar 4.1. Hasil Karakterisasi Awal Pasir Zirkon	27
Gambar 4.2. Prosentase Komposisi Pasir Zirkon	28
Gambar4.3. Proses Hidrolisis	30
Gambar4.4. Leaching Asam	31
Gambar 4.5. Pengendapan dengan Ammonium Hidroksida	32
Gambar 4.6. Leaching Basa.....	32
Gambar 4.7. Hasil Setelah Proses Leaching Asam dan Basa	33
Gambar 4.8. Sampe Setelah Kalsinasi	33

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran I Perhitungan Data Proses Zirkon

Lampiran II Perhitungan Dekomposisi Zirkon

Lampiran III Hasil Uji Analisa Data XRD

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Zirkonia (ZrO_2) merupakan salah satu bentuk oksida dari logam zirkonium (Zr). Bahan ini merupakan material *refractori* (bahan tahan panas) yang memiliki sifat polimorf, kerapatan dan kekerasan yang tinggi, dan memiliki sifat konduktivitas panas yang rendah serta memiliki sifat bio-kompatibel. Selain itu, bahan tersebut memiliki kemudahan dalam bertransformasi fasa sehingga menghasilkan sifat mekanik tertentu. Zirkonia (ZrO_2) juga mudah untuk distabilkan oleh oksida logam lain untuk memodifikasi sifat fisik, mekanik, dan kimianya (Kwela, 2006).

Zirkonium adalah logam transisi kuat yang menyerupai titanium, karena ketahanannya sama kuat terhadap korosi. (Subamanian, R. Sircar 1991). Zirkonia atau zirkonia murni (ZrO_2) yang disebut juga baddeleyite. Zirkonia murni (ZrO_2) memiliki tiga bentuk struktur kristal yaitu: monoklinik, tetragonal dan kubik. Monoklinik zirkonia (m- ZrO_2) dan tetragonal zirkonia (t- ZrO_2) tergolong tidak stabil pada suhu $100^{\circ}C$ sampai $1100^{\circ}C$, karena pada kisaran suhu tersebut terjadi transformasi fasa dari monoklinik ke tetragonal (*reversible*) sehingga dapat menimbulkan perubahan volume (3-5%). Jika terjadi perubahan volume akan berdampak terjadinya retakan makro (*microcrack*), dan bila retak tersebut menjalar maka akan menimbulkan kerusakan (*failure*) pada material tersebut.

Zirkonia memiliki kegunaan di bidang medis maupun industri, seperti SOFC, keramik, serta biomaterial. Salah satu sumber zirkonia di alam terletak pada Kepulauan Riau zirkon pasir ($ZrSiO_4$) telah menyebar di Indonesia seperti Kalimantan dan Bangka Belitung. (Poernomo.Henry, 2012).

Wilayah Bangka Belitung. Berdasarkan data sumber daya alam Bangka Tengah, Provinsi Kepulauan Bangka Belitung, daerah tersebut berpotensi memiliki kandungan pasir zirkon 34.686 ton (Muksin, et al., 2014). Pemanfaatan pasir zirkon di Indonesia selama ini hanya menjadi salah satu bahan keramik *opacifier*, pengecoran logam dan komoditi ekspor (Kompas, 2012).

Salah satu sumber untuk mendapatkan zirkonia (ZrO_2) yaitu pasir zirkon dan beddeleyit. Bahan baku yang digunakan untuk mendapatkan zirkonium oksida adalah pasir zirkon. Pasir mineral zirkon yang mengandung pengotor dan senyawa oksida logam lainnya dengan kadar yang berbeda, sehingga perlu dicermati dalam pengolahannya (Benedict dan Pigford, 1981).

Perkembangan teknologi industri berbasis zirkonium oksida maupun produk derivatnya mengalami peningkatan sehingga pengembangan bahan ini memiliki prospek yang sangat besar (Sudarto, dkk, 2008). Pasir mineral zirkon apabila diolah lebih lanjut mempunyai peranan yang sangat luas dalam berbagai industri. Dalam industri nuklir misalnya, zirkonium oksida digunakan sebagai pelapis reaktor bahan bakar nuklir., karena mempunyai sifat yang unggul seperti tahan terhadap korosi, dapat menaikkan sifat fisik logam panduannya.

Untuk mendapatkan senyawa zirkonia (ZrO_2) dari pasir zirkon ($ZrSiO_4$) dapat dilakukan dengan melalui proses ekstraksi. Terdapat beberapa metode dalam proses ekstraksi mineral bumi yaitu hidrometalurgi, pirometalurgi, dan elektrometalurgi. Metode hidrometalurgi yaitu metode yang dalam pengolahannya memanfaatkan media pelarut berair (*aqueous solution*).

Dalam metode hidrometalurgi dilakukan pemakaian suatu zat kimia yang cair untuk dapat melarutkan suatu partikel tertentu. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan zat atau logam yang diinginkan saja yang akan bereaksi (larut) dan kemudian dipisahkan dari material yang tak diinginkan. Dari ketiga metode tersebut, metode hidrometalurgi sering digunakan dalam proses pemurnian, hal ini dikarenakan efektifitasnya dibandingkan dengan metode yang lain.

Zirkon (ZrSiO_4) merupakan salah satu senyawa kimia yang memiliki sifat stabil. Hal ini dikarenakan ikatan yang kuat antara zirkonia (ZrO_2) dan silikat (SiO_2) (Abdel, 2007). Pada proses ekstraksi zirkonia (ZrO_2) dari pasir zirkon didahului dengan pemecahan ikatan antara kedua oksida tersebut. Salah satu metode untuk memecah ikatan tersebut yaitu dengan proses fusi. Proses fusi yaitu proses mendekomposisikan (menguraikan) antara senyawa zirkonia dengan silikon dengan menggunakan senyawa alkali dan pada temperatur tertentu.

Dalam beberapa penelitian sebelumnya, metode ekstraksi zirkonia (ZrO_2) yang telah dilakukan yaitu metode *mechanical activation* dan *alkali fusion*. *Mechanical activation* adalah suatu proses fisik pada bahan didalam mesin penggerak mekanis yang dapat mengakibatkan perubahan struktur permukaan. Sedangkan *alkali fusion* yaitu metode ini memanfaatkan logam alkali untuk mendekomposisikan zirkon pada temperatur tertentu. Metode tersebut telah digunakan oleh beberapa peneliti sebelumnya, antara lain Nugraha (2007) , Hermanus (2013), dan Mutimmah (2013).

Pada penelitian Nugraha (2007) telah dilakukan ekstraksi zirkonia dari pasir zirkon dengan metode *alkali fusion*. Dalam penelitian tersebut, pasir zirkon (ZrSiO_4) direaksikan dengan NaOH, dan melebur sampel tersebut dengan temperatur tertentu. Hasilnya, kandungan zirkonia 16% dan kandungan zirkon 84%.

Ardiansyah (2011) juga telah melakukan ekstraksi zirkonia dari pasir zirkon dengan metode *mechanical activation*. Dalam penelitian tersebut didapatkan senyawa zirkonia sebesar 17.4 %. Dalam serangkaian penelitian, Hermanus (2013) telah melakukan penelitian dengan variasi massa NaOH dan pasir zirkon. Hasil karakterisasi zirkonium oksida yang baik dengan intensitas 971,88 pada sudut $2\theta = 30,27^\circ$ dan bentuk kristal yakni 100% tetragonal.

Pada penelitian Mutimmah (2013), Ukuran partikel berpengaruh terhadap reaktifitas pasir zirkon saat bereaksi dengan NaOH. Berdasarkan hasil XRD didapatkan prosentase zirkonia (ZrO_2) yang terbentuk pada berbagai ukuran partikel serbuk zirkon 100 mesh, 200 mesh dan 325 mesh secara berturut-turut adalah 100%, 90,5 % dan 95,1 % . Hal ini menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran serbuk zirkon, proses pemisahan dengan pengotornya semakin susah.

Oleh sebab itu, dalam penelitian ini dilakukan variasi perbandingan massa NaOH dan suhu saat dilakukan leaching asam pada sampel massa NaOH tertinggi terhadap proses pembentukan senyawa zirkonia (ZrO_2) dari pasir zirkon ($ZrSiO_4$) Belitung. Untuk mengidentifikasi hasil karakterisasi yang terbentuk akan dilakukan analisis XRD (*X-Ray Diffraction*). Analisis XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan untuk mengidentifikasi komposisi, pembentukan fasa, struktur kristalin yang terbentuk, dan persebaran senyawa pada zirkonia (ZrO_2).

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas, adapun rumusan masalah dalam penelitian ini:

1. Bagaimana pengaruh variasi massa NaOH dengan massa pasir zirkon ($ZrSiO_4$)?
2. Bagaimana pengaruh suhu leaching asam pada sampel dengan perbandingan massa NaOH tertinggi yang dihasilkan dari pasir zirkon ($ZrSiO_4$) Belitung?
3. Bagaimana hasil karakterisasi yang dihasilkan dari pasir zirkon ($ZrSiO_4$) Belitung?

1.3. Batasan Penelitian

Adapun batasan dalam penelitian ini yaitu

1. Specimen yang digunakan merupakan pasir zirkon dari Belitung.
2. Variasi perbandingan massa NaOH dengan massa pasir zirkon adalah 1:1 ; 1:2 dan 1:3.
3. Variasi suhu yang digunakan adalah sampel dengan perbandingan NaOH tertinggi yakni 1:3 dengan suhu 50⁰C, 100⁰C dan 150⁰C dalam waktu 30 menit.
4. Karakterisasi yang dilakukan yaitu karakterisasi XRD dengan analisa kuantitatif.

1.4. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu;

1. Untuk mengetahui pengaruh perbandingan variasi massa NaOH dengan massa pasir zirkon Belitung.
2. Untuk mengetahui pengaruh suhu leaching asam pada sampel dengan perbandingan NaOH tertinggi yang dihasilkan dari pasir zirkon Belitung.
3. Untuk mengetahui hasil karakterisasi yang dihasilkan dari pasir zirkon (ZrSiO₄) Belitung.

1.5. Manfaat Penelitian

Dengan diadakan penelitian dapat dijadikan salah satu metode yang optimal untuk mengolah pasir zirkon agar menjadi produk zirkonia yang memiliki nilai ekonomis yang lebih tinggi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Pasir Zirkon

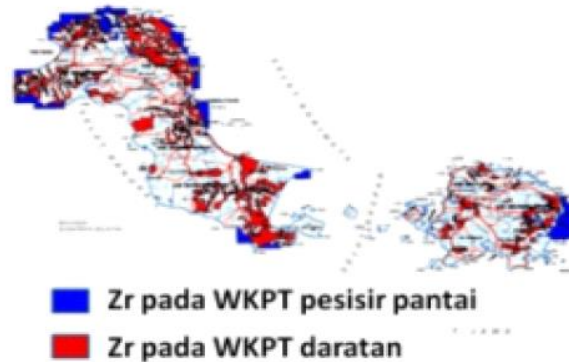
Pasir zirkon merupakan salah satu Sumber Daya Alam (SDA) yang tersedia di Indonesia. Daerah Kepulauan Riau, Bangka Belitung dan Kalimantan merupakan wilayah yang memiliki kandungan deposit pasir zirkon (Gambar 2.1)



Gambar 2.1 Peta Keberadaan pasir zirkon di Indonesia
(Poernomo, 2012)

Keberadaan zirkon di Indonesia telah dikenal sejak lama di perairan Bangka–Belitung sebagai endapan alluvial bersama pasir timah dan mineral ikutan lainnya. Peta wilayah kuasa pertambangan timah (WKPT) di pesisir pantai dan daratan yang tengah dikerjakan dapat ditunjukkan pada Gambar 2.2.

WILAYAH KUASA PERTAMBANGAN TIMAH (WKPT)
BANGKA-BELITUNG



Gambar 2.2. Wilayah Kuasa Pertambangan Timah (WKPT) Bangka Belitung yang mengandung zircon (Ristek, 2012)

Pasir zirkon merupakan salah satu mineral yang cukup melimpah. Pasir zirkon ditemukan dalam bentuk mineral aksesori pada batuan baku hasil pembekuan magma yang kaya akan silika seperti granit, *pegmatite*, dan *nepheline syenite*. Batuan sedimen juga mengandung zirkon namun dalam jumlah kecil. Pasir zirkon ditemukan terkonsentrasi dengan mineral berat lainnya seperti ilmenit, *rutile*, *monazite*, *leucoxene* dan *garnet* pada pasir sungai dan pantai dengan kandungan utama besi dan titanium (Kwela, 2006).

Pasir zirkon atau *zirconium silikat* juga merupakan mineral yang bersifat tahan korosi dan mempunyai kestabilan pada temperatur tinggi yang baik. Pasir zirkon tidak larut dalam air, namun larut dalam larutan asam serta dapat mengendap pada larutan basa. Pada temperatur diatas 1650°C, *zirconium silikat* akan terurai menjadi ZrO_2 dan SiO_2 . Zirkon biasanya adalah hasil sampingan dari penambangan dan pemrosesan pasir mineral berat untuk *recovery* mineral titanium, *rutile*, *ilmenite*. (Setiawan, 2007).

Pada umumnya pasir zirkon mengandung unsur besi, titanium dioksida, alumina, hafnia, dan unsur lainnya yang menyebabkan warna pada zirkon bervariasi, seperti putih bening, kuning, kehijauan, coklat kemerahan, kuning kecoklatan, dan gelap (Gambar 2.1).

Zirkon mempunyai kekerasan 6,5-7,5. Adapun berat jenis 4,6-5,8, indeks refraksi 1,92-2,19, dan memiliki titik lebur 2500°C (Setiawan, 2007).



Gambar 2.3. Pasir zirkon ($ZrSiO_4$)

Sifat fisik dan kimia zirkon serta kemampuannya untuk bergabung dan mempertahankan unsur sebagian besar ditentukan oleh strukturnya. (Robert, 2006).

Pada umumnya, zirkon tidak bereaksi pada mineral asam kuat, tapi dapat dipecah dengan konsentrasi asam sulfur pada temperatur dan tekanan tertentu. Untuk memecah ikatan zirkon (dekomposisi) dapat dilakukan dengan reaksi fusi alkali atau alkali karbonat pada temperatur tertentu (Kwela, 2006).

2.2. Zirkonium (Zr)

Zirkonium adalah elemen logam yang berkilau, keras dan *ductile*. Penampilan zirkonium menyerupai *stainless steel* (Gambar 2.4). Zirkonium memiliki temperatur leleh yang tinggi sekitar 1800⁰ C. Zirkonium juga memiliki sifat keras dan ketahanan korosi yang baik. Penambahan kontaminan dan struktur kristal berpengaruh terhadap sifat-sifatnya. Zirkonium termasuk kedalam golongan IV B pada tabel priodik unsur dengan valensi 4 dan bilangan koordinasi maksimal 8 serta massa atom relative 91.22 (Kwela, 2006). Adapun sifat-sifat logam zirkonium (Zr) dapat dilihat pada Tabel 2.1.



Gambar 2.4. Logam Zirkonium (Zr)

Tabel 2.1. Sifat-sifat zirkonium (Ardiansyah, 2011)

Sifat – sifat senyawa zirkonium	Nilai
Radius Atom	1.6 Å
Volume Atom	14.1 cm ³ /mol
Massa Atom Relatif	91.224
Titik Didih	4682 K
Massa Jenis	6.51 gr/ cm ³
Konduktifitas Listrik	2.3 x 10 ⁶ Ω ⁻¹ cm ⁻¹
Elektronegatifitas	1.33
Konfigurasi Elektron	[Kr] 4d ² 5s ²
Formasi Entalphi	21 kj / mol
Konduktifitas Panas	22.7 Wm ⁻¹ K ⁻¹
Potensial Ionisasi	6.84 V
Titik Lebur	2128 K
Bilangan Oksidasi	4

Kapasitas Panas	0.278 $\text{Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$
Entalphi Penguapan	590.5 kJ/mol

Unsur ini banyak digunakan oleh industri kimia terutama pada agen-agen yang korosif . Zirkonium digunakan sebagai agen pencampur logam dalam baja, peralatan bedah, primer peledak, dan filamen bola lampu. Dengan niobium, zirkonium menjadi superkonduktif pada suhu rendah dan digunakan untuk membuat magnet superkonduktif. Zirkonium oksida memiliki indeks refraksi yang tinggi dan digunakan sebagai bahan batu permata. Bentuk oksida dari zirkonium yaitu zirkonia, dimana zirkonia sering digunakan untuk *crucibles* laboratorium yang dapat menahan panas, dan digunakan sebagai bahan *refractory* di dalam tungku pemanas dan oleh industri gelas dan keramik.

Zirkonium terdapat di alam tidak dalam bentuk elemen bebas, tetapi ia berada dalam bentuk zirkonium silikat pada zircon, zirkonium oksida pada beddelleyite, zirkonium karbonat dengan natrium, kalsium, dan sebagainya. Zirkonium juga ditemukan sebagai *impurity* pada beberapa mineral titanat, niobanat, tantaloniobanat dan sebagainya. Dari banyak mineral tersebut, hanya beddeleyite dan zirkon yang sering digunakan karena memiliki nilai lebih dalam dunia industri. Semua bijih Zr mengandung Hafnium sekitar 1-3 %. Secara kimiawi, Zr dan Hf mempunyai sifat yang sangat mirip sehingga tidak dapat dipisahkan dengan proses reduksi yang umum, tetapi secara nuklir sifat keduanya sangat jauh berbeda (Poernomo, 2012).

2.3. Zirkonia (ZrO_2)

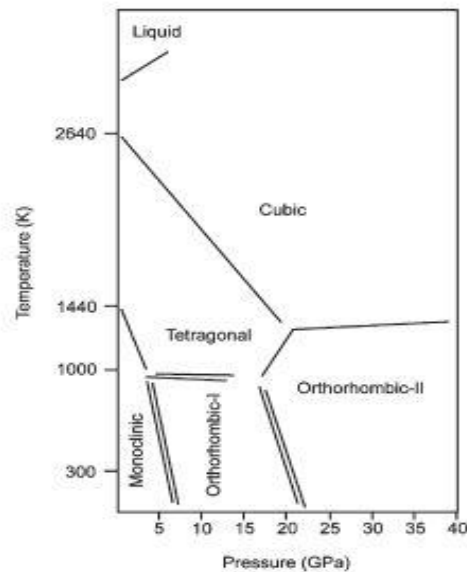
Zirkonia (ZrO_2) adalah jenis oksida kristalin yang banyak digunakan sebagai material refraktori (tahan panas) dikarenakan titik lebur yang tinggi dan sifat kimianya yang baik. Namun transformasi fasa tetragonal-monoklinik dan perubahan volumenya menghalangi penggunaan *unstabilized* (tidak stabil) zirkonia dalam beberapa aplikasi.

Oleh karena itu, untuk memudahkan dalam pengaplikasiannya zirkonia distabilkan terlebih dahulu. Transformasi fasa tetragonal-monoklinik ini terjadi secara *reversible* apabila dipanaskan ataupun didinginkan (Kwela, 2006)

Pada suhu kamar, zirkonia murni memiliki struktur kristal monoklinik (m-ZrO₂) dan apabila diberi pemanasan sampai suhu 1461 K -1480 K akan berubah struktur kristalnya menjadi tetragonal (t-ZrO₂), jika didinginkan kembali pada suhu ruang akan berubah kembali menjadi monoklinik (m-ZrO₂). fasa kubik (c-ZrO₂) dapat terbentuk pada suhu tinggi yaitu 2584 K (Gambar 2.5).

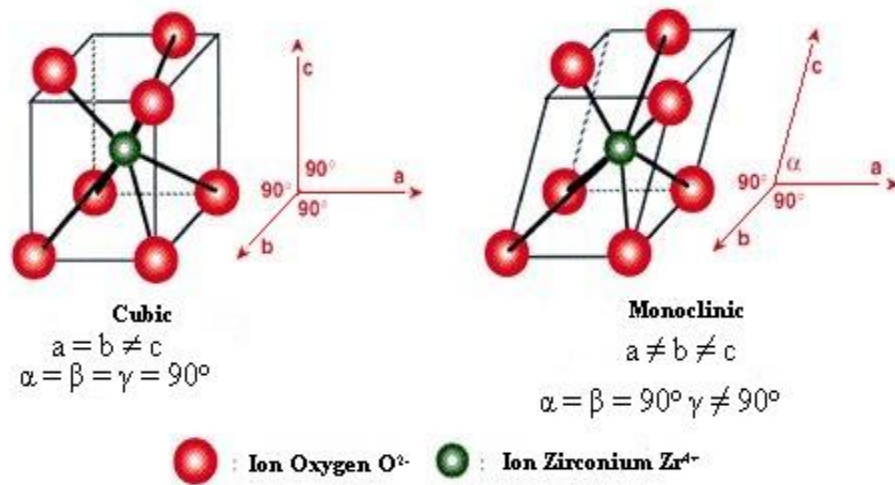
Zirkonia (ZrO₂) pada suhu rendah bersifat isolator dan pada temperatur tinggi bersifat konduktor ion. Monoklinik dan tetragonal tergolong tidak stabil pada kisaran suhu 1000°C -1100°C, karena pada kisaran suhu tersebut terjadi transformasi fasa dari monoklinik ke tetragonal (*reversible*) sehingga dapat menimbulkan perubahan volume 3-5 %. Hal ini berakibat keretakan mikro (*micro crack*), dan apabila retak tersebut menjalar maka dapat menimbulkan kerusakan pada material tersebut.

Pada temperatur ruangan dan tekanan diatas 5 GPa, telah ditemukan fasa keempat *unstabilized zirconia* yaitu orthorhombic (Leffler, 2000). Zirkonia (ZrO₂) yang berstruktur orthorhombic lebih stabil (temperatur ruangan dan tekanan tinggi) dari pada zirkonia (ZrO₂) yang berstruktur monoklinik. Hal ini dikarenakan O-ZrO₂ menghasilkan perubahan volume yang lebih kecil dari pada m-ZrO₂ ketika transformasi thermal ke fasa t-ZrO₂ (Leffler, 2000).



Gambar 2.5. Transformasi fasa struktur zirkonia (ZrO₂)
(Shackelford, 2008)

Salah satu cara untuk mendapatkan zirkonia yang stabil yaitu dengan memberikan pemanasan sampai 2370°C, reaksi tersebut memerlukan pemanasan yang tinggi sampai titik lelehnya. Namun terdapat metode untuk mendapatkan zirkonia yang stabil pada suhu yang rendah. Salah satu cara untuk menstabilkan zirkonia pada suhu rendah yaitu dengan menambahkan bahan aditif. Bahan untuk menstabilkan itu dapat berupa oksida valensi dua atau tiga seperti misalnya CaO, MgO, Y₂O₃, Ce₂O₃. Bahan aditif tersebut akan masuk kedalam struktur kristal zirkonia melalui proses *solid solution* dan akan menyebabkan zirkonia menjadi stabil. Komposisi bahan aditif yang berbeda akan menyebabkan sifat mekanis yang berbeda-beda pula.



Gambar 2.6. Struktur kristal polimorf zirkonia (a) cubic (b) monoklinik (*University of Pretoria, 2006*)

Selain dari sifat yang dimiliki di atas, zirkonia juga memiliki beberapa sifat fisis yang lain diantaranya; kekuatan, ketangguhan, dan kekerasan yang tinggi, koefisien gesekan yang rendah, bersifat non-magnetik, memiliki konduktivitas *thermal* yang rendah, memiliki daya tahan terhadap korosi, memiliki modulus elastisitas yang sama dengan dengan baja, dan memiliki koefisien ekspansi termal sama dengan dengan besi.



Gambar 2.7 Serbuk Zirkonia (ZrO_2)

Sumber utama zirkonia yaitu zirkon ($ZrSiO_4$) yang terdapat pada pasir zirkon dan baddeleyite (ZrO_2). Untuk menghasilkan zirkonia dari pasir zirkon perlu dilakukan ekstraksi terlebih dahulu, sedangkan pada baddeleyite tidak perlu dilakukan ekstraksi lagi.

Pada umumnya aplikasi zirkonia berhubungan dengan kestabilan zirkonia. Salah satu aplikasi zirkonia yaitu sebagai pelapis pada permukaan material lain (*coating*), didalam *refractories* zirkonia sebagai pelapis untuk material keramik supaya menghasilkan proteksi *thermal* dan korosi.

Struktur *single* kristal zirkonia (ZrO_2) dengan struktur kubik digunakan didalam bidang perhiasan sebagai *low-cost gemstones* (batu permata). Kubik zirkonium dioksida adalah batu sintesis yang digunakan sebagai intan/berlian (Kwela, 2006). Pada temperatur kamar, zirkonia (ZrO_2) yang stabil merupakan insulator, didalam industri manufaktur secara luas kita dapat menemukan zirkonia (ZrO_2) sebagai bahan baku dalam pembuatan tegel dan bahan refraktori untuk pelapis tungku pelebur dan aplikasi mekanik sebagai *cutting tools*. Zirkonia (ZrO_2) juga digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan keramik yang mempunyai ketahanan perubahan termal mendadak (*shock thermal*) dan sebagai bahan campuran untuk pembuatan keramik tahan impact.

Untuk aplikasi *advanced* (material maju) yang bernilai tinggi, zirkonia digunakan sebagai salah satu komponen dalam *Solid Oxide Fuel Cell* (SOFC) dan sensor oksigen. Didalam SOFC, zirkonia (ZrO_2) digunakan sebagai material elektrolit, SOFC beroperasi antara $650^{\circ}C$ dan $1000^{\circ}C$, dimana terjadi konduksi ionik ion oksigen. Didalam sensor oksigen, ion oksigen dapat bergerak bebas melewati struktur kristal zirkonia pada temperatur tinggi (Setiawan, 2007).

Zirkonia (ZrO_2) merupakan salah satu keramik yang memiliki sifat biokompatibel yang baik. Zirkonia (ZrO_2) di dalam sistem keramik *piezoelectric* yang digunakan transduser ultrasonik untuk *imaging ultrasound*. Zirkonia (ZrO_2) juga digunakan di dalam sebagai material dental dan implan (Denry, 2004). Salah

satu contohnya ialah *Hidroxyapatite-Zirkonia* yang digunakan sebagai bahan implan tulang (Kmita, 2004).

2.4. Metode Ekstraksi

Pasir zirkon merupakan salah satu sumber untuk mendapatkan zirkonium dan zirkonia. Bila ditinjau secara teknis, ekstraksi dari konsentrat/mineral hasil pertambangan ditempuh melalui tiga cara yaitu : hidrometalurgi, pirometalurgi dan elektrometalurgi.

2.4.1. Metode Hidrometalurgi

Secara harfiah, hidrometalurgi dapat diartikan sebagai cara pengolahan logam dari batuan atau bijihnya dengan menggunakan pelarut berair (*aqueous solution*) atau proses hidrometalurgi adalah suatu proses dimana dilakukan pemakaian suatu zat kimia untuk dapat melarutkan suatu partikel tertentu (Havlik, 2008).

Reaksi kimia yang dipilih selektif, artinya hanya metal yang diinginkan saja yang akan bereaksi (larut) dan kemudian dipisahkan dari material yang tidak diinginkan. Pelarut yang digunakan dalam pengolahan hidrometalurgi dapat berupa asam atau senyawa pengompleks. Metode hidrometalurgi memiliki beberapa keuntungan, yaitu biaya pengolahan yang rendah, proses pengolahan relatif mudah, investasi alat yang rendah sehingga memungkinkan percepatan proses produksi, dan proses pengolahan yang relatif lebih singkat.

Secara garis besar, proses hidrometalurgi terdiri dari tiga tahapan yaitu *leaching* atau pengikisan logam dari batuan dengan bantuan reagen, pemekatan larutan hasil *leaching* dan pemurniannya, *recovery* yaitu pengambilan logam dari larutan hasil *leaching*. *Leaching* adalah proses pelarutan selektif dimana hanya logam-logam tertentu yang dapat larut. Pelarut adalah cairan yang dari sudut pandang teknik harus murah, mampu regenerasi, dan mampu melarutkan mineral yang diinginkan dengan cepat, sehingga dapat memisahkan mineral dari bahan *gangue* (pengotor) (Ray, 2001). Pelarut akan melarutkan sebagian bahan padatan sehingga bahan terlarut yang diinginkan dapat diperoleh. Pemilihan metode

pencucian (pelindian) tergantung pada kandungan logam berharga dalam bijih dan karakteristik bijih khususnya mudah tidaknya bijih dicuci oleh reagen kimia tertentu.

Salah satu pelarut yang sering digunakan yaitu asam sulfat (H_2SO_4), karena asam sulfat pelarut yang sangat baik bila dicampurkan dengan air jika dilakukan pada suhu kamar (Donald, 1942). Asam sulfat (H_2SO_4) bereaksi dengan semua logam dan memiliki titik didih $340^\circ C$. Asam sulfat (H_2SO_4) bersifat sangat korosif dan reaksi hidrasi dengan air yang sangat eksotermis. Sifat korosif dari asam sulfat dapat merusak benda-benda dari logam.

Pada proses ekstraksi zirkonia (ZrO_2) dari pasir zirkon dilalui didahului dengan proses pemisahan antara ikatan ZrO_2 dan SiO_2 . Metode yang paling mudah untuk memisahkan ikatan kedua oksida tersebut yaitu dengan proses fusi (Abdelkader, 2008). Proses fusi yaitu proses dekomposisi dengan menggunakan logam alkali, baik sodium hidroksida (NaOH) maupun kalium hidroksida (KOH) sebagai pereaksi. Logam alkali (NaOH, dan KOH) berfungsi untuk mendekomposisikan zirkon pada temperatur tertentu sehingga terbentuk senyawa zirkonat, seperti natrium zirkonat, dan natrium silikat (Setiawan, 2007).

Adapun reaksi yang terjadi ketika proses fusi ini seperti pada persamaan 2.1.



2.4.2. Metode Pirometalurgi

Secara garis besar, metode pirometalurgi adalah proses pengambilan logam dari bijihnya dengan temperatur tinggi. Adapun ada beberapa tahapan yaitu proses pre-konsentrasi, proses roasting atau pembakaran. Proses *smelting* atau pemisahan, proses konversi, dan proses *refining* atau pemurnian. Pre-konsentrasi bertujuan untuk meningkatkan kualitas biji mineral dan meningkatkan persentase logam dalam biji. Biasanya menggunakan proses flotasi. Roasting adalah proses konversi mineral sulfida ke dalam bentuk oksidanya dengan adanya oksigen. Biasanya Suhu roasting yang digunakan untuk mineral sulfida yaitu antara $500-700^\circ C$ lihat pada persamaan 2.2.



Selanjutnya proses *smelting* adalah proses peleburan material pada suhu tinggi (1200 oC) bertujuan untuk memisahkan logam dari pengotor. Pada proses ini terdapat dua lapisan yang terbentuk. Lapisan bawah yaitu lapisan lelehan logam, dimana terdiri dari logam yang akan di ambil atau yang akan dimurnikan. Lapisan atas yaitu lapisan slag atau ampas biji, untuk memisahkan logam dari slag, biasanya di tambahkan formula flux seperti silika untuk mengikat slag.

Proses konversi adalah Proses konversi adalah proses yang dilakukan setelah proses peleburan (*smelting*), proses ini akan mereduksi senyawa logam menjadi logam nol. Pada proses ini logam yang didapatkan masih belum murni, sehingga perlu di murnikan lagi. Terakhir tahap proses *refining* adalah proses penghilang pengotor dari material logam untuk meningkat kualitas logam. Salah satu tujuan utama proses ini adalah mendapatkan logam murni. Pada penelitian ini pasir zirkon akan dimurnikan menjadi logam zirkonia murnia dengan menghilangkan logam besi dan mineral silikat. (Ismail, 2013).

2.4.3. Metode Elektrometalurgi

Metode elektrometalurgi adalah yaitu proses pemurnian mineral dengan menggunakan energi listrik sebagai sumber panas. Tujuan dari proses ini adalah untuk mengendapkan logam dari suatu larutan sebagai hasil pelindian. Adapun ada 5 tahap dalam prinsip elektromagnetik. Prinsip ini bertujuan untuk mengendapkan suatu metal atau logam pada salah satu elektrodanya. Tahap pertama, prinsip elektolisa di dalam larutan air ada dua macam yaitu, *eletrowinning* dan *elektrorefining*. *Elektrowinning*, merupakan tahap pemerolehan kembali suatu logam dari larutannya dengan menggunakan arus listrik yang diberikan dari luar. Sedangkan, *elektrorefining*, merupakan tahap mengekstraksi logam-logam sehingga diperoleh logam dengan tingkat kemurnian yang tinggi.

Selanjutnya ada tahapan elektrolisa di dalam larutan garam. Biasanya tahapan ini digunakan untuk mengekstraksi logam-logam yang sangat reaktif seperti Al dan Mg. Tahapan selanjutnya elektrolisa di dalam larutan zat organik, electroplating dan anodisasi. Terakhir tahapan korosi logam dan teknik penanggulangannya.

Pada metode elektrometalurgi yang sering digunakan pada elektrolisa metal adalah elektrolisa dalam larutan air dan larutan garam. Sedangkan metode tahapan elektrolisa dalam larutan zat organik jarang digunakan. Proses ekstraksi ini yaitu pemurnian yang melibatkan energi listrik sebagai dasar-dasar ekstraksinya. Prinsip yang digunakan adalah elektrolisis dan elektrokimia.

2.5. Analisa Senyawa dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)

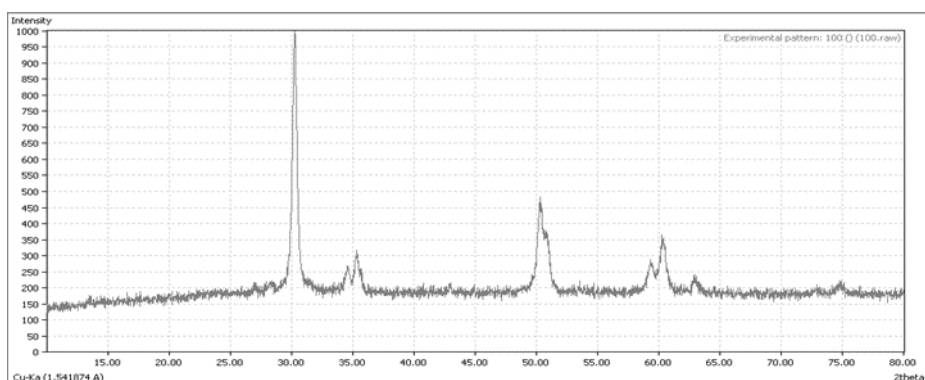
XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan metode analisa *nondestruktif* yang didasarkan pada pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal ketika terjadi interaksi antara suatu material dengan radiasi elektromagnet sinar-X. Suatu kristal memiliki sisi kristal tertentu dengan jarak antar bidang kristal (d) spesifik juga sehingga bidang kristal tersebut akan memantulkan sinar-X dengan sudut-sudut tertentu. XRD merupakan satu-satunya metode analitik yang mampu memberikan informasi kualitatif dan kuantitatif tentang senyawa yang bersifat kristal atau fasa yang terdapat dalam suatu zat padat.

Salah satu fungsi metode difraksi sinar-X antara lain menentukan struktur kristal dalam bentuk dan ukuran sel satuan kristal, mengindekskan bidang kristal, menentukan jumlah atom per sel satuan dan analisis kimia dalam mengidentifikasi jenis kristal, menentukan kemurnian relatif dan derajat kristalinitas sampel, mendeteksi senyawa baru, dan mendeteksi kerusakan oleh suatu perlakuan.



Gambar 2.8. Alat XRD (*X-Ray Diffraction*)

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah metode difraksi sinar-x serbuk (*X-ray powder diffraction*). Untuk menjalankan fungsinya, XRD dilengkapi oleh komponen tabung sinar-x, *monochromator*, *detector* dan lain-lain. Adapun difraksi sinar-X adalah metode yang sangat penting untuk mengkarakterisasi struktur kristal material. Teknik ini biasanya dapat digunakan untuk analisis parameter kisi kristal tunggal, atau tahap tersebut, tekstur atau bahkan stres analisis bahan polikristalin (seperti serbuk). Teknik ini banyak digunakan dalam penelitian dan pengembangan aplikasi dan penggunaannya untuk produksi atau masalah pengendalian mutu .



Gambar 2.9 . Contoh Hasil pola difraksi XRD dengan sinar-X.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. WAKTU DAN LOKASI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan selama 4 bulan yaitu dari bulan Februari–Juni 2016. Pembuatan sampel di Nano Center Indonesia – Pusat Inovasi Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Cibinong, Bogor. Uji XRD dilakukan di Pusat Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) PUSPITEK Serpong.

3.2. ALAT DAN BAHAN

3.2.1. ALAT PENELITIAN

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah magnet, cawan, mortal dan alu, erlenmeyer 250 mL, pipet volume 10 mL, gelas ukur 50 mL *pyrex*, *furnace*, spatula, *hot plate*, *magnetic stirrer*, corong, *ball pipet*, pinset, oven, gelas keramik, dan timbangan digital. Sedangkan untuk karakterisasi zirkonia yang digunakan alat X-Ray Diffraction (XRD) merek *Shimadzu*.

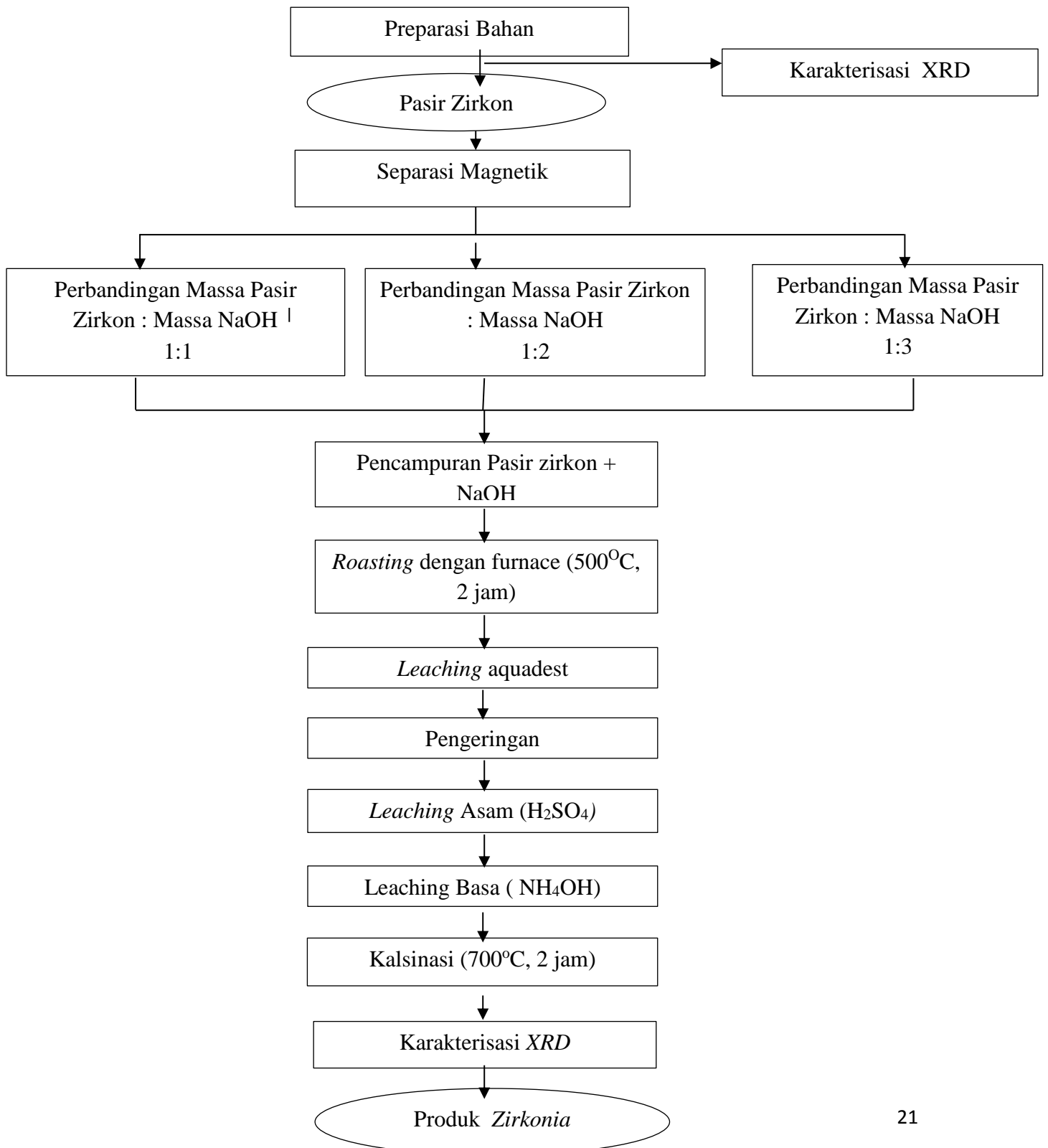
3.2.2. BAHAN PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir zirkon Belitung, NaOH padatan, aquades, H₂SO₄ (98%) , NH₄OH, kertas saring, plastik sampel, dan indikator pH.

3.3. PROSEDUR PENELITIAN

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahap, yaitu tahap persiapan bahan, tahap pembuatan sampel, dan tahap karakterisasi dilihat dari skema gambar 3.1.

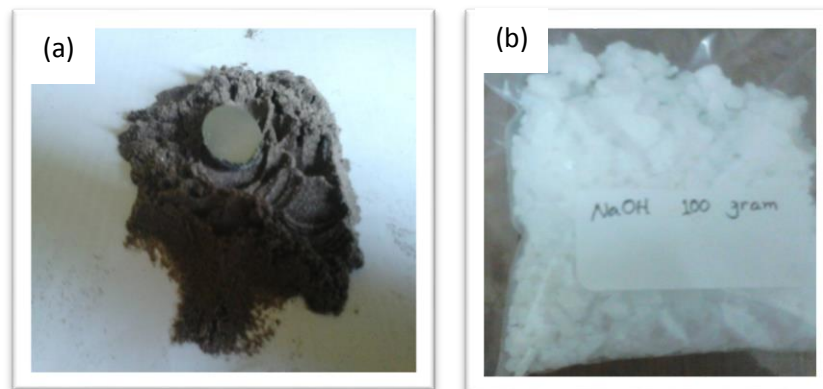
Gambar 3.1 Diagram Alir Prosedur Penelitian



3.3.1. PREPARASI BAHAN

Pada penelitian ini, bahan yang digunakan pasir zirkon Bangka Belitung berwarna keabu-abuan. Setelah itu dicuci terlebih dahulu menggunakan air dan dikeringkan di bawah terik matahari. Selanjutnya pasir yang sudah kering diseparsi/ dipisahkan terlebih dahulu dari *gangue* (pengotor yang tidak diinginkan) menggunakan magnet secara manual (Gambar 3.2.). Sedangkan NaOH yang digunakan dalam bentuk padatan.

Pada penelitian ini, dilakukan variasi perbandingan massa NaOH dengan massa pasir zirkon, meliputi, 1:1 ; 1:2 ; 1:3. Perbandingan variasi ini disesuaikan dengan persamaan reaksi 2.1. Dari perbandingan massa tersebut akan diperoleh perbandingan senyawa zirkonia yang terbentuk untuk dilakukan perlakuan pembuatan selanjutnya .



Gambar 3.2. Persiapan bahan (a) Pasir Zirkon ($ZrSiO_4$) + Magnetik (b)NaOH

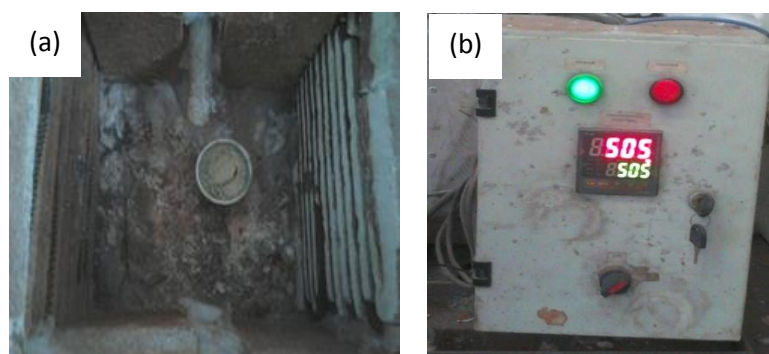
3.3.2. PEMBUATAN SAMPEL

Pada langkah selanjutnya, setelah pasir zircon telah diseparsi lalu ditimbang sesuai dengan variasi massa NaOH padatan ke dalam 5 cawan . Kedua bahan tersebut dicampurkan (*mixing*) menggunakan alu dan mortar (Gambar 3.3). Tujuan dilakukan pencampuran ini agar bahan menjadi campuran yang homogen.



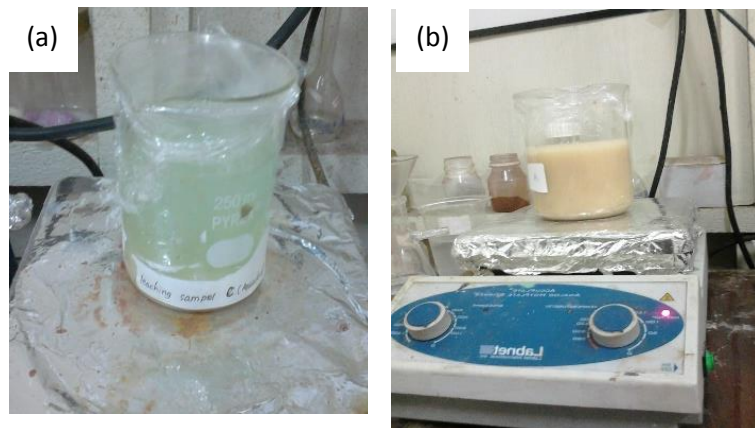
Gambar 3.3 Mortar Pasir Zirkon dan NaOH padatan

Pasir zirkon yang telah tercampur, dimasukkan ke dalam *furnace* untuk dilakukan pembakaran selama 2 jam pada suhu 500°C (Gambar 3.4) . Selanjutnya, sampel didinginkan selama 5 menit di dalam air. Setelah itu, sampel dimasukkan ke dalam beaker glass dengan spatula.



Gambar 3.4. Alat Furnace (a) Penampang dalam *furnace* (b) Depan *furnace*

Sampel lalu *dileaching* air menggunakan aquades sebanyak 200 mL selama 30 menit menggunakan *hot plate* dan *magnetic stirrer* untuk memisahkan zat yang larut dan tidak larut (Gambar 3.5). Sampel dipisahkan antara larutan dan endapan, dan setelah itu dilakukan pencucian lagi. menggunakan akuades. Proses ini dilakukan sebanyak 3 kali secara bertahap agar menghilangkan logam natrium (Na) dan silikat (Si) yang masih bercampur dengan bahan.



Gambar 3.5. *Leaching* air di atas *hot plate*

Kemudian sampel disaring dengan menggunakan kertas saring *whatman*. Setelah disaring, endapan ditimbang lalu dikeringkan melalui oven. Endapan yang sudah kering, *dileaching* asam dengan H_2SO_4 pekat diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada 300 rpm dan suhu yang telah ditentukan selama 30 menit. Hal ini bertujuan untuk mempercepat proses pelarutan setelah dilakukan proses pelarutan dengan H_2SO_4 . Pada penelitian ini, masing-masing sampel dengan molaritas, waktu yang sama 2M selama 30 menit dengan variasi suhu yang berbeda ini dilakukan dari penelitian sampel dengan variasi NaOH tertinggi yakni perbandingan 1:3 (Tabel 3.1).

Tabel 3.1. Perbandingan Variasi Suhu Saat *Leaching* Asam

Sampel	Perbandingan Massa Pasir Zirkon : Massa NaOH	Variasi Suhu <i>Leaching</i> Asam
1	1:1	100 ⁰ C
2	1:2	100 ⁰ C
3	1:3	50 ⁰ C
4	1:3	100 ⁰ C
5	1:3	150 ⁰ C

Selanjutnya, sampel dipisahkan antara zat yang terlarut dan zat yang tidak larut. Untuk zat yang terlarut, diendapkan dengan larutan NH_4OH sedikit demi sedikit hingga mencapai pH 7 dengan menggunakan pH indikator. Setelah itu, larutan dibiarkan semalam. Endapan yang terbentuk berwarna putih, setelah itu disaring dan dikeringkan sebelum dilakukan kalsinasi. Tujuan pengeringan untuk menghilangkan molekul air di dalam sampel sebelum dilakukan kalsinasi. Kalsinasi dilakukan selama 2 jam pada temperatur $700\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Selanjutnya, sampel yang diduga Zirkonia dikarakterisasi menggunakan XRD Rigaku miniplex 600 untuk menghasilkan produk asli Zirkonia.

3.3.3. KARAKTERISASI SAMPEL

Karakterisasi hasil ekstraksi yang terbentuk akan dilakukan dengan analisa senyawa serta kristal yang terbentuk dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*).

- **Analisis X-Ray Diffraction (XRD)**

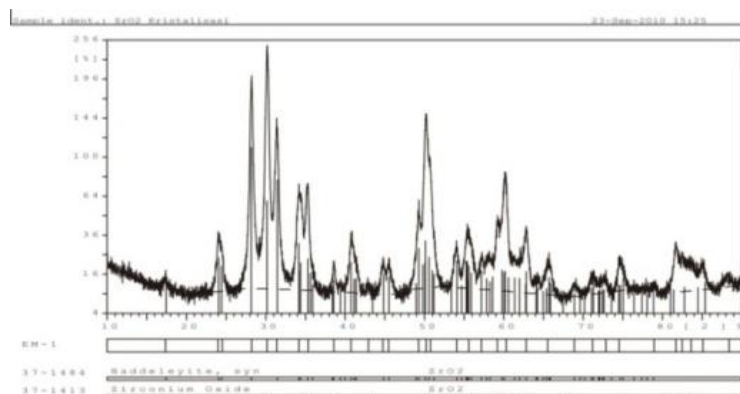
Analisis data yang digunakan dengan alat XRD dilakukan terhadap masing-masing sampel. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa yang terdapat pada sampel dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Prinsip kerja alat ini berdasarkan difraksi sinar-X. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki ukuran kecil (*powder*).

Cara kerjanya adalah sampel serbuk diletakkan pada suatu plat kaca, kemudian ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar- X pada sudut 2θ sebesar 5° - 90° . Detektor yang bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel (Gambar 3.6).



Gambar 3.6. .Alat Karakterisasi XRD

Data hasil uji XRD dihasilkan pola difraksi berupa spektrum kontinue yang menggambarkan sudut-sudut terjadinya difraksi pada atom-atom bahan (2θ), besar nilai intensitas relatif yang dihasilkan (I/I_0) dari jarak antar bidang (d). Kemudian data difraksi tersebut direkam dan dicatat oleh komputer dalam bentuk grafik peak intensitas seperti pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7. Hasil data pola peak difraksi XRD

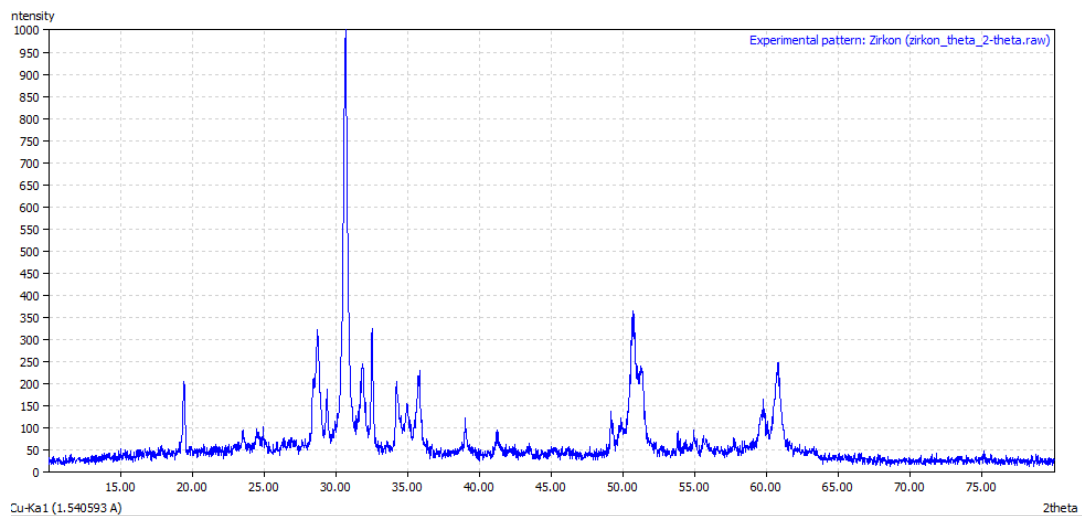
Untuk analisis terhadap spektrum data XRD dapat dilakukan menggunakan program *search match*. Dari grafik *search match* difokuskan analisis pada puncak yang paling dominan. Selanjutnya dari data XRD dilakukan *search match*.. Hasil *search match* berupa grafik dengan identifikasi fase dari senyawa-senyawa pada puncak-puncak intensitasnya yang selanjutnya digunakan untuk penentuan jenis puncak yang terbentuk.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Awal Sampel

Sampel awal dikarakterisasi menggunakan XRD. Karakterisasi awal ini bertujuan untuk mengetahui kandungan senyawa dan prosentase komposisi yang terdapat pada bahan baku awal sebelum diberi perlakuan dan hasil karakterisasi dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2.



Gambar 4.1. Grafik puncak-puncak senyawa pasir zirkon Bangka Belitung

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat dilihat bahwa sampel merupakan zirkonia silikat (ZrSiO_4). Dari hasil karakterisasi awal muncul peak atau puncak-puncak milik pasir zirkon (ZrSiO_4) dengan sudut 19.43° , 28.73° , 30.67° , 32.52° , 35.79° , 50.68° , dan 60.78° . Peak tersebut merupakan puncak-puncak karakteristik yang dimiliki oleh pasir zirkon (ZrSiO_4) dan zirkonia (ZrO_2). Hal ini menunjukkan bahan awal sampel merupakan konsentrat zirkonia silikat (ZrSiO_4) dan terdapat juga konsentrat zirkonia, sehingga untuk sintesis zirkonia dari pasir zirkon Bangka Belitung ini akan lebih mudah.

Formula	Z	Concentration
ZrO ₂	40	48.58%
Na ₂ O	11	14.59%
SiO ₂	14	10.25%
SO ₃	16	9.76%
Fe ₂ O ₃	26	3.92%
SnO ₂	50	3.01%
MgO	12	2.71%
TiO ₂	22	1.69%
Al ₂ O ₃	13	1.60%
Cl	17	0.58%
La ₂ O ₃	57	0.49%
CeO ₂	58	0.36%
Nd ₂ O ₃	60	0.35%
CaO	20	0.32%
Cr ₂ O ₃	24	0.24%
Pr ₆ O ₁₁	59	0.23%
CuO	29	0.16%

Gambar 4.2 Prosentase komposisi pasir zirkon Bangka Belitung

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat dilihat bahwa sampel mengandung ZrO₂ (zirkonia), Na₂O, dan SiO₂ dalam prosentase yang besar. Hal ini menunjukkan bahan awal sampel telah terdapat ZrO₂ dalam jumlah yang besar, sehingga bahan awal ini akan lebih mudah ketika diekstraksi.

4.2 Separasi Magnetit

Sebelum di separasi magnetit, sampel pasir zirkon (ZrSiO₄) dari Bangka masih dengan kadar 78%, dicuci terlebih dahulu menggunakan aquades. Pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang terdapat pada bahan. Bahan kemudian dijemur di bawah sinar matahari sebelum di separasi magnetit menggunakan magnet eksternal.

Tujuan separasi ini untuk menghilangkan partikel magnetic seperti, *ilmenite*, *monazite*, *xenotime* dan mineral besi lainnya. Sehingga didapatkan partikel non magnetik seperti pasir zirkon. Setelah itu, pasir zirkon ditimbang lalu *dimixing* dengan variasi perbandingan massa NaOH seperti tabel 4.1.

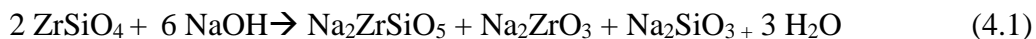
Tabel 4.1. Perbandingan Massa (Massa Pasir Zirkon : Massa NaOH)

Sampel	Massa Pasir Zirkon (gram)	Massa NaOH (gram)
1	10.00 g	10.00
2	10.00 g	20.00
3	10.00 g	30.00
4	10.00 g	30.00
5	10.00 g	30.00

4.3. Proses Fusi

Tahap selanjutnya dilakukan perlakuan proses fusi. Proses fusi dimulai ketika pasir zirkon dan NaOH padatan dicampur/*mixing*. Pencampuran ini bertujuan agar bahan menjadi homogen. Setelah itu, sampel dipanaskan pada temperatur 500 °C selama penahanan 2 jam. Saat pemanasan perlu diperhatikan saat penahanannya. Mula-mula temperature awal dilakukan dalam temperature yang masih rendah yaitu sekitar 255⁰C. Peningkatan laju ini dikontrol sangatlah hati-hati. Jika proses pemanasannya dikontrol langsung dengan suhu yang tinggi, akan mengakibatkan sampel mendidih dan penguapan dari bahan organic menjadi sampel mengembang sehingga dapat menghancurkan sampel. Oleh karena itu, perlu dilakukan penahanan selama 2 jam secara hati-hati.

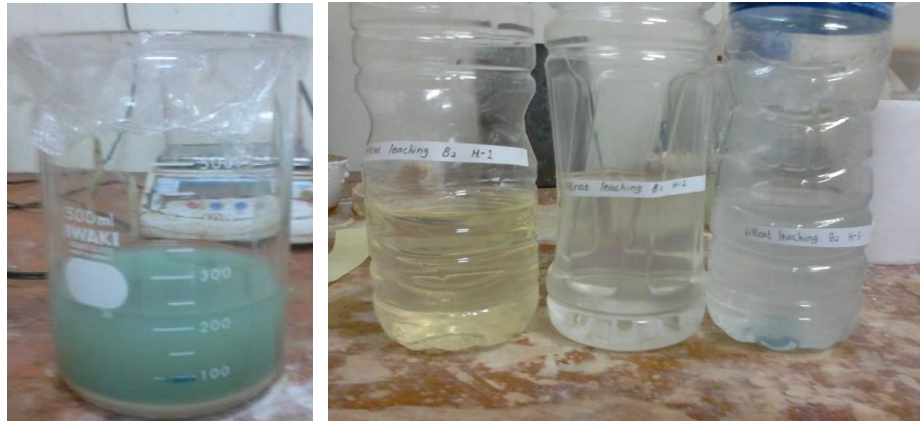
Saat proses pemanasan, terjadi perubahan zirkon menjadi senyawa zirkonat dan natrium silikat sebagaimana Persamaan 4.1. Pemanasan ini juga berfungsi untuk membentuk pori pada bahan sehingga bahan sehingga mudah untuk *dileaching* pada proses selanjutnya. Reaktivitas NaOH akan memberikan energi yang lebih rendah sehingga suhu pemanasan menjadi lebih rendah (El Barawy, 2008).



4.4 Proses Hidrolisis

Setelah proses fusi, sampel dipindahkan ke dalam *beaker glass* dan ditambahkan aquades. Pemanasan yang dilakukan selama 2 jam mengakibatkan larutan menjadi warna hijau kebiruan. Larutan berwarna endapan hijau kebiruan menunjukkan bahwa masih ada natrium silikat, sehingga harus dicuci kembali dengan aquadest. Tujuan pencucian atau hidrolisis pada sampel untuk menghilangkan natrium silikat yang bertindak sebagai pengotor. Karena pada

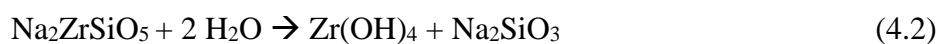
perlakuan ini terjadi proses pemisahan pelarutan Na_2ZrO_3 (natrium zirkonat) dan Na_2SiO_3 (natrium silikat). Zat yang tidak larut adalah senyawa $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ yang akan mengendap, dan senyawa Natrium silikat akan larut dalam air. Sehingga dapat dengan mudah dipisahkan. Proses hidrolisis dilakukan sebanyak 3 kali. Hal ini dikarenakan agar filtrat cair yang berwarna hijau akan mempercepat warna filtrate menjadi putih (Gambar 4.3).



Gambar 4.3. Proses hidrolisis

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat diamati bahwa ketika sampel ditambahkan aquades, diperoleh filtrat berwarna hijau kebiruan dan endapan berwarna putih kecoklatan yang menandakan terbentuknya endapan $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$. Hal ini dikarenakan pasir zirkon sudah bereaksi dengan NaOH dan terbentuk senyawa $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$. Reaksi yang terjadi ketika ditambahkan air dapat dilihat pada Persamaan 4.2. Proses ini bertujuan untuk membentuk zirkonium hidroksida dan mengurangi pengotor-pengotor yang masih terdapat di dalam sampel.

Setelah itu, residu (natrium zirkonat) dan filtrate (natrium silikat) dipisahkan dengan penyaringan. Residu dicuci dengan aquadest hingga pH mencapai 6-7. Selama proses pencucian maka akan terjadi hidrolisis, yakni pemecahan senyawa dengan bantuan reaksi dalam aquadest.

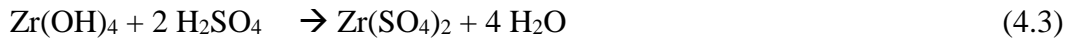


4.5. Proses *Leaching* Asam

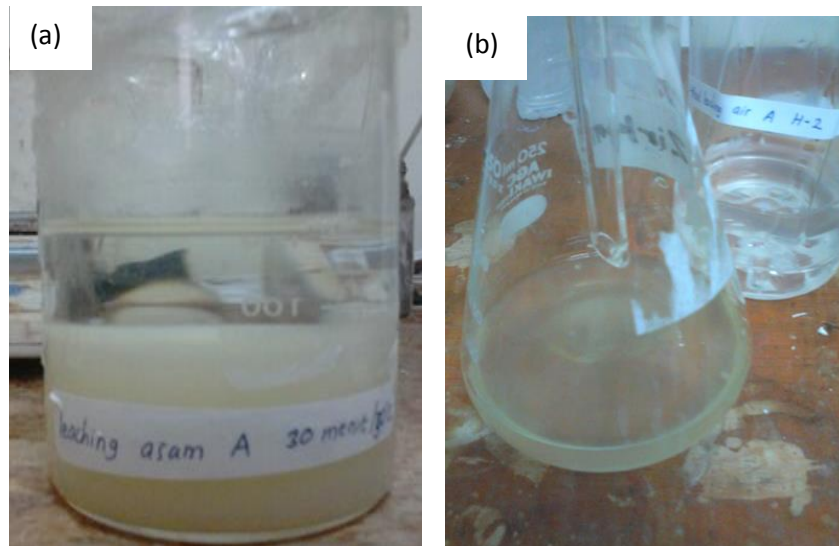
Pada tahap selanjutnya, setelah dilakukan leaching air sebanyak 3 kali, ditimbang lalu sampel dikeringkan dalam oven untuk menghilangkan kadar air yang masih terdapat pada bahan sebelum dilakukan proses leaching asam.

Sampel yang sudah dikeringkan dimasukkan ke dalam beaker glass dengan penambahan asam sulfat. Penggunaan larutan asam sulfat pekat (H_2SO_4) dikarenakan larutan asam sulfat dapat melarutkan semua logam sehingga dapat menambah kemurnian dari zirkonia

(ZrO₂) sendiri. Reaksi saat penambahan asam sulfat dapat dilihat dalam persamaan 4.3. Sehingga terbentuk senyawa zirkonoksi sulfat.



Zirkonoksi sulfat yang terbentuk berwarna kuning pekat. Setelah itu, dilakukan leaching asam. Pisahkan filtrate (berwarna kuning) dan residu (berwarna agak putih) sesuai gambar 4.4.



Gambar 4.4 Leaching Asam (a) Filtrat dan residu setelah leaching asam (b) Penyaringan residu dan filtrate setelah leaching asam

Setelah dipisahkan filtrate yang mengandung zirkonoksi sulfat diendapkan dengan ammonium hidroksida.

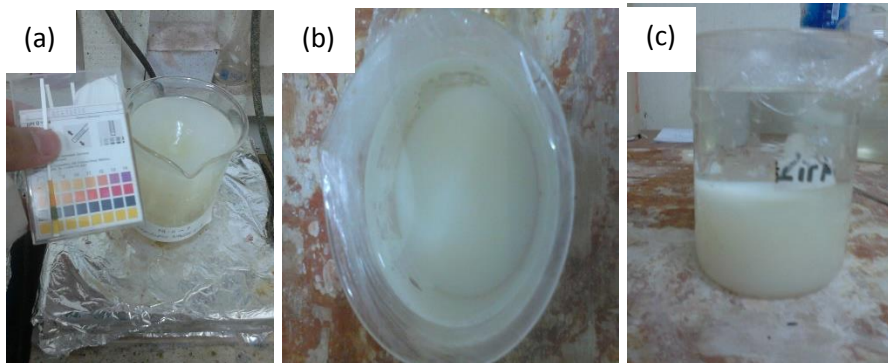
4.6. Proses *Leaching* Basa

Setelah didapat filtrat, dilakukan leaching basa dengan penambahan larutan amonium hidroksida (NH₄OH) tetes demi tetes di atas *hot plate* dengan kecepatan 300 rpm (Gambar 4.5). Leaching basa ini bertujuan untuk mengendapkan logam yang terlarut dalam asam sulfat. Penggunaan amonium hidroksida dikarenakan agar tidak menambah unsur anorganik ke dalam hasil endapan.



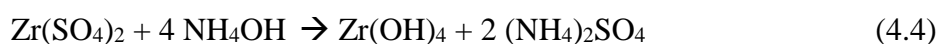
Gambar 4.5. Pengendapan dengan NH₄OH

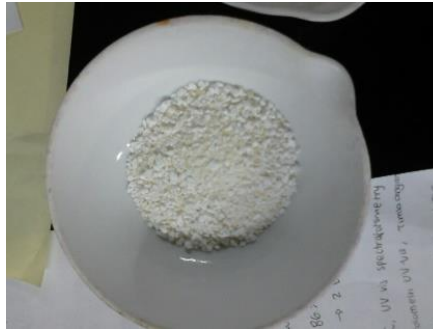
Adapun reaksi yang terjadi yaitu pada Persamaan 4.3 dan Persamaan 4.4. Pada Persamaan 4.3 dapat diketahui bahwa logam Zr larut dalam larutan asam sulfat sehingga membentuk larutan Zr(SO₄)₂. Kemudian larutan Zr(SO₄)₂ yang terbentuk diendapkan dengan larutan basa NH₄OH sampai mencapai pH 7 dan membentuk endapan putih Zr(OH)₄. Selanjutnya sampel dibiarkan semalam agar proses pengendapan lebih sempurna (Gambar 4.6)



Gambar 4.6. Leaching Basa (a) Pengendapan NH₄OH pH 7 (b) Larutan setelah leaching basa (c) Larutan endapan NH₄OH setelah dibiarkan semalam

Selanjutnya, sampel disaring diambil residunya dan dikeringkan didalam oven. Gambar 4.5 menunjukkan bahwa sampel memiliki warna putih sesudah proses pengeringan.





Gambar 4.7. Hasil setelah proses *leaching* asam dan penambahan NH_4OH

Gambar 4.7 menunjukkan sampel setelah proses *leaching* asam dan penambahan NH_4OH berwarna putih dalam bentuk serbuk dan tidak berbau amonia, yang menunjukkan bahwa sampel yang terbentuk adalah $\text{Zr}(\text{OH})_4$. Warna putih ini menunjukkan karakter fisik dari ZrO_2 .

4.7 Kalsinasi

Proses kalsinasi merupakan peristiwa dekomposisi dari material induk menjadi oksida karena pemanasan (Suwarno, 1987). Pada penelitian ini, sampel yang sudah dikeringkan akan di kalsinasi dengan suhu 700°C selama 2 jam. Kalsinasi adalah proses pemanasan bahan sampai suhu tinggi, tanpa terjadinya peleburan, sehingga hidrat, karbonat atau komponen yang lain dapat terurai dan bahan mudah menguap akan keluar (Hermanus,2013). Pada proses ini terjadi pelepasan ikatan OH dengan Zr, sehingga sampel dapat dikurangi pengotor yang dikandungnya. Didalam proses ini terjadi reaksi *endotermik* (reaksi yang berlangsung dengan menyerap panas dari luar). Adapun reaksi yang terjadi dapat dilihat dari Persamaan 4.5.



Gambar 4.8. Sampel setelah kalsinasi

Berdasarkan Gambar 4.6 dapat diamati sampel setelah kalsinasi tetap berwarna putih yang menunjukkan bahwa sampel tersebut diduga zirkonia (ZrO_2). Ukuran pori sampel juga lebih kecil yang ditunjukkan dengan sampel yang lebih halus dibandingkan sebelum kalsinasi.

4.8 Dekomposisi Pasir Zirkon ($ZrSiO_4$)

Dekomposisi Pasir Zirkon pada penelitian ini dilihat dari perbandingan variasi massa NaOH dan suhu saat leaching asam. Ada lima sampel dengan perlakuan pada suhu dan massa NaOH yang berbeda.

Tabel 4.2 Dekomposisi Pasir Zirkon Pada Sampel

Sampel	Variasi Massa Natrium Oksida	Variasi Suhu, 30 Menit	Hasil Dekomposisi
1	10.00 g	100 ⁰ C	53,8%
2	20.00 g	100 ⁰ C	52,5%
3	30.00 g	50 ⁰ C	45.5%.
4	30.00 g	100 ⁰ C	46.5%.
5	30.00 g	150 ⁰ C	48.7%.

Penelitian ini mendapatkan hasil dekomposisi ekstraksi pasir zirkon pada variasi massa Natrium oksida, dan suhu saat dilakukan perlakuan leaching asam. Dekomposisi pada perbandingan sampel 1 memiliki prosentase dekomposisi sebesar 53.8% dan prosentase sampel 2 sebesar 52,5%. Sedangkan pada sampel optimum dengan variasi suhu didapatkan prosentase dekomposisi yang berbeda. Pada sampel 3 dengan suhu 50⁰C memiliki prosentase dekomposisi sebesar 45.5%. Sampel 4 dengan suhu 100⁰C memiliki prosentase dekomposisi sebesar 46.5%. Sedangkan sampel 5 pada suhu 150⁰C memiliki prosentase dekomposisi sebesar 48.7%.

Hal ini dapat disebabkan semakin tinggi perbandingan massa Natrium Hidroksida dengan serbuk pasir zirkon ($ZrSiO_4$), maka zirkonia (ZrO_2) yang terbentuk semakin banyak yang didapatkan sehingga (kemurnian lebih tinggi). Semakin lama suhu leaching asam, semakin mudah terdekomposisi dan bereaksi dengan zat lain. Hal ini juga menunjukkan bahwa kondisi optimal untuk dekomposisi zirkon yaitu sampel 4 dan 5. Adapun perhitungannya, dapat dilihat pada lampiran II.

4.9. Karakterisasi Akhir X-Ray Diffraction (XRD)

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD dengan analisa *search match* maka didapatkan hasil analisa senyawa sesuai tabel 4.3

Tabel 4.3 Hasil Karakterisasi Senyawa Menggunakan XRD

Sampel	Dekomposisi	Warna Karakteristik	Analisa Senyawa Zirkonia
1	53,8%	Merah-agak orange	Tidak Terdeteksi
2	52,5%	Orange – putih	Tidak Terdeteksi
3	45.5%.	Agak Putih	Zirkonia
4	46.5%.	Putih	Zirkonia
5	48.7%.	Putih	Zirkonia

Berdasarkan analisis data XRD yang diperoleh pada sampel 1, perbandingan 1:1 senyawa Zirkonia tidak terdeteksi. melainkan mineral *Berrylite* yang terdeteksi. Muncul peak pada puncak-puncak karakteristik yang dimiliki *Berrylite* pada sudut 25.5° , 30.6° , $41,1^\circ$, dan 44.6° . Hasil analisa ini menunjukkan bahwa masih banyak pengotor seperti mineral besi yang ada sehingga senyawa Zirkonia tidak terdeteksi. Warna hasil pada sampel ini berwarna merah-orange.

Sedangkan pada sampel 1:2 senyawa Zirkonia juga tidak terdeteksi, melainkan senyawa mineral lain yaitu bustamite kelompok mineral silikat. Pada sampel ini muncul peak karakteristik yang dimiliki oleh bustamit yaitu puncak pada sudut 30.6° , dan 51.0° . Hasil dari analisis data XRD menyatakan bahwa pada sampel 1 dan 2 masih terdapat banyak pengotor. Hal ini dikarenakan saat leaching asam belum sempurna.

Pada sampel 3, 4, dan 5 dengan perbandingan 1:3 didapatkan hasil pada suhu 50°C sudah muncul puncak jenis zirkonia (ZrO_2) yaitu Baddylite pada sudut 30.8° , 35.6° , 50.5° , dan 60.8° . Pada sampel 4 dengan suhu 100°C sudah muncul puncak peak Zirkonia murni pada sudut 29.5° , 34.6° , 50.7° , dan 60.5° . Sedangkan pada sampel kelima dengan perbandingan masa yang sama pada suhu 150°C juga sudah muncul peak senyawa Zirkonia pada sudut 30.5° , 35.6° , 50.3° , dan 60.4° .

Berdasarkan uraian diatas dapat diketahui bahwa sampel perbandingan 1:1 dan 1:2 masih terdapat pengotor sehingga senyawa Zirkonia tidak dapat terdeteksi. Sedangkan pada perbandingan 1:3 pada suhu 100°C dan 150°C senyawa Zirkonia seperti memiliki sifat konduktivitas panas rendah, polimorf, dan bio-kompatibel dengan intensitas puncak tertinggi pada sudut 29.50 dan 30.50. . Hal ini dapat disebabkan karena adanya reaksi antara ZrO_2 dengan SiO_2 pada saat proses leaching asam dibantu oleh pengotor. Sehingga Zirkonia murni bisa didapatkan. Analisis data XRD dapat dilihat pada lampiran IV.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan pada hasil dari penelitian dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut;

1. Dari hasil perbandingan massa Natrium Hidroksida dengan massa serbuk pasir Zirkon diperoleh bahwa semakin banyak massa Natrium Hidroksida dibandingkan dengan massa serbuk pasir zirkon maka zirkonia yang terbentuk semakin banyak.
2. Berdasarkan hasil perbandingan variasi suhu leaching asam pada sampel dengan variasi massa NaOH tertinggi selama 30 menit, diperoleh bahwa sampel pada suhu 100⁰C dan 150⁰C mendapatkan prosentase lebih tinggi yaitu 46.5% dan 48.6%. Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama suhu leaching maka semakin mudah terdekomposisi dan bereaksi dengan zat lain.
3. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD dari zirkon bahwa pada suhu 100⁰C dan 150⁰C selama 30 menit sudah terlihat sifat-sifat senyawa Zirkonia seperti memiliki sifat konduktivitas panas rendah, polimorf, dan bio-kompatibel dengan intensitas puncak tertinggi pada sudut 29.5⁰ dan 30.5⁰.

5.2. Saran

1. Sebaiknya, untuk memperoleh produk zirkonia yang murni bebas dari pengotor, hendaknya proses leaching asam dilakukan dalam waktu yang cukup sampai terjadi pemisahan sempurna.
2. Produk Zirkonia (ZrO₂) dapat dihasilkan dari Zirkonium Silikat (ZrSiO₄) dengan memisahkan antara ZrO₂ dan SiO₂ nya dengan proses peleburan. Pada proses peleburan yang dilakukan dalam penelitian ini, meskipun telah berhasil memisahkan antara ZrO₂ dan SiO₄, tapi masih belum sempurna. Untuk itu diperlukan penelitian lebih lanjut sehingga bisa didapatkan hasil Zirkonia yang lebih murni dengan perbandingan yang berbeda.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdelkader, A.M. Daher, A. El-Kashef, Emad. 2008, Novel Decomposition Method for Zircon, Cairo University, Egypt
- Ardiansyah, 2011, *Ekstraksi Zirconia Dari Pasir Zircon Dengan Metode Mechanical Activation*, Tugas Akhir Jurusan S1 Fisika Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah, Jakarta.
- Chevalier, Jerome, 2005, *What Future for Zirconia as a Biomaterial?*, National Institute of Applied Science (INSA), France.
- Denry, Isabelle and Kelly, Robert, 2007, *State Of The Art Of Zirconia For Dental Application*, The Ohio State University, Columbus.
- Havlik, Thomas, 2008, *Hydrometallurgy Principles and Application*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England.
- Kmita, A.Rapacz, A. Slosarczyk, Z. Paszkiewicz, C. Paluszkiewicz, 2004, *Phase Stability Of Hidroxyapatite-Zirconia (Hap-ZrO₂) Composites For Bone Replacement*, University of Science dan Technology, Poland
- Kwela, 2006, *Alkali Fusion Processes for Recovery of Zirconia and Zirconium From Zircon Sand*, University of Pretoria, Afrika Selatan
- Miller, J.D.Unit, 1984, *Processes in Extractive Metallurgy Hydrometallurgy Module 1 Fundamental-Solution Chemistry*, University of Utah, USA
- Mutimmah, 2013, *Pembuatan dan Karakterisasi Zirkonia Berbahan Dasar Pasir Zirkon Lokal*, Tugas akhir Jurusan Fisika, Universitas Airlangga, Jawa Timur
- Nugraha, Setiawan, 2007, *Ekstraksi dan Karakterisasi Pasir Zirkon Ke Zirkonia dengan Proses Alkali Fusion*, Tugas akhir Jurusan S1 Teknik Material Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Poernomo, Henry. 2012. *Informasi Umum Zirkonium*. Badan Tenaga Nuklir Nasional Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, Yogyakarta.
- Rahayu, Rahardius, 2012, *Kompas : Pasir Zirkon Diekspor tanpa diolah*. <http://regional.kompas.com/read/2012/04/17/22551258/Pasir.Zirkon.Diekspor.Tanpa.Diolah> diakses pada tanggal 6 September 2012 pukul 01.07 WIB
- Rodiana, Eddy.H., 2007, *Potensi Pasir Zirkon di Provinsi Kalimantan Barat dan Kalimantan Tengah*, Buletin Sumber Daya Geologi, Vol.2, Jakarta.
- Shackelford, James.F, Daremus, Robert. H. 2008. *Ceramic Glass and Material Structure Properties and Processing*. Springer, USA (hal 169-175)
- Senyan, Hermanus, 2013. *Pengaruh Variasi Massa Natrium Hidroksida Pada Pembuatan Zirkonium Oksida dari Pasir Mineral Zirkon Asal Mandor Kabupaten Landak*, Universitas Tanjungpura, Pontianak, Jurnal Geologi Indonesia, Vol 2(3) :157-162.

LAMPIRAN

LAMPIRAN I

1. Lampiran Data Hasil *Hidrolisis* atau *Leaching* Air

Sampel	Perbandingan Zirkon	Hidrolisis 1		Hidrolisis 2		Hidrolisis 3	
		Residu	Filtrat	Residu	Filtrat	Residu	Filtrat
1.	1:1	16,06 gr	146 mL	13,89 gr	135 mL	11,49 gr	129 mL
2.	1:2	29,12 gr	159 mL	27,75 gr	172 mL	24,64 gr	172 mL
3.	1:3	31,32 gr	163 mL	18,02 gr	175 mL	16,11 gr	178 mL
4.	1:3	38,46 gr	172 mL	31,81 gr	177 mL	21,99 gr	150 mL
5.	1:3	25,50 gr	153 mL	18,20 gr	168 mL	12,20 gr	174 mL

2. Lampiran Data Hasil *Leaching* Asam dan Basa

Sampel	Suhu Sampel	Leaching Asam (H_2SO_4)		Leaching Basa (NH_4OH)	
		Residu	Filtrat	Penambahan pH = 7	Filtrat
1.	1:1 100 ⁰ C	-	110 mL	97 mL	100 mL
2.	1:2 100 ⁰ C	-	175 mL	45 mL	74 mL
3.	1:3 50 ⁰ C	-	48 mL	30 mL	64 mL
4.	1:3 100 ⁰ C	-	93 mL	42 mL	48 mL
5.	1:3 150 ⁰ C	-	98 mL	29 mL	57 mL

LAMPIRAN II

Perhitungan Dekomposisi Zirkon

No	Sampel	Sisa Reaksi (gram)	Berat Awal (gram)
1	1:1	4.62 gr	10 gr
2	1:2	4.75 gr	10 gr
3	1:3	5.45 gr	10 gr
4	1:3	5,35 gr	10 gr
5	1:3	5,13 gr	10 gr

$$\text{Dekomposisi zirkon (\%)} = \frac{\text{Berat Awal} - \text{Sisa Reaksi}}{\text{Berat Awal}} \times 100\%$$

a. Sampel 1:1

$$\text{Dekomposisi zirkon (\%)} = \frac{10 - 4.62}{10} \times 100\% = 53,8 \%$$

b. Sampel 1:2

$$\text{Dekomposisi zirkon (\%)} = \frac{10 - 4.75}{10} \times 100\% = 52,5 \%$$

c. Sampel 1:3 pada suhu 50C

$$\text{Dekomposisi zirkon (\%)} = \frac{10 - 5.45}{10} \times 100\% = 45,5 \%$$

d. Sampel 1:3 pada suhu 100C

$$\text{Dekomposisi zirkon (\%)} = \frac{10 - 5.35}{10} \times 100\% = 46,5 \%$$

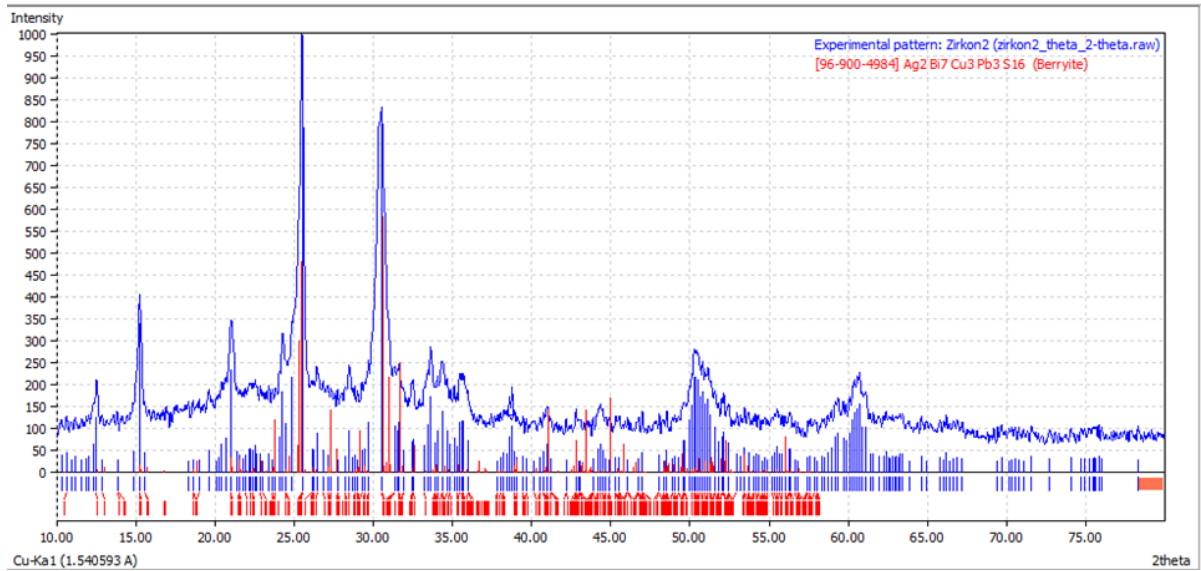
e. Sampel 1:3 pada suhu 150C

$$\text{Dekomposisi zirkon (\%)} = \frac{10 - 5.13}{10} \times 100\% = 48,7 \%$$

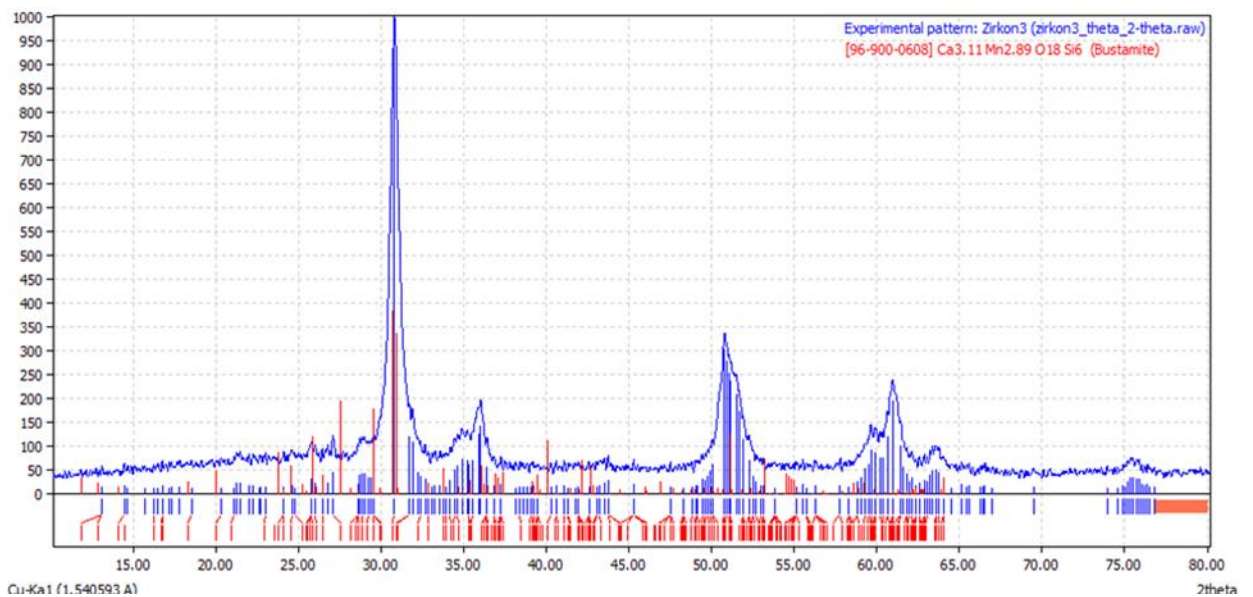
Lampiran III

Analisa Data XRD Zirkon

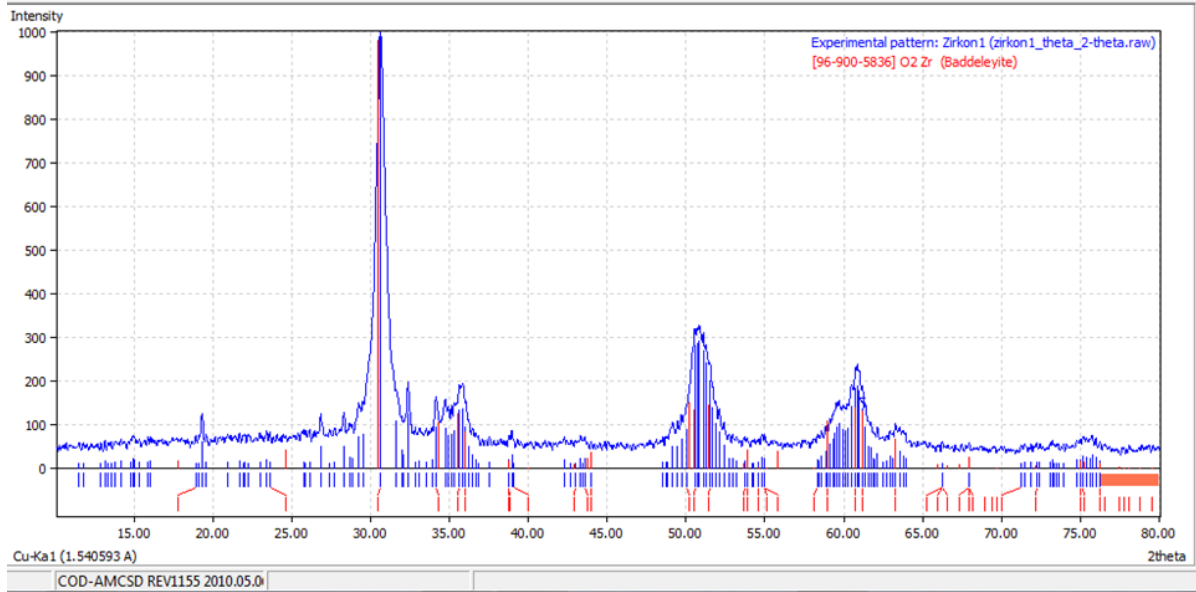
1. Sampel 1:1 pada suhu 100°C



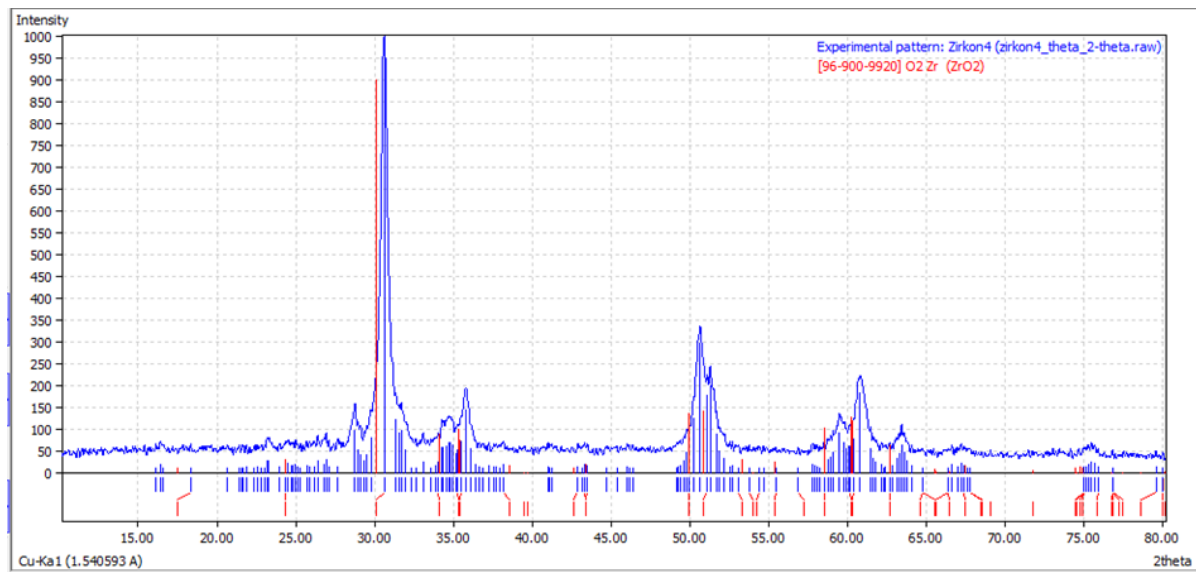
2. Sampel 1:2 dengan suhu 100°C



3. Sampel 1:3 dengan suhu 50°C



4. Sampel 1:3 dengan suhu 100°C



5. Sampel 1:3 dengan suhu 150°C

