

**SINTESIS ZIRKONIL HIDROKSIDA  $ZrO(OH)_2$   
MENGUNAKAN REAKTOR GELAS BERPENGADUK  
*BENCH SCALE***

**SKRIPSI**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai  
gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Ilmu Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
Yogyakarta**



**Diajukan oleh :**

**MUHAMAD RIDWANTO**

**No Mhs : 16612071**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA**

**2020**

**SINTESIS ZIRKONIL HIDROKSIDA  $ZrO(OH)_2$   
MENGUNAKAN REAKTOR GELAS BERPENGADUK  
*BENCH SCALE***

**SKRIPSI**

yang diajukan oleh :

**MUHAMAD RIDWANTO**

**No Mhs : 16612071**

Telah dipertahankan dihadapan Dewan Penguji Skripsi  
Program Studi Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 14 Januari 2021

Dewan Penguji :

Tandatangan

1. Prof. Dr.rer.nat. Ir. Agus Taftazani

.....

2. Ir. Herry Poernomo, M.T. PAU.

.....

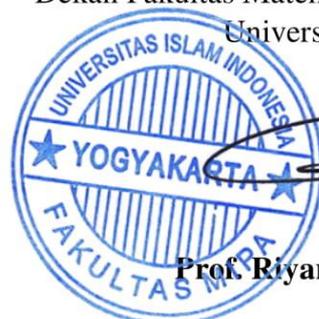
3. Ika Yanti, S.Si., M.Sc.

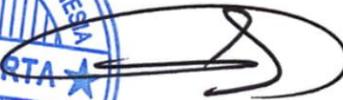
.....

4. Dr. Habibi Hidayat, S.Pd., M.Si.

.....

Mengetahui,  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia



  
**Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.**

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Muhamad Ridwanto  
NIM : 1612071  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa Skripsi saya dengan judul **Sintesis Zirkonil Hidroksida  $ZrO(OH)_2$  Menggunakan Reaktor Gelas Berpengaduk *Bench Scale*** bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan di dalam Skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 15 Januari 2021

Yang Menyatakan



Muhamad Ridwanto

NIM. 16612071

## HALAMAN PERSEMBAHAN

*“ Setiap orang ada masanya dan setiap masa ada orangnya dan tidak selamanya orang akan susah terus-menerus karena pasti akan ada senangnya dan sebaliknya, tidak ada orang selamanya akan senang terus-menerus karena pasti ada susahya. Maka dalam menyelesaikan skripsi ini saya yakin bahwa tidak selamanya waktu saya akan sama dengan waktu orang lain yang telah ataupun yang sedang menyelesaikan skripsi karena tentunya kita mempunyai masanya masing-masing, yang terpenting adalah mau atau tidak untuk menyelesaikannya sehingga masa itu tiba. Dan pastinya tidak akan selamanya seorang mahasiswa mengerjakan skripsi karena pada akhirnya setiap mahasiswa punya tujuan akhir yaitu menyelesaikan skripsi dan dapat berbahagia menjadi seorang alumni yang dapat mengabdikan diri pada negeri Indonesia tercinta ini ”*

*“Tidak ada yang salah dalam kegagalan, yang salah adalah menerima kegagalan tanpa berjuang”*

Saya dapat menempuh bangku perkuliahan tentunya atas perjuangan orangtua yang dengan susah payah mewujudkan keinginan anaknya, selain itu juga atas dukungan adik dan kakak-kakak saya sehingga saya harus berusaha untuk menyelesaikan keinginan saya yaitu menyelesaikan kuliah, tentunya selama perkuliahan banyak hal yang saya tidak mengerti tapi saya terus berusaha bertanya kepada dosen, pembimbing dan teman-teman baik saya yang tentunya selalu dengan senang hati berbagi ilmu kepada saya, mungkin disini saya harus sadar bahwa selama mau berusaha maka Allah S.W.T akan memberikan jalan yang terbaik kepada hamba-Nya dan karena doa orangtua yang terus menerus mendoakan anaknya maka sampailah pada tahap akhir dalam perkuliahan yaitu menyelesaikan tugas akhir sehingga saya persembahkan karya ini kepada keluarga saya dan orang-orang yang telah berbaik hati membantu pada saat masa perkuliahan dan tugas akhir saya.

## KATA PENGANTAR



*Assalamu 'alaikum Wr. Wb*

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis penjakatn kehadiran ALLAH SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya. Tidak lupa sholawat serta salam penulis haturkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW dan sahabat-sahabatnya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi ini dengan baik dan tepat pada waktunya guna untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si.) Program Studi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta dengan judul **“Sintesis Zirkonil Hidroksida  $ZrO(OH)_2$  Menggunakan Reaktor Gelas Berpengaduk Bench Scale”**

Selama penyusunan skripsi ini penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak, baik berupa saran, kritik, bimbingan maupun masukan lainnya. Oleh karena itu dengan segala kerendahan hati, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Allah SWT dan Rasulullah Muhammad SAW beserta para pengikutnya.
2. Prof. Fathul Wahid, ST., M.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Islam Indonesia.
3. Prof. Riyanto, Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Prof. Dr. Is Fatimah selaku Kepala Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. Dr. Dwiwarso Rubiyanto, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
6. Prof. Dr.rer.nat. Ir. Agus Taftazani selaku pembimbing 1 yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan penulis selama melakukan perencanaan penelitian dan penulisan Skripsi.
7. Ir. Herry Poernomo, M.T., PAU. selaku pembimbing 2 yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan penulis selama melakukan perencanaan penelitian dan penulisan Skripsi.

8. Sudaryadi, S.S.T. selaku pembimbing lapangan yang telah membimbing dan meluangkan waktunya selama melakukan penelitian dan penulisan skripsi.
9. Erlin Purwita Sari, S.Si., M.Sc., Devi Swasti Prabasiwi, S.T., dan Kharistya Rozana, S.Si. yang telah membantu mengenai penelitian yang dilakukan.
10. Kedua orang tua, kakak, adik dan keluarga besar atas doa, kasih sayang, kepercayaan dan dukungan tiada hentinya.
11. Rendi, Andri, Faldi, Armyn, Kurnia, Ulul, Erdi, Choerul, Ilham, dan teman-teman yang lainnya yang telah memberikan memori indah semasa perkuliahan.
12. Semua pihak yang telah membantu sehingga Skripsi ini dapat terselesaikan dengan lancar dan tepat waktu.

Penulis menyadari bahwa Skripsi ini masih banyak kekurangan dan jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan demi kelengkapan dan kesempurnaan Skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi kita semua. Amin

*Wassalamu'alaikum Wr, Wb*

Yogyakarta, 30 Desember 2020

Muhamad Ridwanto

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>ii</b>
<b>PENYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR .....</b>	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>v</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR SINGKATAN.....</b>	<b>xi</b>
<b>INTISARI .....</b>	<b>xii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar belakang.....	1
1.2 Rumusan masalah .....	5
1.3 Tujuan .....	5
1.4 Manfaat .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>6</b>
<b>BAB III DASAR TEORI .....</b>	<b>9</b>
3.1 Pasir Zirkon.....	9
3.2 Sintesis zirkonil klorida $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ .....	10
3.3 Sintesis Zirkonil Hidroksida ( $ZrO(OH)_2$ ) .....	10
3.4 Aplikasi Zirkonil Hidroksida ( $ZrO(OH)_2$ ) .....	10

3.5 Proses Evaporasi .....	11
3.6 Proses Kristalisasi .....	12
3.7 Proses Filtrasi .....	12
3.8 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	13
3.9 <i>Fourier-Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR) .....	16
3.10 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	17
3.11 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA) .....	20
<b>BAB IV METODE PENELITIAN .....</b>	<b>21</b>
4.1 Alat.....	21
4.2 Bahan .....	21
4.3 Cara kerja .....	21
4.3.1 Pembuatan Zirkonil Klorida ( $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ) sebagai Bahan Baku Sintesis Zirkonil Hidroksida .....	23
4.3.1. A. Peleburan .....	23
4.3.1. B. Pelindian Air .....	23
4.3.1. C. Pelindian dengan Asam Klorida .....	23
4.3.2 Variasi pH.....	23
4.3.3 Variasi Waktu Reaksi.....	24
4.3.4. Skema Penelitian .....	25
4.4. Jadwal Penelitian.....	26
<b>BAB V PEMBAHASAN .....</b>	<b>27</b>
5.1 Preparasi Bahan Baku Zirkonil klorida.....	27

5.2 Sintesis Zirkonil Hidroksida Dalam Reaktor Gelas Berpengaduk <i>Bench Scale</i> .....	29
5.2.1 Analisis variasi pH .....	30
5.2.2 Analisis variasi waktu .....	31
5.2.3 Karakterisasi zirkonium hidroksida dengan FTIR .....	33
5.2.4 Karakterisasi zirkonium hidroksida dengan XRD.....	36
5.2.5 Analisis zirkonium hidroksida dengan PSA.....	38
<b>BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>39</b>
6.1 Kesimpulan .....	39
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>40</b>
<b>LAMPIRAN-LAMPIRAN .....</b>	<b>43</b>



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur molekul $ZrSiO_4$ .....	2
Gambar 2. Aplikasi zirkon dalam industri non nuklir.....	2
Gambar 3. Reaktor tangki berpengaduk <i>bench scale</i> untuk proses sintesis zirkonil hidroksida ( $ZrO(OH)_2$ ) atau zirkonium hidroksida ( $Zr(OH)_4$ ) .....	3
Gambar 4. Skema sederhana proses sintesis ZOH .....	4
Gambar 5. Pasir Zirkon .....	9
Gambar 6. Difraksi sinar X .....	14
Gambar 7. Diagram Spektrometer X-ray diffraction .....	14
Gambar 8. Prinsip kerja FTIR .....	16
Gambar 9. Perpindahan elektron.....	18
Gambar 10. Diagram alir pembuatan bahan baku $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ (ZOC) .....	22
Gambar 11. Grafik pengaruh pH terhadap kadar $ZrO_2$ .....	30
Gambar 12. Grafik pengaruh waktu terhadap kadar $ZrO_2$ .....	31
Gambar 13. Spektra serapan FTIR $Zr(OH)_4$ variasi pH.....	33
Gambar 14. Spektra serapan FTIR $Zr(OH)_4$ variasi waktu .....	34
Gambar 15. Spektra serapan FTIR $Zr(OH)_4$ amorf komersil .....	35
Gambar 16. Pola X-Ray difraksi dari $Zr(OH)_4$ variasi pH.....	36
Gambar 17. Pola X-Ray difraksi dari $Zr(OH)_4$ fasa padat pada pH 2,7, dan 12 .....	37
Gambar 18. Pola X-Ray difraksi dari $Zr(OH)_4$ variasi waktu.....	37
Gambar 19. Ukuran Partikel dari $Zr(OH)_4$ waktu 1 jam.....	38

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Jadwal kegiatan .....	26
Tabel 2. Hasil analisis pH optimum dengan XRF terhadap kadar $ZrO_2$ .....	30
Tabel 3. Hasil analisis waktu optimum dengan XRF terhadap kadar $ZrO_2$ .....	31
Tabel 4. Spesifikasi Zirkonium Hidroksida Komersial.....	32

## DAFTAR SINGKATAN

Rumus Senyawa	Nama Senyawa
$ZrSiO_4$	Pasir Zirkon
ZOC/ $ZrOCl_2$	Zirkonil Klorida
$ZrO(OH)_2$	Zirkonil Hidroksida
$Zr(OH)_4$	Zirkonium Hidroksida
$ZrO_2$	Zirkonium Dioksida

# SINTESIS ZIRKONIL HIDROKSIDA $ZrO(OH)_2$ MENGGUNAKAN REAKTOR GELAS BERPENGADUK *BENCH SCALE*

## INTISARI

Muhamad Ridwanto

NIM 16612071

Sintesis zirkonil hidroksida  $ZrO(OH)_2$  menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* bertujuan untuk mendapatkan pH dan waktu proses sintesis yang optimal. Pada awal proses dilakukan peleburan konsentrat zirkon dengan natrium hidroksida. Hasil peleburan kemudian dilindi secara bertingkat dengan air. Proses selanjutnya dilindi dengan HCl untuk mendapatkan senyawa zirkonil klorida. Zirkonil klorida padat sebanyak 25 gram dilarutkan dengan akuades sebanyak 500 ml dalam beker gelas. Larutan  $ZrOCl_2$  dimasukkan ke dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale*, dilakukan pengadukan sekitar 200 rpm, larutan  $NH_4OH$  25% ditambahkan dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale* setetes demi setetes sampai mencapai pH tertentu. Sintesis dilakukan dengan variasi pH (8,5, 9, 9,5, dan 10) dan variasi waktu (60, 120, dan 180 menit). Diperoleh hasil optimasi sintesis zirkonium hidroksida terdapat pada pH 9 dan waktu proses selama 1 jam dengan kandungan  $ZrO_2$  sebesar 69,35%. Hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan terdapat puncak pita serapan pada bilangan gelombang pada  $1632,89\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik dari vibrasi gugus  $-OH$  pada  $Zr(OH)_4$ . Zirkonium hidroksida yang terbentuk memiliki fasa amorf dengan puncak difraksi yang tidak tajam pada sudut  $2\theta$  sekitar  $30^\circ$  dan juga memiliki ukuran partikel sebesar 2,80 mikron.

**Kata kunci:** zirkonil hidroksida, *bench scale reactor*, peleburan, amorf, mikron

# SYNTHESIS OF $ZrO(OH)_2$ ZIRCONYL HYDROXIDE USING A BENCH SCALE STIRRED GLASS REACTOR

## ABSTRACT

Muhamad Ridwanto

NIM 16612071

The synthesis of zirconyl hydroxide  $ZrO(OH)_2$  using a bench scale stirred glass reactor aims to obtain the pH and processing time optimal synthesis. In the initial process, zircon concentrate are smelted with sodium hydroxide. The results of the smelting are then leached in stages with air. The next process is leached with HCl to obtain zirconyl chloride compounds. 25 grams of solid zirconyl chloride were dissolved in 500 ml of aquadest in a beaker. The  $ZrOCl_2$  solution was put into a bench scale stirred glass reactor, stirring was carried out at about 200 rpm, 25%  $NH_4OH$  solution was added in a bench scale stirred glass reactor drop by drop until it reached a certain pH. Synthesis was carried out by varying pH (8.5, 9, 9.5, and 10) and time variations (60, 120, and 180 minutes). The optimization results of zirconium hydroxide synthesis were found at a pH of 9 and a processing time of 1 hour with a  $ZrO_2$  content of 69.3501%. The results of characterization by FTIR showed that there was an absorption band peak at the wave number at  $1632.89\text{ cm}^{-1}$  which represented the vibration of the  $-OH$  group on  $Zr(OH)_4$ . Zirconium hydroxide was formed with an amorphous phase with a sharp diffraction peak at an angle of  $2\theta$  around  $30^\circ$  and also has a particle size of 2.80 microns.

**Keywords:** zirconyl hydroxide, bench scale reactor, smelting, amorphous, micron

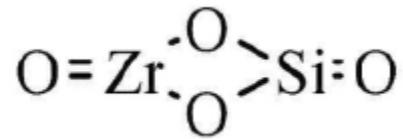
# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Peningkatan nilai-tambah sumber daya mineral Indonesia baru saja menjadi awal topik aktual dengan disyahnkannya Undang-Undang Pertambangan Mineral dan Batubara (UU-Minerba) oleh DPR-RI pada 16 Desember 2008 yang menggantikan UU-Pertambangan Umum yang telah berusia lebih dari 40-tahun. Semangat yang ditunjukkan untuk tidak sekedar "menjual tanah-air" dan euphoria otonomi daerah mewarnai penyusunan Undang-Undang Pertambangan Mineral dan Batubara (UU-Minerba) ini, membuat para pemangku kepentingan harus mempersiapkan diri memasuki era baru industri ekstraktif metalurgi. Perjalanan sejarah penelitian dan industri ekstraktif metalurgi di Indonesia telah banyak mengalami peningkatan penguasaan dan adaptasi teknologi. Kemampuan merancang dan membangun berbagai tanur peleburan seperti untuk timah dan besi adalah diantara contoh hasil karya bangsa ini. Namun demikian, masih banyak potensi sumber daya mineral Indonesia yang jumlahnya cukup besar dan menyebar, masih belum mendapat peningkatan nilai-tambah, seperti cadangan bijih kadar rendah (*low-grade/lateritic ores*) dan mineral ikutan (Kementerian ESDM, 2008).

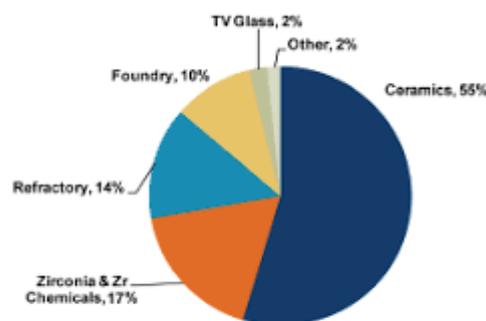
Keberadaan deposit zirkon di Indonesia terdapat di daerah kepulauan Riau, Bangka-Belitung, dan pulau Kalimantan. Keberadaan zirkon di Indonesia telah dikenal sejak lama di perairan Bangka Belitung sebagai endapan alluvial bersama pasir timah dan mineral ikutan lainnya. Selain itu, zirkon juga terdapat di sepanjang aliran sungai pedalaman Kalimantan mengikuti penyebaran endapan alluvial emas dan rawa-rawa. Endapan-endapan yang mengandung zirkon di Pulau Kalimantan teridentifikasi dari hasil pendulangan aluvium untuk mendapatkan emas dan intan, yang hingga saat ini masih terbatas di daerah-daerah tertentu dalam wilayah Kalimantan Barat dan Kalimantan Tengah (Poernomo, 2012).



**Gambar 1.** Struktur molekul  $\text{ZrSiO}_4$  (Sahai dan Rosso, 2006)

Keberadaan mineral seperti zirkon ( $\text{ZrSiO}_4$ ) yang berasal dari pasir zirkon ini memiliki potensi dapat dimanfaatkan dalam industri nuklir sebagai bahan kelongsong bahan bakar nuklir di dalam reaktor nuklir karena memiliki sifat yang sulit lebur, memiliki serapan neutron yang kecil (0,18 – 0,2 barn), dapat menaikkan sifat fisik logam paduannya, tahan terhadap korosi, sifat mekanik yang kuat, dan tahan terhadap larutan asam maupun alkali dingin (Benedict et al, 1981). Kebanyakan mineral zirkonium mengandung 1-3 % hafnium. Salah satu syarat yang harus dipenuhi agar zirkonium dapat diaplikasikan dalam industri nuklir yaitu kandungan hafnium maksimal 100 ppm. Hal ini karena sifat nuklir hafnium berkebalikan dengan zirkonium. Hafnium mempunyai tampang serapan neutron yang cukup tinggi sekitar 600 kali tampang serapan neutron zirkonium.

Mineral  $\text{ZrSiO}_4$  mudah dilebur atau bereaksi dengan  $\text{NaOH}$  pada temperatur di atas  $600\text{ }^\circ\text{C}$  (Benedict, 1981). Aplikasi produk zirkon juga telah dimanfaatkan di industri non nuklir selama 20 tahun sejak 1990 konsisten mengalami kenaikan. Peran zirkon dibagi menjadi enam kelompok besar yaitu industri keramik, *refractory*, paduan, TV glass, *zirconia* dan *zircon chemicals* (Cameron, 2017).

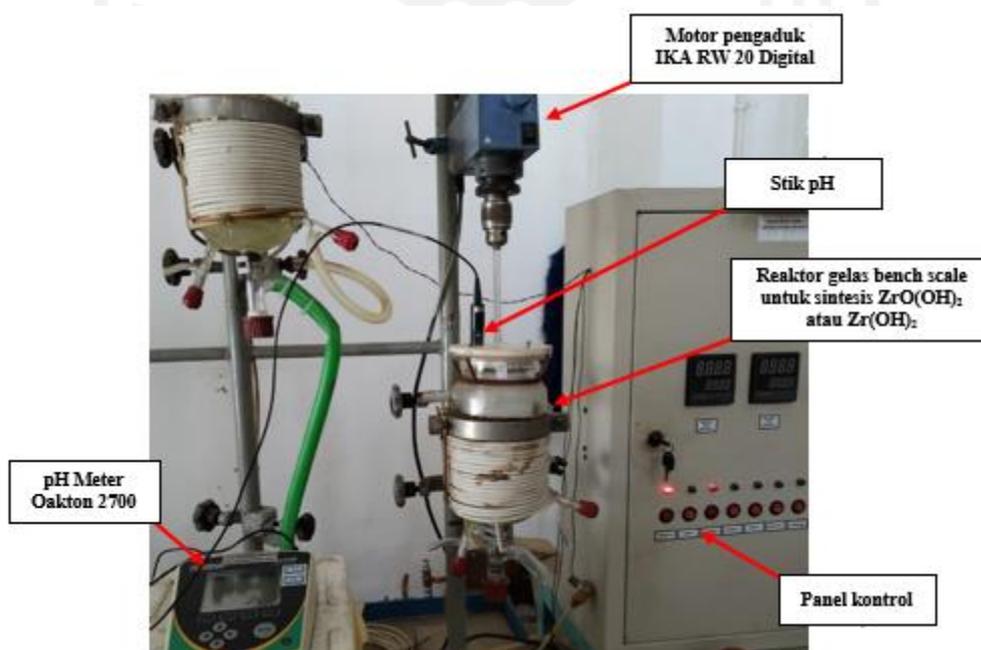


Source: TZMI

**Gambar 2.** Aplikasi zirkon dalam industri non nuklir

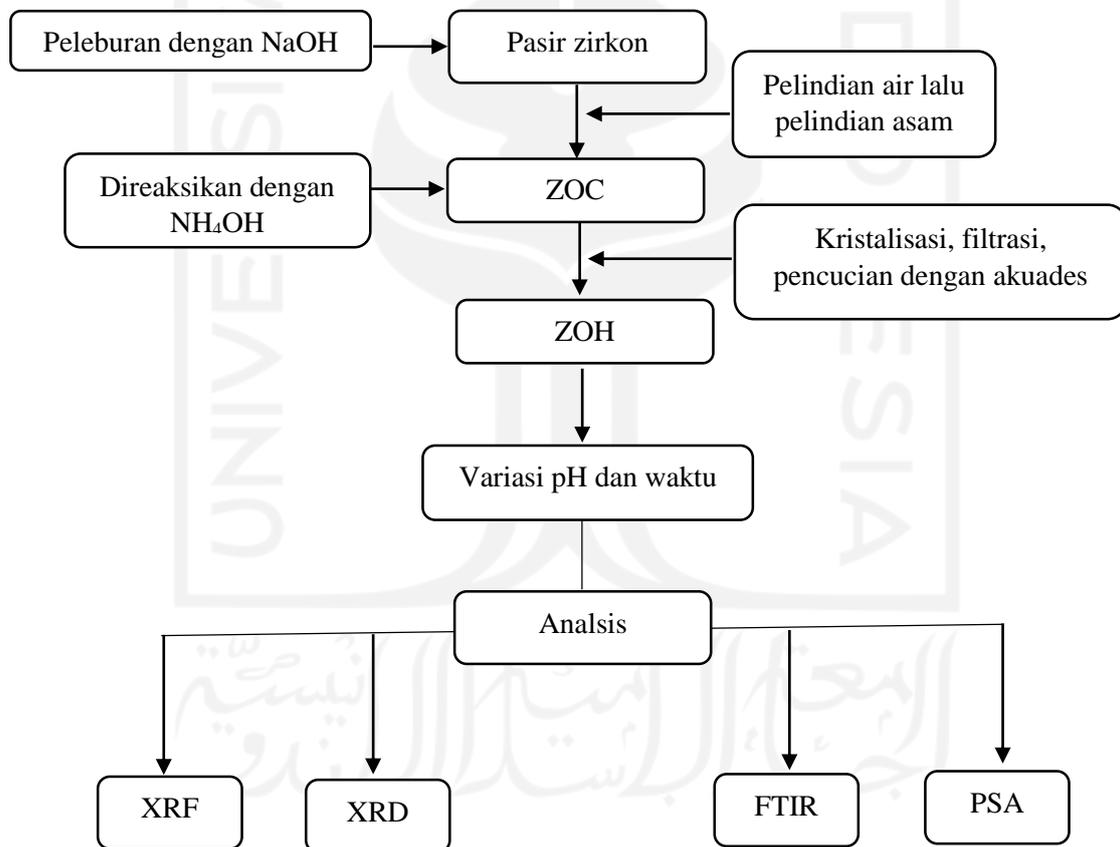
Zirkonil hidroksida atau  $(\text{ZrO}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O})$  atau ZOH dapat disintesis dari kristal zirkonil klorida ( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) atau ZOC dengan amonia ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) (Simbolon, 1996). Zirkonil hidroksida ini berguna sebagai bahan baku dalam sintesis zirkonil nitrat yang dapat dijadikan sebagai umpan untuk pemisahan Zr-Hf secara proses ekstraksi cair-cair selain itu zirkonil hidroksida dapat diubah menjadi zirkonium hidroksida yang dapat digunakan sebagai intermediet untuk industri senyawa zirkonium, digunakan pigmen, kaca, warna, ion exchanges, bahan baku untuk katalis dan lainnya.

Bidang Teknologi Proses (BTP) Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTA-BATAN), telah melakukan rekayasa pembuatan reaktor pelindian leburan konsentrat zirkon menggunakan air sebagai pelarut atau pelarut tertentu lainnya dengan sistem kendali *bench scale*. Reaktor terbuat dari bahan gelas, mempunyai kapasitas tampung lebih dari 700 ml. Perangkat ini dilengkapi kontrol suhu dan pH, pengaduk beserta motornya yang terbuat dari *stainless steel*, dan telah diuji kinerjanya dengan hasil layak beroperasi.



**Gambar 3.** Reaktor tangki berpengaduk *bench scale* untuk proses sintesis zirkonil hidroksida ( $\text{ZrO}(\text{OH})_2$ ).

Proses sintesis zirkonil hidroksida ini menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* yang dilakukan di PSTA-BATAN Yogyakarta. Sintesis zirkonil hidroksida dilakukan dengan mereaksikan kristal zirkonil klorida dengan amonia di dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale*. Hasil reaksi antara ZOC dengan amonia yang berupa cairan  $ZrO(OH)_2$  dikristalisasi, difiltrasi, dicuci dengan akuades didapatkan kristal  $Zr(OH)_4$  atau ZOH. Hasil sintesis ZOH masing-masing dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen kimia seperti *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*, *X-Ray Fluorescence (XRF)*, dan *Particle Size Analyzer (PSA)*.



**Gambar 4.** Skema sederhana proses sintesis ZOH.

## 1.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh pH dan waktu pada proses sintesis zirkonil hidroksida menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*.
2. Bagaimana mendapatkan kondisi proses yang optimal untuk sintesis zirkonil hidroksida menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*.

## 1.3. Tujuan Penelitian

1. Mengetahui pengaruh pH dan waktu pada proses sintesis kristal zirkonil hidroksida menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*.
2. Mendapatkan kondisi proses yang optimal untuk sintesis kristal zirkonil hidroksida menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*.

## 1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dalam penelitian ini adalah dapat dijadikan salah satu metode yang optimal untuk sintesis kristal zirkonil hidroksida ataupun zirkonium hidroksida dari kristal zirkonil klorida dan amonia yang dapat digunakan sebagai bahan baku untuk sintesis kristal zirkonil nitrat, sebagai intermediet untuk industri senyawa zirkonium dan kegunaan lainnya.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

Menurut Mondal dan Ram (2003), prekursor  $\text{ZrO}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  dapat disintesis dengan hidrolisis kation  $\text{Zr}^{4+}$  terdispersi dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dalam larutan air. Larutan  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  0,5 M ditambahkan dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  28 % setetes demi setetes sambil diaduk dengan pengaduk magnet pada suhu 5 °C (dikontrol oleh rendaman cairan suhu rendah model Julabo HD-4). pH rata-rata dipertahankan pada ~10. Gel kristal  $\text{ZrO}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  muncul setelah  $\text{Zr}^{4+}$  terhidrolisis setelah 10–20 menit dari reaksi.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Dwiretnani dan Triyono (2008), zirkonium hidroksida melalui proses peleburan dengan soda api pada suhu 700 °C, waktu 3 jam dengan perbandingan berat soda api : berat pasir zirkon sebesar 1,1 : 1 di dalam tangki peleburan kemudian pelindian dengan air dilakukan sebanyak tiga kali. Pelindian HCl dilakukan dengan cara dan alat yang sama dengan pelindian dengan air. Hasil pelindian dipisahkan dengan penyaringan, filtrat yang diperoleh kemudian diendapkan dengan penambahan amonium hidroksida 25 % ; 20 % : 12,5 % hingga mencapai pH sekitar 10. Endapan yang terbentuk berupa zirkonium hidroksida ( $\text{Zr}(\text{OH})_4$ ) yang selanjutnya digunakan untuk sintesis zirkonia.

Petrunin dkk (2003), pembuatan  $\text{ZrO}(\text{OH})_2$  amorf menggunakan tiga garam: *pure grade zirconium tetrachloride* ( $\text{ZrCl}_4$ ), reagen *zirconyl chloride octahydrate* ( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ), dan zirkonil nitrat dihidrat ( $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Amonia berair 25 % ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $d = 0,904 \text{ g/cm}^3$ ) digunakan untuk mengendapkan zirkonium hidroksida, larutan garam zirkonium 0,05-0,5 M diberikan penambahan amonia 25 % hingga pH 9–9.5.

Berdasarkan Hermanus Senyan dkk (2013), pembuatan zirkonium hidroksida ( $\text{Zr}(\text{OH})_4$ ) dilakukan dengan menggunakan natrium hidroksida untuk mendestruksi pasir zirkon pada temperatur 900 °C selama 2 jam. Fasa padat hasil destruksi yang telah digerus kemudian dicuci dengan aquademineral hingga pH larutan berkisar 6-7 untuk memisahkan natrium silikat dengan natrium zirkonat.

Natrium zirkonat ditambahkan HCl pekat, kemudian dilarutkan dengan aquademineral sampai larut semua lalu dibiarkan selama 8 jam. Setelah 8 jam maka akan terbentuk 2 fasa yakni filtrat berwarna kuning dan residu berupa gel berwarna putih. Filtrat dipisahkan dengan filtrasi, kemudian filtrat atau larutan zirkonium oksiklorida diendapkan menggunakan larutan ammonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 12,5 % pada kondisi pH berkisar 7 - 8. Endapan putih yang terbentuk berupa zirkonium hidroksida ( $\text{Zr}(\text{OH})_4$ ). Pemisahan endapan dilakukan dengan penyaringan kemudian endapan yang dihasilkan dicuci dengan aquademineral panas, lalu dikeringkan.

Subukti dkk (2020), senyawa intermediet zirkonium hidroksida dibuat melalui proses peleburan pasir zirkon dengan soda api pada temperatur antara  $500\text{ }^\circ\text{C}$  -  $800\text{ }^\circ\text{C}$ , kemudian hasil peleburan dilakukan pelindian asam dengan HCl 5 M untuk menghasilkan  $\text{ZrOCl}_2$ , proses pelindian asam dilakukan pada temperatur  $85\text{ }^\circ\text{C}$  selama 30 menit, kemudian  $\text{ZrOCl}_2$  direaksikan dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  1 M hingga pH 9 untuk memperoleh zirkonium hidroksida.

Menurut Simbolon dkk (1996), sintesis zirkonium dan zirkonil hidroksida dilakukan untuk analisis kation  $\text{Zr}^{++++}$  dan  $\text{ZrO}^{++}$  melalui endapan hidroksidanya dengan metoda analisis diferensial termal. Zirkonil hidroksida pertama dibuat dengan 0,5 gram senyawa  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 10 ml aquademineral, kemudian diaduk dan ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 % secara bertetes-tetes sampai terjadi endapan dan zirkonil hidroksida kedua dibuat seperti yang pertama tetapi tanpa dilarutkan dalam aquademineral sedangkan zirkonium hidroksida pertama dibuat dengan cara menimbang 0,5 gram senyawa zirkonium  $\text{ZrCl}_4$  dilarutkan dalam 10 ml aquademineral, diaduk sambil ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 % bertetes-tetes sampai terjadi endapan putih kemudian dibuat sama seperti zirkonium hidroksida pertama tetapi tidak dilarutkan dalam aquademineral. Endapan yang didapatkan disaring dan dicuci dengan ABM sampai pH netral lalu dipanaskan di dalam tungku pemanas pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  sampai kering, kemudian disimpan di dalam eksikator. Didapatkan bahwa endapan hidroksida yang dibuat melalui larutan mempunyai termogram *Differential Thermal Analyzer* yang jelas sementara itu kontur *Differential Thermal Analyzer* endapan hidroksida tanpa melalui larutan

mempunyai kontur *Differential Thermal Analyzer* yang kurang jelas. Endapan  $ZrO(OH)_2$  dan  $Zr(OH)_4$  yang direaksikan melalui pelarutan dengan air dapat dibedakan satu sama lain berdasarkan termogram *Differential Thermal Analyzer*-nya.

Penelitian Nuryadin (2015), hidroksida ( $Zr(OH)_4$ ) prekursor dibuat dengan menggunakan metode peleburan basa dan kopresipitasi. Preparasi awal pasir zirkon dilakukan melalui separasi magnetik, pencucian ultrasonik, perendaman HCl 2 M dan pemanasan dalam larutan HCl 10,15 M dengan tujuan untuk mereduksi impuritas-impuritas dalam pasir zirkon. Proses kemudian dilanjutkan dengan peleburan basa yang dilakukan dengan menggunakan 2 variasi basa yaitu NaOH dan KOH, pelindian dengan air, pelindian dengan HCl, kopresipitasi dengan  $NH_4OH$ , dan kalsinasi. Perbandingan mol antara pasir zirkon dan basa untuk masing-masing proses peleburan basa adalah 1:8. Peleburan basa dilakukan pada variasi suhu masing-masing 500 °C, 600 °C dan 700 °C dengan waktu penahanan selama 15 menit sedangkan untuk pelindian dengan air dilakukan sebanyak tiga kali, untuk masing-masing tahap pelindian yang menghasilkan endapan lalu dikeringkan. Endapan yang sudah kering dilindi kembali dengan menggunakan HCl 30 % sebanyak 300 ml untuk setiap 10 gram endapan kering. Pelindian dengan HCl dilakukan dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada suhu 90 - 100 °C selama 30 menit sehingga terbentuk larutan berwarna kuning beserta residu berupa gel dari senyawa Si serta pasir zirkon yang tidak bereaksi selama proses peleburan basa. Larutan hasil pelindian yang telah disaring, diendapkan dalam amonium hidroksida ( $NH_4OH$ ) 10 % sampai pH larutan mencapai  $\pm 10$  dan kemudian didiamkan selama satu malam sampai supernatant (bagian yang berat molekulnya ringan) menjadi jernih. Endapan yang dihasilkan berupa zirkonium hidroksida ( $Zr(OH)_4$ ) kemudian dicuci menggunakan aquades sebanyak 5 kali sampai pH 7 untuk menghilangkan garam yang terbentuk selama sintesis serta larutan  $NH_4OH$  berlebih yang masih tersisa pada sampel. Endapan kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring untuk memisahkan endapan dengan aquades. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 - 75 °C sampai sampel dalam keadaan kering dan kemudian digerus.

## BAB III

### DASAR TEORI

#### 3.1. Pasir Zirkon

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



**Gambar 5.** Pasir Zirkon

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. Zirkon mempunyai kekerasan 6,5 - 7,5 MPa, berat jenis 4,6 - 5,8 gr/cm<sup>3</sup>, indeks refraksi 1,92 - 2,19, dan memiliki titik lebur 2500 °C (Setiawan, 2007).

Pasir zirkon atau zirkonium silikat ( $ZrSiO_4$ ) juga merupakan mineral yang bersifat tahan korosi dan mempunyai kestabilan yang baik pada temperatur tinggi. Pasir zirkon tidak larut dalam air namun larut dalam larutan asam serta dapat mengendap pada larutan basa. Zirkon biasanya adalah hasil sampingan dari penambangan dan pemrosesan pasir mineral berat untuk *recovery* mineral

titanium, rutil, ilmenit; dengan kata lain tidak ada penambangan yang dilakukan khusus untuk mendapatkan zirkon (Setiawan, 2007).

### 3.2. Sintesis Zirkonil Klorida $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$

Pasir zirkon diekstraksi dengan cara mendestruksi pasir zirkon dengan alkali NaOH perbandingan 1 : 1,1 pada temperatur 700 °C selama 3 jam (Sudjoko & Triyono 2008). Residu hasil destruksi dicuci dengan aquades untuk memisahkan natrium zirkonat dengan natrium silikat. Natrium silikat pada sampel akan larut dalam aquades sedangkan natrium zirkonat dalam sampel tidak larut aquades. Pencucian sampel dilakukan dengan proses pengojokan selama 1 jam pada kecepatan 180 rpm. Pengojokan dilakukan sebanyak 3 kali dengan perlakuan yang sama (Sudjoko & Triyono, 2008). Selama proses pencucian sampel akan terjadi reaksi hidrolisis, yakni pemecahan senyawa dengan bantuan reaksi dalam  $H_2O$ . Sampel hasil pengojokan kemudian ditambahkan dengan larutan asam klorida. Penambahan asam klorida bertujuan untuk mengkonversi zirkonat hidrous yang masih ada mengandung natrium zirkonat menjadi zirkonium oksiklorida (Senyan 2013).

### 3.3. Sintesis Zirkonil Hidroksida ( $ZrO(OH)_2$ ) atau Zirkonium Hidroksida ( $Zr(OH)_4$ )

Zirkonil hidroksida dapat dibuat dari hasil reaksi zirkonil klorida padatan ( $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ) dengan larutan  $NH_4OH$  25 % secara langsung. Senyawa  $ZrOCl_2$  baik yang dilarutkan di dalam air maupun yang tidak dilarutkan di dalam air kemudian ditambahkan  $NH_4OH$ , akan menghasilkan endapan yang besar kemungkinannya sebagai senyawa  $ZrO(OH)_2$  (Simbolon dkk, 1996), kemudian dilakukan proses pencucian  $ZrO(OH)_2$  untuk membebaskan  $NH_4Cl$ , sisa reaktan  $ZrOCl_2$  dan  $NH_4OH$  yang tidak bereaksi sempurna (Susiantini dkk, 2015).

### 3.4. Aplikasi Zirkonil Hidroksida ( $ZrO(OH)_2$ )

Zirkonil hidroksida merupakan bahan baku pembuatan zirkonil nitrat. Zirkonil nitrat ( $ZrO(NO_3)_2$ ) merupakan bahan yang banyak dipakai untuk penyiapan umpan pada proses pemisahan Zr-Hf secara ekstraksi cair-cair sehingga dapat diperoleh *zirconium chemical* dengan kandungan hafnium kecil ( $\ll 100$  ppm) yang selanjutnya dapat diproses menjadi zirkonium oksida, *zirconium ingot*, dan

logam zirkonium (*zircalloy*) untuk digunakan dalam industri nuklir. Hal ini dilakukan karena jika *zircaloy* yang masih mengandung hafnium  $> 100$  ppm dan digunakan sebagai kelongsong bahan bakar nuklir, maka akan menghalangi serapan neutron pada bahan bakar nuklir mengingat hafnium memiliki kemampuan serapan neutron yang besar. Logam zirkonium atau *zircalloy* tahan korosi, tahan terhadap suhu yang tinggi, tahan terhadap larutan asam maupun alkali dingin, titik lebur yang tinggi, dan sifat mekanik yang kuat (Benedict et al, 1981), selain itu apabila zirkonil hidroksida diubah menjadi zirkonium hidroksida dapat digunakan sebagai intermediet untuk industri senyawa zirkonium, digunakan pigmen, kaca, warna, *ion exchanges*, bahan baku untuk katalis dan lainnya.

### 3.5. Proses Evaporasi

Evaporasi adalah proses pengentalan larutan dengan cara mendidihkan atau menguapkan pelarut. Di dalam pengolahan hasil pertanian proses evaporasi bertujuan untuk, meningkatkan larutan sebelum proses lebih lanjut, memperkecil volume larutan, menurunkan aktivitas air (Praptiningsih 1999), dimana evaporasi bertujuan untuk:

- Meningkatkan konsentrasi atau viskositas larutan sebelum diproses lebih lanjut.
- Memperkecil volume larutan sehingga dapat menghemat biaya pengepakan, penyimpanan dan transportasi
- Menurunkan aktivitas air dengan cara meningkatkan konsentrasi solid terlarut sehingga bahan menjadi awet (Wirakartakusumah, 1989).

Sebagai bagian dari suatu proses di dalam pabrik, alat evaporasi mempunyai dua fungsi, yaitu merubah panas dan memindahkan uap yang terbentuk dari bahan cair. Mekanisme kerja evaporator adalah *steam* yang dihasilkan oleh alat pemindah panas, kemudian panas yang ada (*steam*) berpindah pada bahan atau larutan sehingga suhu larutan akan naik sampai mencapai titik didih. *Steam* masih digunakan atau disuplay sehingga terjadi peningkatan tekanan uap (Gaman, 1994), dan selama proses evaporasi dapat terjadi perubahan-perubahan pada bahan, baik

yang menguntungkan maupun yang merugikan. Perubahan-perubahan yang terjadi antara lain perubahan viskositas, kehilangan aroma, kerusakan komponen gizi, terjadinya pencokelatan dll.

### **3.6. Proses Kristalisasi**

Zat padat tidak dapat dipisahkan dari larutan dengan cara disaring saja, contohnya seperti garam yang terlarut dalam air dapat dipisahkan dari larutannya dengan cara penguapan dan terjadinya kristalisasi. Pada proses penguapan larutan dipanaskan sehingga zat pelarutnya dapat menguap kemudian terpisah dan meninggalkan zat terlarut atau filtratnya. Pemisahan ini didasarkan karena perbedaan titik didih zat terlarut dengan pelarutnya, sehingga dengan menggunakan metode kristalisasi kita dapat mendapatkan zat terlarut atau filtrat yang lebih murni karena komponen lainnya berupa pengotor atau *impurities* tidak mengkristal menjadi dan menguap bersama pelarutnya (Michael, 2006).

### **3.7. Proses Filtrasi**

Filtrasi adalah proses dimana suatu campuran heterogen antara padatan dan cairan dari suatu larutan yang dipisahkan oleh suatu filter medium, dimana cairannya akan terus mengalir melewati medium dan padatannya tetap tertahan di kertas saring atau penyaringnya, dimana fluidanya dapat berupa liquid atau gas dan gaya dorongnya dapat berupa tekanan, vakum, atau gaya berat dan contoh alat filtrasi yang paling sering digunakan adalah *Rotary Vacuum Filter* (RVP) (Aderani dan Redhika, 2016). RVP yang paling banyak digunakan dalam industri kimia mempunyai kapasitas cukup besar dan mampu memisahkan padatan yang sukar dipisahkan. Desain RVP sangat bervariasi yang dilengkapi oleh drum yang terus berputar. Tekanan dalam drum mendekati vakum, sedang di luar drum tekanannya atmosferik. Drum dimasukkan ke dalam cairan yang mengandung suspensi yang akan di filtrasi, dan kecepatan putaran drum sangat rendah. Cairan tertarik melalui filter karena perbedaan tekanan, sedangkan padatan akan tertinggal di luar permukaan drum membentuk filtrat yang tersaring di penyaring (biasanya menggunakan kertas saring) sampai fluidanya habis dan hanya menyisakan filtrat murni (Aderani dan Redhika, 2016).

Kecepatan putaran drum sangat rendah. cairan tertarik melalui filter karena perbedaan tekanan, sedangkan padatan akan tertinggal di luar permukaan drum membentuk filtrat yang tersaring di penyaring (biasanya menggunakan kertas saring) sampai fluidanya habis dan hanya menyisakan filtrat murni (Amriva dan Devi, 2016).

### 3.8. *X-Ray Diffraction (XRD)*

XRD adalah metode analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal dan material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Sinar-X merupakan salah satu bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV – 1 MeV dengan panjang gelombang antara 0,5 – 2,5 Å. Panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak antara atom dalam kristal, menyebabkan sinar-X menjadi salah satu teknik dalam analisa material (Suryanarayana dan Norton, 1998). Interaksi sinar dengan sampel menghasilkan interferensi konstruktif (dan sinar terdifraksi) bila kondisinya memenuhi hukum Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (1)$$

Keterangan :

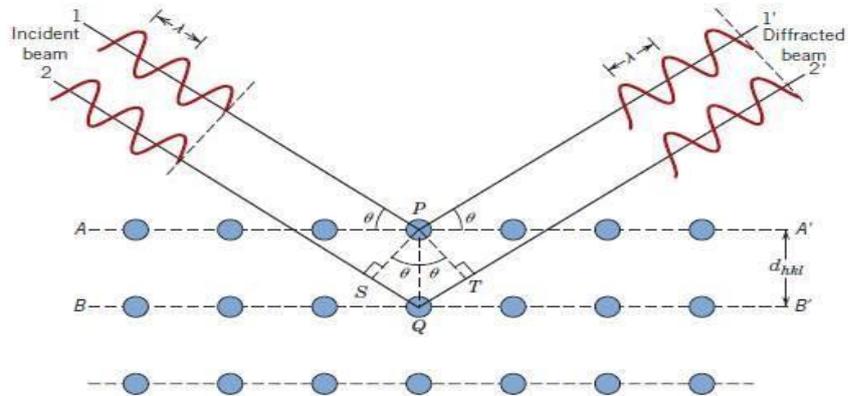
n = Orde Difraksi

$\lambda$  = Panjang sinar-X

d = jarak kisi

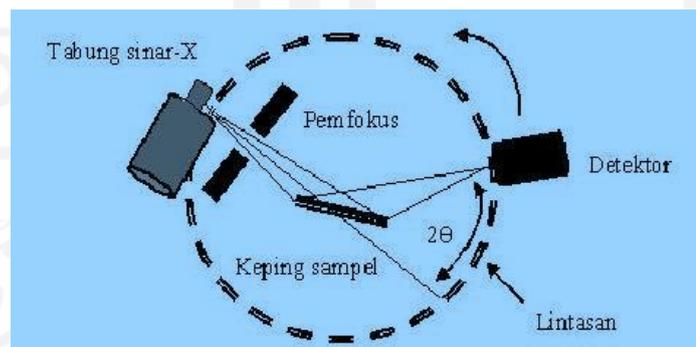
$\theta$  = sudut difraksi

Hukum ini menghubungkan panjang gelombang radiasi elektromagnetik dengan sudut difraksi dan jarak kisi dalam sampel kristal sinar-X yang terdifraksi ini kemudian dideteksi, diproses, dan dihitung. Komponen utama dari semua difraksi adalah sudut antara kejadian dan sinar yang terdifraksi (Taftazani, 2017).



**Gambar 6.** Difraksi sinar X

Difraktometer sinar X terdiri dari tiga elemen dasar: Sumber (tabung sinar X, dudukan sampel, dan detektor sinar X (Taftazani, 2017). Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki  $10^{-7}$  -  $10^{-14}$  m ditempatkan pada suatu plat kaca. Sinar X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi, dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam, biasanya tembaga (Cu). Kemudian sampel dikenakan sinar X dengan sudut  $0 - 90^\circ$ . Sinar yang mengenai sampel akan didifraksi dan ditangkap oleh detektor. Oleh detektor sinar-sinar diubah menjadi hasil dalam bentuk gelombang-gelombang (Difraktogram) (Rahman, 2016).



**Gambar 7.** Digram alat X-ray difraction

XRD digunakan untuk identifikasi bahan kristal yang tidak diketahui, penentuan padatan yang tidak diketahui, penting dipelajari di bidang geologi, ilmu lingkungan, ilmu material, teknik dan biologi. Aplikasi XRD lainnya yaitu karakterisasi bahan kristal, identifikasi mineral halus seperti lempung dan lempung

campuran yang sulit ditentukan secara *optic*, penentuan dimensi sel satuan dan pengukuran kemurnian sampel (Taftazani, 2017).

Data hasil dari analisis dengan XRD yaitu difraktogram. Bentuk keluaran dari difraktogram yaitu analog; berupa grafik garis-garis yang terekam per menit sinkron dengan detektor dalam sudut  $2\theta$  per menit, sehingga sumbu X setara dengan sudut  $2\theta$ , dan digital; berupa intensitas sinar X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik (Misnawati, 2006). Untuk mendiskripsikan perubahan dari kristalin material seperti respon material tersebut terhadap proses deformasi maka kita perlu mendiskripsikan arah dalam kristal, yang merupakan suatu vektor yang dapat dinyatakan dalam nilai vektor [a,b,c]. Dari data vektor dapat diketahui bidang irisan. Indeks miller biasanya digunakan untuk menentukan bidang irisan di dalam kristal (Callister, 2007).

Indeks miller adalah satu set bidang yang paralel dengan jarak yang seragam memiliki indeks yang sama. Indeks untuk suatu bidang irisan dituliskan [h,k,l] (Callister, 2007). Untuk menentukan nilai jarak antar atom pada kisi (a) dapat menggunakan persamaan 2,3, dan 4 :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \dots\dots\dots(2)$$

$$a^2 = (h^2 + k^2 + l^2) \times d^2 \dots\dots\dots(3)$$

$$a^2 = \sqrt{a} \dots\dots\dots(4)$$

Keterangan :

d = jarak antar kisi

a = jarak antar atom pada kisi

h,k,l = satuan index miller

Adapun untuk menentukan ukuran Kristal digunakan persamaan Debye-

Scherrer pada persamaan 5 :

$$D = \frac{k \times \lambda}{\beta \times \cos \theta} \dots\dots\dots(5)$$

Keterangan :

D = ukuran Kristal

k = Konstanta

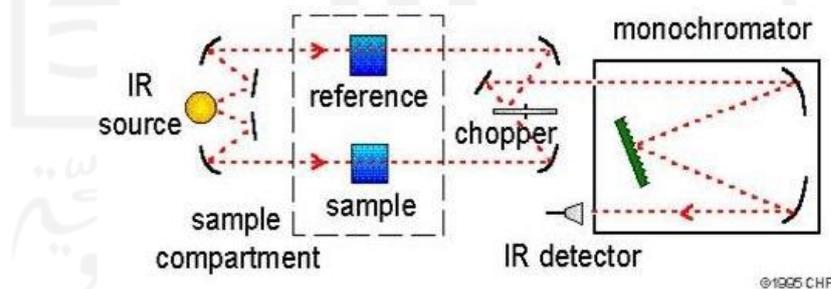
$\lambda$  = Panjang gelombang tabung sinar X

$\beta$  = FWHM

$\theta$  = sudut

### 3.9. *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

*Fourier Transform Infrared* (FT-IR) merupakan salah satu metode pengukuran untuk mendeteksi struktur molekul senyawa melalui identifikasi gugus fungsi penyusun senyawa. Pengujian dengan spektroskopi FT-IR tidak memerlukan persiapan sampel yang rumit dan bisa digunakan dalam berbagai fase baik padat, cair maupun gas. Metode spektroskopi yang digunakan adalah metode spektroskopi adsorpsi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi infra merah oleh molekul suatu materi. Adsorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat yakni kesesuaian antara frekuensi radiasi infra merah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwal,1985).



**Gambar 8 . Prinsip kerja FTIR**

Cara kerja FTIR adalah energi inframerah diemisikan dari sumber bergerak melalui celah sempit untuk mengontrol jumlah energi yang akan diberikan ke sampel. Berkas laser kemudian memasuki ruang sampel, berkas akan diteruskan atau dipantulkan oleh permukaan sampel tergantung dari energinya, yang merupakan karakteristik dari sampel. Berkas akhirnya sampai ke detektor. Detektor

yang digunakan dalam spectroscopy FTIR adalah Tetra Glycerine Sulphate (TGS) atau Mercury Cadmium Telluride (MCT). Radiasi yang diterima oleh detektor merupakan frekuensi dari cahaya spektra infra merah berupa gelombang monokromatis. Spektra infra merah dikumpulkan untuk melihat jumlah energi yang diserap dan puncak serapan yang muncul, mengidentifikasi gugus fungsi dan selanjutnya dibandingkan dengan tabel referensi (Giwangkara, 2006).

Spektra IR suatu senyawa dapat memberikan gambaran dan struktur molekul senyawa tersebut. Spektra IR dapat dihasilkan dengan mengukur absorpsi radiasi, refleksi atau emisi di daerah IR. Daerah IR pada spektrum gelombang elektromagnetik mencakup bilangan gelombang  $14.000\text{ cm}^{-1}$  hingga  $10\text{ cm}^{-1}$ . Daerah IR jauh ( $400 - 10\text{ cm}^{-1}$ ) bermanfaat untuk menganalisis molekul yang mengandung atom-atom berat seperti senyawa anorganik, namun membutuhkan teknik khusus yang lebih baik. Daerah IR sedang ( $4000 - 400\text{ cm}^{-1}$ ) berkaitan dengan transisi energi vibrasi dari molekul yang memberikan informasi mengenai gugus-gugus fungsi dalam molekul tersebut. Daerah IR dekat ( $12.500 - 4000\text{ cm}^{-1}$ ) yang peka terhadap vibrasi *overtone* (Schechter et al., 1997).

### **3.10. X-Ray Fluorescence (XRF)**

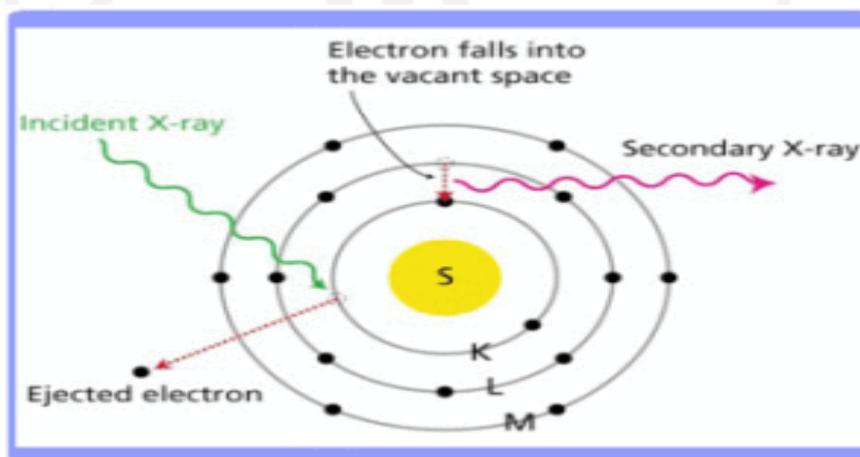
Spektrometri *X-Ray Fluorescence* (XRF) adalah suatu metode analisis berdasarkan pengukuran tenaga dan intensitas sinar-X suatu unsur di dalam cuplikan hasil eksitasi sumber radioisotop. Spektrometer XRF didasarkan pada lepasnya elektron bagian dalam dari atom akibat dikenai sumber radiasi dan pengukuran intensitas pendar sinar-X karakteristik yang dipancarkan oleh atom unsur dalam sampel. Metode ini tidak merusak bahan yang dianalisis baik dari segi fisik maupun kimiawi sehingga sampel dapat digunakan untuk analisis berikutnya.

XRF (*X-Ray Fluorescence*) merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam suatu sampel dengan menggunakan metode spektrometri. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif

dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan (Malvern Instrumen Limited, 2012).

XRF adalah teknik analisis unsur yang membentuk suatu material dengan dasar interaksi sinar-X dengan material analit. Teknik ini banyak digunakan dalam analisis batuan karena membutuhkan jumlah sampel yang relatif kecil (sekitar 1 g). Teknik ini dapat digunakan untuk mengukur unsur-unsur yang terutama banyak terdapat dalam batuan atau mineral. Sampel yang digunakan biasanya berupa serbuk hasil penggilingan atau pengepresan menjadi bentuk film yang banyak digunakan menggunakan beberapa prinsip. XRF epsilon maupun XRF ortec memiliki prinsip yang sama, yang membedakan yaitu XRF epsilon memiliki sensitivitas yang lebih tinggi sehingga bisa menganalisis hingga satuan ppm sedangkan XRF ortec hanya bisa menganalisis hanya pada satuan %.

Apabila elektron dari suatu kulit atom bagian dalam dilepaskan, maka elektron yang terdapat pada bagian kulit luar akan berpindah pada kulit yang ditinggalkan tadi menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang yang karakteristik bagi unsur tersebut (Jenkin, 1995).



**Gambar 9.** Perpindahan elektron

Teknik difraksi sinar-X suatu berkas elektron digunakan sinar-X yang dihasilkan dari tembakan berkas elektron terhadap suatu unsur di anoda untuk menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang yang diketahui. Peristiwa ini terjadi pada tabung sinar-X. Pada teknik XRF, digunakan sinar-X dari tabung pembangkit sinar-X untuk mengeluarkan elektron dari kulit bagian dalam untuk

menghasilkan sinar-X baru dari sampel yang dianalisis. Seperti pada tabung pembangkit sinar-X, elektron dari kulit bagian dalam suatu atom pada sampel analit menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang karakteristik dari setiap atom di dalam sampel. Untuk setiap atom di dalam sampel, intensitas dari karakteristik sinar-X tersebut sebanding dengan jumlah (konsentrasi) atom di dalam sampel. Oleh karena itu, dapat mengukur intensitas karakteristik sinar-X dari setiap unsur, sehingga dapat membandingkan intensitasnya dengan suatu standar yang diketahui konsentrasinya, sehingga konsentrasi unsur dalam sampel bisa ditentukan (Jenkin, 1995).

Peralatan *X-Ray Fluorescence* Spektrometer terdiri dari tabung pembangkit sinar-X yang mampu mengeluarkan elektron dari semua jenis unsur yang sedang diteliti. Sinar-X ini yang dihasilkan harus berenergi sangat tinggi, sehingga anoda target dalam tabung pembangkit harus berupa unsur Cr, Mo, atau Au. Sinar-X yang dihasilkan ini, kemudian dilewatkan melalui suatu kolimator untuk menghasilkan berkas sinar yang koheren.

XRF mempunyai beberapa kelebihan dan kekurangan, yaitu sebagai berikut. Kelebihan dari metode XRF adalah:

1. Akurasi yang tinggi.
2. Dapat menentukan unsur dalam material tanpa adanya standar.
3. Dapat menentukan kandungan mineral dalam bahan biologik secara langsung.

Kekurangan dari metode XRF adalah:

1. Tidak dapat mengetahui senyawa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material yang akan diteliti.
2. Tidak dapat menentukan struktur dari atom yang membuat material itu.

(Firdos, 2016).

Teknik analisis dengan XRF lebih banyak digunakan karena metode ini cepat, lebih teliti, tidak merusak bahan, dapat digunakan pada cuplikan berbentuk padat, bubuk, cair maupun pasta (Sukirno et al., 2003). Pada penelitian ini, XRF digunakan untuk analisis persentase komposisi unsur yang terkandung di dalam sampel yang sudah disintesis, sebagai sumber radiasi pada percobaan ini tidak menggunakan tabung sinar x, tetapi sumber radiasi sinar  $\gamma$  dari radioisotope Fe-55,

Am-241, Cd-109. Sinar  $\gamma$  yang dipancarkan dapat meradiasi sampel sehingga menghasilkan sinar x dengan energi spesifik dari setiap unsur yang terkandung dalam sampel (Taftazani, 2017).

### **3.11. Particle Size Analyzer (PSA)**

*Particle size analyzer* (PSA) merupakan alat yang menggunakan prinsip hamburan cahaya dinamis untuk mengukur distribusi ukuran partikel yang mengalami gerak Brown. Metode ini dinilai lebih akurat dibandingkan dengan metode analisa gambar seperti SEM dan TEM karena menggunakan cahaya laser sebagai media informasi terhadap pengukuran objek (partikel). Selain itu waktu pengukuran yang lebih cepat karena cahaya memiliki kecepatan rambat yang sangat besar sehingga dapat mengirim informasi dalam waktu yang sangat singkat (Susatyo, 2010). Gerak Brown yang terjadi pada partikel zat cair mengalami tumbukan satu sama lain maupun tumbukan dengan tembok dinding ruang. Sehingga apabila ditembakkan sinar laser dapat menyebabkan hamburan cahaya dengan berbagai frekuensi baik yang berasal dari partikel bergerak cepat maupun yang bergerak lambat. Berbagai frekuensi tersebut terdeteksi oleh detektor, kemudian diterjemahkan dalam bentuk sinyal cahaya yang fluktuatif. Sinyal dari masing-masing partikel baik yang berkecepatan tinggi maupun lambat diubah secara aritmatika kedalam bentuk data daya spektrum menggunakan metode transformasi Fourier.

Prinsip pengukuran alat PSA ini berdasarkan pada hamburan cahaya laser oleh partikel-partikel dalam sampel. Cahaya yang berasal dari laser dipancarkan melalui pinhole (jarum kecil) kemudian dikirim ke partikel dalam sampel. Partikel-partikel dalam sampel menghamburkan kembali cahayanya melalui pinhole dan masuk ke detektor. Sinyal analog yang terdeteksi diubah menjadi sinyal digital yang kemudian diolah menjadi deret hitung.

## **BAB IV**

### **METODE PENELITIAN**

#### **4.1. ALAT**

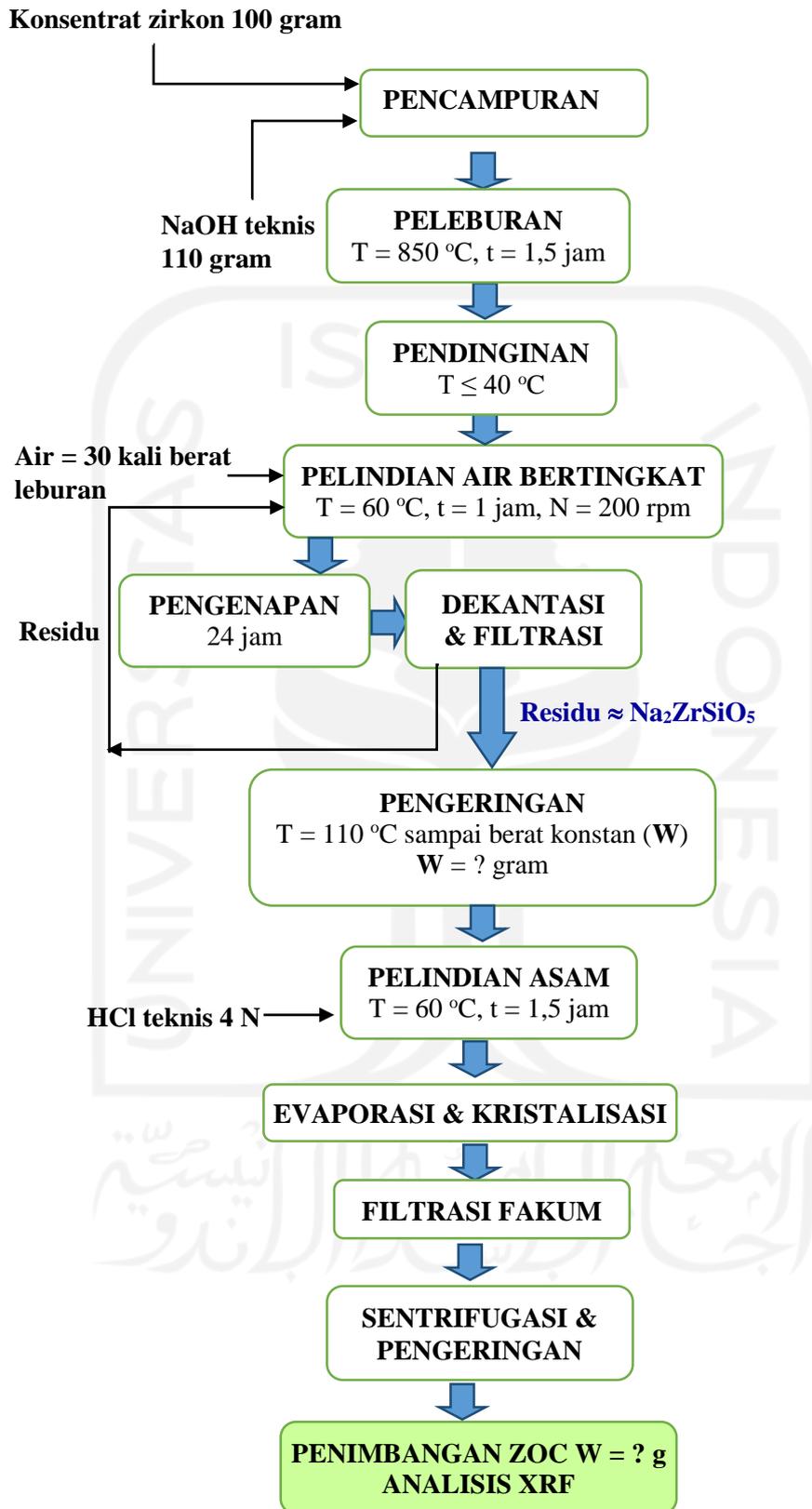
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat reaktor gelas berpengaduk *bench scale*, gelas beker, erlenmeyer, corong gelas, kertas saring, evaporator, *Vacuum Filter* (VP), spektrometer *X-Ray Fluorescence* (XRF) Epsilon 4 dan Ortec merk Malvern Analytical, *Fourier-transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) merk Bruker Alpha II, *X-Ray Diffraction* (XRD) merk PAN Alytical, dan *Particle size analyzer* (PSA) merk Horiba.

#### **4.2. BAHAN**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah konsentrat zirkon ( $ZrSiO_4$ ) kalimantan, NaOH padat teknis, HCl teknis, akuades, dan amonium hidroksida ( $NH_4OH$ ) pro analis.

#### **4.3. CARA KERJA**

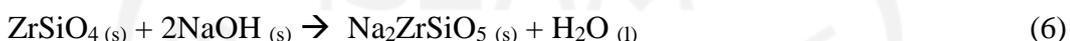
##### **4.3.1 Pembuatan Zirkonil Klorida ( $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ) sebagai Bahan Baku Sintesis Zirkonil Hidroksida**



**Gambar 10.** Diagram alir pembuatan bahan baku ZrOCl<sub>2</sub>.8H<sub>2</sub>O (ZOC)

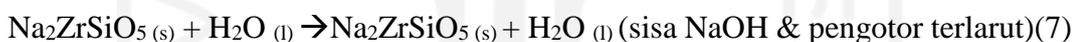
#### 4.3.1. A. Peleburan

Pemecahan ikatan yang kuat antara Zr dan Si pada mineral zirkon ( $ZrSiO_4$ ) dilakukan dengan pemanasan pada suhu tinggi terhadap zirkon. Pemanasan ini dapat dilakukan dengan berbagai cara; pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan reaktan NaOH eksese berbasis reaksi 1 mol  $ZrSiO_4$  dengan 2 mol NaOH pada suhu sekitar  $700\text{ }^\circ\text{C}$  dengan reaksi berikut (Poernomo, H., 2020; Liu et al., 2014) :



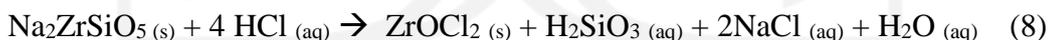
#### 4.3.1. B. Pelindian Air

Hasil dari dari proses peleburan dilindi secara bertingkat dengan air pada perbandingan berat air lindi : leburan sekitar 30 : 1, temperatur  $60\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1,5 jam untuk melarutkan beberapa pengotor dalam  $ZrSiO_4$  yang bereaksi dengan NaOH. Sedangkan 1 mol  $ZrSiO_4$  bereaksi dengan  $\geq 2$  mol NaOH membentuk  $Na_2ZrSiO_5$  yang tidak larut dalam air. Keberadaan sisa NaOH dalam hasil leburan dapat dihilangkan dari  $Na_2ZrSiO_5$  yang ditandai dengan pH filtrat hasil pelindian bertingkat sekitar 7. Reaksi sederhana yang terjadi sebagai berikut:



#### 4.3.1. C. Pelindian dengan Asam Klorida

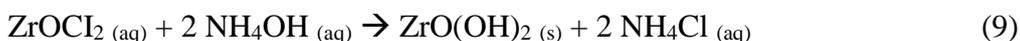
Jika  $Na_2ZrSiO_5$  dilindi dengan  $HCl > 1,2\text{ M}$ , maka membentuk  $ZrOCl_2$  dengan reaksi sederhana sebagai berikut (Liu et al., 2014):



Proses selanjutnya untuk sintesis  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  (ZOC) dilakukan seperti ditunjukkan pada Gambar 8.

#### 4.3.2 Variasi pH

Zirkonil klorida padat ( $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ) sebanyak 50 gram dilarutkan dengan akuades sebanyak 500 ml dalam beker gelas. Larutan  $ZrOCl_2$  dimasukkan ke dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale*, dilakukan pengadukan sekitar 200 rpm, larutan  $NH_4OH$  25% ditambahkan dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale* setetes demi setetes sehingga endapan terbentuk. Reaksi yang terbentuk sebagai berikut (Simbolon dkk, 1996) :

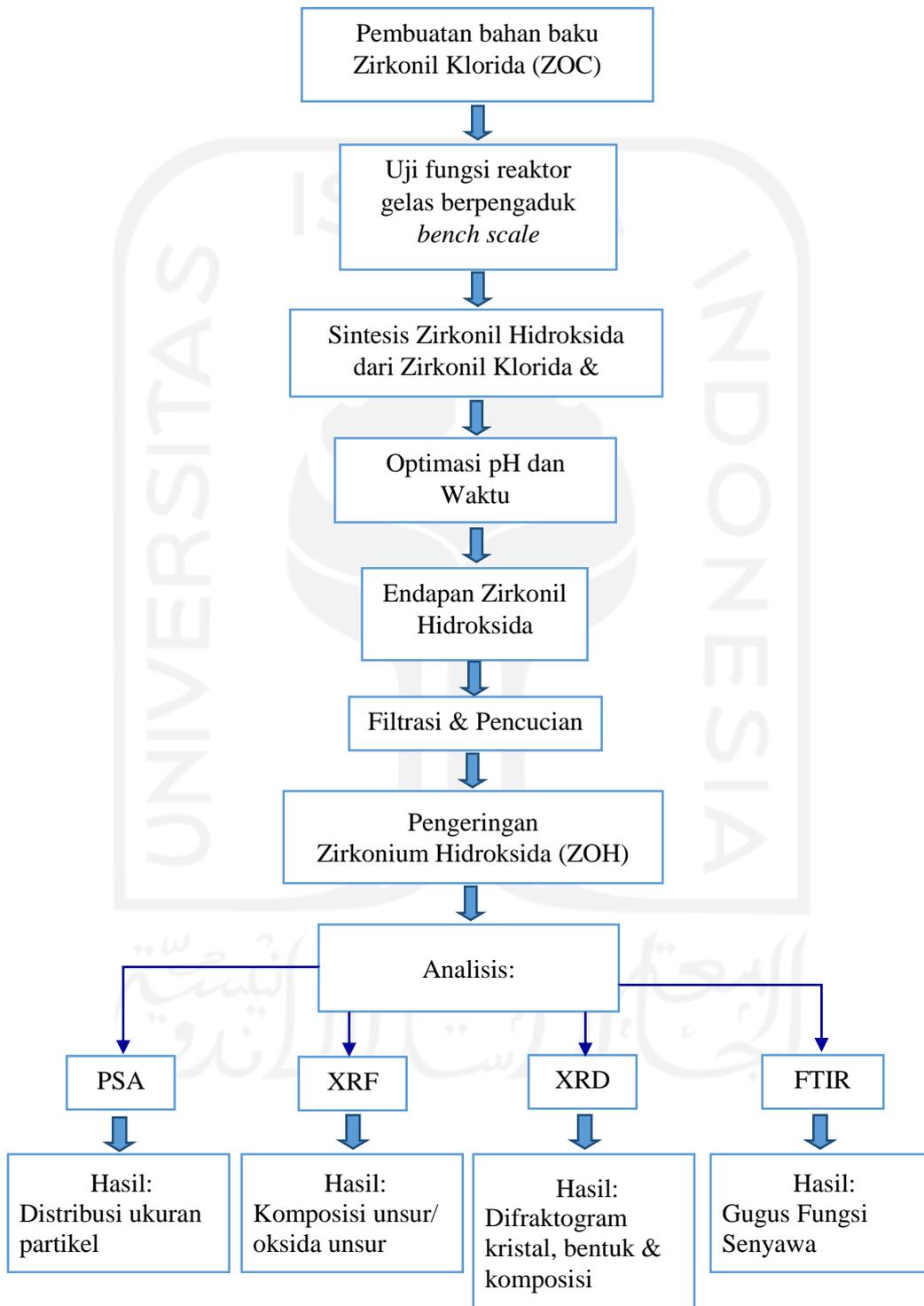


Proses reaksi antara  $ZrOCl_2$  dan  $NH_4OH$  dilakukan selama 60 menit, dan pH campuran diatur sekitar 8,5 dengan menambahkan  $NH_4OH$  25% sedikit demi sedikit. Selanjutnya hasil campuran dikeluarkan dari reaktor gelas berpengaduk *bench scale* dan ditampung dalam beker gelas. Endapan  $ZrO(OH)_2$  yang terbentuk dalam beker gelas kemudian didiamkan selama semalam, lalu difiltrasi dan dicuci sebanyak 5 kali dengan akuades untuk dikonversi menjadi  $Zr(OH)_4 \cdot 2H_2O$  serta untuk melarutkan sisa  $NH_4OH$  dan  $NH_4Cl$ . Padatan  $Zr(OH)_4 \cdot 2H_2O$  dikeringkan dalam *oven* pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$ , kemudian ditimbang, dianalisis dengan XRF, XRD, FTIR dan PSA. Percobaan diulangi dengan pH yang berbeda (9, 9,5, dan 10). Kondisi pH optimum adalah yang memberikan konversi reaksi dan karakteristik prototipe produk  $Zr(OH)_4 \cdot 2H_2O$  hasil sintesis yang mendekati produk komersial.

#### 4.3.3 Variasi Waktu Reaksi

Percobaan dilakukan mirip dengan 4.3.2. dengan waktu reaksi 60, 120, dan 180 menit dengan pH yang optimum dari hasil percobaan 4.3.2.

#### 4.3.4. Skema Penelitian



#### 4.4. Jadwal Penelitian

Tabel 1. Jadwal kegiatan

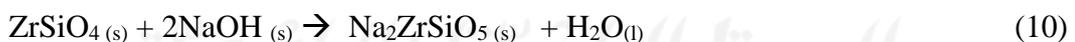
No	Jenis Kegiatan	Bulan					
		1	2	3	4	5	6
1.	Pembuatan zirkonil klorida sebagai bahan baku sintesis zirkonil hidroksida	■					
2.	Uji fungsi reaktor gelas berpengaduk <i>bench scale</i>	■					
3.	Sintesis zirkonil hidroksida dari zirkonil klorida dan ammonium hidroksida		■				
4.	Dilakukan pH dan waktu sintesis		■	■			
5.	Proses penyelesaian dengan cara evaporasi, kristalisasi, dan filtrasi			■			
6.	Analisis menggunakan instrument FTIR, XRF, XRD, dan PSA			■	■		
7.	Mengolah data hasil analisis				■	■	
8.	Laporan akhir					■	■
9.	Evaluasi						■

## BAB V

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 5.1 Preparasi Bahan Baku Zirkonil Klorida

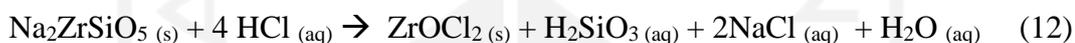
Sintesis zirkonil hidroksida pada penelitian ini menggunakan bahan baku zirkonil klorida. Pada proses awal preparasi bahan baku, dilakukan proses peleburan dengan alkali terhadap pasir zirkon kalimantan untuk melepaskan ikatan komponen SiO<sub>2</sub> dalam mineral zirkon. Komponen SiO<sub>2</sub> dalam mineral zirkon membentuk ikatan kimia yang kuat sehingga tidak dapat dipisahkan secara fisik maupun dilarutkan dengan menggunakan pelarut yang umum. Menurut Sulistiyono dan Sajuti (1996), proses peleburan dengan alkali merupakan cara paling efektif dalam ekstraksi komponen bernilai dari mineral yang berikatan dengan silikat. Selama proses peleburan dengan basa, ikatan kuat antara zirkonium dan silikon dipecah oleh lelehan basa sehingga dapat dihasilkan zirkonium dengan kemurnian tinggi melalui proses pemisahan selanjutnya, seperti pelindian dengan air dan asam. Pada penelitian ini konsentrat pasir zirkon sebanyak 100 gram direaksikan dengan natrium hidroksida sebanyak 110 gram yang ditaruh pada mangkuk dengan susunan sebanyak masing-masing 4 layer yang mana posisi natrium hidroksida berada dibawah sedangkan pasir zirkon berada diatas, peleburan dilakukan pada suhu 850 °C selama 1,5 jam. Adapun reaksi yang terjadi sebagai berikut berikut (Poernomo, H., 2020; Liu et al., 2014):



Hasil dari proses peleburan kemudian dilindi secara bertingkat dengan air untuk melarutkan eksek NaOH atau NaOH berlebih dan juga beberapa pengotor terlarut di air. Adapun pelindian dilakukan dengan perbandingan berat air lindi : leburan sekitar 30 : 1 yaitu sebanyak 90 liter air : 3000 gram hasil leburan dengan temperatur 60 °C selama 1 jam kemudian diendapkan selama 24 jam. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



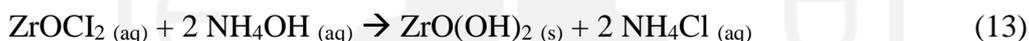
Hasil pelindian air yang telah diendapkan kemudian di filtrasi sehingga diperoleh residunya berupa  $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$  yang telah dihilangkan pengotornya kemudian residunya dikeringkan dalam oven pada temperatur  $110^\circ\text{C}$  sampai kering kemudian proses selanjutnya dilakukan pelindian asam selama 1,5 jam didalam gelas beker dan diaduk dengan *magnetic stirrer*. Adapun  $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$  yang digunakan sebanyak 150 gram sedangkan untuk larutan asam menggunakan 3 liter HCl 4 N. Pelindian dengan asam klorida ini untuk mendapatkan senyawa zirkonil klorida. Menurut Liu et al (2014) jika  $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$  dilindi dengan HCl  $> 1,2$  M, maka membentuk  $\text{ZrOCl}_2$  dengan reaksi sederhana sebagai berikut (Liu et al., 2014):



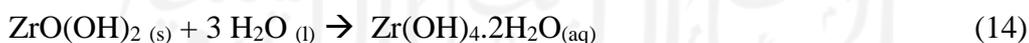
Setelah proses pelindian asam selesai kemudian didiamkan selama 24 jam lalu dilanjutkan dengan proses evaporasi untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat pada zirkonil klorida dengan cara menuangkan hasil pelindian asam yang telah didiamkan selama 24 jam kemudian dimasukkan kedalam labu evaporator lalu ditambahkan dengan aquades. Proses evaporasi dilakukan sampai larutan zirkonil klorida mengental setelah itu dilakukan filtrasi untuk memisahkan antara residu dengan filtratnya, residu yang merupakan zirkonil klorida yang telah dihilangkan pengotornya kemudian dikeringkan dengan sinar matahari hingga diperoleh zirkonil klorida dalam bentuk serbuk.

## 5.2 Sintesis Zirkonil Hidroksida Dalam Reaktor Gelas Berpengaduk *Bench Scale*

Pada proses sintesis zirkonil hidroksida diawali dengan melarutkan serbuk zirkonil klorida sebanyak 25 gram dengan akuadest sebanyak 500 ml dalam beker gelas. Larutan zirkonil klorida kemudian dimasukkan ke dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale*, dilakukan pengadukan sekitar 200 rpm, larutan NH<sub>4</sub>OH 25 % ditambahkan dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale* setetes demi setetes sehingga endapan terbentuk. Ion ZrO<sup>2+</sup> dari ZrOCl<sub>2</sub> akan bergabung dengan ion OH<sup>-</sup> dari NH<sub>4</sub>OH sehingga membentuk ZrO(OH)<sub>2</sub>. Adapun reaksi yang terjadi sebagai berikut (Simbolon dkk, 1996; Carter, 1987) :



Proses reaksi antara ZrOCl<sub>2</sub> dan NH<sub>4</sub>OH dilakukan selama 60 menit, dan pH campuran diatur sekitar 8,5 dengan menambahkan NH<sub>4</sub>OH 25% sedikit demi sedikit hingga tercapai pH tertentu, kemudian setelah proses selesai lalu langsung dipindahkan dalam gelas beker dan didiamkan selama semalam sehingga terpisah antara endapan dan larutan yang kemudian akan dilanjutkan dengan proses filtrasi. Filtrasi dilakukan untuk memisahkan antara residu yang berupa ZrO(OH)<sub>2</sub> dan filtrat yang berupa NH<sub>4</sub>Cl, setelah residu telah terpisah dengan filtrat kemudian residu yang berupa ZrO(OH)<sub>2</sub> dilakukan pencucian dengan akuades sebanyak 5 kali sambil dilakukan filtrasi untuk dikonversi menjadi Zr(OH)<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O serta untuk melarutkan sisa NH<sub>4</sub>OH dan NH<sub>4</sub>Cl. Reaksi pencucian zirkonil hidroksida dengan aquades sebagai berikut (Susiantini dkk, 2015) :



Padatan Zr(OH)<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C hingga terbentuk serbuk. Percobaan diulangi dengan pH yang berbeda (9, 9,5, dan 10) dan waktu yang berbeda (60 menit, 120 menit dan 180 menit) yang selanjutnya dianalisis dan dikarakterisasi dengan XRF, FTIR, XRD dan PSA.

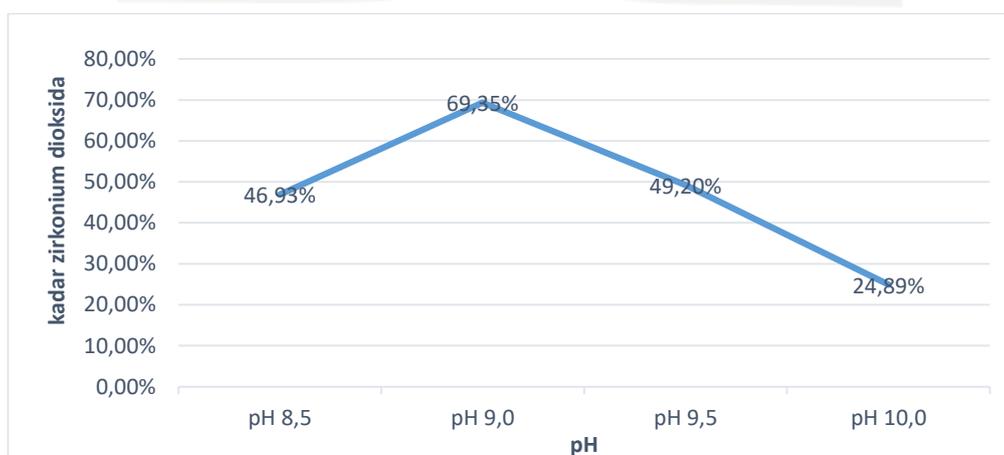
### 5.2.1 Analisis variasi pH

Pada sintesis zirkonil hidroksida dengan menggunakan reaktor gelas *bench scale* ini dilakukan optimasi pH dengan variasi pH 8,5, 9, 9,5, dan 10. Hasil optimasi disajikan pada tabel 2.

**Tabel 2.** Hasil analisis pH optimum terhadap kadar ZrO dengan XRF Ortec

Zirkonium Hidroksida	Zr %	ZrO <sub>2</sub> %
pH 8,5	34,7460%	46,9298 %
pH 9,0	51,3456%	69,3501 %
pH 9,5	36,4278%	49,2013 %
pH 10,0	18,4293%	24,8915 %

Tabel 2. Memperlihatkan, ketika proses sintesis zirkonium hidroksida dilakukan pada pH 8,5 diperoleh kadar ZrO<sub>2</sub> sebesar 46,9298 %, kemudian pada pH 9,0 diperoleh kadar ZrO<sub>2</sub> yaitu sebesar 69,3501 %. Hal ini menunjukkan bahwa adanya kenaikan kadar ZrO<sub>2</sub> dari pH 8,5 ke pH 9, ini dikarenakan ion OH<sup>-</sup> dari NH<sub>4</sub>OH lebih banyak sehingga dapat memperoleh ion ZrO<sup>2+</sup> dari ZrOCl<sub>2</sub> lebih meningkat selain itu juga proses nukleasi dan pertumbuhan kristal terjadi dengan baik, akan tetapi kenaikan kadar ZrO<sub>2</sub> ini hanya terjadi sampai pH 9, untuk pH berikutnya pH 9,5 kadarnya turun yaitu sebesar 49,2013 % dan pada pH 10 kadarnya semakin turun secara signifikan yaitu sebesar 24,8915 %. Hal ini disebabkan karena proses nukleasi dan pertumbuhan kristal yang cenderung terdegradasi sehingga kadar ZrO<sub>2</sub> semakin menurun. Grafik pengaruh pH terhadap kadar ZrO<sub>2</sub> pada sintesis zirkonium hidroksida dapat dilihat pada Gambar 9.



**Gambar 11.** Grafik pengaruh pH terhadap kadar ZrO<sub>2</sub>

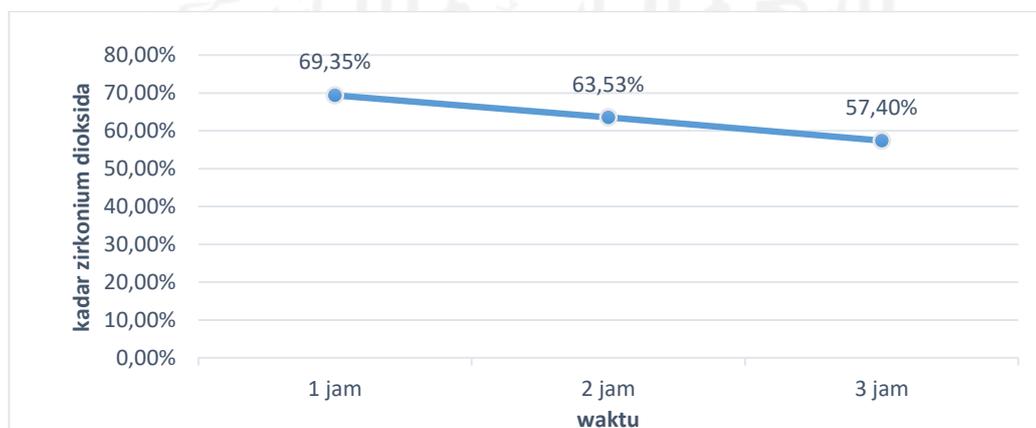
### 5.2.2 Analisis variasi waktu

Pada proses optimasi waktu, perlakuan yang dilakukan sama seperti variasi pH. Jadi setelah didapatkan pH optimum, maka pH tersebut digunakan untuk mendapatkan waktu optimum. pH yang digunakan yaitu pH 9, dengan variasi waktu yaitu 60, 120 dan 180 menit.

**Tabel 3.** Hasil analisis waktu optimum terhadap kadar ZrO dengan XRF Ortec

Sampel	Zr %	ZrO <sub>2</sub> %
ZOH 1 jam	51,3456%	69,3501%
ZOH 2 jam	47,0363%	63,5297%
ZOH 3 jam	42,4950%	57,3960%

Table 3. Memperlihatkan bahwa ketika sintesis zirkonium hidroksida dilakukan selama 1 jam diperoleh kadar ZrO<sub>2</sub> yang lebih banyak dibandingkan waktu yang lainnya yaitu sebesar 69,3501% sedangkan untuk waktu sintesis selama 2 jam diperoleh kadar ZrO<sub>2</sub> sebesar 63,5297% dan waktu sintesis selama 3 jam diperoleh kadar sebesar 57,3960% sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu sintesis zirkonium hidroksida maka kadar ZrO<sub>2</sub> yang diperoleh akan semakin berkurang hal ini disebabkan proses nukleasi dan pertumbuhan kristal yang cenderung terdegradasi karena tumbukan antar partikel yang terjadi secara terus menerus dengan waktu yang semakin lama selain itu juga akibat tumbukan dengan waktu yang lebih lama sehingga adanya kemungkinan pada saat proses pematangan (ripening) kristal terjadi kerusakan (breakage) sehingga kadar ZrO<sub>2</sub> semakin berkurang. Grafik pengaruh waktu terhadap kadar ZrO<sub>2</sub> pada sintesis zirkonium hidroksida dapat dilihat pada Gambar 10.



**Gambar 12.** Grafik pengaruh waktu terhadap kadar ZrO<sub>2</sub>.

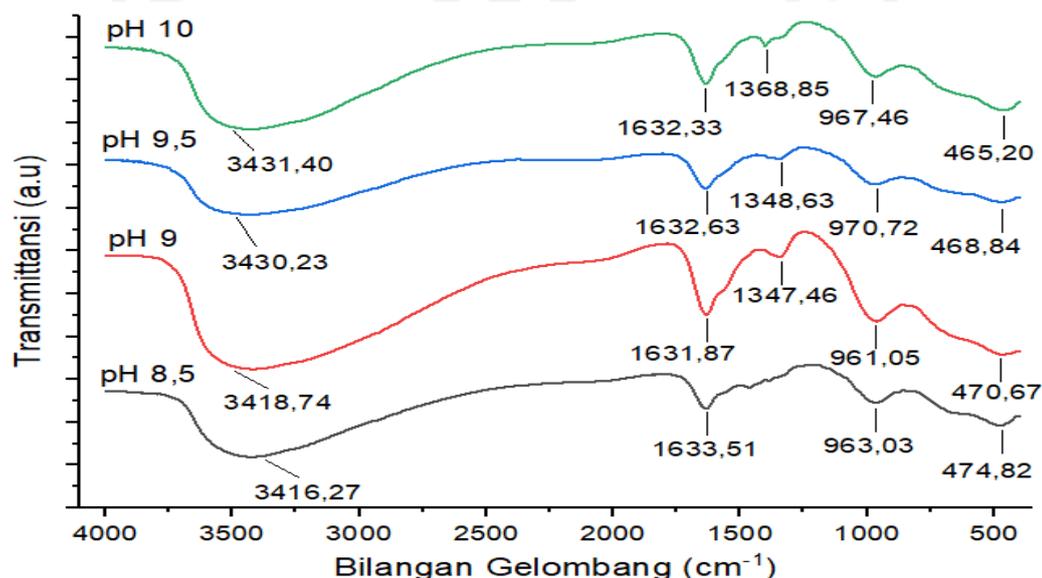
**Tabel 4.** Spesifikasi Zirkonium Hidroksida Komersial

No	Spesifikasi Zr(OH) <sub>4</sub> Komersial	Zr(Hf) O <sub>2</sub> %	SO <sub>4</sub> %	Na <sub>2</sub> O %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	SiO <sub>2</sub> %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Ti O <sub>2</sub> %	Cl %
1.	Saint- Gobaint ZirPro (Handan) Co., Ltd	45-50	0.01	0.01	0.002	0.00 8	-	-	0.0 1
2.	Allegheny Technologies Incorporated (ATI)	45-55	3-4	-	<0.00 5	0.06	<0.0 09	<0. 00 8	-
3.	Jiangxi Kingan Hi- Tech Co., Ltd (I)	≥38	-	≤0.0 1	≤0.00 5	≤0.0 2	-	≤0. 00 1	-
4.	Jiangxi Kingan Hi- Tech Co., Ltd (II)	≥48	-	≤0.0 1	≤0.00 5	≤0.0 2	-	≤0. 00 1	
5.	Prichem Technology Ltd.	Min. 40	-	0.01	0.002	0.01	-	0.0 01	0.0 01
6.	Daiichi Kigenso Kagaku Kogyo Co., Ltd	Max. 35	0.05	0.01	0.01	0.05		0.0 1	0.0 2

Pada Tabel 4. memperlihatkan bahwa spesifikasi dari zirkonium hidroksida komersial dari berbagai industri mempunyai spesifikasi kadar  $Zr(Hf)O_2$  yang berbeda-beda. Jika dibandingkan kadar  $ZrO_2$  dengan hasil sintesis yang telah dilakukan maka semua hasil sintesis dari variasi pH maupun variasi waktu telah sesuai dengan spesifikasi industri menurut kadarnya masing-masing, akan tetapi pada penelitian ini bertujuan untuk mencari pH dan waktu optimum yang dilihat dari segi jumlah kadar  $ZrO_2$  yang tertinggi sehingga dapat diketahui bahwa waktu dan pH optimum berada pada pH 9 dan waktu 1 jam dengan kadar  $ZrO_2$  sebesar 69,3501%.

### 5.2.3 Karakterisasi Zirkonium Hidroksida dengan *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Spektra FT-IR dari zirkonium hidroksida variasi pH diperlihatkan pada Gambar 11. Hasil rekaman spektra FT-IR dari zirkonium variasi pH memperlihatkan pada masing-masing pH mempunyai puncak pita serapan yang hampir sama akan tetapi untuk pH 8,5 hanya memiliki 4 puncak pita serapan sedangkan pH yang lain memiliki 5 puncak pita serapan.

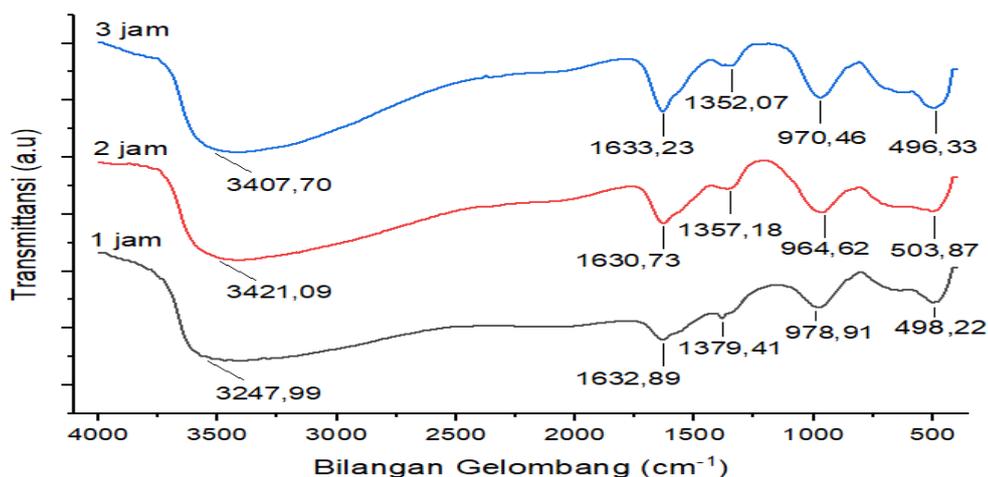


**Gambar 13.** Spektra serapan FTIR  $Zr(OH)_4$  variasi pH.

Pada pH 9 yang memiliki kadar  $ZrO_2$  tertinggi dibandingkan pH yang lainnya mempunyai puncak pita serapan yang terdapat pada bilangan gelombang

470,67  $\text{cm}^{-1}$  merupakan getaran ikatan Zr-O, pada bilangan gelombang 961,05  $\text{cm}^{-1}$  merupakan karakteristik dari getaran ulur (*stretching vibration*) dari Ti-O. Hal ini menunjukkan bahwa masih terdapat impuritas yang mengandung unsur Ti yang cukup besar di dalam sampel zirkonium hidroksida kemudian bilangan gelombang 1347,46  $\text{cm}^{-1}$  merupakan getaran tekuk (*bending vibration*) dari Zr-OH, pada panjang gelombang 1631,87  $\text{cm}^{-1}$  merupakan karakteristik dari vibrasi gugus -OH pada  $\text{Zr}(\text{OH})_4$  dan pada bilangan gelombang 3418,74  $\text{cm}^{-1}$  merupakan -OH ikatan hidrogen yang kuat.

Selanjutnya untuk spektra FT-IR dari zirkonium hidroksida variasi waktu diperlihatkan pada Gambar 12. Hasil rekaman spektra FT-IR dari zirkonium variasi waktu memperlihatkan pada masing-masing waktu mempunyai 5 puncak pita serapan yang hampir sama.

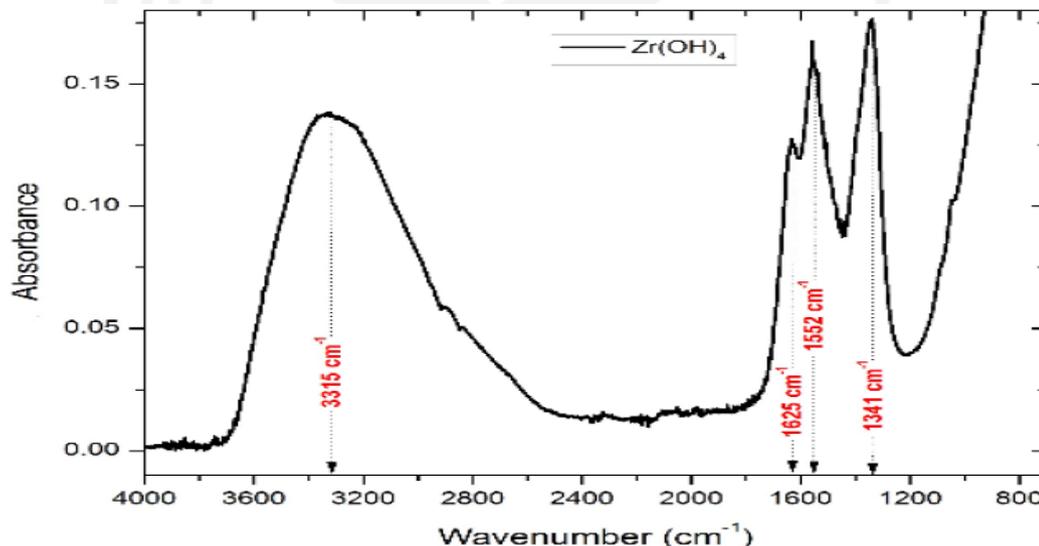


**Gambar 14.** Spektra serapan FTIR  $\text{Zr}(\text{OH})_4$  variasi waktu.

Pada waktu proses 1 jam yang memiliki kadar  $\text{ZrO}_2$  tertinggi dibandingkan waktu proses yang lainnya mempunyai puncak pita serapan yang terdapat pada bilangan gelombang 498,22  $\text{cm}^{-1}$  merupakan getaran ikatan Zr-O, 978,91  $\text{cm}^{-1}$  merupakan karakteristik dari getaran ulur (*stretching vibration*) dari Ti-O. Hal ini menunjukkan bahwa pada variasi waktu proses ini masih terdapat impuritas yang mengandung unsur Ti yang cukup besar di dalam sampel zirkonium hidroksida kemudian pada bilangan gelombang 1379,41  $\text{cm}^{-1}$  merupakan getaran tekuk (*bending vibration*) dari Zr-OH, pada bilangan gelombang 1632,89  $\text{cm}^{-1}$  merupakan

karakteristik dari vibrasi gugus  $\text{-OH}$  pada  $\text{Zr(OH)}_4$  dan pada bilangan gelombang dan  $3427,99 \text{ cm}^{-1}$  merupakan  $\text{-OH}$  ikatan hidrogen yang kuat.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Kuznetsov dkk (2002), menunjukkan absorbansi terkuat di daerah peregangan hidroksil yang luas (dari  $3550$  sampai  $2700 \text{ cm}^{-1}$ ) menunjukkan kelompok  $\text{-OH}$  menjadi ikatan hidrogen yang kuat. Pita serapan pada bilangan gelombang sekitar  $1.627 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik dari vibrasi gugus  $\text{-OH}$  pada  $\text{Zr(OH)}_4$  (Stoia *et al.*, 2013). Pita serapan pada rentang  $1.250\text{-}1.650 \text{ cm}^{-1}$  bersesuaian dengan getaran tekuk (*bending vibration*) dari  $\text{Zr-OH}$  (Isfahani *et al.*, 2012). Puncak pita serapan di sekitar  $1.000 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik dari getaran ulur (*stretching vibration*) dari  $\text{Ti-O}$  (Nam *et al.*, 2012). Hal ini menunjukkan bahwa masih terdapat impuritas yang mengandung unsur  $\text{Ti}$  yang cukup besar di dalam sampel zirkonium hidroksida. Puncak pita serapan yang lebar yang berpusat sekitar  $478 \text{ cm}^{-1}$  merupakan indikasi adanya getaran ikatan  $\text{Zr-O}$  dari molekul zirkonia (Guo *et al.*, 2004).



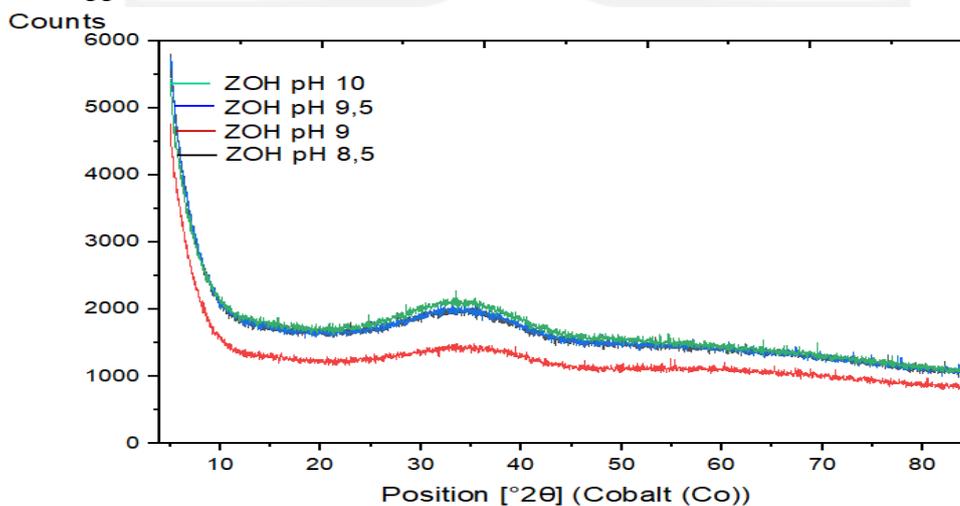
**Gambar 15.** Spektra serapan FTIR  $\text{Zr(OH)}_4$  amorf komersial (Hernández-López dkk, 2018)

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Hernández-López dkk (2018), dalam analisis FTIR  $\text{Zr(OH)}_4$  amorf komersil terdapat beberapa puncak pita serapan yang sesuai dengan getaran  $\text{OH}$  ( $3315$  dan  $1629 \text{ cm}^{-1}$ ) yang merupakan pita khas untuk zirkonium hidroksida (Hernández-Enríquez dkk, 2009).

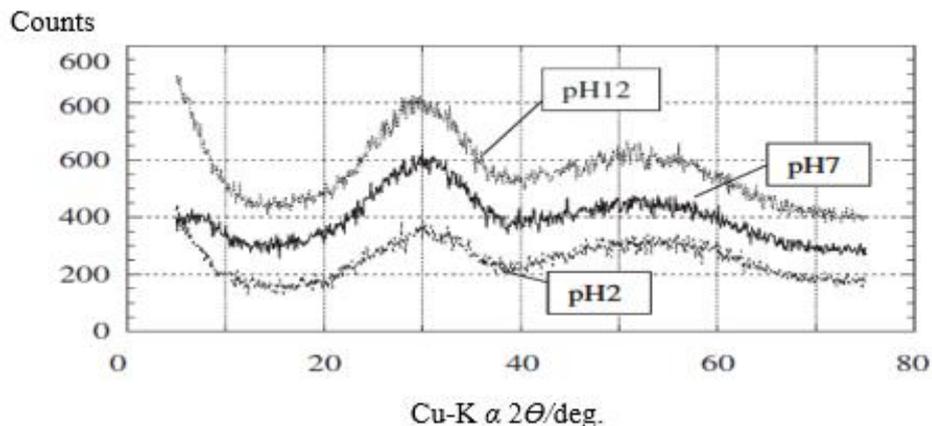
Pada hasil analisis IR sampel penelitian yang berupa zirkonium hidroksida variasi pH dan waktu dengan membandingkan dengan penelitian sebelumnya dapat diketahui bahwa hasil sintesis zirkonium hidroksida telah sesuai.

#### 5.2.4 Karakterisasi Zirkonium Hidroksida dengan *X-ray Diffraction* (XRD)

Zirkonium hidroksida yang diperoleh dari hasil penelitian di atas dianalisis struktur kristalnya menggunakan alat XRD, hasil zirkonium hidroksida variasi pH yang dikeringkan pada suhu 110 °C tertera pada Gambar 10. Karakterisasi dengan XRD menggunakan logam target Co yang memiliki panjang gelombang ( $\lambda$ ) radiasi sebesar 1,5420 Å, pada rentang  $2\theta$  yaitu 10° sampai 90°. Pada semua pola variasi pH menunjukkan puncak difraksi yang sama yaitu amorf dengan difraksi puncak yang tidak tajam di sudut  $2\theta$  sekitar 33,5° sedangkan berdasarkan penelitian Kobayashi et al (2007) pada fasa solid  $Zr(OH)_4$  pada pH 2,7 dan 12 yang ditunjukkan pada Gambar 15. menunjukkan pola amorf dengan sudut  $2\theta$  sebesar 30°. Terjadinya perbedaan difraksi puncak pada sudut  $2\theta$  dikarenakan perbedaan logam target yang digunakan dalam analisis sampel dengan xrd pada hasil sintesis menggunakan logam target Co yang memiliki panjang gelombang ( $\lambda$ ) radiasi sebesar 1,790Å sedangkan pada penelitian Kobayashi et al (2007) menggunakan logam target Cu yang memiliki panjang gelombang ( $\lambda$ ) radiasi sebesar 1,5420 Å sehingga pada hasil analisis sampel zirkonium hidroksida variasi pH pada penelitian ini memiliki difraksi puncak pada sudut  $2\theta$  yang bergeser ke kanan sehingga nilai sudut  $2\theta$  lebih besar sedikit.

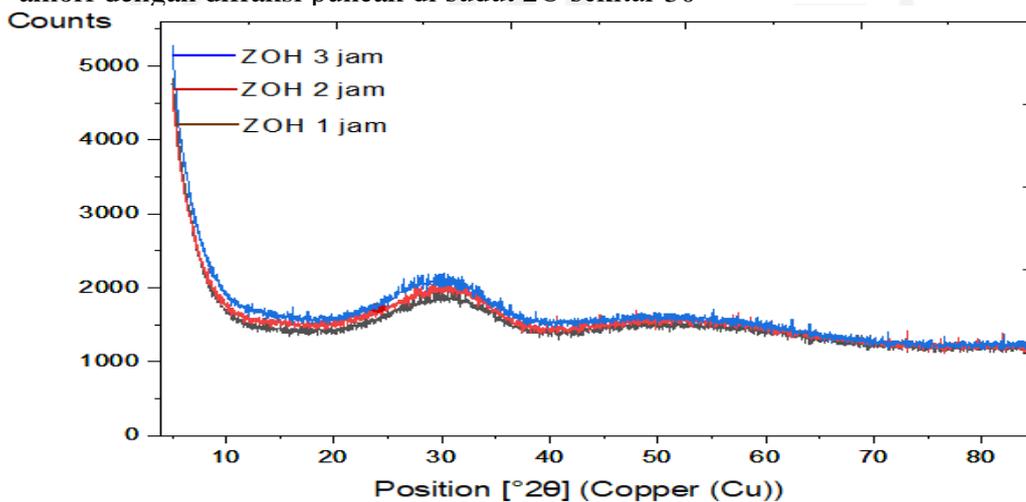


**Gambar 16.** Pola X-Ray difraksi dari  $Zr(OH)_4$  variasi pH.



**Gambar 17.** Pola X-Ray difraksi dari  $Zr(OH)_4$  fasa padat pada pH 2, 7 dan 12 (Kobayashi et al, 2007).

Karakterisasi dengan XRD dilakukan kembali untuk sampel zirkonium hidroksida variasi waktu akan tetapi untuk karakterisasi kali ini menggunakan menggunakan logam target Cu yang memiliki panjang gelombang ( $\lambda$ ) radiasi sebesar 1,5420 Å, pada rentang  $2\theta$  yaitu  $10^\circ$  sampai  $90^\circ$ . Hasil analisis tertera pada Gambar 16. Pada semua pola variasi waktu menunjukkan pola yang sama yaitu amorf dengan difraksi puncak di sudut  $2\theta$  sekitar  $30^\circ$ . Hal ini menunjukkan pola XRD yang sama seperti penelitian Kobayashi et al (2007) yang menunjukkan fase amorf dengan difraksi puncak di sudut  $2\theta$  sekitar  $30^\circ$



**Gambar 18.** Pola X-Ray difraksi dari  $Zr(OH)_4$  variasi waktu.

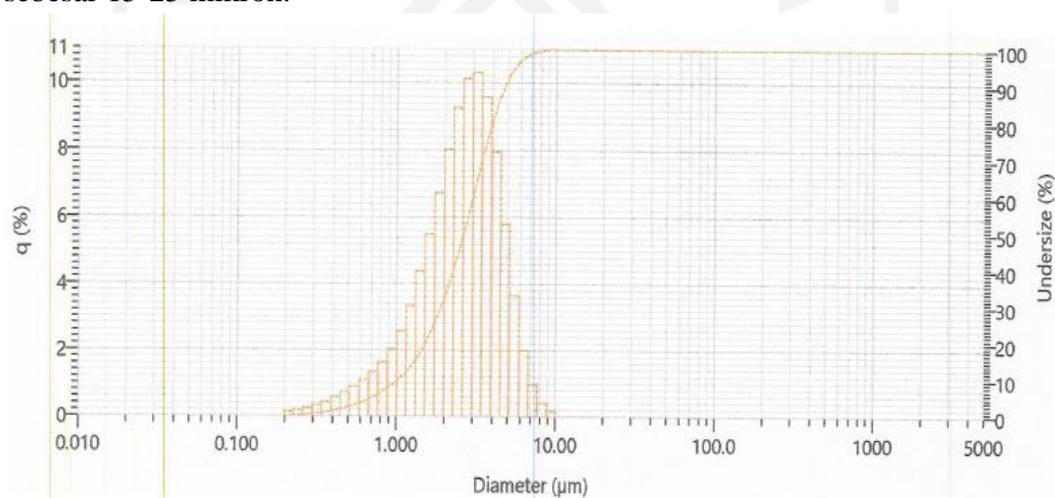
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Petrunin et al (2004) pola x-ray difraksi dari serbuk  $ZrO(OH)_2$  yang disintesis dari  $ZrO(NO_3)_2$  menunjukkan bahwa di bawah temperatur  $350^\circ C$  pola difraksi menunjukkan pola amorf dengan

intensitas tertinggi di sudut  $2\theta$  sekitar  $30^\circ$  karena kristal mulai terbentuk pada rentang temperatur  $350 - 375^\circ\text{C}$ . Kaucky dkk (2015) juga menyatakan bahwa material induk  $\text{Zr}(\text{OH})_4$  (Eurosupport Czechia, Ltd., Ref. No.AV-SM-4) yang diberikan perlakuan panas pada suhu dibawah  $400^\circ\text{C}$  menunjukkan pola amorf dengan intensitas tertinggi di sudut  $2\theta$  sekitar  $30^\circ$ .

Pada karakterisasi zirkonium hidroksida pada penelitian ini dapat diketahui bahwa zirkonium hidroksida variasi waktu yang disintesis memiliki fasa amorf dengan puncak difraksi di sudut  $2\theta$  sekitar  $30^\circ$  sama seperti penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti-peneliti sebelumnya sedangkan untuk zirkonium hidroksida variasi pH puncak difraksi sedikit bergeser ke kanan yaitu di sudut  $2\theta$  sekitar  $33,5^\circ$ .

#### 5.2.5 Analisis Zirkonium Hidroksida dengan *Particle Size Analyzer* (PSA)

Hasil sintesis zirkonium hidroksida dengan kadar  $\text{ZrO}_2$  tertinggi berada pada pH 9 dengan waktu proses selama 1 jam selanjutnya dianalisis dengan PSA untuk mengetahui ukuran dan distribusi partikelnya. Hasil analisis ukuran partikel pada zirkonium hidroksida waktu 1 jam sebesar 2,80 mikron. Distribusi ukuran partikel pada sampel zirkonium hidroksida belum dapat diketahui dikarenakan ukuran partikelnya cukup besar sehingga distribusinya sulit untuk diketahui dan belum dapat dibandingkan dengan distribusi ukuran partikel yang terdapat dalam zirkonium hidroksida komersil Saint-Gobain ZirPro (Handan) Co., Ltd yaitu sebesar 15-25 mikron.



**Gambar 19.** Ukuran partikel dari  $\text{Zr}(\text{OH})_4$  waktu 1 jam.

## BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN

### 6.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan:

Pengaruh pH pada sintesis zirkonil hidroksida dengan menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* yaitu pada pH 8,5 sampai pH 9 terjadi kenaikan kadar  $ZrO_2$  akan tetapi pada pH selanjutnya terjadi penurunan kadar  $ZrO_2$  sedangkan untuk pengaruh waktu yaitu semakin lama waktu proses sintesis maka kadar  $ZrO_2$  semakin berkurang.

Sintesis zirkonil hidroksida dengan menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* pada penelitian ini didapatkan pH dan waktu yang optimal sintesis pada kondisi pH 9 dan waktu proses selama 1 jam diperoleh kadar  $ZrO_2$  sebesar 69,3501% yang mana jumlah kadar  $ZrO_2$  tersebut memenuhi syarat komersial perusahaan Prichem Technology Ltd. yaitu minimal 40 % dan perusahaan Jiangxi Kingan Hi-Tech Co., Ltd (II) dengan syarat kadar  $ZrO_2$  sebesar  $\geq 48$  %. Hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan terdapat puncak pita serapan pada bilangan gelombang  $1632,89\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik dari vibrasi gugus  $-OH$  pada  $Zr(OH)_4$ . Zirkonium hidroksida yang terbentuk memiliki fasa amorf dengan puncak difraksi yang tidak tajam pada sudut  $2\theta$  sekitar  $30^\circ$  dan juga memiliki ukuran partikel sebesar 2,80 mikron.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdelkader, A.M., Daher, A., dan El-Kashef, E., 2008, Novel Decomposition Method for Zircon, *Journal of Alloys and Compounds*, 460, 577–580.
- Amriva, A., dan Devi, R., 2016, *Laporan Praktikum Dasar Teknik Kimia*, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Pembangunan Nasional Veteran, Yogyakarta.
- Beiser, A., 1987. Konsep Fisika Modern, Edisi IV, Diterjemahkan oleh H.Liong. Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Benedict, M., Thomas, P., and Wolfgang, L. H., Nuclear Chemical Engineering, McGraw-Hill Book Company, New York, 1981.
- Boldyrev, V.V., 2002, Ultra fast synthesis of metastable tetragonal zirconia by means of mechanochemical activation, *Applied Catalysis A: General* 227 299–307
- Callister, 2007, *Materials Science and Engineering: An Introduction*. Seventh Edition, John Wiley & Sons Inc, New York.
- Cameron, C., 2017, Worldwide Market for Zirconium to Reach 2.6 Million Metric Tons by 2017. *Ceramic Industry*, pp. 1–12.
- Chatwall, G., 1985, *Spectroscopy Atomic and Molecule*, Bombay, Himalaya Publishing House.
- Day, R.A. 1986. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Erlangga: Jakarta.
- Dwiretnani dan Triyono. 2008. *Peningkatan Kualitas Zirkonia Hasil Olah Pasir Zirkon*. BATAN, Yogyakarta.
- Gaman, P.M., 1994, *Pengantar Ilmu Pangan Nutrisi dan Mikrobiologi*, UGM Press., Yogyakarta.
- Giwangkara, E.G., 2006. *Aplikasi Logika Syaraf Fuzzy Pada Analisis Sidik Jari Minyak Bumi Menggunakan Spetrofotometer Infra Merah -Transformasi Fourier (FT-IR)*, Sekolah Tinggi Energi dan Mineral, Cepu Jawa Tengah.
- Guo, G.Y., Chen, Y.L., dan Ying, W.J., 2004, Thermal, Spectroscopic and X-ray Diffraction Analyses of Zirconium Hydroxides Precipitated at Low pH Values, *Material Chemistry and Physics*, vol. 84, hal. 308-314.
- Hernández-López, S., Viguera-Santiago, E., Camacho-López, M., 2018, Amorphous Zr(OH)<sub>4</sub> to t-ZrO<sub>2</sub> transformed isothermally, *Superficies y Vacío.*, 31(3) 44-47.
- Isfahani, T.D., Javadpour, J., Khavandi, A., Dinnebier, R., Rezaie, H.R., dan Goodarzi, M., 2012, Mechanochemical Sythesis of Zirconia Nanoparticles: Formation Mechanism and Phase Transformation, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 31, 21–27.
- Jenkin, R., 1995, *Quantitative X-Ray Spectrometry*, Second Edition, Marcel Dekker, Inc.

- Kaucký, D., Sazama, P., Sobalík, Z., Hidalgo, J.M., Černý, R. and Bortnovský, O., 2015, Impact of Parent Zirconia Crystallinity/Amorphicity on the n-heptane Isomerization over Pt/WO<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> Catalysts, *British Journal of Applied Science & Technology*, 10(1), 1-15.
- Kobayashi, T., Sasaki, T., Takagi, I., and Moriyama, H., 2007, Solubility of Zirconium(IV) Hydrous Oxides, *Journal of Nuclear Science and Technology*, 44:1, 90-94.
- Kroschwitz, and Jacqueline, I., 1990, *Polymer Characterization and Analysis*, John Wiley & Sons Inc., USA.
- Kuznetsov, P.N., Kuznetsova L.I., Zhyzhaev A.M., Pashkov G.L., and Boldyrev V.V., 2002, Ultra fast synthesis of metastable tetragonal zirconia by means of mechanochemical activation, *Applied Catalysis A: General*, 227, 299–307.
- Kwela, Z.N., 2006. Alkali Fusion Processes for Recovery of Zirconia and Zirconium From Zircon Sand, *Research*, University of Pretoria, South Africa.
- Liu, R., Qu, J., Song, J., Qi, T., and Du, A., 2014, Analysis of Water Leaching and Transition Processes in Zirconium Oxychloride Octahydrate Production, *Ceramics International*, vol. 40, 1431-1438.
- Mondal, A., and Ram, S., 2003, Reconstructive phase formation of ZrO<sub>2</sub> nanoparticles in a new orthorhombic crystal structure from an energized porous ZrO(OH)<sub>2</sub>.xH<sub>2</sub>O precursor. *Elsevier. Ceramics International*, 30, 239–249,
- Nam, S.H., Cho, S.J., dan Boo, J.H., 2012, Growth Behaviour of Titanium Dioxide Thin Films at Different Precursor Temperatures, *Nanoscale Research Letters*, vol. 7, No. 89, hal. 1-6.
- Nuryadin. 2015. Sintesis ZrO<sub>2</sub> Dari Pasir Zirkon Alam Kereng Pangli Dengan Metode Alkali Fusion-Kopresipitasi. *Thesis*. ITS: Surabaya.
- Petrudin, V.F., Popov, V.V., Hongzhi, Z., and Timofeev A.A., 2004, Synthesis of Nanocrystalline High-Temperature Zirconia Phases, *Inorganic Materials*, Vol. 40, No. 3, pp. 251–258.
- Poernomo, H., 2012, Informasi Umum Zirkonia. Badan Tenaga Nuklir Nasional Pusat Teknologi Akselerator dan Poses Bahan, Yogyakarta.
- Poernomo, H., Sajima, Pusporini, N.D., 2020, Synthesis of Zirconium Oxychloride and Zirconia Low TENORM by Zircon Sand from Landak West Kalimantan, *IOP Conf.Series: Journal of Physics: Conf. Series 1436 012106*, doi: 10.1088/1742-6596/1436/1/012106.
- Praptiningsih, Yulia., 1999, *Buku Ajar Teknologi Pengolahan*, FTP UNEJ: Jember.
- Republik Indonesia, Perubahan atas Peraturan Menteri ESDM Nomor Peningkatan Nilai Tambah Mineral Melalui Kegiatan Pengolahan dan Pemurnian Mineral di Dalam Negeri, Peraturan Menteri ESDM Nomor 8 Tahun 2015.

- Sahai, N., and Rosso, K., 2006, *Computational molecular basis for improved silica surface complexation models*, Interface Sci, Technol.
- Schechter, G., 1997, Analysis Of The Orientational Effects On Infrared Absorption Spectra In P-Type Semiconductor Quantum Wells. *Superlattices and Microstructures*. Volume 19, Issue 4, 383–392.
- Senyan, H., Imelda, Silalahi dan Harlia, 2013, *Pengaruh Variasi Massa Natrium Hidroksida Pada Pembuatan Zirkonium Oksida Dari Pasir Mineral Zirkon Asal Mandor Kabupaten Landak*. Tanjungpura. Universitas Tanjungpura.
- Setiawan, A.N., 2007, *Ekstraksi dan Karakterisasi Pasir Zirkon Ke Zirkonia dengan Proses Alkali Fusion*, Skripsi, Jurusan S1 Teknik Material Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Simbolon, S., dan Herlani, R., 1996, Analisis Kation  $Zr^{++++}$  Dan  $ZrO^{++}$  Melalui Endapan Hidroksidanya Dengan Metoda Analisis Diferensial Termal, *Prosiding Pertemuan Presentasi Ilmiah*, BATAN:PPNY.
- Stoia, M., Barvinschi, P., Tudoran, L.B., Negrea, A., dan Barvinschi, F., 2013, Influence of Thermal Treatment on the Formation of Zirconia Nanostructured Powder by Thermal Decomposition of Different Precursors, *Journal of Crystal Growth*, vol. 381 hal. 93-99.
- Subukti, I., Mohsin, M, F., Ismail, M, H., Suriani, F., dan Fadzil, M., 2020, Study Of Synthesis Of Zirkonia Powder Zircon Sand Obtained From Zircon Minerals Malaysia by Caustic Fusion Method, *Indones. J. Chem.*, 20 (4), 782-790.
- Sukirno, Sadono., 2003, *Makro Ekonomi Modern*, Penerbit PT. Raja Grafindo Perkasa, Jakarta.
- Suryanarayana, C., Norton, M.G., 1998, *X-ray Diffraction*. Plenum Press: New York.
- Susiantini, E., and Poernomo, H., 2015, Synthesis and Characterization of Processed Zirconium Basic Sulphate (ZBS), *International Journal of Applied Chemistry*, 11 (1), 63 – 72.
- Taftazani, 2017, *Diktat Kuliah Kimia Instrumental 2: Surface Area & Pore Size Distribution*, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.
- Taftazani, 2017, *Diktat Kuliah Kimia Instrumental 2: X-Ray Diffraction*, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

Lampiran 1. Perhitungan kadar  $ZrO_2$ 

Rumus :

$$\text{Kadar } ZrO_2 = \frac{Bm \text{ } ZrO_2}{Ar \text{ } Zr} \times \% \text{ kadar } Zr$$

Variasi pH

Sampel 1 (pH 8,5)

$$\begin{aligned} \text{Kadar } ZrO_2 &= \frac{123,212 \text{ g/mol}}{91,2240 \text{ g/mol}} \times 34,7460 \% \\ &= 46,9298 \% \end{aligned}$$

Sampel 2 (pH 9)

$$\begin{aligned} \text{Kadar } ZrO_2 &= \frac{123,212 \text{ g/mol}}{91,2240 \text{ g/mol}} \times 51,3456 \% \\ &= 69,3501 \% \end{aligned}$$

Sampel 3 (pH 9,5)

$$\begin{aligned} \text{Kadar } ZrO_2 &= \frac{123,212 \text{ g/mol}}{91,2240 \text{ g/mol}} \times 36,4278 \% \\ &= 49,2013 \% \end{aligned}$$

Sampel 4 (pH 10)

$$\begin{aligned} \text{Kadar } ZrO_2 &= \frac{123,212 \text{ g/mol}}{91,2240 \text{ g/mol}} \times 18,4293 \% \\ &= 24,8915 \% \end{aligned}$$

Variasi waktu

Sampel 1 ( 1 jam )

$$\begin{aligned} \text{Kadar ZrO}_2 &= \frac{123,212 \text{ g/mol}}{91,2240 \text{ g/mol}} \times 51,3456 \% \\ &= 69,3501 \% \end{aligned}$$

Sampel 2 ( 2 jam )

$$\begin{aligned} \text{Kadar ZrO}_2 &= \frac{123,212 \text{ g/mol}}{91,2240 \text{ g/mol}} \times 47,0363 \% \\ &= 63,5297 \% \end{aligned}$$

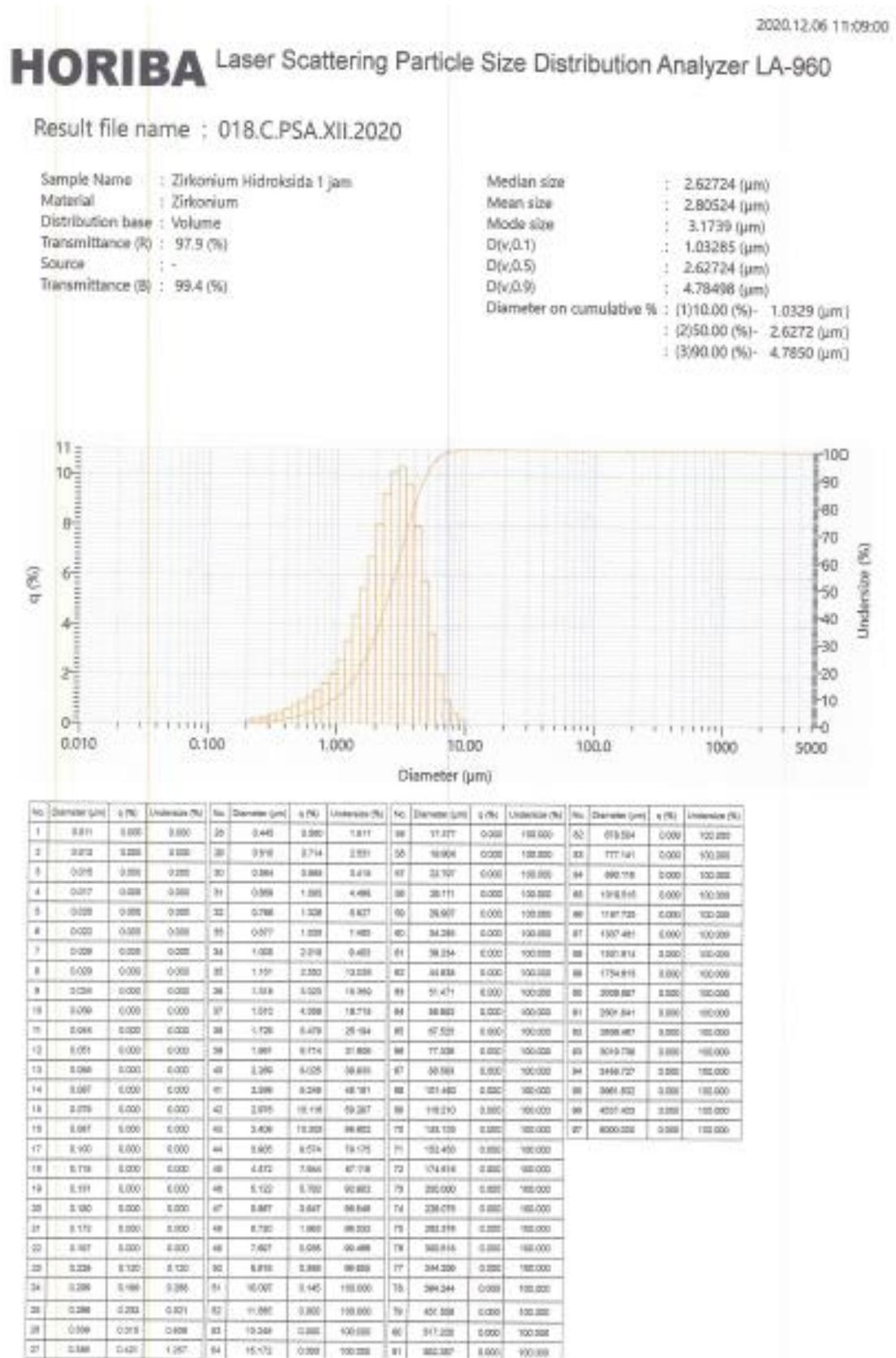
Sampel 3 ( 3 jam )

$$\begin{aligned} \text{Kadar ZrO}_2 &= \frac{123,212 \text{ g/mol}}{91,2240 \text{ g/mol}} \times 42,4950 \% \\ &= 57,3960 \% \end{aligned}$$

Lampiran 2. Hasil XRF Epsilon zirkonium hidroksida optimal pH 9 waktu 1 jam

ZOH pH 9 (1 jam)					
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Si	1,419	%	SiO2	2,88	%
P	0,415	%	P2O5	0,95	%
Cl	0,273	%	Cl	0,206	%
Ca	0,503	%	CaO	0,531	%
Ti	0,962	%	TiO2	1,21	%
V	36,1	ppm	V2O5	47,5	ppm
Cr	48,9	ppm	Cr2O3	53,9	ppm
Mn	45,9	ppm	MnO	44,6	ppm
Fe	0,164	%	Fe2O3	0,176	%
Co	0	ppm	Co3O4	0	ppm
Zn	169,3	ppm	ZnO	158,4	ppm
As	0	ppm	As2O3	0	ppm
Se	14,7	ppm	SeO2	15,3	ppm
Y	0,214	%	Y2O3	0,201	%
Zr	89,588	%	ZrO2	88,93	%
Nb	0	ppm	Nb2O5	0	ppm
La	0	ppm	La2O3	0	ppm
Ce	248	ppm	CeO2	229,4	ppm
Pr	0	ppm	Pr2O3	0	ppm
Nd	0	ppm	Nd2O3	0	ppm
Pm	0	ppm	Pm2O3	0	ppm
Sm	0	ppm	Sm2O3	0	ppm
Eu	0	ppm	Eu2O3	0	ppm
Gd	0	ppm	Gd2O3	0	ppm
Tb	0	ppm	Tb4O7	0	ppm
Dy	0	ppm	Dy2O3	0	ppm
Ho	0	ppm	Ho2O3	0	ppm
Er	0	ppm	Er2O3	0	ppm
Tm	266,9	ppm	Tm2O3	230,2	ppm
Yb	108	ppm	Yb2O3	92,3	ppm
Lu	0	ppm	Lu2O3	0	ppm
Hf	2,968	%	HfO2	2,632	%
Re	0	ppm	ReO2	0	ppm
Pb	58,6	ppm	PbO	45,9	ppm
Bi	213,2	ppm	Bi2O3	176,2	ppm
Th	375,8	ppm	ThO2	319	ppm
<b>Normalisation factor</b>					
-			-		

Lampiran 3. Hasil PSA zirkonium hidroksida optimal pH 9 waktu 1 jam



Lampiran 4. Pola difraksi zirkonium hidroksida penelitian yang dilakukan oleh Petrunin et al (2004) dengan peningkatan suhu dan data hasil analisis sampel penelitian

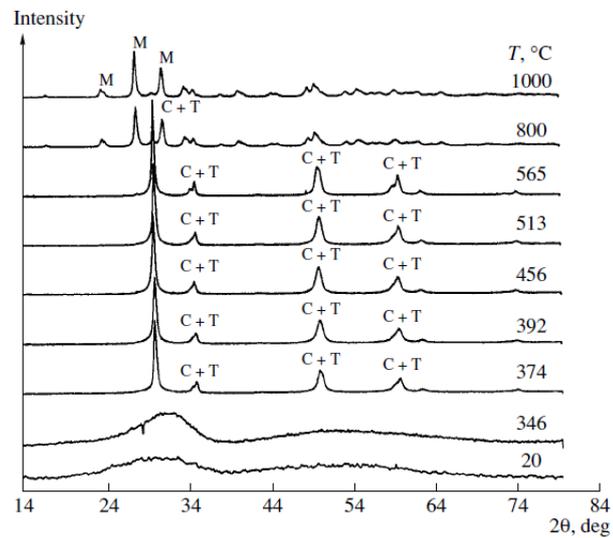


Fig. 6. X-ray diffraction patterns of powders prepared upon heat treatment of the  $ZrO(OH)_2$  hydroxide [synthesized from the  $ZrO(NO_3)_2$  compound] at different temperatures for 3 h. Numbers near curves indicate the temperature ( $^{\circ}C$ ). Designations: C is the cubic zirconia phase, T is the tetragonal zirconia phase, and M is the monoclinic zirconia phase.

