

**SINTESIS ZIRKONIL NITRAT $ZrO(NO_3)_2$ MENGGUNAKAN
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 :

**RENALDI DAFFA HUTAMA
No. Mhs : 16612058**

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

2020

SINTESIS ZIRKONIL NITRAT $ZrO(NO_3)_2$ MENGGUNAKAN REAKTOR GELAS BERPENGADUK *BENCH SCALE*

SKRIPSI

Yang diajukan oleh :

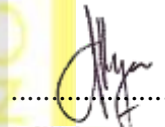
RENALDI DAFFA HUTAMA
No Mahasiswa : 16612058

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Tanggal 30 Desember 2020

Dewan Penguji

Tanda tangan

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



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



3. Ika Yanti, M.Sc.



4. Imam Sahroni, M.Sc.



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 : Renaldi Daffa Utama

NIM : 16612058

Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa Skripsi saya dengan judul Sintesis Zirkonil Nitrat $ZrO(NO_3)_2$ Menggunakan "Reaktor Gelas Berpengaduk *Bench Scale*" dari bahan baku berupa pasir zirkon lokal bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan didalam 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, 8 Januari 2021

Yang Menyatakan



Renaldi Daffa Utama

NIM 16612058

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr.Wb

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis penjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya. Tidak lupa sholawat serta salam penulis aturkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW dan 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 Nitrat $ZrO(NO_3)_2$ 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. Prof. Fathul Wahid, Ph.D. selaku Rektor Universitas Islam Indonesia.
2. Prof. Riyanto, Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Prof. Dr. Is Fatimah selaku Kepala Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Dr. Dwiwarso Rubiyanto, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. 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.
6. 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.

7. Erlin Purwita Sari, S.Si., M.Sc. selaku pembimbing lapangan yang telah membimbing dan meluangkan waktunya selama melakukan penelitian dan penulisan skripsi.
8. Kedua orang tua atas doa, kasih sayang, kepercayaan dan dukungannya.
9. Muhamad Ridwanto, Armyn Musyaddad, Teman – teman seperjuangan yang melakukan penelitian di PSTA BATAN, dan 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, 8 Januari 2021

Penulis

Renaldi Daffa Utama

No. Mhs 16612058

SINTESIS ZIRKONIL NITRAT $ZrO(NO_3)_2$ MENGGUNAKAN REAKTOR GELAS BERPENGADUK *BENCH SCALE*

RENALDI DAFFA HUTAMA

NIM 16612058

INTISARI

Sintesis zirkonil nitrat menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* menggunakan bahan baku berupa zirkonil oksiklorid dan asam nitrat yang mana dapat digunakan sebagai umpan ekstraksi Zr-Hf agar zirkonium dapat dimanfaatkan secara maksimal dalam industri nuklir. Bahan dasar pada sintesis ini adalah zirkonium oksiklorid yang diperoleh dari proses peleburan, pelindian air, dan pelindian dengan asam klorida. Kemudian sintesis zirkonil nitrat dilakukan dengan menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* dengan variasi mol asam nitrat dan waktu proses yang berbeda. Hasil sintesis yang optimum didapatkan pada penggunaan variasi mol asam nitrat 6 N dengan waktu proses sintesis 40 menit kemudian hasilnya dianalisis menggunakan instrumen XRD, XRF, FTIR, dan PSA yang mana didapatkan kristal zirkonil nitrat dengan yang kualitasnya mendekati produk komersial

Kata kunci : zirkonil nitrat, reaktor gelas berpengaduk *bench scale*, konsentrasi HNO_3 , waktu

SINTESIS ZIRKONIL NITRAT $ZrO(NO_3)_2$ MENGGUNAKAN REAKTOR GELAS BERPENGADUK *BENCH SCALE*

RENALDI DAFFA HUTAMA

NIM 16612058

ABSTRACT

The synthesis of zirconyl nitrate using a *bench scale* stirred glass reactor using raw materials such as zirconyl oxychloride and nitric acid which can be used as Zr-Hf extraction feed so that zircon can be maximally utilized in the nuclear industry. The basic ingredients in this synthesis are zirconyl oxychloride which is obtained from melting, water leaching, and acid leaching with hydrochloric acid. Then synthesis of zirconyl nitrate was carried out using a *bench scale* stirred glass reactor with variations mole of nitric acid and different processing times. The optimum synthesis results were obtained when the variations mole of nitric acid is 6 N and synthesis process time for 40 minutes then the results were analyzed using XRD, XRF, FTIR, and PSA instruments which obtained zirconyl nitrate crystals with quality close to commercial products

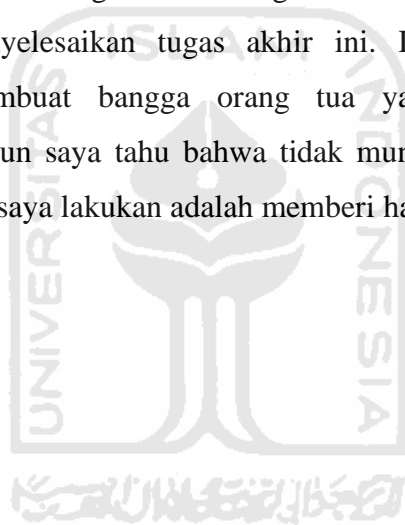
Keywords: zirconyl nitrate, *bench scale* stirring glass reactor, HNO_3 concentration, time

HALAMAN PERSEMBAHAN

Assalamu'alaikum Wr.Wb

Pertama-tama saya mengucapkan Alhamdulillah atas ke hadirat Allah SWT, yang selalu memberikan nikmat dan karunia kepada diri saya. Orang tua saya yang selalu mendoakan, mendukung, memberi semangat kepada saya dalam menulis dan menyelesaikan skripsi ini. Banyak cerita yang akan saya tulis di halaman persembahan ini. “Setelah saya lulus SMA orang tua sangat menginginkan saya melanjutkan kuliah di ikatan dinas seperti STAN atau STIS, tetapi setelah melewati berbagai tes pada akhirnya saya tidak memiliki kesempatan untuk memasuki sekolah tinggi kedinasan. Namun ayah saya selalu mengingatkan agar saya melanjutkan studi ke Universitas Islam Indonesia. Saya akhirnya kuliah di Universitas Islam Indonesia setelah gagal mengikuti ujian masuk perguruan tinggi negeri, di awal kuliah saya sangat bimbang dan pikiran berantakan karena teman – teman SMA yang lain bisa masuk perguruan tinggi negeri sementara saya hanya di swasta. Tapi ada salah satu teman saya yang tidak kuliah mengingatkan agar tidak memperdulikan baik negeri atau swasta karena semua itu sama saja tergantung kita sendiri dan masa depan itu kita yang menentukan, masih bersyukur bisa kuliah dengan fasilitas yang baik padahal banyak orang yang menginginkan posisi kita saat ini. Mendengar hal tersebut membuat saya sadar dan saya mulai menjalani dunia perkuliahan dengan sepenuh hati berharap dapat bekerja di perusahaan tambang suatu saat nanti. Seiring berjalannya waktu saya mulai senang kuliah disini karena bertemu teman dari berbagai daerah yang ada di Indonesia, memiliki teman dekat, teman curhat, teman jalan, bahkan grup serta organisasi yang saya belum pernah temui di masa sekolah. Kegiatan penelitian skripsi saya lakukan berbeda dari teman yang lain dimana mereka mengerjakan di lab UII sementara saya mengerjakan di PSTA BATAN Yogyakarta, karena suatu hal maka saya telat setengah tahun dari semua teman saya, hal itu membuat saya *down* dan benar saja teman – teman

sudah lulus sementara saya masih belum mulai, kegiatan skripsi di BATAN pun tidak seburuk yang saya kira, masih ada beberapa teman seperjuangan yang skripsi di BATAN juga dan kita saling *support*, dosen, staff karyawan yang baik dan selalu terbuka jika kita kesulitan, dan ada penyemangat yang selalu membuat saya datang lebih pagi dan membuat saya rajin mengerjakan skripsi saya agar bisa cepat sidang. Maka dari itu skripsi di BATAN yang berbeda dari teman - teman di kampus pun jadi mudah dan saya sangat menikmati semua prosesnya walaupun tergolong lama waktunya dikarenakan juga adanya pandemic yang membuat kami harus diliburkan selama 4 bulan. Didorong semangat oleh orang tua dan teman-teman maka pada akhirnya saya dapat menyelesaikan tugas akhir ini. Dengan ini semoga bisa membahagiakan dan membuat bangga orang tua yang sudah susah payah menguliahkan saya walaupun saya tahu bahwa tidak mungkin saya membalas jasa mereka tapi hal yang dapat saya lakukan adalah memberi hasil yang terbaik.



DAFTAR ISI

Halaman Sampul.....	i
Halaman Pengesahan	ii
Pernyataan Keaslian Tugas	iii
Kata Pengantar.....	iv
Intisari	vi
Abstract	vii
Halaman Persembahan	viii
Daftar Isi.....	x
Daftar Gambar	xii
Daftar Tabel.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
BAB III DASAR TEORI	6
3.1. Pasir Zirkon	6
3.2. Zirkonil Nitrat sebagai umpan ekstraksi	7
3.3. Sintesis Zirkonil Nitrat menggunakan reaktor gelas berpengaduk <i>bench scale</i>	7
3.4. Proses Peleburan Pasir Zirkon	8
3.5. Proses Pelindian (<i>Leaching</i>).....	8
3.6. Proses Evaporasi	9
3.7. Proses Kristalisasi	10
3.8. Proses Filtrasi.....	10
3.9. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	11

3.10. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	14
3.11. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	17
3.12. <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	20
BAB IV METODE PENELITIAN.....	21
4.1. Alat.....	21
4.2. Bahan.....	21
4.3. Cara Kerja.....	21
4.3.1. Pembuatan ZOC sebagai bahan baku ZON.....	21
4.3.1.1. Peleburan.....	23
4.3.1.2. Pelindian Air.....	23
4.3.1.3. Pelindian Asam Klorida.....	23
4.3.2. Variasi Konsentrasi (Mol HNO ₃).....	24
4.3.3. Variasi Waktu Reaksi.....	24
4.3.4. Skema Penelitian.....	25
4.3.5. Jadwal Penelitian.....	26
BAB V PEMBAHASAN.....	28
5.1. Preparasi Natrium Zirkonil Silikat.....	28
5.2. Pembuatan Zirkonium Oksiklorid dari Natrium Zirkonil Silikat.....	29
5.3. Sintesis ZON dengan Reaktor Gelas Berpengaduk <i>Bench scale</i>	30
5.4. Variasi Konsentrasi Mol Asam nitrat.....	31
5.5. Variasi Waktu Reaksi.....	32
5.6. Karakterisasi dengan <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	34
5.7. Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	37
5.8. Karakterisasi dengan <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	41
5.9. Karakterisasi dengan <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	45
BAB VI KESIMPULAN.....	46
DAFTAR PUSTAKA.....	47

DAFTAR LAMPIRAN.....	50
Lampiran 1. Perhitungan pengenceran HCl	50
Lampiran 2. Perhitungan pengenceran HNO ₃	50
Lampiran 3, Perhitungan variasi Konsentrasi	51
Lampiran 4. Hasil analisis XRF pada zirkonil nitrat	54
Lampiran 5. Hasil PSA dari zirkonil nitrat	55
Lampiran 6. Foto kegiatan kegiatan penelitian	58



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Pasir Zirkon	6
Gambar 2. Pola Difraksi Sinar X	12
Gambar 3. Diagram alat X-Ray Diffraction	12
Gambar 4. Perpindahan Elektron pada XRF	15
Gambar 5. Diagram alir pembuatan bahan baku $ZrOCl_2 \cdot 6H_2O$	22
Gambar 6. Diagram alir skema penelitian sintesis zirkonil nitrat.....	25
Gambar 7. Proses Pelindian Asam	27
Gambar 8. Proses Evaporasi dan Filtrasi.....	30
Gambar 9. Difraktogram XRD dari Zirkonil Nitrat	38
Gambar 10. Difraktogram XRD dari Zirkonil Nitrat dengan pengotornya.....	39
Gambar 11. Spektra Zirkonil Nitrat variasi mol asam nitrat	41
Gambar 12. Spektra Zirkonil Nitrat waktu proses sintesis	42
Gambar 13. Spektra FTIR dari Zirkonil Nitrat	43
Gambar 14. Hasil data PSA dari Zirkonil Nitrat.....	45

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Daerah spektra IR.....	17
Tabel 2. Spektra FTIR khas dari zirkonil nitrat.....	18
Tabel 3. Jadwal Kegiatan Penelitian	26
Tabel 4. Kondisi sintesis ZON untuk variasi mol Asam nitrat.....	31
Tabel 5. Hasil analisis XRF Ortec variasi mol Asam Nitrat.....	32
Tabel 6. Kondisi sintesis ZON untuk variasi waktu	33
Tabel 7. Hasil analisis XRF Ortec variasi waktu.....	33
Tabel 8. Hasil karakterisasi multi unsur dengan XRF Epsilon.....	35
Tabel 9. Hasil XRF Ortec sampel ZON dengan ZON Komersial	36



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Peningkatan dari nilai-tambah sumber daya mineral Indonesia baru saja menjadi awal topik aktual dengan disahkannya UU-Minerba oleh DPR-RI pada 16 Desember 2008 yang menggantikan UU-Pertambangan Umum yang telah berusia lebih dari 40-tahun, kemudian melihat dari sudut pandang pemanfaatan mineral di Indonesia pada jaman sekarang ini, masih banyak potensi sumber daya mineral di Indonesia yang belum dimanfaatkan secara maksimal (Senyan et al., 2013) seperti mineral – mineral yang mana dapat ditemukan di beberapa wilayah tertentu, contohnya di Bangka Belitung (Muksin et al., 2014) dan juga pulau Kalimantan (Sudarto et al. 2008).

Keberadaan mineral zirkon ($ZrSiO_4$) yang diperoleh dari pertambangan pasir zirkon di Kalimantan maupun *tailing* dari pertambangan timah di Bangka-Belitung, dimana *Tailing* merupakan material sisa dari proses pemisahan mineral berharga yang bernilai ekonomis, yang akhirnya dipisahkan sebagai limbah, atau bahan buangan yang tidak bernilai pakai. Pada awalnya, *tailing* kerap kali dianggap sebagai limbah yang kurang berguna, karena sudah tidak lagi mengandung mineral yang berharga, dan mengandung zat-zat berbahaya yang merusak lingkungan. Sehingga keberadaan *tailing* umunya akan diendapkan begitu saja pada suatu bendungan (*Tailing Dam*) dan dibiarkan, akan tetapi seiring dengan berjalannya waktu dan kemajuan teknologi, penelitian mengungkapkan bahwa *tailling* ternyata masih memiliki karakteristik yang dapat dimanfaatkan kembali sebagai material berdaya guna seperti mineral zirkon ($ZrSiO_4$).

Mineral zirkon ($ZrSiO_4$) 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). Kemudian dalam industri non nuklir biasanya material zirkonium ini biasanya digunakan dalam bidang elektronika, kedokteran, komponen logam, dan juga dalam industri logam.

Mineral zirkon umumnya tidak benar – benar murni dan memiliki *impurities* yaitu hafnium (Hf) dan tiap mineral zirkon setidaknya memiliki 1- 3 % hafnium, dan zirkonium yang dapat digunakan sebagai bahan nuklir ini harus dimurnikan terlebih dahulu dari kandungan hafnium (Hf) nya sampai <100 ppm, karena hafnium ini mempunyai serapan neutron yang cukup tinggi yaitu dapat mencapai 600 kali serapan neutron dari zirkonium untuk itu dengan melakukan pemisahan antara zirkonium dengan hafnium menggunakan metode ekstraksi cair – cair akan didapatkan material zirkonium yang memiliki kandungan hafnium yang kecil, dimana zirkonium ini setidaknya memiliki kurang dari 100 ppm kandungan hafnium agar dapat diaplikasikan dalam industri nuklir (Benedict et al, 1981).

Solven ekstraksi yang sering digunakan secara komersial untuk memurnikan zirkonium dari kandungan hafnium adalah Tributyl Fosfat (TBP) yang memisahkan zirkonium dengan hafnium dalam kondisi fase organik ini memiliki efisiensi yang cukup tinggi, namun solven ekstraksi yang terbaik untuk memurnikan zirkonium yaitu menggunakan kondisi asam nitrat (Maria dan Muzakky, 2019). Kemudian senyawa zirkonium dalam bentuk senyawa Zr-Nitrat ini merupakan umpan-ekstraksi baik untuk memisahkan hafnium dari zirkonium dengan efisiensi yang tinggi.

Umpan zirkonium nitrat pada proses pemisahan Zr-Hf secara ekstraksi cair-cair dalam teknisnya dapat berupa senyawa zirkonil nitrat ($ZrO(NO_3)_2$) yang mana dapat disintesis dari senyawa ZOC (zirkonil oksiklorid) dengan HNO_3 (asam nitrat) (Handini, dkk, 2012). Dan diharapkan sintesis dengan kondisi asam nitrat ini dapat menghasilkan

senyawa zirkonil nitrat dengan kemurnian yang lebih tinggi sebagai umpan untuk proses pemisahan Zr-Hf secara ekstraksi cair-cair.

Proses sintesis zirkonil nitrat ini dilakukan dengan mereaksikan zirkonium oksiklorid (ZON) dengan asam nitrat menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*. Hasil reaksi antara ZON dengan HNO_3 yang berupa cairan zirkonil nitrat dievaporasi, dikristalisasi, difiltrasi, disentrifugasi, dikeringkan sehingga didapatkan kristal zirkonil nitrat ($\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$). Hasil sintesis berupa serbuk kristal zirkonil nitrat dikarakterisasi dengan menggunakan instrument kimia seperti *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), dan *Particle Size Analyzer* (PSA).

1.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh mol asam nitrat, dan waktu pengadukan pada proses sintesis zirkonil nitrat menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*.
2. Bagaimana mendapatkan kondisi proses yang optimum untuk sintesis zirkonil nitrat menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*.

1.3. Tujuan Penelitian

1. Mengetahui pengaruh mol asam nitrat dan waktu pengadukan pada proses sintesis zirkonil nitrat menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*.
2. Mendapatkan kondisi proses yang optimum untuk sintesis zirkonil nitrat 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 zirkonil nitrat dari zirkonium oksiklorid dan asam nitrat yang dapat digunakan sebagai umpan pada proses pemisahan Zr-Hf secara proses ekstraksi cair-cair..

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Indonesia memiliki sumber daya mineral zirkon ($ZrSiO_4$) yang didapatkan dari pengolahan pasir zirkon yang cukup besar dan hingga kini belum dapat dimanfaatkan secara maksimal (Senyan et al., 2013). Deposit pasir zirkon yang berpotensi untuk dilakukan proses eksplorasi dan produksi paling besar terdapat di daerah Bangka Belitung, dan juga di pulau Kalimantan. Dimana 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), kemudian pulau Kalimantan yang merupakan salah satu wilayah deposit pasir zirkon yang cukup besar dengan cadangan pasir zirkon terutama di provinsi Kalimantan Tengah yaitu sekitar 5.410.484.720 ton (Sudarto et al. 2008)

Menurut penelitian yang telah dilakukan (Handini, dkk, 2012) bahwa zirkonium dalam bentuk senyawa zirkonium nitrat merupakan bahan yang banyak dipakai sebagai umpan pada proses ekstraksi untuk memurnikan atau memurnikan zirkonium (Zr) dari kandungan hafnium (Hf) nya, karena kebanyakan mineral zirkon ini memiliki kandungan hafnium sebesar 1-3 %. Sedangkan syarat agar zirkonium dapat diaplikasikan dalam industri nuklir adalah kandungan hafniumnya harus kurang dari 100 ppm.

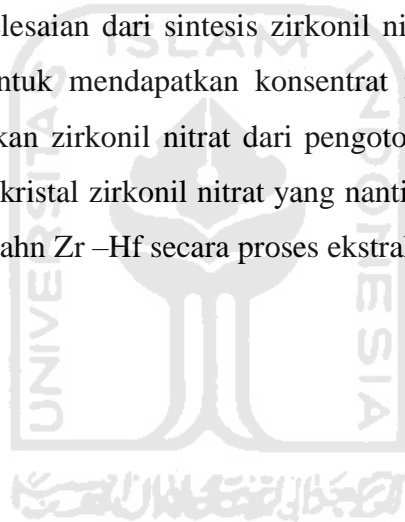
Maria dan Muzakky (2019), telah melakukan ekstraksi untuk memurnikan zirkon (Zr) dari kandungan hafnium (Hf) kondisi terbaiknya pada solven ekstraksi adalah dalam keadaan sistem asam nitrat, hal ini dikarenakan adanya perpindahan massa Zr^{4+} dalam fase organik yang dipengaruhi oleh adanya beberapa senyawa lain seperti $ZrOH^{3+}$ dan $Zr_3(OH)_8^{4+}$ dalam kondisi asam nitrat.

Menurut (Handini, dkk, 2012) proses sintesis zirkonil nitrat ini menggunakan variasi pengaruh suhu, penambahan konsentrasi asam nitrat, dan juga kecepatan pengadukan akan mempengaruhi hasil sintesis, dimana dari hasil penelitian ini

didapatkan kondisi optimal sintesis pada suhu 70 °C, kemudian penambahan konsentrasi HNO₃ yang dapat larut dengan efisiensi tinggi saat proses sintesis zirkonil nitrat sebesar 4 N, dan menurut (Maria dan Muzakky, 2019) pengaruh kecepatan pengadukan yang optimal agar tidak terjadi vortex pada 75 - 100 rpm.

Penelitian yang telah dilakukan (Handini, dkk, 2012) ini menggunakan bahan berupa zirkonium oksiklorid dan asam nitrat untuk sintesis zirkonil nitrat menggunakan *magnetic stirring process* dan hasilnya berupa ekstraktan berwarna kuning melalui beberapa variasi uji yang berbeda.

Untuk proses penyelesaian dari sintesis zirkonil nitrat ini dilakukan tahapan proses seperti evaporasi untuk mendapatkan konsentrat pekat dari zirkonil nitrat, kristalisasi untuk memurnikan zirkonil nitrat dari pengotornya, filtrasi, pengeringan untuk mendapatkan serbuk kristal zirkonil nitrat yang nantinya dapat dijadikan bahan sebagai umpan untuk pemisahan Zr -Hf secara proses ekstraksi cair-cair.



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 mineral berat lainnya seperti ilmenit, *monazite*, *leucoxene*, dan garnet pada pasir sungai dan pantai (Kwela, 2006).



Gambar 1. Pasir zirkon

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. Zirkonil Nitrat ($ZrO(NO_3)_2$) sebagai bahan umpan ekstraksi

Zirkonil nitrat ($ZrO(NO_3)_2$) merupakan bahan baku yang banyak dipakai untuk penyiapan umpan pada pemisahan Zr-Hf secara proses ekstraksi cair-cair, dimana zirkonil nitrat ini merupakan diluent pada proses pemisahan zirkonium dari kandungan hafniumnya agar zirkonium yang kandungan hafniumnya kecil ini dapat digunakan sebagai bahan untuk industri nuklir, mengingat bahwa zirkonium dengan kandungan hafnium yang kecil memiliki kemampuan serapan neutron yang kecil, 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).

3.3. Sintesis Zirkonil Nitrat ($ZrO(NO_3)_2$) Menggunakan Reaktor Gelas Berpengaduk *Bench scale*.

Telah dilakukan sintesis zirkonil nitrat ($ZrO(NO_3)_2$) menggunakan *magnetic stirring process* dengan variasi temperatur dari 40 °C - 70 °C, kemudian variasi penambahan konsentrasi HNO_3 dari 3 molar sampai 7 molar, dan juga variasi kecepatan pengadukan pada *magnetic stirrer* dari 50 rpm – 150 rpm (Maria and Muzakky, 2019). Sintesis zirkonil nitrat yang telah dilakukan oleh Maria dan Muzakky (2019) tersebut menggunakan zirkonil klorida ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) sebagai bahan baku. Perbedaan sintesis zirkonil nitrat yang akan dilakukan pada penelitian ini adalah dilakukan di dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale* dengan *impeller* 2 tingkat dan 2 *blade* serta bahan baku yang digunakan adalah zirkonium oksiklorid ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$). Sedangkan perbedaan lainnya adalah sistem pemanasan reaktan pada reaktor gelas berpengaduk *bench scale* menggunakan *heating mantle* sehingga waktu pemanasan relatif lebih cepat dan merata, distribusi reaktan yang akan direaksikan lebih merata dan cepat terjadi karena sistem pengadukan dengan *impeller* 2 tingkat.

3.4. Proses Peleburan Pasir Zirkon

Proses peleburan pasir zirkon dapat dilakukan dengan cara pasir zirkon dicampur NaOH menggunakan *furnace*, dimana untuk perbandingan berat pasir zirkon : NaOH sebesar (1 : 1,1) atau mendekati perbandingan mol sebanyak (1:2) yang dilakukan pada temperatur 700 °C (Dwiretnani dkk, 2008) selama 1 jam. Bahan baku yang dipakai adalah pasir zirkon ($ZrSiO_4$). Bahan ini murah dan mudah diperoleh di Indonesia, jika diolah lebih lanjut mempunyai peran yang sangat strategis dalam berbagai industri. Salah satu metode pengolahan pasir zirkon adalah metode proses basah. Adapun metode proses basah adalah pasir zirkon dilebur bersama pereaksi NaOH padat dimana pada preparasinya dilakukan dengan susunan NaOH di lapisan bawah dan pasir zirkon di lapisan atas sebanyak total 8 lapisan dalam 1 mangkok preparasi, silikat oksida dipisahkan dari mineral zirkon dan dilanjutkan proses pemisahan dan pemurnian seperti filtrasi dan kristalisasi (Benjamin M.M.A, 1983).

3.5. Proses Pelindian (*leaching*)

Pelindian atau *leaching* adalah proses pengambilan solut dari padatan dengan pelarut tertentu. Proses *leaching* terjadi dalam dua tahap, yakni kontak antara padatan dengan pelarut sehingga terjadi perpindahan massa dari padatan ke larutan dan pemisahan padatan dan larutan setelah proses selesai (Ran Liu et al,2013). Proses ini dapat dilakukan secara *batch*, *semi batch*, dan kontinyu.

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses pelindian adalah :

1. Luas muka, semakin luas permukaan bahan akan menyebabkan meningkatnya interaksi. Sehingga mempermudah perpindahan massa antara fasa padat dan fasa cair.
2. Kecepatan alir, semakin besar kecepatan alir akan menaikkan frekuensi tumbukan antar molekul zat pereaksi.

3. Waktu, semakin lama waktu reaksi, maka kesempatan tumbukan antar molekul reaktan semakin besar, sehingga hasil yang diperoleh akan maksimal.
4. Kecepatan pengadukan temperatur dan waktu pelindian. Laju pelarutan sangat tergantung pada kecepatan putaran pengadukan. Kecepatan pengadukan biasanya dinyatakan dengan gradien kecepatan (Moch Rosidi, 2015).
5. Menurut Habashi, temperatur berpengaruh meningkatkan konstanta reaksi pelarutan dan konstanta reaksi difusi pada reaksi heterogen. Hal ini didukung dengan kenyataan bahwa pada konsentrasi reaktan yang rendah, reaksi pelarutan akan memiliki energi aktivasi yang rendah, sedangkan pada konsentrasi yang tinggi maka proses pelarutan akan memiliki energi aktivasi yang tinggi pula. Persamaan laju difusi memiliki bentuk yang analog dengan persamaan laju reaksi kimia.

3.6. 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 disuplai

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.

3.7. 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).

3.8. 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 *vacuum filter* (Aderani dan Redhika, 2016).

Vacuum filter yang paling banyak digunakan dalam industri kimia mempunyai kapasitas cukup besar dan mampu memisahkan padatan yang sukar dipisahkan. Tekanan dalam drum mendekati vakum, sedang diluar drum tekanannya atmosferik. Drum dimasukkan ke dalam cairan yang mengandung suspensi yang akan difiltrasi, 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).

3.9. *X-Ray Diffraction (XRD)*

XRD adalah metode analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa krisal 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 :

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

Keterangan :

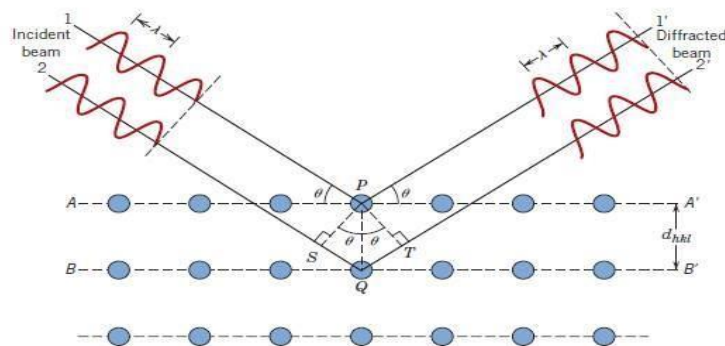
n = Orde Difraksi

λ = Panjang sinar-X

d = jarak kisi

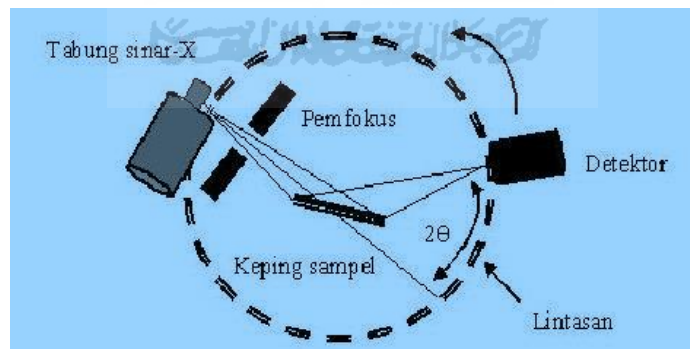
θ = sudut difraksi

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



Gambar 2 Difraksi sinar X

Difraktometer sinar X terdiri dari tiga elemen dasar: sumber (tabung sinar X, dudukan sampel, dan detector 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 electron yang keluar dari filament 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° . Sinar yang mengenai sampel akan di difraksi dan ditangkap oleh detektor. Oleh deteektor sinar-sinar diubah menjadi hasil dalam bentuk gelombang-gelombang (Difraktogram) (Taftazani, 2017).



Gambar 3. Digram alat X-ray diffraction

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 2θ per menit, sehingga sumbu X setara dengan sudut 2θ , 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] atau sering disebut sudut (h k l). 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).

Adapun untuk menentukan ukuran Kristal digunakan persamaan Debye-Scherrer:

$$D = \frac{k \times \lambda}{\beta \times \cos \theta} \dots\dots\dots(2)$$

Keterangan :

D = ukuran kristal

k = Konstanta

λ = Panjang gelombang tabung sinar X

β = FWHM

θ = sudut

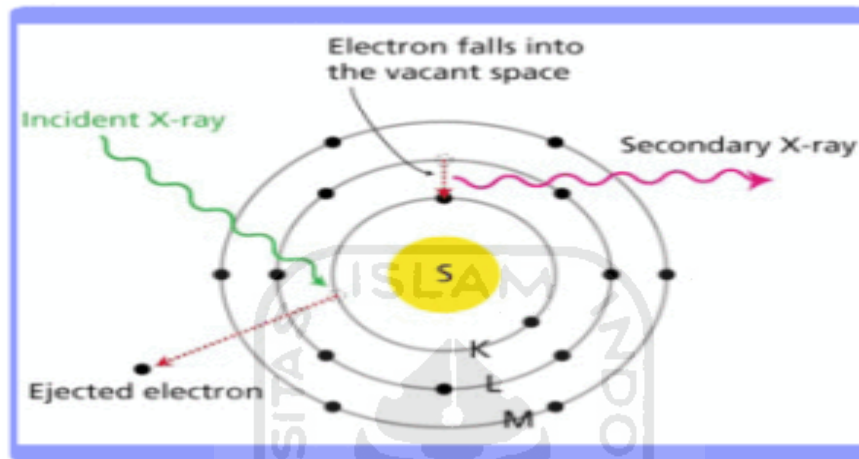
3.10. *X-Ray Fluorescence (XRF)*

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.

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 4. 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 γ dari radioisotope Fe-55, Am-241, Cd-109. Sinar γ yang dipancarkan dapat meradiasi sampel sehingga menghasilkan sinar x dengan energi spesifik dari setiap unsur yang terkandung dalam sampel (Taftazani, 2017).

3.11. FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Sedangkan pengukuran menggunakan spektrofotometer ini, metoda yang digunakan sering disebut dengan spektrofotometri. (Basset,1994).

Spektrofotometri dapat dianggap sebagai perluasan suatu pemeriksaan visual dengan studi yang lebih mendalam dari absorpsi energi. Absorpsi radiasi oleh suatu sampel diukur pada berbagai panjang gelombang dan dialirkan oleh suatu perkam untuk menghasilkan spektrum tertentu yang khas untuk komponen yang berbeda. (Khopkar, 1990)

Salah satu jenis spektroskopi adalah spektroskopi infra merah (IR). Spektroskopi ini didasarkan pada vibrasi suatu molekul. Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0.75 - 1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000 - 10 cm^{-1}

Tabel 1. Daerah sektrum IR

Jenis	Panjang Gelombang	Interaksi	Bilangan Gelombang	Frekuensi (Hz)
Inframerah dekat	0,75 – 2,5 μm	Interaksi ikatan	13.000 – 4.000 cm^{-1}	3,8 x 10 ¹⁴ – 1,2 xx 10 ¹⁴
Inframerah pertengahan	2,5 – 50 μm	Interaksi ikatan	4.000 – 200 cm^{-1}	1,2 x 10 ¹⁴ – 6,0 x 10 ¹²
Inframerah jauh	50 – 1.000 μm	Interaksi ikatan	200 – 10 cm^{-1}	6,0 x 10 ¹² – 3,0 x 10 ¹¹

Dari pembagian daerah spektrum elektromagnetik tersebut di atas, daerah panjang gelombang yang sering digunakan pada alat spektroskopi inframerah adalah pada

daerah inframerah pertengahan, yaitu pada panjang gelombang 2,5 – 50 μm atau pada bilangan gelombang 4.000 – 200 cm^{-1} . Daerah tersebut adalah cocok untuk perubahan energi vibrasi dalam molekul. Daerah inframerah yang jauh ($400\text{--}10\text{cm}^{-1}$), berguna untuk molekul yang mengandung atom berat, seperti senyawa anorganik tetapi lebih memerlukan teknik khusus percobaan. Senyawa kimia tertentu (hasil sintesa atau alami) mempunyai kemampuan menyerap radiasi elektromagnetik dalam daerah spectrum inframerah. Absorpsi radiasi IR pada material tertentu berkaitan dengan fenomena bergetarnya molekul atau atom. Metode Spektroskopi inframerah ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui, karena spektrum yang dihasilkan spesifik untuk senyawa tersebut. Metode ini banyak digunakan karena:

- Cepat dan relatif murah
- Dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dalam molekul

Spektrum inframerah yang dihasilkan oleh suatu senyawa adalah khas dan oleh karena itu dapat menyajikan sebuah *fingerprint* (sidik jari) untuk senyawa tersebut (Jose et al, 2008).

Tabel 2. Spektra khas dari $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

FTIR	
Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
380 w	$\nu_4 \text{NO}_3^-$
672 w	$\nu_4 \text{NO}_3^-$
770 vw	$\nu_2 \text{NO}_3^-$
909 vw	N-OH
1033 w	$\nu_1 \text{NO}_3^-$ (Zr-O-N)
1384 vs	$\nu_3 \text{NO}_3^-$ (Zr-O-N)
1564 m	$\nu_2 \text{H}_2\text{O}$ and $\nu_2 \text{NO}_3^-$
1630 m	$\nu_2 \text{H}_2\text{O}$ and $\nu_2 \text{NO}_3^-$
3399 ms	$\nu_1 \text{H}_2\text{O}$
3083 – 3700 (broad)	H_2O

Prinsip kerja spektrofotometer infra merah adalah sama dengan spektrofotometer yang lainnya yakni interaksi energi dengan suatu materi. Spektroskopi inframerah berfokus pada radiasi elektromagnetik pada rentang frekuensi $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ (*wavelength*), yang merupakan ukuran unit untuk frekuensi. Untuk menghasilkan spektrum inframerah, radiasi yang mengandung semua frekuensi di wilayah IR dilewatkan melalui sampel. Frekuensi yang diserap muncul sebagai penurunan sinyal yang terdeteksi. Informasi ini ditampilkan sebagai spektrum radiasi dari % ditransmisikan berlawanan dengan *wavenumber*. Spektroskopi inframerah sangat berguna untuk analisis kualitatif (identifikasi) dari senyawa organik karena spektrum yang unik yang dihasilkan oleh setiap organik zat dengan puncak struktural yang sesuai dengan fitur yang berbeda.

Selain itu, masing-masing kelompok fungsional menyerap sinar inframerah pada frekuensi yang unik. Sebagai contoh, sebuah gugus karbonil, $\text{C}=\text{O}$, selalu menyerap sinar inframerah pada $1670\text{-}1780\text{ cm}^{-1}$ meregangkan. (Silverstein, 2002)

Teknik spektroskopi IR digunakan untuk mengetahui gugus fungsional mengidentifikasi senyawa, menentukan struktur molekul, mengetahui kemurnian dan mempelajari reaksi yang sedang berjalan. Senyawa yang dianalisa berupa senyawa organik maupun anorganik. Hampir semua senyawa dapat menyerap radiasi inframerah (Mudzakir, 2008) .

Tidak lada pelarut yang sama sekali transparan terhadap sinar IR, maka cuplikan dapat diukur sebagai padatan atau cairan murninya. Cuplikan padat digerus pada mortar kecil bersama kristal KBr kering dalam jumlah sedikit (0,5-2 mg cuplikan sampai 100 mg KBr kering) campuran tersebut dipres diantara 2 sekrup memakai kunci kemudian kedua sekrupnya dan baut berisi tablet cuplikan tipis diletakkan di tempat sel spektrofotometer infrared dengan lubang mengarah ke sumber radiasi. (Hendayana, 1994)

3.12. *Particle Size Analyzer (PSA)*

Particle Size Analyzer (PSA) adalah instrumen kimia yang digunakan untuk mengkarakterisasi distribusi ukuran partikel dalam suatu sampel dimana pengukuran dengan PSA dapat diaplikasikan pada material padat, suspensi, emulsi dan aerosol. Untuk menganalisis suatu sampel, terdapat banyak variasi metode yang dapat dilakukan, beberapa metode dapat digunakan untuk menganalisis partikel dalam jangkauan yang luas, dan beberapa metode lagi digunakan untuk penerapan yang spesifik.

PSA hanya spesifik untuk menentukan ukuran partikel yang berbentuk lingkaran. Selain untuk menentukan ukuran partikel. PSA juga dapat digunakan untuk menentukan volume setiap partikel di dalam sampel. Penggunaan difraksi laser merupakan instrumen yang umum digunakan dalam metode pengukuran partikel terutama ukuran partikel 0,5 μm -100 μm .

Prinsip kerja PSA yaitu ketika cahaya (laser) dihamburkan oleh kumpulan partikel. Sudut cahaya hamburan berbanding terbalik dengan ukuran partikel. Semakin besar sudut hamburan maka semakin kecil ukuran partikel. Metode analisis ukuran partikel kurang dari 0,5 μm adalah menggunakan metode *Dynamic Light Scattering*. Metode ini merupakan metode termudah yang dapat digunakan (Atascientific 2012).

Pengukuran menggunakan PSA memiliki keunggulan yaitu lebih akurat jika dibandingkan dengan pengukuran partikel dengan alat lain seperti XRD ataupun SEM. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam medium sehingga ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*, Hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga dapat menggambarkan keseluruhan kondisi sampel, serta memiliki rentang pengukuran 0,6 nm- 7 μm (Nanotech 2012).

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1. ALAT

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain reaktor gelas berpengaduk *bench scale*, Evaporasiorator, *Vacuum Filter (RVP)*, Spektrometer *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Particle Size Analyzer (PSA)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, gelas beker, erlenmeyer, corong gelas, dan kertas saring.

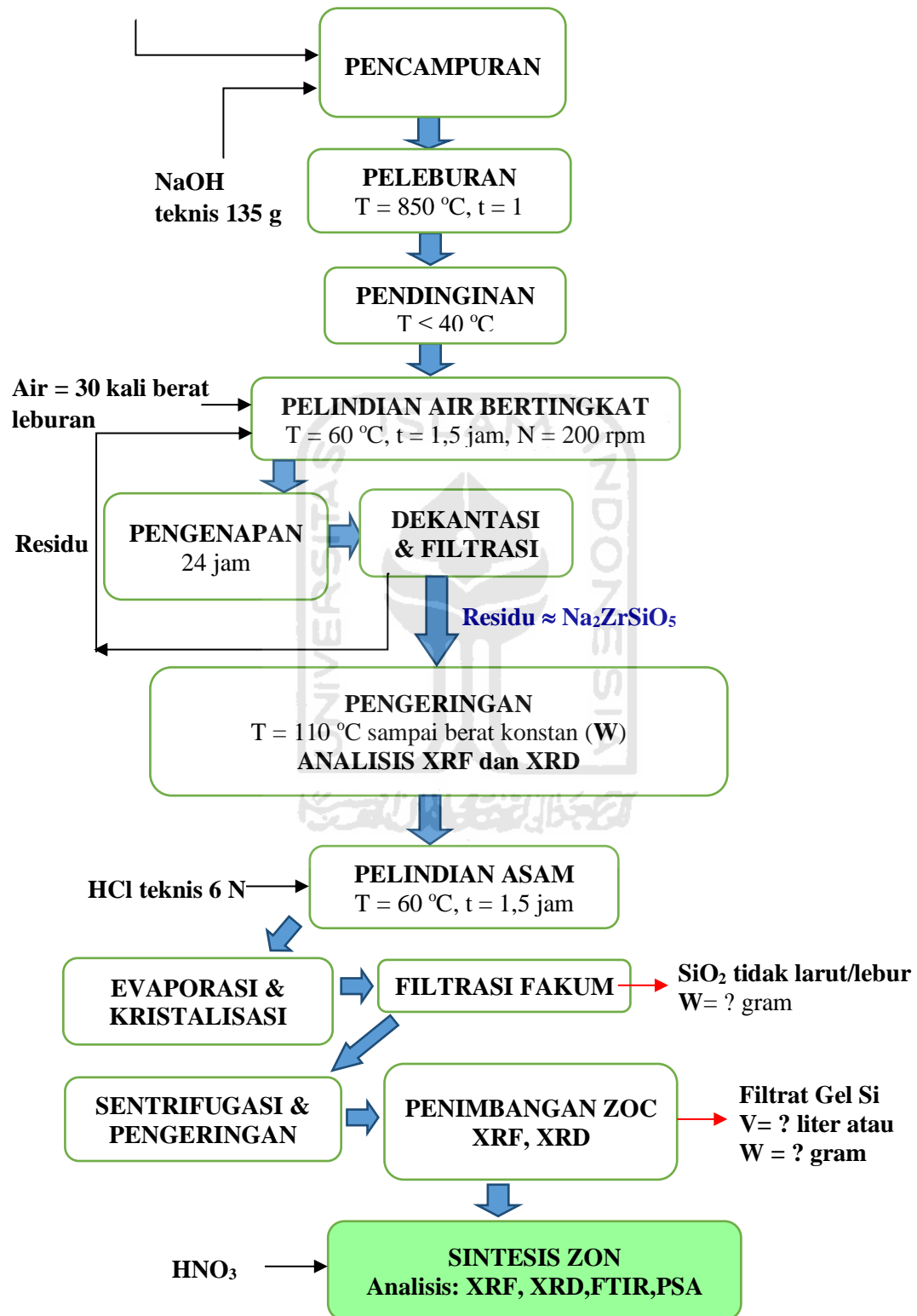
4.2. BAHAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah konsentrat zirkon ($ZrSiO_4$), NaOH padat teknis, HCl teknis, akuades, HNO_3 65 %.

4.3. CARA KERJA

4.3.1 Pembuatan Zirkonium Oksiklorid sebagai Bahan Baku Sintesis Zirkonil Nitrat ($ZrO(NO_3)_2$)

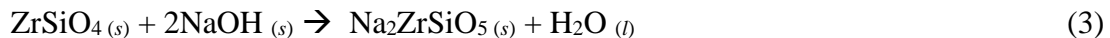
Konsentrat zirkon 100 g
Analisis XRF, XRD



Gambar 5. Diagram alir pembuatan bahan baku $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$

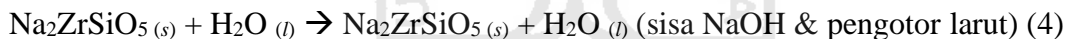
4.3.1.1. Peleburan

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 eksekutif berbasis reaksi 1 mol ZrSiO_4 dengan 2 mol NaOH pada suhu sekitar 850°C dengan reaksi berikut (Poernomo, H., 2020; Liu et al., 2014) :



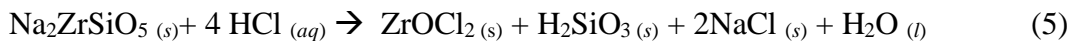
4.3.1.2. Pelindian Air

Hasil dari proses peleburan dilindi secara bertingkat dengan air pada perbandingan berat air lindi : leburan sekitar 30 : 1, temperatur 60°C selama 1 jam untuk melarutkan beberapa pengotor dalam ZrSiO_4 yang bereaksi dengan NaOH. Sedangkan 1 mol ZrSiO_4 bereaksi dengan ≥ 2 mol NaOH membentuk $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ yang tidak larut dalam air. Keberadaan sisa NaOH dalam hasil leburan dapat dihilangkan dari $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ yang ditandai dengan pH filtrat hasil pelindian bertingkat sekitar 7. Reaksi sederhana yang terjadi sebagai berikut:



4.3.1.3. Pelindian dengan Asam Klorida

Jika $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ dilindi dengan HCl 4 N, maka membentuk ZrOCl_2 dengan reaksi sederhana sebagai berikut (Liu et al., 2014):



Proses selanjutnya untuk sintesis $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$ dilakukan seperti ditunjukkan pada Gambar 5.

4.3.2. Variasi Konsentrasi (Mol HNO₃)

Zirkonil oksiklorid padat (ZrOCl₂) dilarutkan dengan akuades dalam beker gelas. Larutan ZOC dialirkan melalui pompa dosis ke dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale* kemudian dilakukan pengadukan sekitar 75 rpm dan dipanaskan dengan pengaturan suhu ruang 27 °C, larutan HNO₃ 6 N dalam beker gelas dialirkan melalui pompa dosis ke dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale* dengan volume yang sesuai dengan jumlah stoikhiometris reaksi:

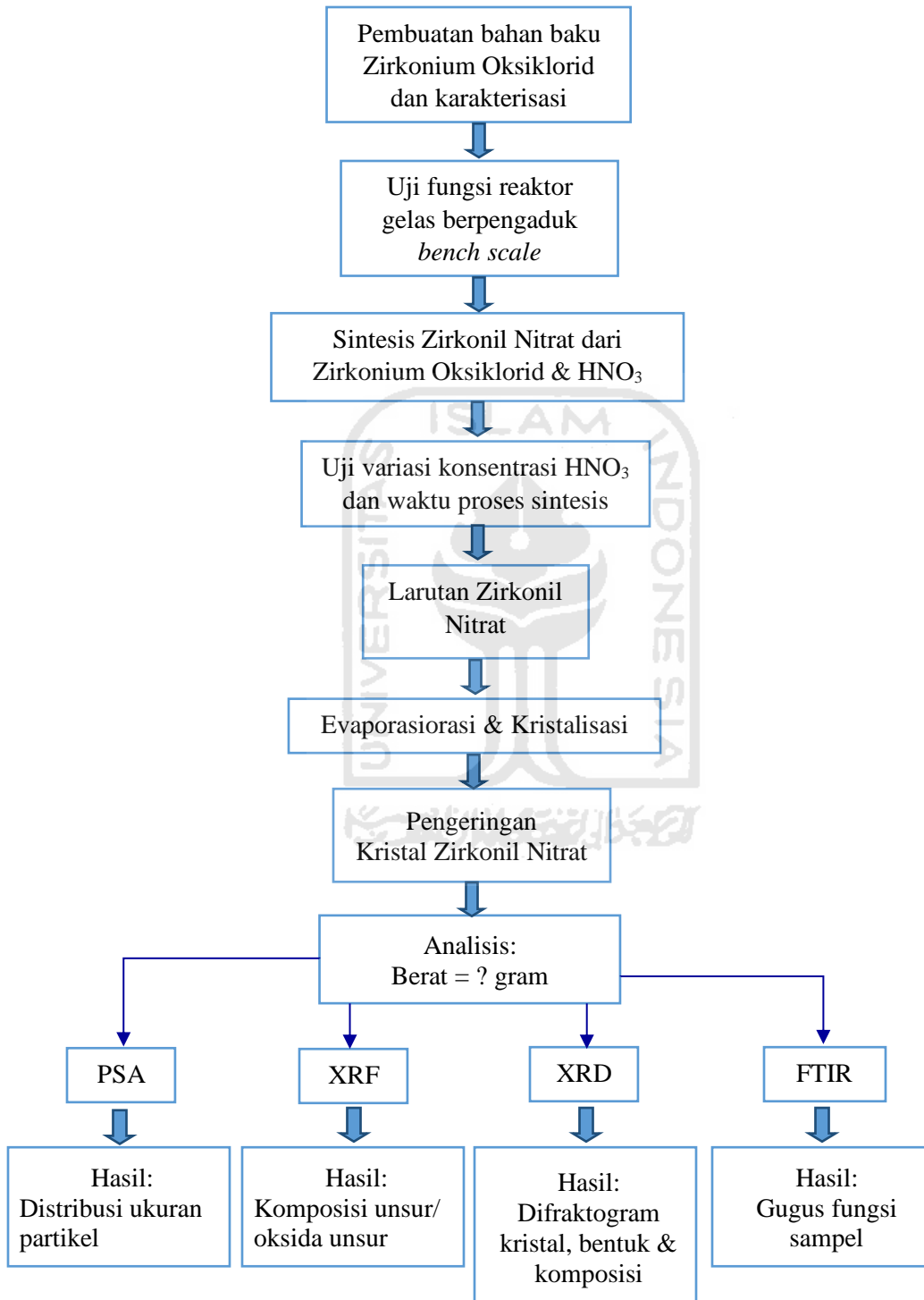


Proses reaksi antara ZrOCl₂ dan HNO₃ dilakukan selama 30 menit. Selanjutnya hasil campuran dikeluarkan dari reaktor gelas berpengaduk *bench scale* dan ditampung dalam beker gelas. Larutan ZrO(NO₃)₂ yang terbetuk dalam beker gelas dievaporasiorasi dan dikristalisasi sampai terbentuk kristal ZrO(NO₃)₂·5H₂O, dikeringkan dalam menggunakan lampu pemanas, kemudian ditimbang, dianalisis dengan XRF, XRD, PSA, dan FTIR. Percobaan diulangi dengan konsentrasi yang berbeda (3N, 4N, 5N, dan 6N). Kondisi Konsentrasi HNO₃ optimum adalah yang memberikan konversi reaksi dan karakteristik prototipe produk ZrO(NO₃)₂·5H₂O hasil sintesis yang mendekati produk komersial.

4.3.3. Variasi Waktu Reaksi

Percobaan dilakukan mirip dengan 4.3.1. dengan waktu reaksi 10, 20, 30, dan 40 menit pada perbandingan mol ZrOCl₂ : HNO₃ di sekitar reaksi stoikhiometrisnya dan temperatur yang optimum dari hasil percobaan 4.3.1.

4.3.4. Skema Penelitian



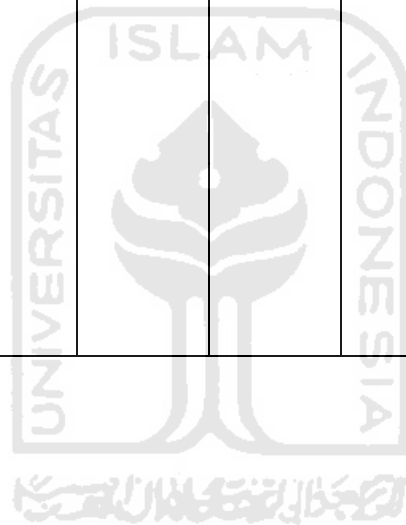
Gambar 6. Diagram alir skema penelitian sintesis zirkonil nitrat

4.3.5. Jadwal Penelitian

Tabel 3. Jadwal Kegiatan Penelitian

No	Kegiatan	Bulan 1	Bulan 2	Bulan 3	Bulan 4	Bulan 5	Bulan 6
1.	Uji fungsi reaktor gelas berpengaduk <i>bench scale</i> .						
2.	Preparasi ZOC dengan metode peleburan dan <i>leaching</i> .						
3.	Sintesis ZOC dari zirkon loal dan dikonversi menjadi zirkonil nitrat.						
4.	Dilakukan variasi temperatur, perbandingan mol, dan waktu						

5.	Tahap penyelesaian seperti evaporasi, kristalisasi, dan filtrasi.						
6	Analisis zirkonil nitrat (ZON) dengan menggunakan instrument XRD, XRF, PSA, dan FTIR						

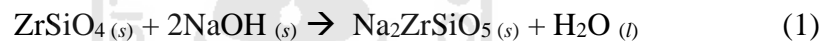


BAB V

PEMBAHASAN

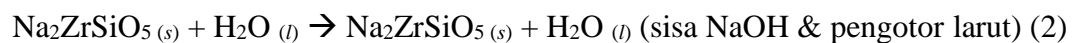
5.1 Preparasi Natrium Zirkonil Silikat

Pada proses awal preparasi sampel, konsentrat zirkon ($ZrSiO_4$) direaksikan dengan natrium hidroksida ($NaOH$) untuk membentuk natrium zirkonat sebagai bahan baku dalam pembuatan zirkonil oksiklorid, kemudian zirkonil oksiklorid ini sebagai umpan dalam sintesis zirkonil nitrat. Digunakan sebanyak 100 gram konsentrat zirkon dan 110 gram $NaOH$ yang disusun masing-masing 4 layer dalam 1 mangkuk, setelah itu dilakukan proses peleburan menggunakan *furnace* pada temperatur $850\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1,5 jam dimana reaksinya sebagai berikut (H Poernomo et al, 2020) :



Setelah didapatkan natrium zirkonat sebanyak 3637,2 gram, kemudian dilakukan proses pelindian air menggunakan reaktor pelindian dimana digunakan perbandingan massa 1 :30 yaitu sebanyak 3000 gram natrium zirkonat dan 90 Liter air.

Proses pelindian air dilakukan selama 1 jam pada temperature $60\text{ }^\circ\text{C}$ dan diendapkan selama 24 jam. Proses ini diulangi sebanyak 3 kali atau sampai pH nya mendekati 7. Fungsi dari pelindian air adalah agar eksese $NaOH$ atau $NaOH$ berlebih ini mengikat *impurities* yang ada pada zirkon, dan agar zirkon yang bereaksi dengan $NaOH$ tidak larut karena kation Na akan mengikat pengotor yang terkandung dalam zirkon, dan membentuk Na -unsur oksida pengotor sehingga antara filtrat dan residu dapat dipisahkan, dimana reaksi sederhana yang terjadi adalah sebagai berikut ini:



Natrium zirkonil silikat yang telah dilakukan proses pelindian sebanyak 3 kali kemudian diambil residunya dan difiltrasi menggunakan kertas saring hingga didapatkan endapannya, selanjutnya dilakukan proses pengeringan menggunakan oven

pada temperatur 100 °C sampai kering, dan dari langkah ini telah didapatkan natrium zirkonat sebanyak 1301,1 gram.

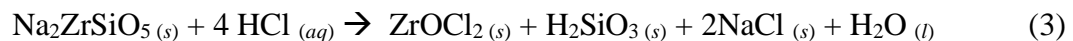
5.2 Pembuatan Zirkonium Oksiklorid dari Natrium Zirkonil Silikat sebagai Umpan

Sintesis zirkonium oksiklorid atau ZOC ($ZrOCl_2$) dilakukan dengan cara proses pelindian asam menggunakan sebanyak 150 gram natrium zirkonil silikat dan 3 Liter HCl 4 N, proses pelindian asam dilakukan menggunakan beker gelas dan *magnetic stirrer* selama 1,5 jam pada temperatur 60 °C. natrium zirkonil silikat yang berwarna putih saat dicampurkan dengan HCl maka akan membentuk warna kuning, dan penggunaan *stirrer* pada kecepatan yang relatif sedang sampai bagian dasar beker gelas yaitu endapan natrium zirkonil silikatnya teraduk secara merata.



Gambar 5.1. Proses pelindian asam dengan HCl

Reaksi yang terjadi pada saat proses pelindian asam menggunakan HCl adalah sebagai berikut (Liu et al., 2014) :



Setelah proses pelindian selesai dilakukan, kemudian ZOC didiamkan selama 24 jam dan setelah itu dilakukan proses evaporasi untuk mendapatkan produk ZOC yang lebih murni dari pengotor-pengotornya. Proses evaporasi ini dilakukan menggunakan labu evaporasi 5 Liter, kemudian prosesnya dengan cara dituangkan hasil pelindian asam kedalam labu evaporasi kemudian ditambahkan aquades 2 Liter

sampai volume labu evaporasi menjadi setengahnya. Proses evaporasi dilakukan sampai larutan ZOC mengental dan dibuang destilatnya, proses evaporasi ini membuntuhkan waktu selama 10 hari. Setelah itu dilakukan proses filtrasi pada kristal ZOC yang terbentuk pada dasar labu evaporator, kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari selama 1 minggu sehingga didapatkan sebanyak 621,5 gram serbuk ZOC.

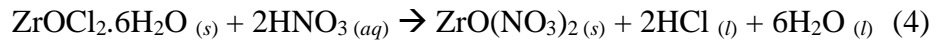


Gambar 5.2. Proses evaporasi ZOC (a) dan kristal ZOC yang didapatkan (b)

5.3 Sintesis Zirkonil Nitrat dari umpan ZOC dengan Reaktor Gelas Berpengaduk *Bench scale*

Sintesis zirkonil nitrat dari zirkonium oksiklorid (ZOC) sebagai umpan dengan penambahan asam nitrat perbandingan mol 1 :50 yang dilakukan menggunakan reaktor gelas berpengaduk *Bench scale*, dimana setting untuk reaktor adalah pada temperatur ruangan, dan kecepatan pengadukan 75 rpm yang merupakan *setting* paling optimal dalam penggunaan reaktor berpengaduk (Maria dan Muzakky, 2019). Proses sintesis dilakukan dengan melarutkan padatan ZOC dengan asam nitrat pada beker kecil, kemudian dimasukkan kedalam reaktor menggunakan corong gelas dan proses selanjutnya dilakukan secara otomatis dengan reaktor gelas berpengaduk *bench scale*. Asam nitrat yang digunakan memiliki HNO_3 65 % dengan densitas $1,40 \text{ kg/m}^3$.

Reaksi yang terjadi saat proses sintesis antara Zirkonium Oksiklorid (ZOC) dengan asam nitrat (HNO₃) adalah sebagai berikut (Maria dan Muzakky, 2019) :



Dari hasil sintesis maka didapatkan produk ZON dengan kandungan Zr nya sebesar 28,59 %. Kemudian jika dibandingkan dengan hasil sintesis sebelumnya (Tri Handini dkk 2012) menggunakan gelas beker dimana kandungan Zr dalam ZON hanya 17,36 % pada kondisi penambahan asam nitrat 6 N dan 15 menit waktu proses, jika dibandingkan dengan hasil sintesis menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* yang kandungan Zr nya 28,59 % pada kondisi penambahan asam nitrat 6 N dan 30 menit waktu proses maka penggunaan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* ini lebih efisien karena % yield yang berbeda cukup jauh dan proses nya yang lebih mudah.

5.4 Variasi Konsentrasi (Mol) Asam Nitrat

Zirkonium oksiklorid padat dilarutkan dengan HNO₃ dalam beker gelas kemudian dengan menggunakan corong dimasukkan secara perlahan melalui bagian atas reaktor gelas. Kemudian dilakukan proses pengadukan sekitar 75 rpm dengan pengaturan suhu ruang 27 °C.

Variasi Mol HNO₃ ini menggunakan berat zirconium oksiklorid yang berbeda juga, dimana kondisi proses nya dapat dilihat dari table berikut ini:

Tabel 5.1. Bahan dan kondisi proses sintesis ZON variasi mol HNO₃

Variasi mol HNO ₃	Bahan Sintesis ZON		Kondisi Proses		
	ZOC (gr)	HNO ₃ (mL)	RPM	Suhu (°C)	Waktu (menit)
3 mol	17,17	1000	75	27	30
4 mol	22,89	1000	75	27	30
5 mol	28,622	1000	75	27	30
6 mol	34,34	1000	75	27	30

Proses reaksi antara zirkonium oksiklorid dan HNO_3 dilakukan selama 30 menit dan selanjutnya hasil campuran dikeluarkan dari reaktor gelas berpengaduk *bench scale* dan ditampung dalam beker gelas. Larutan $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$ yang terbetuk dalam beker gelas dievaporasi dan dikristalisasi sampai terbentuk kristal $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, dikeringkan di bawah lampu pemanas sampai kering, kemudian ditimbang, dianalisis terlebih dahulu dengan XRF Ortec untuk menentukan konsentrasi ZON tertinggi dari masing – masing variasi mol HNO_3 tersebut, dimana hasilnya adalah sebagai berikut :

Tabel 5.2. Hasil analisis XRF Ortec ZON variasi mol HNO_3

Sampel	Mol HNO_3	Cacah Zr	Compton	Intensitas
ZON 3N	3 N	10633	39029	0,2724
ZON 4N	4 N	13148	40957	0,3210
ZON 5N	5 N	16591	39108	0,4242
ZON 6N	6 N	17756	41517	0,4277

Dari data di atas diketahui bahwa variasi mol HNO_3 yang paling optimum untuk sintesis zirkonil nitrat adalah pada kondisi penambahan HNO_3 6 N karena memberikan data instensitas ZON yang paling tinggi daripada variasi lainnya dengan nilai 0,4277. Hasil ini dapat digunakan karena kondisi konsentrasi HNO_3 optimum ini yang memberikan karakteristik prototipe produk $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ hasil sintesis yang mendekati produk komersial.

5.5 Variasi Waktu Reaksi

Setelah didapatkan variasi mol HNO_3 paling optimum yaitu HNO_3 6 N, kemudian dilanjutkan dengan variasi waktu reaksi paling optimum untuk sintesis zirkonil nitrat. Langkah kerjanya sama dengan proses sebelumnya yaitu padatan zirkonium oksiklorid atau ZOC dilarutkan dengan HNO_3 dalam beker gelas kemudian dengan menggunakan corong dimasukkan secara perlahan melalui bagian atas reaktor

gelas. Kemudian dilakukan proses pengadukan sekitar 75 rpm dengan pengaturan suhu ruang 27 °C.

Variasi waktu reaksi ini menggunakan larutan HNO₃ 6 N sebagai solven paling optimumnya dan jumlah ZON yang digunakan mengikuti variasi tersebut yaitu sebanyak 34,34 gram, dimana kondisi proses nya dapat dilihat dari Tabel berikut :

Tabel 5.3. Bahan dan kondisi proses sintesis ZON variasi waktu proses

Variasi Waktu	Bahan Sintesis ZON		Kondisi Proses		
	ZOC (gr)	HNO ₃ (mL)	rpm	Suhu (°C)	Waktu (menit)
10 menit	34,34	1000	75	27	10
20 menit	34,34	1000	75	27	20
30 menit	34,34	1000	75	27	30
40 menit	34,34	1000	75	27	40

Proses reaksi antara zirkonium oksiklorid dan HNO₃ dilakukan selama 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit selanjutnya hasil campuran dikeluarkan dari reaktor gelas berpengaduk *bench scale* dan ditampung dalam beker gelas. Larutan ZrO(NO₃)₂ yang terbetuk dalam beker gelas dievaporasi dan dikristalisasi sampai terbentuk kristal zirkonil nitrat, dikeringkan di bawah lampu pemanas sampai kering, kemudian ditimbang, dianalisis terlebih dahulu dengan XRF Ortec untuk menentukan konsentrasi ZON tertinggi dari masing – masing variasi waktu reaksi tersebut, dimana hasilnya adalah sebagai berikut :

Tabel 5.4. Hasil analisis XRF Ortec ZON variasi waktu reaksi

Sampel	Mol HNO ₃	Cacah Zr	Compton	Intensitas
ZON 10 menit	6 N	141723	12347	11,47833
ZON 20 menit	6 N	138947	13668	10,16586
ZON 30 menit	6 N	141306	17483	8,08248
ZON 40 menit	6 N	138964	11937	11,61883

Dari data di atas diketahui bahwa variasi waktu reaksi yang paling optimum untuk sintesis zirkonil nitrat adalah pada kondisi 40 menit waktu reaksi pada reaktor gelas berpengaduk *bench scale* karena memberikan data intensitas ZON yang paling tinggi daripada variasi lainnya dengan nilai 11.61883. Hasil ini dapat digunakan karena kondisi sintesis dengan kondisi waktu reaksi optimum ini yang memberikan karakteristik prototipe produk zirkonil nitrat hasil sintesis yang mendekati produk komersial.

Dari kedua variasi tersebut dapat diketahui bahwa zirkonil nitrat (ZON) yang disintesis dari zirkonium oksiklorid dan HNO_3 ini memiliki kondisi paling optimum pada penggunaan HNO_3 6 N dan juga waktu reaksi pengadukan di reaktor gelas berpengaduk *bench scale* selama 40 menit dengan intensitas ZON yang terbaca nilainya tertinggi diantara variasi lainnya. Selanjutnya setelah didapatkan kondisi optimum dalam sintesis zirkonil nitrat, kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen XRF untuk mengetahui komposisi unsur, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk, dan XRD untuk identifikasi senyawa.

5.6 Karakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Setelah didapatkan kondisi optimum sintesis ZON dengan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* ini, maka dilakukan analisis XRF pada sampel optimum untuk mengetahui unsur – unsur apa saja yang terkandung didalam ZON hasil sintesis, kemudian hasil yang didapatkan adalah sebagai berikut ini :

Tabel 5.5 Hasil analisis sampel ZON optimum menggunakan XRF Epsilon 4

Zirkonil nitrat hasil sintesis					
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Si	0.372	%	SiO ₂	0.772	%
K	334.4	ppm	K ₂ O	308.6	ppm
Ca	0.522	%	CaO	0.558	%
Ti	0.917	%	TiO ₂	1.167	%
V	24.1	ppm	V ₂ O ₅	32.1	ppm
Mn	45.6	ppm	MnO	44.8	ppm
Fe	0.146	%	Fe ₂ O ₃	0.159	%
Zn	163.5	ppm	ZnO	154.9	ppm
Se	14.7	ppm	SeO ₂	15.5	ppm
Y	0.258	%	Y ₂ O ₃	0.246	%
Zr	90.829	%	ZrO ₂	91.496	%
Te	198.3	ppm	TeO ₂	184.3	ppm
Ce	284.9	ppm	CeO ₂	266.3	ppm
Pm	0.8	ppm	Pm ₂ O ₃	0.9	ppm
Tm	274.8	ppm	Tm ₂ O ₃	239.8	ppm
Yb	96.2	ppm	Yb ₂ O ₃	83.2	ppm
Hf	2.907	%	HfO ₂	2.609	%
Re	12.2	ppm	ReO ₂	10.7	ppm
Pb	69.6	ppm	PbO	55.6	ppm
Bi	229.5	ppm	Bi ₂ O ₃	192.3	ppm
Th	139.1	ppm	ThO ₂	121.1	ppm

Dari hasil XRF Epsilon ini dapat diketahui bahwa terdapat kandungan impurities seperti SiO₂ sebesar 0,772 %; TiO₂ sebesar 1,167 %; dan Hafnium sebesar 2,907 %. Hafnium ini yang menjadi pengaruh utama dimana zirkonil nitrat ini dapat digunakan sebagai umpan ekstraksi untuk pemisahan Zr-Hf atau tidak, jika kandungan

Hf nya masih pada rentang 1 – 3 %, maka zirkonil nitrat hasil sintesis ini dapat digunakan sebagai umpan untuk ekstraksi cair – cair pemisahan Zr-Hf agar zirkon dapat digunakan dalam industri nuklir.

Kemudian diketahui bahwa kandungan Zr nya sangat tinggi yaitu 90,829 % padahal seharusnya kandungan Zr tidak terlalu tinggi dan maksimal sekitar 30%, hasil ini dikarenakan struktur senyawa ZON sendiri yaitu $ZrO(NO_3)_2 \cdot 5H_2O$ menunjukkan bahwa *molar mass* Zr nya hanya sepertiga dari keseluruhan total *molar mass* senyawa Zirkonil Nitrat. Hal ini disebabkan oleh instrument XRF Epsilon yang tidak mampu mendeteksi kandungan nitrat (NO_3^-) dalam sampel ZON dan cenderung menggabungkan kadar Zirkonium dengan nitrat nya bukan terbaca sebagai Zr-Nitrat melainkan hanya Zr saja sehingga kadar Zr yang seharusnya sepertiga dari $ZrO(NO_3)_2 \cdot 5H_2O$ tapi menjadi 90,829 % karena kandungan Nitrat yang ikut terbaca pada Zr, maka dari itu Zr murni tanpa nitrat nya dapat ditentukan menggunakan XRF Ortec dan hasilnya terbaca kandungan Zr nya sebanyak 28.5955% dan kandungan Zr komersial sebanyak 27,3352 %, kemudian jika dibandingkan dengan hasil komersial lainnya seperti ZON 1498-18-3 dengan kandungan Zr sebanyak 19,640 %, ZON NO40A dengan kandungan Zr sebanyak 33 %, ZON NO40B dengan kandungan Zr sebanyak 32 %, dan ZON NO40C dengan kandungan Zr 31 %

(<http://www.prichem.com/product/zirconium-nitrate.htm>).

Tabel 5.6 Hasil XRF Ortec sampel ZON dan komersial

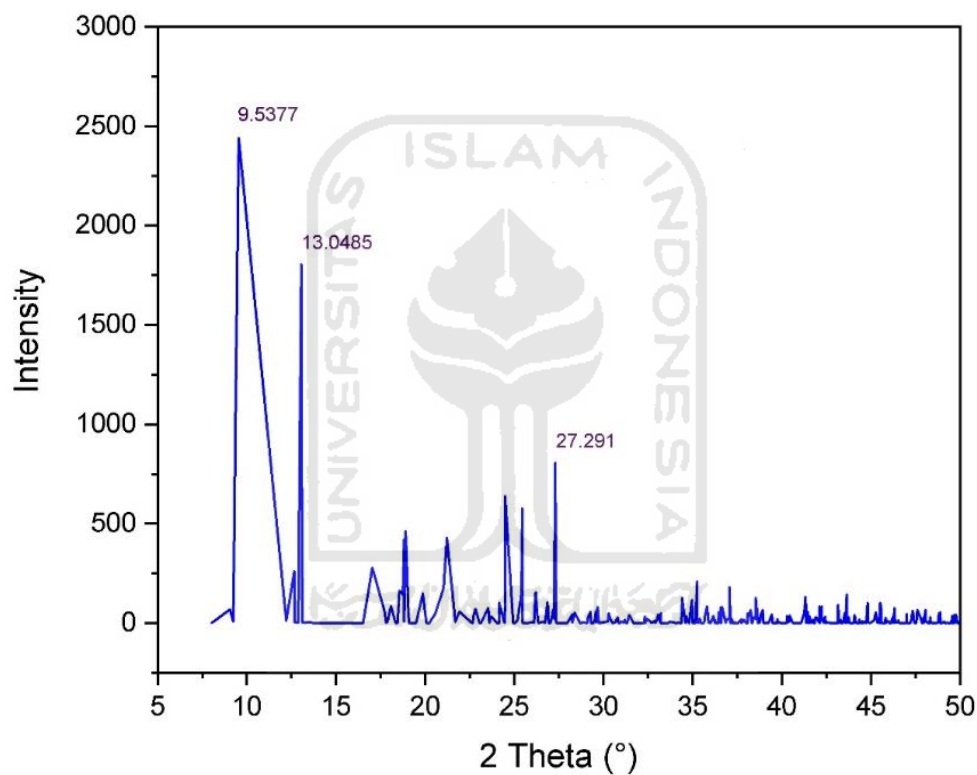
Variasi XRF Ortec	Konsentrasi
ZON hasil sintesis	28,5955 %
ZON komersial Fischer Scientific	27,3352 %
ZON 1498-18-3	19,640 %
ZON NO40A	33 %
ZON NO40B	32 %
ZON NO40C	31 %

Perbedaan kecil ini diakibatkan oleh adanya kesalahan dari beberapa faktor yaitu seperti saat preparasi XRF mungkin kondisinya berbeda seperti tanpa sengaja pengotor dari luar ikut masuk atau saat pengambilan cuplikan sampel menggunakan sendok yang kotor, selanjutnya ada faktor suhu ruangan yang berbeda karena musim hujan yang cukup deras, selanjutnya ada proses pengeringan yang kurang sempurna sehingga kemungkinan Zr menguap saat akan dibungkus kemudian dianalisis, selanjutnya ada faktor kesalahan mahasiswa seperti tangan tidak basah yang mengenai wadah sampel saat sampel disimpan, dan hal ini mungkin yang menyebabkan sampel mengembun di wadahnya dan menjadi lembek saat akan dianalisis menggunakan XRF sehingga harus dikeringkan lagi dibawah lampu pemanas, dan pengeringan yang berulang ini kemungkinan dapat mendegradasi kadar Zr pada sampel ZON yang akan dianalisis.

5.7 Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Selanjutnya zirkonil nitrat yang diperoleh dari hasil penelitian yang telah dilakukan menggunakan penambahan 6 N asam nitrat dengan waktu proses sintesis menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* selama 40 menit. Kemudian zirkonil nitrat diidentifikasi, dan dianalisis struktur kristalnya menggunakan instrumen XRD dimana hasilnya terdapat pada **Gambar 5.3**. Dari gambar ini dapat dilihat pola difraksi dari zirkonil nitrat pada sumbu Y menyatakan intensitas yang tercatat dalam cacah perdetik yang mana Intensitas menyatakan banyaknya hamburan yang masuk ke detektor yang dicacah tiap detik, dan sumbu X menyatakan sudut hamburan 2θ yang merupakan sudut pergeraka dari detektor.

Hasil sampel zirkonil nitrat dikarakterisasi dengan XRD, menggunakan panjang gelombang (λ) radiasi sebesar 1,5406 Å, pada rentang 2θ yaitu 7° sampai 50° . Hasil karakterisasi XRD sampel zirkonil nitrat dengan variasi penambahan konsentrasi asam nitrat sebesar 6 N dan variasi waktu pengadukan menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* yang disajikan pada **Gambar 5.3**, ini menunjukkan adanya puncak-puncak (*peak*) sempit dan tajam yang mengindikasikan bahwa sampel zirkonil nitrat ini berbentuk kristal



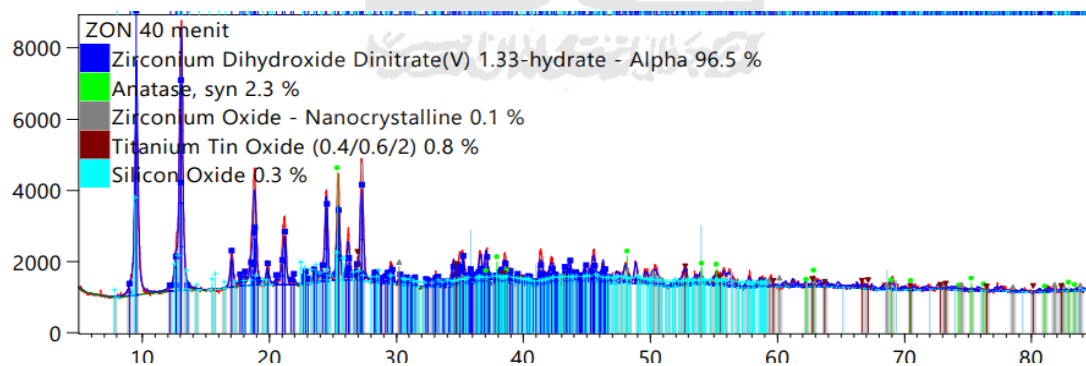
Gambar 5.3. Pola Difraksi zirkonium dihidroksi dinitrate (V) 1,33-hydrate menggunakan XRD PANanalytical

Pada **Gambar 5.3**, pola difraksi dari zirkonil nitrat, muncul beberapa puncak (*peak*) yang menandakan bahwa zirkonil nitrat ini berbentuk kristal, dimana kemudian diambil 3 puncak dengan intensitas tertinggi yang menandakan kristal Zirkonium dihidroksi dinitrate (V) 1,33-hydrate dimana merupakan penyebutan lain dari zirkonil nitrat atau $ZrO(NO_3)_2 \cdot xH_2O$ (Paul L. BROWN et al. 2005). Puncak zirkonil nitrat yang

pertama dapat dilihat pada 2θ nya 9.5377° dengan intensitas atau luas area sebesar 2439.36 dan sudut hkl (0 1 0) serta nilai FWHM nya sebesar 0.2816, kemudian puncak kedua dapat dilihat pada 2θ nya sebesar 13.0485° dengan intensitas atau luas area sebesar 1804.33 dan sudut hkl (1 1 1) serta nilai FWHM nya sebesar 0.2789, kemudian yang terakhir puncak ketiga dapat dilihat pada 2θ nya 27.291° dengan intensitas atau luas area sebesar 806.14 dan sudut hkl (0 -2 2) serta nilai FWHM nya sebesar 0.2657.

Kualitas kristal dapat dilihat dengan menggunakan metode FWHM (Full Width at Half Maximum) dimana semakin kecil nilai FWHM dan luas area maka akan menunjukkan kecenderungan bahwa bahan tersebut mempunyai kualitas kristal yang tinggi (Suryanarayana & Norton, 1998). Dari hasil pola difraksi sampel zirkonil nitrat menunjukkan nilai FWHM dan intensitas atau luas area yang semakin menurun, maka kristal zirkonil nitrat yang terbentuk ini memiliki kualitas yang baik.

Pada **Gambar 5.3**, terlihat ada tiga puncak yang berstruktur dengan intensitas yang berbeda. Intensitas tertinggi diperoleh pada sudut 2θ sebesar 9.5377° dengan hkl (0 1 0). Hal ini menunjukkan bahwa sampel zirkonil nitrat dengan struktur kristal dan hkl (0 1 0) lebih sempurna dari pada orientasi yang lainnya.



Gambar 5.4. Pola Difraksi zirkonium dihidroksi dinitrate (V) 1,33-hydrate dengan pengotor yang terdeteksi menggunakan XRD PANalytical

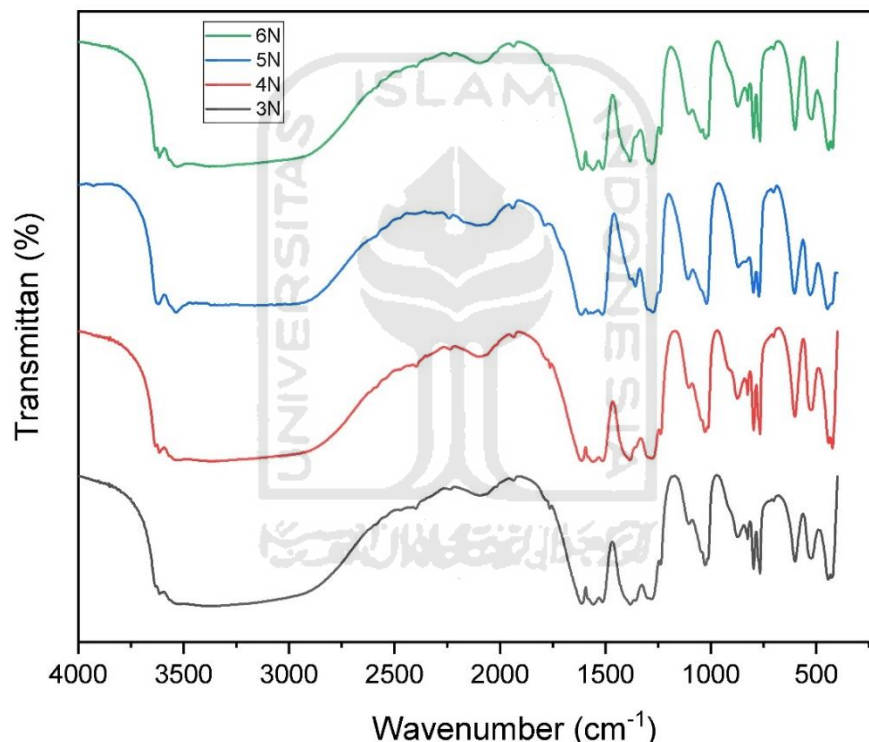
Pada pola difraksi zirkonil nitrat yang telah disintesis pada **gambar 5.4**, tersebut diketahui terdapat produk samping yang terukur seperti SiO_2 , TiO_2 , anatase, dan ZrO_2 . Pengotor berupa SiO_2 ini didapatkan karena bahan dasar yang menggunakan pasir

zirkon ini memiliki kandungan SiO_2 dan TiO_2 yang ditandai dengan warna pasir zirkon yang cenderung berwarna gelap. Tetapi setelah melalui beberapa tahapan proses seperti pelindian air, pelindian asam menggunakan HCl , dan juga proses sintesis menggunakan penambahan asam nitrat 6 N dalam reaktor gelas berpengaduk *bench scale* selama 40 menit, perlahan kandungan SiO_2 dan TiO_2 nya berkurang menjadi 0.3 % dan 0.8 % sehingga didapatkan hasil sintesis berupa zirkonil nitrat berwarna putih yang terbentuk sebesar 96.5 %.

Pengotor yang lainnya yaitu anatase sebesar 2.3 % ini didapatkan dari TiO_2 karena anatase sendiri merupakan mineral metastabil dari TiO_2 yang berupa padatan berwarna hitam dan merupakan fase TiO_2 pertama yang terbentuk dalam banyak proses karena energi permukaannya yang lebih rendah. Kemudian ZrO_2 yang terukur sebesar 0.1 % ini didapatkan karena ada kemungkinan saat proses sintesis zirkonil klorida (ZOC) sebagai bahan baku zirkonil nitrat, ZrO_2 ini tidak bereaksi sempurna sepenuhnya dengan asam klorida saat pelindian asam sehingga pada saat zirkonil klorida nya digunakan sebagai umpan untuk zirkonil nitrat, zirkonil klorida tersebut masih mengandung sedikit senyawa ZrO_2 yang tidak bereaksi secara sempurna seluruhnya, dan mungkin hal ini disebabkan oleh kondisi pengadukan saat pelindian yang kurang tepat, bisa jadi karena kesalahan praktikan, dan kesalahan alat yang sudah tua dan pengadukannya tidak konstan. Tetapi karena kandungan ZrO_2 ini sangat kecil maka hasil sintesis yaitu zirkonil nitrat masih dapat ditolerir dan digunakan.

5.8 Karakterisasi Zirkonil Nitrat Menggunakan *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

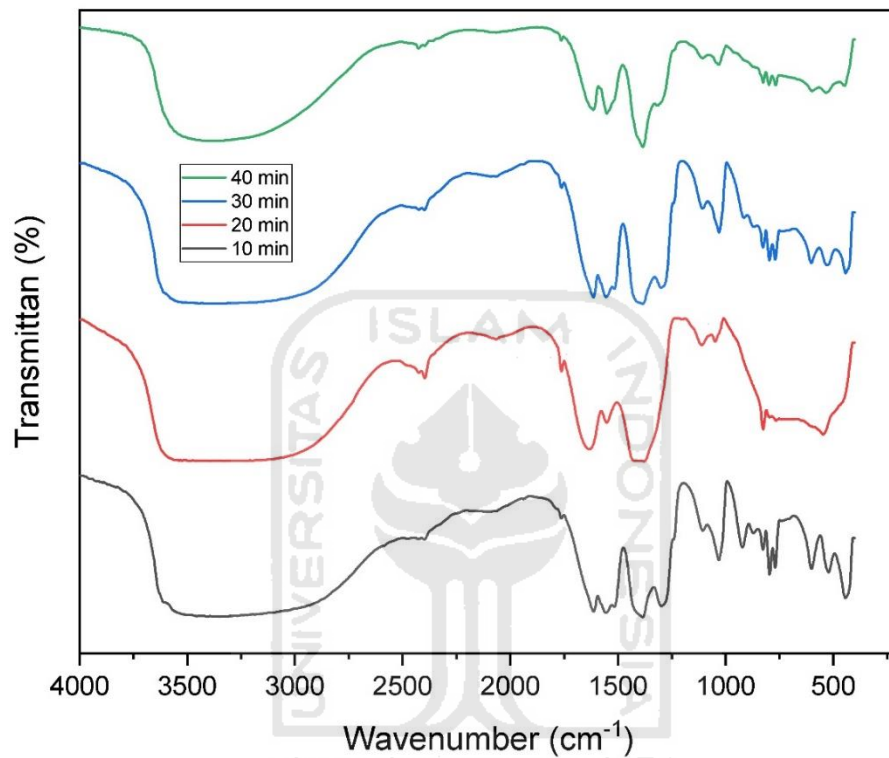
Fourier-Transform Infrared Spectroscopy atau FTIR ini digunakan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat dalam suatu sampel, dimana hal ini juga dapat digunakan sebagai identifikasi awal pada suatu sampel untuk menentukan berhasil tidaknya sintesis. Zirkonil nitrat yang di sintesis dalam berbagai variasi penambahan asam nitrat dan variasi waktu proses menghasilkan data spektra seperti **Gambar 5.5**.



Gambar 5.5. Spektra zirkonil nitrat variasi penambahan mol asam nitrat menggunakan FTIR Bruker ALPHA II

Dapat dilihat bahwa tiap variasi penambahan asam nitrat 3 N, 4 N, 5 N, dan 6 N ini spektra IR dari tiap zirkonil nitrat memiliki pola yang mirip dan ditandai dengan spektra pada rentang 1030 cm^{-1} dan pada rentang $1400 - 1380\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan terbentuknya gugus nitrat pada sintesis zirkonil nitrat ini (Jose dkk, 2008).

Kemudian untuk variasi waktu proses, hasil spektra dari masing – masing variasi yaitu proses pengadukan di reaktor gelas berpengaduk *bench scale* adalah sebagai **Gambar 5.6**.

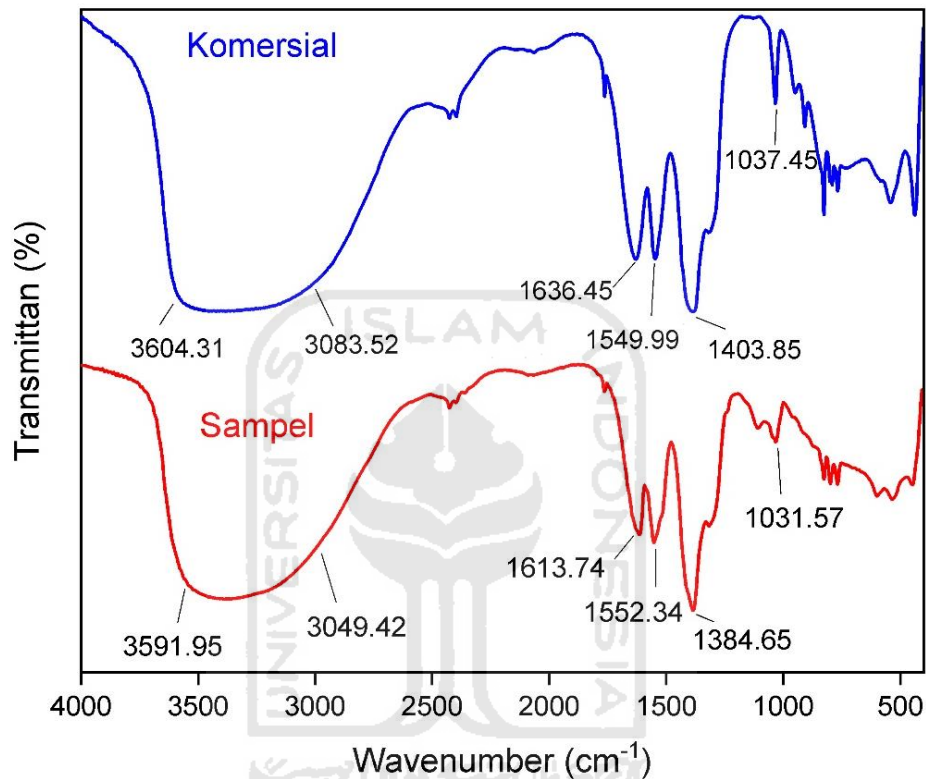


Gambar 5.6. Spektra zirkonil nitrat waktu proses sintesis menggunakan FTIR Bruker ALPHA II

Dapat dilihat bahwa tiap variasi waktu proses selama 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit, spektra IR dari tiap zirkonil nitrat ini memiliki pola yang sedikit berbeda tapi masih memiliki spektra yang sama pada bilangan gelombang pada rentang 1030 cm^{-1} dan pada rentang $1400 - 1380\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan terbentuknya gugus nitrat pada sintesis zirkonil nitrat ini (Jose dkk, 2008).

Selanjutnya diambil spektra dari hasil sintesis yang paling optimum yaitu pada penambahan 6 N asam nitrat dan waktu proses sintesis selama 40 menit, hal ini dikarenakan variasi ini memiliki hasil data yang sinkron dengan hasil XRD pada

Gambar 5.4 dan XRF pada **Tabel 5.5** serta memiliki bentuk spektra yang mendekati hasil zirkonil nitrat komersial, dimana spektra dari hasil sintesis paling optimum ini adalah sebagai berikut :



Gambar 5.7. Spektra zirkonil nitrat komersial dan spektra zirkonil nitrat hasil sintesis menggunakan FTIR Bruker ALPHA II

Dari penelitian yang telah dilakukan (Jose dkk, 2008) bahwa terdapat Spektra pada panjang gelombang 1033 cm^{-1} dengan intensitas sedang dan 1384 cm^{-1} dengan intensitas tinggi dimana kedua hal ini menyatakan terbentuknya 2 gugus anion nitrat NO_3^- yang berbeda dan terdapat pergeseran dengan jarak antara 1.257 dan 1.28 \AA yang menyatakan terdapat ikatan koordinasi antara atom Zr dengan Atom O dan gugus nitrat NO_3^- . Kemudian terdapat vibrasi spectra OH yang melebar pada panjang gelombang $3083 - 3700\text{ cm}^{-1}$, selanjutnya terdapat spektra dengan intensitas kuat yang menandakan ikatan OH pada panjang gelombang $1630 - 1546\text{ cm}^{-1}$.

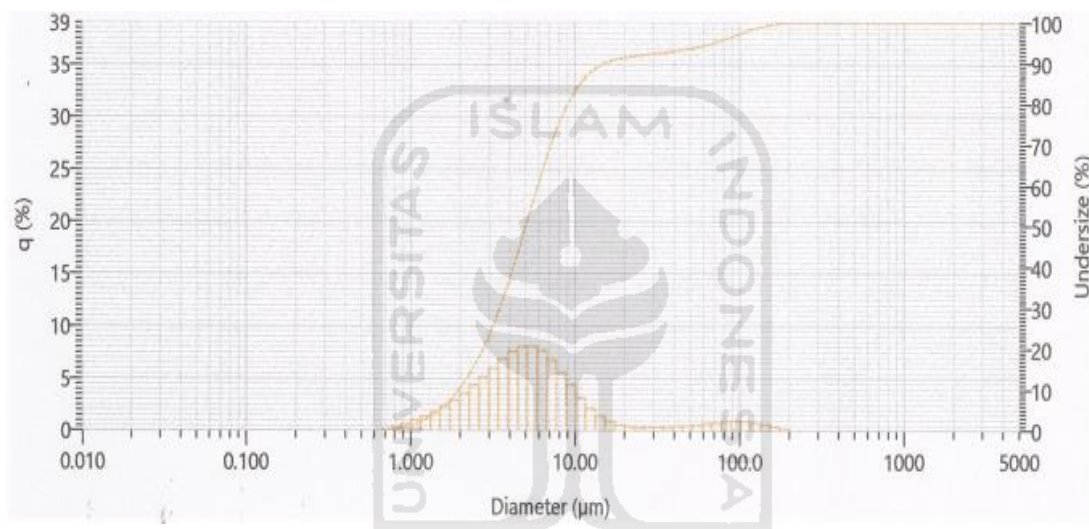
Untuk hasil FTIR dari Spektra diatas **gambar 5.7.** baik sampel ZON komersial dan ZON yang disintesis maka didapatkan data pada sampel ZON komersial terdapat spektra sedang dengan panjang gelombang 1037.45 cm^{-1} dan spektra kuat pada panjang gelombang 1403.85 cm^{-1} yang mana kedua spektra ini menandakan terbentuknya 2 gugus anion nitrat NO_3^- yang berbeda dan menunjukkan terdapat ikatan koordinasi antara atom Zr dengan atom O dan gugus nitrat NO_3^- . Kemudian terdapat dua spektra dengan instensitas kuat terdapat pada panjang gelombang $1636.45 - 1549.99\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan ikatan OH, serta terdapat juga spektra dengan instensitas tinggi yang melebar pada Panjang gelombang $3083.52 - 3604.31\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi spektra OH.

Pada sampel ZON yang disintesis terdapat spektra sedang dengan panjang gelombang 1031.57 cm^{-1} dan spektra kuat pada panjang gelombang 1384.65 cm^{-1} yang mana kedua spektra ini menandakan terbentuknya 2 gugus anion nitrat NO_3^- yang berbeda dan menunjukkan terdapat ikatan koordinasi antara atom Zr dengan atom O dan gugus nitrat NO_3^- . Kemudian spektra dengan instensitas kuat terdapat pada panjang gelombang $1613.74 - 1552.34\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan ikatan OH, serta terdapat juga spektra dengan instensitas tinggi yang melebar pada panjang gelombang $3049.42 - 3591.96\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi spectra OH.

Dari kedua hasil analisis baik sampel ZON Komersial dan sampel ZON hasil sintesis jika dibandingkan dengan penelitian yang telah dilakukan (Jose dkk, 2008) maka dapat diketahui bahwa sintesis zirkonil nitrat dari bahan baku berupa zirkonium oksiklorid dan asam nitrat telah berhasil dilakukan dan didapatkan zirkonil nitrat yang memiliki gugus fungsi yang mirip dengan contoh Komersial dan hasil penelitian yang telah dilakukan.

5.9 Karakterisasi dengan *Particle Size Analyzer* (PSA)

Zirkonil nitrat hasil sintesis dianalisis dengan PSA untuk mengetahui ukuran partikelnya, dimana makin kecil ukuran partikel dari ZON maka luas permukaan partikelnya semakin besar sehingga memungkinkan efisiensi saat bereaksi sebagai umpan ekstraksi cair – cair pada Zr-Hf nya lebih tinggi, maka dari itu nilai jual dari ZON dengan ukuran partikel yang lebih kecil pun akan semakin mahal. Hasil dari PSA pada sampel zirkonil nitrat dapat diamati pada gambar berikut ini.



Gambar 5.8. Hasil PSA zirkonil nitrat menggunakan PSA HORIBA

Diketahui ukuran partikel dari zirkonil nitrat yaitu 11.877 mikron dimana diameter komulatif pada ZON 10 % sebesar 1.9720 mikron, kemudian diameter komulatif pada ZON 50 % sebesar 5.0132 mikron, dan diameter komulatif pada ZON 90 % sebesar 14.9730 mikron, maka dari itu dapat diambil kesimpulan bahwa sampel zirkonil nitrat yang telah disintesis dengan penambahan asam nitrat 6 N selama waktu proses 40 menit menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* ini masih belum memiliki ukuran nano, yang kemungkinan disebabkan oleh beberapa faktor seperti temperatur ruang yang kurang cocok, kecepatan pengadukan yang kurang tinggi, atau waktu proses pengadukan yang kurang lama.

BAB VI

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian sintesis zirkonil nitrat menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* yang telah dilakukan maka dapat ditarik kesimpulan bahwa

- Reaktor gelas berpengaduk *bench scale* dapat digunakan untuk sintesis zirkonil nitrat yang kondisi optimum sintesisnya dipengaruhi oleh faktor pengaruh penambahan konsentrasi HNO_3 dan waktu reaksi sintesis di dalam tangki reaktor gelas berpengaduk *bench scale*, dimana penambahan mol asam nitrat pada konsentrasi terlalu tinggi dapat merusak produk dan jika konsentrasi terlalu rendah maka zirkonil nitrat yang terbentuk tidak sempurna, serta makin lama waktu proses sintesis maka produk zirkonil nitrat yang dihasilkan akan semakin bagus
- Kondisi proses yang optimum untuk sintesis zirkonil nitrat menggunakan reaktor gelas berpengaduk *bench scale* yaitu menggunakan penambahan HNO_3 6N sebanyak 1 liter dan waktu prosesnya selama 40 menit maka akan mendapatkan ZON dengan kondisi terbaik yang mendekati spesifikasi komersial

DAFTAR PUSTAKA

- Aderani Amriva dan Redhika Devi. 2016. Laporan Praktikum Dasar Teknik Kimia. Fakultas Teknologi Industri. Universitas Pembangunan Nasional "Veteran". Yogyakarta.
- Benedict Manson, Pigford Thomas H. & Levi Hans Wolfgang, "Nuclear Chemical Engineering", McGraw-Hill Book Company, New York, 1981.
- Basset, J. 1994. *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta : EGC
- Benjamin, M.MA., " Nuclear Reactor Materials and Applications ", Van Nostrand Reinhold Co., New York, 1983, pp. 299-307.
- BSN. 2000. *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi*. SNI-19-17025-2000.
- Callister, 2007. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. Seventh Edition. John Wiley & Sons Inc. New York.
- Day, R.A. 1986. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Erlangga: Jakarta
- Dwiretnani, Sudjoko dan Triyono. PENINGKATAN KUALITAS ZIRKONIA HASIL OLAH PASIR ZIRKON. PSTA-BATAN Yogyakarta. GANENDRA, Vol. XI, No. 1, Januari 2008.
- Firdos, I.A. 2016. *Modifikasi Ca-Bentonit menjadi Organo-Bentonit dengan Penambahan Albumin sebagai Adsorben untuk Mengurangi Kadar Asam Lemak Bebas pada Minyak Goreng Bekas*. Skripsi. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Gaman, P. M. 1994. *Pengantar Ilmu Pangan Nutrisi dan Mikrobiologi*. Yogyakarta: UGM Press.
- Gergely, 2010. Preparation and Characterization of Hydroxyapatite from Eggshell. *Journal of Ceramics International*, 36(2010): 803-806.
- H. Poernomo, Sajima, and N. D. Pusporini. 2020. *Synthesis of Zirconium Oxychloride and Zirconia Low TENORM by Zircon Sand from Landak West Kalimantan*. J. Phys.: Conf. Ser. 1436 012106
- Hendayana, Sumar, dkk. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang : IKIP Press
- Jobi Jose, M. Junaid Bushiri, K. Jayakumar, and V. K. Vaidyan. 2008. *Infrared and Raman Spectral Studies of Zirconium Hydrated Nitrate*. University of Kelara, India.

- Jenkin, R. 1995. *Quantitative X-Ray Spectrometry*. Second Edition, Marcel Dekker, Inc.
- Khopkar. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kroschwitz, Jacqueline I. (1990), *Polymer Characterization and Analysis*, John Wiley & Sons Inc., USA
- Kwela, Z.N. 2006. *Alkali Fusion Processes for Recovery of Zirconia and Zirconium From Zircon Sand*. Afrika Selatan: University of Pretoria.
- Malvern Instrumets Limited. 2012. A Basic Guide to Particle Characterization. Tersedia di <http://www.malvern.com>[diakses 29-3-2018]..
- Misnawati, Irfa, Skripsi “Analisis Pengaruh Non Performing Financing (NPF) dan Capital Adequency Ratio (CAR) terhadap Return On Equity (ROE) pada Bank Umum Syariah”, IAIN Walisongo Semarang, 2006
- Monthly. 1980. *Electronic Absorption Spectrum of Cobalt Antipyrine Complex*. India : S.V. University
- Moch Rosidi., “Pengadukan dalam Proses Koagulasi - Flokulasi, Chemistry – Environment”, 8 Juni 2015
- Muksin, I., C. Karangan, W. Setiawan, & L.N. Agung. 2014. Prospeksi Zirkon, Pasir Kuarsa dan Kaolin di Kabupaten Bangka Tengah, Provinsi Kepulauan Bangka Belitung.
- Maria Veronika P. & Muzakky. *Optimization and Kinetics of Zirconium Oxychloride (ZOC) Dissolution Using HNO₃*. Indonesian Journal of Chemistry, 2019, 19 (4), 926 – 935.
- Nanotech 2012. Jasa Karakterisasi PSA (Partikel Size Analyzer) dan Zeta potensial. Balai Inkubator Teknologi Serpong-Tangerang.
- Paul L. BROWN et al. 2005. *CHEMICAL THERMODYNAMICS OF ZIRCONIUM*. ASIRC, Monash University Churchill (Australia).
- Praptiningsih, Yulia. 1999. *Buku Ajar Teknologi Pengolahan*. FTP UNEJ: Jember.
- Purba, Micahel. 2006. *IPA Kimia*. Jakarta : Erlangga.
- Rahmawati. 2005. *Kimia Anorganik*. Bandung : ITB.
- Ran Liu, Jing Kui Qu, Jing Song, Tao Qi, Ailing Du, “Analysis of Water Leaching and Transition in Zirconium Oxychloride Octahydrate Production”, 2013

- Ristina, maria. 2006. *Petunjuk Praktikum Instrumen Kimia*. STTN – Batan: Yogyakarta
- Saleha, 2015. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Nanopartikel Kalsium Oksida (CaO) Cangkang Telur untuk Aplikasi Dental Implan. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIX HFI Jateng & DIY*, 1(1): 124-127.
- Senyan, H., I.H. Silalahi, & Harlia. 2013. Pengaruh Variasi Massa Natrium Hidroksida pada Pembuatan Zirkonium Oksida dari Pasir Mineral Zirkon Asal Mandor Kabupaten Landak. *JKK*, 2(3): 157-162.
- Setiawan, A.N. 2007. *Ekstraksi dan Karakterisasi Pasir Zirkon Ke Zirkonia dengan Proses Alkali Fusion*. Tugas akhir. Bandung: Jurusan S1 Teknik Material Institut Teknologi Bandung.
- Silverstein. 2002. *Identification of Organic Compound, 3rd Edition*. New York: John Wiley & Sons Ltd.
- Sudarto, Kallista D, Hermawan D. 2008. Kajian teknis aspek pengawasan bahan nuklir dalam pasir zirkon. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi, Pusat Pengkajian Sistem Teknologi dan Pengawasan Instalasi Bahan Nuklir.2* : 30-38.
- 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.
- Susetyo, W. 1998. Spektrometer Gamma dan Penerapannya dalam Analisis Pengaktifan Netron. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Taftazani, 2017. *Diktat Kuliah Kimia Instrumental 2: X-Ray Diffraction*. Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.
- T. Handini, Suprihati, S. Sukmajaya. 2012. *Pembuatan Zirkonil Nitrat dari Zirkon Oksiklorid Untuk Umpan Ekstraksi Zr-Hf Dengan Mixer-Settler (MS)*. PSTA – BATAN. Yogyakarta.
- Wardani, 2015. Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur dengan Metode Presipitasi. *JDM FTEKNIK*, 2(1): 1-6
- Wirakartakusumah, M.A. 1989. Pengantar Teknik Pangan. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Pusat Antar universitas Pangan dan Gizi Institut Pertanian Bogor.

Lampiran 1. Perhitungan pengenceran HCl pada sintesis ZOC

Diketahui :

- Konsentrasi HCl awal = 12 N

Ditanya : Normalitas HCl 4 N dalam 1 liter

Jawab :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$12 \text{ N} \times V_1 = 4 \text{ M} \times 1 \text{ L}$$

$$V_1 = 333,33 \text{ ml}$$

Lampiran 2. Perhitungan pengenceran Konsentrasi HNO₃

Diketahui :

- (ρ) Densitas HNO₃ = 1,40 Kg / m³
- % HNO₃ = 65 %
- Mr HNO₃ = 63 gram / mol

Ditanya : Konsentrasi HNO₃ ?

Jawab :

$$M = \frac{\rho \times 10 \times \%}{Mr}$$

$$M = \frac{1,40 \text{ Kg} / \text{m}^3 \times 10 \times 65 \%}{63 \text{ gram} / \text{mol}}$$

M =	14,44 M
N =	M x Valensi HNO ₃
N =	14,44 M x 1
N =	14,44 N

Lampiran 3. Perhitungan pengenceran variasi konsentrasi HNO₃

Konsentrasi 3 N :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$3 \text{ N} \times 1000 \text{ mL} = 14,44 \text{ N} \times V_2$$

$$V_2 = 207,75 \text{ ml}$$

Konsentrasi 4 N :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$4 \text{ N} \times 1000 \text{ mL} = 14,44 \text{ N} \times V_2$$

$$V_2 = 277 \text{ ml}$$

Konsentrasi 5 N :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$5 \text{ N} \times 1000 \text{ mL} = 14,44 \text{ N} \times V_2$$

$$V_2 = 346,26 \text{ ml}$$

Konsentrasi 6 N :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$6 \text{ N} \times 1000 \text{ mL} = 14,44 \text{ N} \times V_2$$

$$V_2 = 415,55 \text{ ml}$$

Lampiran 4 Perhitungan perbandingan ZOC : HNO₃ (1:50) yang digunakan

Konsentrasi 3 N :

$$m = N \times V$$

$$m = 3 \text{ N} \times 1000 \text{ ml}$$

$$m = 3000 \text{ mmol} / 3 \text{ mol}$$

$$m = (1:50) \times 3 \text{ mol} = 0,06 \text{ mol}$$

$$\text{ZOC} = \text{mol} \times \text{Mr ZOC}$$

$$\text{ZOC} = 0,06 \text{ mol} \times 286,22 \text{ gram} / \text{mol}$$

$$\text{ZOC} = \mathbf{17,17 \text{ gram}}$$

Konsentrasi 4 N :

$$m = N \times V$$

$$m = 4 \text{ N} \times 1000 \text{ ml}$$

$$m = 4000 \text{ mmol} / 4 \text{ mol}$$

$$m = (1:50) \times 4 \text{ mol} = 0,08 \text{ mol}$$

$$\text{ZOC} = \text{mol} \times \text{Mr ZOC}$$

$$\text{ZOC} = 0,08 \text{ mol} \times 286,22 \text{ gram} / \text{mol}$$

$$\text{ZOC} = \mathbf{22,89 \text{ gram}}$$

Konsentrasi 5 N :

$$m = N \times V$$

$$m = 5 \text{ N} \times 1000 \text{ ml}$$

$$m = 5000 \text{ mmol} / 5 \text{ mol}$$

$$m = (1:50) \times 5 \text{ mol} = 0,1 \text{ mol}$$

$$\text{ZOC} = \text{mol} \times \text{Mr ZOC}$$

$$\text{ZOC} = 0,1 \text{ mol} \times 286,22 \text{ gram} / \text{mol}$$

$$\text{ZOC} = \mathbf{286,22 \text{ gram}}$$

Konsentrasi 6 N :

$$m = N \times V$$

$$m = 6 \text{ N} \times 1000 \text{ ml}$$

$$m = 6000 \text{ mmol} / 6 \text{ mol}$$

$$m = (1:50) \times 6 \text{ mol} = 0,12 \text{ mol}$$

$$\text{ZOC} = \text{mol} \times \text{Mr ZOC}$$

$$\text{ZOC} = 0,12 \text{ mol} \times 286,22 \text{ gram} / \text{mol}$$

$$\text{ZOC} = \mathbf{34,34 \text{ gram}}$$



Lampiran 4. Hasil analisis XRF pada zirkonil nitrat

Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Si	0.372	%	SiO ₂	0.772	%
P	0	ppm	P ₂ O ₅	0	ppm
K	334.4	ppm	K ₂ O	308.6	ppm
Ca	0.522	%	CaO	0.558	%
Ti	0.917	%	TiO ₂	1.167	%
V	24.1	ppm	V ₂ O ₅	32.1	ppm
Mn	45.6	ppm	MnO	44.8	ppm
Fe	0.146	%	Fe ₂ O ₃	0.159	%
Co	0	ppm	Co ₃ O ₄	0	ppm
Zn	163.5	ppm	ZnO	154.9	ppm
As	0	ppm	As ₂ O ₃	0	ppm
Se	14.7	ppm	SeO ₂	15.5	ppm
Y	0.258	%	Y ₂ O ₃	0.246	%
Zr	90.829	%	ZrO ₂	91.496	%
Te	198.3	ppm	TeO ₂	184.3	ppm
La	0	ppm	La ₂ O ₃	0	ppm
Ce	284.9	ppm	CeO ₂	266.3	ppm
Pr	0	ppm	Pr ₂ O ₃	0	ppm
Nd	0	ppm	Nd ₂ O ₃	0	ppm
Pm	0.8	ppm	Pm ₂ O ₃	0.9	ppm
Sm	0	ppm	Sm ₂ O ₃	0	ppm
Eu	0	ppm	Eu ₂ O ₃	0	ppm
Gd	0	ppm	Gd ₂ O ₃	0	ppm
Tb	0	ppm	Tb ₄ O ₇	0	ppm
Dy	0	ppm	Dy ₂ O ₃	0	ppm
Ho	0	ppm	Ho ₂ O ₃	0	ppm
Er	0	ppm	Er ₂ O ₃	0	ppm
Tm	274.8	ppm	Tm ₂ O ₃	239.8	ppm
Yb	96.2	ppm	Yb ₂ O ₃	83.2	ppm
Lu	0	ppm	Lu ₂ O ₃	0	ppm
Hf	2.907	%	HfO ₂	2.609	%
Re	12.2	ppm	ReO ₂	10.7	ppm
Pb	69.6	ppm	PbO	55.6	ppm
Bi	229.5	ppm	Bi ₂ O ₃	192.3	ppm
Th	139.1	ppm	ThO ₂	121.1	ppm

Lampiran 5. Hasil PSA dari zirkonil nitrat

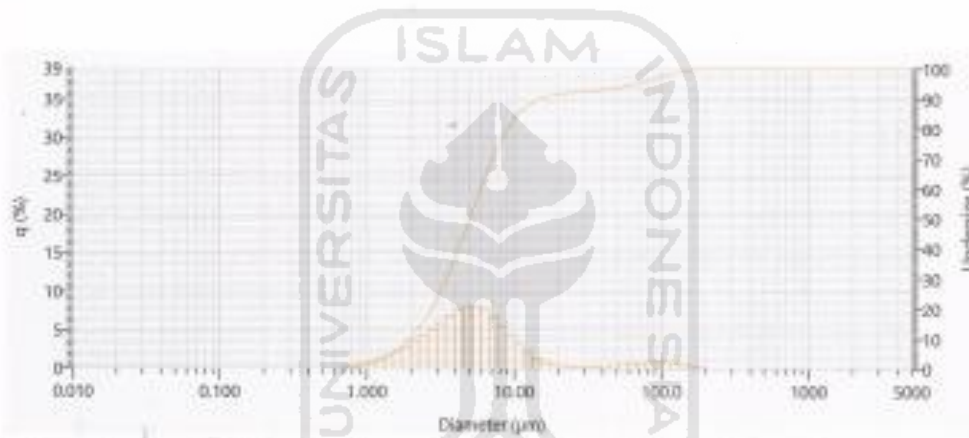
2020.11.25 10:36:12

HORIBA Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer LA-960

Result file name : 080.C.PSA.XI.2020

Sample Name : ZON
 Material : Zirkonium
 Distribution base : Volume
 Transmittance (R) : 92.0 (%)
 Source :
 Transmittance (B) : 85.7 (%)

Median size : 5.01315 (µm)
 Mean size : 11.87747 (µm)
 Mode size : 5.4652 (µm)
 D_v(0.1) : 1.97198 (µm)
 D_v(0.5) : 5.01315 (µm)
 D_v(0.9) : 14.97302 (µm)
 Diameter on cumulative % : (1)10.00 (%) - 1.9720 (µm)
 : (2)50.00 (%) - 5.0132 (µm)
 : (3)90.00 (%) - 14.9730 (µm)



No	Diameter (µm)	n (%)	Undersize (%)	No	Diameter (µm)	n (%)	Undersize (%)	No	Diameter (µm)	n (%)	Undersize (%)	No	Diameter (µm)	n (%)	Undersize (%)
1	0.071	0.000	0.000	24	0.444	0.000	0.000	46	11.071	0.450	44.663	50	47.814	0.000	100.000
2	0.091	0.000	0.000	25	0.515	0.000	0.000	47	13.071	0.020	45.063	51	55.714	0.000	100.000
3	0.112	0.000	0.000	26	0.586	0.000	0.000	48	15.071	0.071	45.463	52	65.714	0.000	100.000
4	0.133	0.000	0.000	27	0.657	0.000	0.000	49	17.071	0.194	45.863	53	77.714	0.000	100.000
5	0.154	0.000	0.000	28	0.728	0.000	0.000	50	19.071	0.400	46.263	54	90.714	0.000	100.000
6	0.175	0.000	0.000	29	0.800	0.000	0.000	51	21.071	0.784	46.663	55	104.714	0.000	100.000
7	0.196	0.000	0.000	30	0.871	0.000	0.000	52	23.071	1.350	47.063	56	119.714	0.000	100.000
8	0.217	0.000	0.000	31	0.942	0.000	0.000	53	25.071	2.194	47.463	57	135.714	0.000	100.000
9	0.238	0.000	0.000	32	1.013	0.000	0.000	54	27.071	3.320	47.863	58	152.714	0.000	100.000
10	0.259	0.000	0.000	33	1.084	0.000	0.000	55	29.071	4.730	48.263	59	170.714	0.000	100.000
11	0.280	0.000	0.000	34	1.155	0.000	0.000	56	31.071	6.420	48.663	60	189.714	0.000	100.000
12	0.301	0.000	0.000	35	1.226	0.000	0.000	57	33.071	8.384	49.063	61	209.714	0.000	100.000
13	0.322	0.000	0.000	36	1.297	0.000	0.000	58	35.071	10.620	49.463	62	230.714	0.000	100.000
14	0.343	0.000	0.000	37	1.368	0.000	0.000	59	37.071	13.130	49.863	63	252.714	0.000	100.000
15	0.364	0.000	0.000	38	1.439	0.000	0.000	60	39.071	15.910	50.263	64	275.714	0.000	100.000
16	0.385	0.000	0.000	39	1.510	0.000	0.000	61	41.071	18.960	50.663	65	300.714	0.000	100.000
17	0.406	0.000	0.000	40	1.581	0.000	0.000	62	43.071	22.280	51.063	66	327.714	0.000	100.000
18	0.427	0.000	0.000	41	1.652	0.000	0.000	63	45.071	26.880	51.463	67	356.714	0.000	100.000
19	0.448	0.000	0.000	42	1.723	0.000	0.000	64	47.071	32.760	51.863	68	387.714	0.000	100.000
20	0.469	0.000	0.000	43	1.794	0.000	0.000	65	49.071	39.920	52.263	69	420.714	0.000	100.000
21	0.490	0.000	0.000	44	1.865	0.000	0.000	66	51.071	48.360	52.663	70	455.714	0.000	100.000
22	0.511	0.000	0.000	45	1.936	0.000	0.000	67	53.071	58.080	53.063	71	492.714	0.000	100.000
23	0.532	0.000	0.000	46	2.007	0.000	0.000	68	55.071	69.080	53.463	72	531.714	0.000	100.000
24	0.553	0.000	0.000	47	2.078	0.000	0.000	69	57.071	81.360	53.863	73	572.714	0.000	100.000
25	0.574	0.000	0.000	48	2.149	0.000	0.000	70	59.071	94.920	54.263	74	615.714	0.000	100.000
26	0.595	0.000	0.000	49	2.220	0.000	0.000	71	61.071	109.760	54.663	75	660.714	0.000	100.000
27	0.616	0.000	0.000	50	2.291	0.000	0.000	72	63.071	125.880	55.063	76	707.714	0.000	100.000
28	0.637	0.000	0.000	51	2.362	0.000	0.000	73	65.071	143.280	55.463	77	756.714	0.000	100.000
29	0.658	0.000	0.000	52	2.433	0.000	0.000	74	67.071	161.960	55.863	78	807.714	0.000	100.000
30	0.679	0.000	0.000	53	2.504	0.000	0.000	75	69.071	181.920	56.263	79	860.714	0.000	100.000
31	0.700	0.000	0.000	54	2.575	0.000	0.000	76	71.071	203.160	56.663	80	915.714	0.000	100.000



LABORATORIUM PENGUJIAN OBAT, MAKANAN DAN KOSMETIK
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
 Jl. Kefauangan KM. 14,5 Siemen Yogyakarta - Telp. (0274) 898444 ext. 3037 - Fax. (0274) 896439

SERTIFIKAT PENGUJIAN
TEST CERTIFIED

Number: 142/LPOMK/XI/2020

Number

Halaman: 1 dari 2

Page

Dibuat untuk : Renaldi Daffa

Alamat:
Address

Jenis>Nama Sampel : Terlampir
Type/Name of sample

Asal Sampel : Pelanggan
Origin of sample

Jumlah Sampel : 1 (Satu) buah
Amount of sample

Kode Sampel : Terlampir
Sample code

Parameter: Mikro Partikel
Parameters

Tanggal Pengambilan Sampel :--
Sample taken on

Tanggal Penerimaan Sampel :
Sample received on

Tanggal Pengujian Sampel :
Sample tested on



LABORATORIUM PENGUJIAN OBAT, MAKANAN DAN KOSMETIK
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
 Jl. Kaliurang KM. 14,5 Sleman Yogyakarta - Telp. (0274) 898444 ext. 3037 - Fax. (0274) 896439

SERTIFIKAT PENGUJIAN
TEST CERTIFIED

Nomor: 142/LPOMK/XI/2020

Number


Halaman: 2 dari 2

Page

HASIL PENGUJIAN
TEST RESULT

No	Nama Sampel	Kode	Label	Parameter	Satuan	Hasil Uji*	Metode Uji
1	Zirkonium	080/C/PSA/XI/2020	L1	Mikro Partikel	µm	11,87	Static light scattering menggunakan alat PSA

Yogyakarta, November 2020
 Manajer Teknis


Ari Wibowo, M.Sc., Apt
 NIP. 086130404

Catatan : 1. Hasil pengujian ini hanya berlaku untuk sampel yang diuji

Notes These test result are only valid for the tested samples

2. Sertifikat ini tidak boleh diperbanyak/digandakan tanpa izin dari Manajer Teknis

Laboratorium

The certificate shall not be reproduced (copied) without the written permission of the laboratory Technical Manager

Lampiran 6. Foto kegiatan kegiatan penelitian

Proses pelindian air pada natrium zirkonat



Natrium zirkonat hasil pelindian air



Proses pelindian asam dengan penambahan HCl



Proses evaporasi pada ZOC



Filtrasi pada ZOC yang telah dievaporasi



ZOC sebagai bahan baku sintesis ZON





Reaktor gelas berpengaduk *bench scale* untuk sintesis zirkonil nitrat



Proses evaporasi pada zirkonil nitrat



Pengeringan zirkonil nitrat



Padatan zirkonil nitrat



Zirkonil nitrat yang siap disintesis dengan instrument

