PENGOLAHAN AIR LIMBAH HASIL PELINDIAN MENGGUNAKAN AIR PADA PILOT PLANT EKSTRAKSI ZIRKON SECARA EVAPORASI

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:

Muhammad Rifqi Akram

No Mhs: 18612018

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA

2023

PENGOLAHAN AIR LIMBAH HASIL PELINDIAN MENGGUNAKAN AIR PADA PILOT PLANT EKSTRAKSI ZIRKON SECARA EVAPORASI

SKRIPSI

Yang diajukan oleh:

Muhammad Rifqi Akram No Mhs: 18612018

Telah dipertahankan dihadapan Dewan Penguji Skripsi

Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Tanggal: 31 Januari 2023

Dewan Penguji

Tandatangan

- 1. Prof. Dr. rer.nat Agus Taftazani
- 2. Ir. Herry Poernomo M.T., PAU
- 3. Salmahaminati, M.Sc., Ph.D.
- 4. Ika Yanti, M.Sc.

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

rof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Muhammad Rifqi Akram

NIM : 18612018

Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya dengan judul PENGOLAHAN AIR LIMBAH HASIL PELINDIAN MENGGUNAKAN AIR PADA PILOT PLANT EKSTRAKSI ZIRKON SECARA EVAPORASI bersifat asli dan tidak berisi material yang diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila terdapat konstribusi dari penulisan lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan dalam skripsi ini.

Apabila dikemudian 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, 20 Januari 2023

Yang Menyatakan

Muhammad Rifqi Akram

Nim 18612018

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr. Wb

Allhamdulillah, segala puji dan syukur penulis panjatkan atas kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya. Tidak lupa sholawat serta salam penulis haturkan kepada junjunan kita Nabi Muhammad SAW dan para sahabatnya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skipsi ini dengan baik guna memenuhi salah satu ysarat mencapai gelar Sarjana Sains (S. Si) Program Studi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia dengan judul "Pengolahan Air Limbah Hasil Pelindian Menggunakan Air Pada Pilot Plant Ekstraksi Zirkon Secara Evaporasi"

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 terimakasih kepada:

- 1. Allah SWT dan Rasulullah Muhammad SAW beserta para pengikutnya.
- Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
- Gani Purwiandono, S.Si., M.Sc., Ph.D selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
- 4. Prof. Dr.rer.nat. Ir. Agus Taftazani selaku pembimbing 1 yang telah meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan penulis selama melakukan perencanaan dan penulisan Skripsi.
- 5. Ir. Herry Poernomo, M.T., PAU. selaku pembimbing 2 dan pembimbing lapangan yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan penulis semala melakukan perencanaan, penelitian dan penulisan Skripsi.
- 6. Ir. Muzzaky, M.Si. selaku pembimbing lapangan yang telah membimbing dan meluangkan waktunya selama melakukan penelitian.
- Kedua orang tua, adik dan keluarga besar atas doa, kasih sayang, kepercayaan dan dukungan tiada hentinya.
- 8. Hafiz, Rizki, Fina, Della, dan teman-teman lainnya yang telah memberikan memori indah dan bantuannya selama perkuliahan.

- 9. Novia, Manda, Rica, Balqis, Ita yang telah menambahkan kesan baik selama penelitian berlangsung.
- 10. Dipta atas doa, kepercayaan, dan dukungannya.
- 11. Semua pihak yang telah membantu sehingga Skripsi ini dapat terselesaikan dengan lancar dan baik.

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, 20 Januari 2023

Penulis

Muhammad Rifqi Akram

NIM 18612018

PENGOLAHAN AIR LIMBAH HASIL PELINDIAN MENGGUNAKAN AIR PADA PILOT PLANT EKSTRAKSI ZIRKON SECARA EVAPORASI

MUHAMMAD RIFQI AKRAM 18612018

INTISARI

Pengolahan air limbah hasil pelindian air menggunakan metode evaporasi. Sebelum masuk pada tahap evaporasi, dilakukan proses pembuatan umpan (air limbah). Campuran pasir zirkon dengan natrium hidroksida digunakan sebagai bahan utama dalam proses peleburan. Padatan hasil leburan dilakukan proses pelindian secara bertingkat menggunakan air. Analisis yang dilakukan sesuai dengan unsur atau komponen yang berpengaruh terhadap air proses yaitu Si, Na, Fe, Mg, Ca, radioaktivitas dan derajat keasaman, sehingga instrument analisis yang digunakan antara lain: pH meter, AAS, ICP, spektrofotometer UV-Vis, spektrometer alpha dan beta. Hasil karakterisasi pasir zirkon dengan XRF diperoleh unsur dengan konsentrasi dalam % berat sebagai berikut: ZrO₂ (61,50%), SiO₂ (31,90%), Na₂O (0,00%), Fe₂O₃ (0,10%), MgO(0,20%), CaO (0,00%), TiO₂ (0,70%), HfO₂ (1,70%), ThO₂ (491,5 ppm) dan U₃O₈ (478,9 ppm). Kemudian diperoleh hasil radioaktivitas alpha sebesar $2,523 \pm 0,143$ Bq/kg dan beta sebesar $8,649 \pm 0,127$ Bq/kg. Proses pelindian air menghasilkan air limbah dengan volume berkisar 30 L sampai 40 L disetiap tingkatnya, sedangkan proses evaporasi menghasilkan kondensat dan konsentrat. Diperoleh kadar tertinggi radioaktivitas alpha total pada air limbah, konsentrat evaporasi dan kondensat evaporasi berturut-turut sebesar 2,436 Bq/L; 0,198 Bq/L dan; <0,012 (Minimum Detectable Activity). Selanjutnya kadar tertinggi radioaktivitas beta total pada air limbah sebesar 1,811 Bq/L sedangkan pada kondensat dan konsentrat diperoleh <0,012 (Minimum Detectable Activity). Diperoleh hasil analisis konsentrasi Si, Na, Fe, Mg, Ca, dan radioaktivitas pada kondensat evaporasi yang diperoleh telah memenuhi baku mutu air.

Kata kunci: pengolahan air limbah, pelindian air, kondensat, konsentrat, baku mutu air.

WASTE WATER TREATMENT FROM WATER LEACHING AT PILOT PLANT ZIRCON EXTRACTION BY EVAPORATION

MUHAMMAD RIFQI AKRAM

18612018

ABSTRACT

The treatment of wastewater leaching result using the evaporation method. Before evaporation is carried out, at the biginning of the process, zircon sand or zirconium silicate (ZrSiO₄) is smalted with sodium hidroxide (NaOH). Then the melted product is carried out in a multilevel leaching process using water. Analysis process according to elements or components that directly affect process water are silica (Si), iron or ferrum (Fe), magnesium (Mg), calsium (Ca), radioactivity and degree of acidity (pH). The analytical instruments used include: pH meter, atomic absoption spectrophotometer (AAS), inductively coupled plasma (ICP), X-Ray Diffraction (XRD), X-Ray Fluorescence (XRF), spectrofotometer UV-Vis, and alpha beta spectrometers. The results of characterization of zirconium silicate with XRF show the concentration of oxide compounds in percent by weight as follows: ZrO₂ (61.50%), SiO₂ (31.90%), Na₂O (0.00%), Fe₂O₃ (0.10%), MgO (0.20%), CaO (0.00%), TiO₂ (0.70%), HfO₂ (1.70%), ThO₂ (491.5 ppm) and U₃O₈ (478.9 ppm), with alpha radioactivity (2.523 \pm 0.143 Bq/kg) and beta radioactivity (8.649 \pm 0.127 Bq/kg). The water leaching process discharges wastewater with volumes in the range of 30 L to 40 L at each level. Each evaporation process produces condensate and concentrate. The highest levels of total alpha radioactivity were obtained in wastewater, evaporated concentrate and evaporated condensate, respectively of 2.436 Bq/L; 0.198 Bq/L and concentrate it was < 0.012 (Minimum Detectable Activity). Then the highest level of total beta radioactivety in wastewater was 1.811 Bg/L while in condensate and concentrate it was < 0.0127 (Minimum Detectable Activity). The results of analysis of the concentrations of Si, Na, Fe, Mg, Ca, and radioactivity in the evaporated condensate, it was found that they met the water quality standard.

Keywords: wastewater treatment, water leaching, condensate, concentrate, water quality standard.

Daftar Isi

Cov	er		i
KAT	ГΑР	PENGANTAR	. v
INT	ISAl	RIv	/ii
Daft	ar Is	ii	ix
		ambar	
Daft	ar T	abelx	ιii
BAE	ВІР	ENDAHULUANx	
1.	1	Latar Belakang	
1.	2	Rumusan Masalah	
1.	3	Tujuan Penelitian	
1.	4	Manfaat Penelitian	. 3
		ΓΙΝJAUAN PUSTAKA	
BAE	3 III	DASAR TEORI	
3.	1	Senyawa Zirkon	. 6
3.	3	Peleburan Zirkon	. 6
3.	4	Pelindian	
3.	5	Pilot Plant	. 8
3.	6	Evaporasi	. 9
3.	7	Air Proses	
3.		Persyaratan Air Proses	
3.	9	Pengaruh zat besi	12
3.	10	Pengaruh kesadahan	
3.	11	Radioaktivitas	14
3.	12	Spektrometri X-Ray Fluorescence	17
	14	Spektrofotometri Serapan Atom	
BAE	3 IV	METODE PENELITIAN	23
4.	1	Alat2	23
4.	2	Bahan2	23
4.	3	Cara Kerja	23
	4.3.	1 Pembuatan Umpan	23
	4.3.	2 Pengolahan Air Limbah	24
	13	3 Analisis	24

4.4 Skema Kerja	25
BAB V PEMBAHASAN	26
5.1 Karakterisasi Pasir Zirkon (ZrSiO4) Menggunakan XRF, XRD, Spedan Beta.	•
5.1.1 Karakterisasi Pasir Zirkon dengan XRF	
5.1.2 Karakterisasi Pasir Zrikon dengan XRD	
5.1.3 Karakterisasi Pasir Zirkon dengan Spektrometer Alpha dan Be	ta31
5.1.4 Perbandingan Hasil Uji dengan Spesifikasi Pabrik	32
5.1 Karakterisasi dengan pH Meter	33
5.2 Karakterisasi dengan ICP	36
5.3 Karakterisasi dengan AAS	38
5.3.1 Hasil Uji Komposisi Magnesium (Mg)	38
5.3.2 Hasil Uji Komposisi Kalsium (Ca)	
5.3.3 Hasil Uji Komposisi Besi (Fe)	
5.4 Karakterisasi dengan Spektrifotometer UV-Vis	44
5.5 Karakterisasi dengan Spektrometer Alpha dan Beta	
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN	54

Daftar gambar

Gambar 1. Contoh flowchart pengolahan zirkonium di perusahaan pertambangan5
Gambar 2. Unit Pilot Plant Ekstraksi Zirkon
Gambar 3. Contoh Scaling
Gambar 4. Komponen Alat Spektrofotometer Serapan Ato.m
Gambar 5 Komponen Alat Inductively Couple Plasma
Gambar 6. lapisan Zirconium Silicate dengan natrium hidroksida pada mangkuk26
Gambar 7. Kurva Temperatur Vs Suhu pada proses peleburan zirkon
Gambar 8. Kurva Penentuan Titik Akhir Proses Pelindian Air pada Pengolahan Zirconium Silicate
Gambar 9. Pasir Zirkon
Gambar 10. Hasil Pengujian XRD pada Zirconium Silicate31
Gambar 11. Kurva Kadar pH pada Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air Sentrifugasi, dan Konsentrat Evaporasi
Gambar 12. Kurva Kadar pH pada Kondensat Evaporasi
Gambar 13. Kurva Hasil karakterisasi Natrium dengan ICP
Gambar 14. Kurva Konsentrasi Na pada Kondensat Evaporasi
Gambar 15. Kurva Hasil karakterisasi Magnesium dengan AAS
Gambar 16. Kurva Hasil Karakterisasi Kalsium dengan AAS42
Gambar 17. Kurva Hasil Karakterisasi Silika dengan Spektrofotometer Uv-Vis45
Gambar 18. Perbedaan Tingkat Kekeruhan pada Destilat Evaporasi (A) dengan Air Sentrifugasi (B)

Daftar Tabel

Tabel 1. Baku Mutu air Sungai11
Tabel 2. Baku Mutu Air Minum
Tabel 3. Hasil Uji komposisi pada pasir zirkon menggunakan XRF
Tabel 4. Hasil Analisis Radioaktivitas Alpha dan Beta Total pada Zirconium Silicate32
Tabel 5. Standar Spesifikasi Zirconium Silicate di PT Monoken Surya33
Tabel 6. pH Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air Sentrifugasi, Kosentrat Evaporasi dan Kondensat Evaporasi
Tabel 7. Konsentrasi Natrium (Na) pada Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air sentrifugasi, Kondensat Evaporasi, Kosentrat Evaporasi. 37
Tabel 8 Konsentrasi Magnesium (Mg) pada Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air Sentrifugasi, Kondensat Evaporasi, Konsentrat Evaporasi. 39
Tabel 9. Hasil Perhitungan Konsentrasi MgCO ₃ 40
Tabel 10. Hasil karakterisasi kalsium dengan AAS41
Tabel 11. Hasil Perhitungan konsentrasi CaCO ₃ 43
Tabel 12. Konsentrasi Besi (Fe) pada Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air Sentrifugasi, Kondensate Evaporasi, Konsentrat Evaporasi
Tabel 13. Konsentrasi Silika pada Kondensat Evaporasi dan Air sentrifugasi44
Tabel 14. Hasil Analisis Radioaktivitas Alpha Total Pada Air Limbah, Kondensat Evaporasi, Air Sentrifugasi, dan Konsentrat Evaporasi
Tabel 15. Hasil Analisis Radioaktivitas Dari Air Limbah, Kondensat Evaporasi, Air Sentrifugasi, dan Konsentrat Evaporasi

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sumber daya mineral di Indonesia akan terus mengalami peningkatan karena masih banyak potensi sumber daya mineral yang belum dimanfaatkan secara maksimal (Senyan dkk, 2013). Disisi lain dari meningkatnya pemanfaatan sumber daya mineral di Indonesia akan berbanding lurus dengan hasil samping yang dihasilkan dari pengolahan mineral tersebut, salah satu hasil samping yang diperoleh dari pengolahan sumber daya mineral adalah pasir zirkon.

Zirkonium dalam bentuk pasir zirkon maupun *zirconium chemical* dapat mengandung unsur radioaktif U beserta anak luruhnya dan Th beserta anak luruhnya, dalam hal ini subtansi Peraturan Kepala (Perka) Bapeten No.9 Tahun 2009 tentang Intervensi terhadap paparan yang berasal dari TENORM dalam pasal 5 ayat (3) dan (4) adalah intervensi terhadap paparan TENORM perlu dilaksanakan oleh penghasil TENORM melalui Tindakan remedial jika melampaui tingkat intervensi sebagaimana dalam pasal 7 sebagai berikut: (IAEA, 2007)

- Tingkat intervensi sebagaimana dimaksud dalam pasal 5 ayat (3) Perka Bapeten
 No. 9 Tahun 2009 dapat dinyatakan dalam:
 - a. Jumlah atau kuantitas TENORM paling sedikit 2 (dua) ton; dan
 - Tingkat kontaminasi sama dengan atau lebih kecil dari 1 Bq/cm2 (satu becquerel persentimeter persegi) dan/atau konsentrasi aktivitas sebesar:
 - 1. 1 Bq/gr (satu Becuerel pergram) untuk tiap rradionuklida anggota deret uranium dan thorium; atau
 - 2. 10 Bg/gr (sepuluh Becquerel pergram) untuk Kalium.
- Radionuklida sebagaimana dimaksud pada ayat (1) huruf b angaka 1 paling kurang meliputi: Pb-210, Ra-226, Ra-228, Th-228, Th-230, Th-234, dan/atau Po-210.

Pengolahan pasir zirkon terbagi menjadi beberapa tahapan, dimulai dengan proses peleburan, kemudian dilanjut dengan proses pelindian. Peleburan merupakan proses ketika material yang terbentuk dalam reaksi kimia terpisah menjadi dua atau lebih lapisan. Salah satu cara agar memperoleh zirkonium adalah melakukan peleburan zirkon dengan soda api atau natrium hidroksida (NaOH), disertai dengan pemanasan pada suhu tinggi. Agar zirkonium dapat dipisahkan, maka dilanjut dengan proses pelindian air. Pelindian dapat diartikan sebagai proses pelarutan selektif mineral atau bijih dengan bantuan suatu reagen kimia tertentu sebagai

pelarut untuk memisahkan unsur yang diinginkan dari pengotornya. Limbah yang ditimbulkan dari pengolahan zirkon antara lain: SiO₂, TiO₂, Fe₂O₃, Al₂O₃, Na₂O, MgO, CaO, dan TENORM (U₃O₈ dan ThO₂) yang terlarut pada proses pelindian air. Perlu diperhatikan dalam proses pelindian air ini memerlukan air yang tidak sedikit, karena dari awal tingkat pelindian yang pH air limbahnya berkisar 10 sampai 14, dan akhir proses pelindian pH air limbah adalah mendekati 7. Dengan demikian proses pelindian ini dilakukan secara bertingkat.

Air sangatlah penting untuk kehidupan. Di dunia industri kimia sebagian besar sumber daya alam (SDA) yang diperlukan adalah air. Air sangat vital dibutuhkan karena sifat dan karakteristiknya yang sangat menunjang suatu proses kimia. Air yang biasa digunakan dalam proses atau kegiatan industri disebut air proses. Contoh penggunaan air industri antara lain air proses, air umpan boiler, air pendingin (*cooling water*), air sanitasi dan air limbah. Kelima kriteria jenis air ini memerlukan tingkat pengolahan yang berbeda tergantung pada sumber air yang dipakai dan penggunaan dari air tersebut.

Pada prinsipnya, pengolahan air bertujuan untuk menghilangkan atau mengurangi zat yang terkandung dalam air yang ada dalam bentuk terlarut (ion), bentuk tersuspensi atau dalam bentuk koloid hingga dicapai kualitas air yang memenuhi persyaratan sesuai tujuan penggunaannya.

Evaporasi merupakan metode yang sudah sangat lama dikenal di masyarakat terutama untuk memisahkan garam dengan air laut. Metode ini terbilang sederhana dan mudah dilakukan. Metode evaporasi dapat dimanfaatkan dalam memisahkan suatu padatan yang terlarut dalam air dengan suatu pemanasan, begitu juga dengan air limbah yang didalamnya terdapat padatan terlarut.

Penelitian dengan judul "Pengolahan Air Limbah Hasil Pelindian Air pada Pilot Plant Ekstraksi Zirkon Secara Evaporasi" dilakukan sebagai solusi atas masalah yang hadir guna memanfaatkan air limbah menjadi air yang dapat digunakan kembali sebagai air proses yang memenuhi syarat dan aman bagi lingkungan.

1.2 Rumusan Masalah

- 1. Bagaimana tahapan proses pengolahan pasir zirkon?
- 2. Bagaimana karakteristik pasir zirkon sebelum proses pengolahan zirkon?
- 3. Bagaimana komposisi kimia dan radioaktivitas pada air limbah hasil pelindian air?
- 4. Bagaimana komposisi kimia dan radioaktivitas hasil pengolahan air limbah tersebut dapat digunakan sebagai air proses dengan kualitas air yang baik?

1.3 Tujuan Penelitian

- 1. Mengetahui tahapan proses pengolahan pasir zirkon.
- 2. Mengetahui karakteristik pasir zirkon sebelum proses pengolahan zirkon.
- 3. Mengetahui komposisi kimia dan radioaktivitas pada air limbah hasil pelindian air.
- 4. Mengetahui komposisi kimia dan radioaktivitas hasil pengolahan air limbah tersebut sehingga dapat digunakan sebagai air proses dengan kualitas air yang baik.

1.4 Manfaat Penelitian

- 1. Menambah wawasan dan pengalaman baru khususnya bagi peneliti.
- 2. Sebagai referensi pengolahan air limbah khususnya dalam pengolahan pasir zirkon.
- Pemanfaatan air limbah sebagai salah satu sumber air dalam proses industri yaitu air proses.
- 4. Meminimalisir dampak pencemaran lingkungan akibat dari limbah hasil proses industri



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

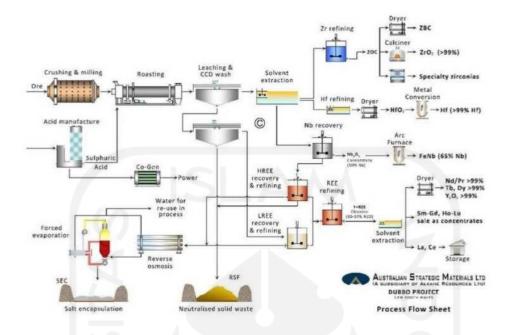
Menurut penelitian yang dilakukan oleh Sudaryadi dan Sajima (2016), hal pertama yang perlu dilakukan dalam pengolahan zirkon adalah proses peleburan, kemudian dilanjut dengan proses pelindian air untuk memisahkan silika dari zirkonium. Hasil yang diperoleh menunjukan parameter yang optimal dalam proses peleburan pasir zirkon dan proses pelindian air sebagai berikut: suhu 750 °C merupakan suhu optimal pada proses peleburan dengan komposisi berat campuran Zr: NaOH (1: 1,1). Waktu peleburan selama 60 menit, dari umpan seberat 2100 gram diperoleh hasil leburan 1780,2 gram. Setelah dilaukan pelindian menggunakan ar dengan kecepatan pengadukan 140 rpm selama 60 menit diperoleh recovery Na₂ZrO₃ sebesar 97,44 %.

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Triono dan Muzakky (2019) semakin tinggi temperatur dan lama waktu kontak, maka kehilagan mol H₂O akan semakin besar. Fenomena ini terjadi setiap mol rasio ZrSO₄/NaOH yang besarnya kehilangan mol H₂O tersebut akan dipengaruhi oleh stoikiometri pelindian atau mol rasio dari ZrSO₄/NaOH. Pada temperatur 950 °C dengan waktu kontak 60 menit diperoleh kehilangan mol H₂O sebesar 0,024 mol/gram. Pada kondisi tersebut sisa fase kristal ZrSiO₄ tidak terbentuk akan tetapi sampel tetap mengandung sisa NaOH yang tidak bereaksi dengan bentuk seperti pasta.

Hasil penelitian yang dilakukan oleh Dwiretnani, dkk (2008) diperoleh kondisi optimum dari tingkat pelindian air pada tingkat ke 3. Pada kondisi ini ZrO₂ yang diperoleh berwarna putih dan mempunyai kandungan ZrO₂ sebesar 99,01%. Dibandingkan dengan peroses sebelumnya yaitu menggunakan pelindian air 1 tingkat ZrO₂ yang diperoleh mempunyai kandungan sebesar 52,72%. Sehingga peningkatan kualitas hasil yang diperoleh cukup besar. Kristal ZrO₂ yang diperoleh memiliki struktur monoklin dengan sudut orientasi (1 1 1) yang memiliki intensitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan sudut orientasi (2 2 0) maupun (2 4 9) sehingga bentuk kristalnya lebih sempurna.

Proses evaporasi memiliki prinsip kerja yaitu dengan penambahan kalor atau panas untuk memekatkan suatu larutan yang terdiri dari zat terlarut yang memiliki titik didihh tinggi dan zat pelarut yang memiliki titik didih lebih rendah sehingga dihasilkan larutan yang lebih pekat serta memiliki konsentrasi yang tinggi (S. Fatimah, 2019). Evaporasi merupakan satu unit operasi yang penting dan biasa dipakai dalam industri kimia dan mineral, evaporator juga

digunakan untuk mengolah limbah radioaktif cair seperti yang ditunjukan pada flowchart yang ditulis oleh Christopher Ecclestone (2020) berikut.



Sumber: Christopher Ecclestone (2020)

Gambar 1. Contoh flowchart pengolahan zirkonium di perusahaan pertambangan

Gambar 1 menjelaskan alur proses pengolahan zirkonium dari tahap awal sampai tahap pengolahan limbah yang dihasilkan. Proses evaporasi digunakan pada pengolahan air limbah sehingga diperoleh padatan (*salt encapsulation*) dan air yang dapat digunakan kembali sebagai air proses.

BAB III DASAR TEORI

3.1 Senyawa Zirkon

Zirkon atau Zirconium silikat (ZrSiO₄) merupakan mineral zironium yang paling banyak di bumi. Zirkon ditemukan dalam bentuk mineral aksesori pada batuan beku hasil pembekuan magma yang kaya akan silika seperti granit, pegmatite, nepheline dan syenite. Pada umumnya zirkon bercampur dengan mineral berat lainnya seperti ilmenite, rutile, monazite, leucoxene dan garnet dengan kandungan utama besi dan titanium. Zirkon memiliki titik leleh sekitar 2550 °C (Newton et al, 2010). Zirkon juga merupakan senyawa yang tahan korosi dan memiliki kestabilan struktur pada temperature tinggi yang baik, karena kestabilan ikatan antara zirconia dengan silika yang menyebabkan zirkon tidak mudah larut dalam air namun akan larut dalam larutan yang bersifat basa. Jika ditinjau dari aspek optik, zirkon memiliki beberapa variasi warna mulai dari warna putih bening, kuning kehijauan, coklat kemerahan, kuning kecoklatan. Kemudian zirkon memiliki densitas berkisar 4,6 – 5,8 gram/cm3 (Schuilling, 1976). Zirkon biasa digunakan untuk material pengendap cahaya karena memiliki indeks bias yang relative tinggi sebesar 1,92 (Focke et al, 2002).

3.2 Peleburan Zirkon

Peleburan adalah proses pemanasan suatu material pada suhu tinggi sehingga terbentuk hasil reaksi kimia menjadi dua atau lebih lapisan (dapat berupa slag, matte, speiss, ataupun logam). Peleburan yang dilakukan dalam pengolahan zirkon dapat dilakukan dengan melebur pasir zirkon dengan soda apai atau Natrium Hidroksida (NaOH), disertai dengan pemanasan pada suhu tinggi. Proses peleburan dengan alkali merupakan oprasi yang efektif dan terbilang murah dalam melakukan ekstraksi zirconium yang berharga dari silika, peleburan alkali ini dapat mengganggu ikatan kuat antara zirconium dan struktur silikat sehingga akan pecah oleh serangan alkali (Wang et al., 2015; Zhang et al., 2012). Unit peleburan yang biasa digunakan adalah tungku peleburan yang dilengkapi dengan alat control yang dapat mengatur variasi suhu yang diperlukan. Tungku peleburan dibagi menjadi beberapa zona proses pemanasan, antara lain calsinasi zone, transition zone, burning zone, dan cooling zone (sudaryadi dan sajima, 2016).

3.3 Pelindian

Pelindian adalah proses ekstraksi senyawa utama dari padatan yang dapat larut dari suatu larutan. Pelindian dapat diartikan sebagai proses pelarutan selektif mineral atau bijih dengan bantuan suatu reagen kimia tertentu sebagai pelarut yang berguna untuk memisahkan

unsur yang diinginkan dari pengotornya dimana hanya unsur yang diinginkan yang akan larut. Bramantyo, 2014).

Terdapat faktor yang mempengaruhi proses pelindian yaitu suhu, ukuran partikel, konsentrasi reagen, pengadukan, perbandingan solid-liquid, dan waktu.

1. Suhu

Suhu yang meningkat dalam system pencucian akan menghasilkan kinetika pelindian yang lebih cepat. Hal ini dikarenakan hubungan antara laju konstan dan suhu. Pada umumnya kelarutan suatu solute yang di ekstraksi akan bertambah seiring dengan bertambahnya suhu, demikian juga dengan bertambah besarnya difusi secara keseluruhan akan menambah kecepatan ekstraksi. Akan tetapi perlu diperhatikan apabila suhu dinaikan tidak sampai merusak material yang sedang diperoses.

2. Ukuran partikel

Partikel yang lebih kecil ukurannya akan memperbesar luas permukaan kontak antar partikel dengan liquid, akibat dari hal tersebut maka heat transfer material akan semakin besar. Disamping itu jarak difusi akan semakin kecil, kemudian apabila sirkulasi proses tidak dijalankan maka partikel yang sangat halus akan membuat tidak efektif. Jadi perlu adanya range tertentu untuk ukuran-ukuran partikel cukup kecil sehingga mempunyai waktu ekstraksi yang sama satu sama lainnya. Hal yang perlu diperhatikan dari ukuran partikel adalah tidak terlalu kecil sehingga tidak menggumpal dan tidak menyulitkan aliran saat pelindian dilakukan.

3. Konsentrasi reagen

Konsentrasi reagen pada umumnya dapat mempengaruhi kinetika pelindian. Akan tetapi, apabila konsentrasi ditingkatkan hanya akan meningkatkan kinetika pada titik tertentu saja, selain itu dengan mengubah konsentrasi reagen dapat menyebabkan perubahan dalam mekanisme pelindian dan perubahan dalam Langkah pengendalian laju pelindian tersebut.

4. Pengadukan

Dengan adanya pengadukan, difusi akan bertambah dan perpindahan material dari permukaan partikel ke dalam larutan akan semakin cepat, di samping itu dengan menambah pengadukan juga akan mencegah terjadinya pengendapan.

5. Perbandingan solid-liquid

Pengoptimalan rasio padat-cair akan berpengaruh pada tingkat konsumsi reagen yang semakin minimal dengan memastikan tidak ada kelebihan yaitu pereaksi yang

tidak diperlukan dan tidak digunakan dalam proses pelindian. Konsumsi reagen menjadi salah satu biaya yang harus dikeluarkan dalam proses pelindian, dengan adanya pengoptimalan factor ini mengoptimalkan rasio padat-cair artinya akan lebih sedikit reagen per unit padatan yang digunakan,

6. Waktu

Pada umumnya semakin lama partikel padat bersentuhan dengan reagen, maka semakin banyak jumlah partikel yang terlindas sampau titik dimana kesetimbangan tercapai, akan tetapi hal ini sangat bergantung pada sejumlah factor dan terkadang pengendapan mungkin mulai terjadi setelah jangka waktu tertentu.

3.4 Pilot Plant

Pilot plant merupakan suatu sistem pemprosesan dalam skala kecil yang dioperasikan untuk menghasilkan informasi mengenai prilaku sistem yang digunakan dalam perancangan fasilitas-fasilitas skala besar. Dengan kata lain, pilot plant dapat berarti prototipe pabrik atau peralatan yang belum dibuat.



Gambar 2. Unit Pelindian Ekstraksi Zirkon

Pilot plant digunakan untuk mengurangi resiko terkait dengan konstruksi dari proses skala besar dan memperoleh data desain pabrik atau peralatan yang sebenarnya. Keuntungan dari pembuatan pilot plant yaitu menyediakan data yang berharga untuk perancangan pabrik skala penuh. Tahap pilot plant merupakan tahap pertengahan penelitian atau pembuatan produk

sebelum masuk ke dalam produksi lebih besar. Tahapan ini merupakan jembatan yang dapat membantu produksi skala besar karena skala produksi besar terlalu sulit dilakukan apabila mendesain proses mulai dari skala laboratorium. Tahap *pilot plan* ini dapat mengevaluasi hasil dari laboratorium dalam pembuatan produk, mengkoreksi dan mengembangkan proses serta dapat menyediakan informasi yang digunakan untuk mengambil keputusan dalam pengembangan proses skala besar. Data ilmiah misalnya reaksi-reaksi, bahan material, korosivitas. Akan tetapi cukup sulit memperkirakan prilaku dari suatu proses dengan tingkat kompleksitas tinggi. Biasanya pada perancangan pabrik menggunakan data dari *pilot plant* untuk memperhalus rancangan fasilitas skala produksi mereka (Susinggih Wijani, 2013).

3.5 Evaporasi

Evaporasi atau dikenal dengan sebutan penguapan adalah proses yang melibatkan pindah panas dan pindah massa secara simultan. Pada proses ini sebagian air akan diuapkan sehingga diperoleh suatu produk yang kental (konsentrat). Proses pindah panas dan pindah massa yang efektif akan meningkatkan kecepatan penguapan. Penguapan ini terjadi apabila suhu suatu bahan sama atau lebih tinggi dari titik didih cairannya. Titik didih pelarut atau cairan dapat diturunkan dengan cara menurunkan tekanan atmosfir atau lebih dikenal dengan tekanan vakum. (Wirakartakusumah et al., 1989). Sebagai contoh penurunan tekanan, pada tekakan atmosfir (76 cmHg) air akan mendidih pada suhu 100 °C dengan penambahan suatu ruang hampa (Vakum) kita dapat menguapkan air pada suhu yang lebih rendah. Kelebihan lain dari menurunkan tekanan atmosfir ini adalah dapat menekan kerusakan pada bahan akibat panas (Muchtadi, 1989).

Prinsip kerja dari evaporator yaitu ketika suatu cairan yang akan dipekatkan dimasukan ke dalam wadah berbentuk bejana besar dengan kapasitas yang disesuaikan dengan kebutuhan, kapasitas bisa lebih dari 40 liter. Di bawah bejana besar tersebut terdapat ruang pemanas yang di dalamnya terdapat *heater* dan air untuk memanaskan bejana. Pindah panas terjadi secara konveksi, uap air dari ruang pemanas yang dihasilkan akan merambat ke wadah bejana besar sehingga menyebabkan suhu cairan dalam wadah bejana besar terus meningkat dan terjadi penguapan. Setelah proses penguapan, uap tersebut akan masuk ke bagian kondensor dan proses kondensasi dimulai, setelah itu uap akan berubah menjadi bentuk cair kemudian ditampung di bejana lain sehingga semakin lama kandungan air yang terdapat dalam cairan tersebut akan semakin berkurang. (Joharman T, 2006).

3.6 Air Proses

Air proses adalah air yang digunakan dalam pengolahan bahan baku untuk menghasilkan sebuah produk. Air dalam kebutuhan proses membutuhkan kuantitas yang cukup banyak dibanding fungsi air industri lainnya, karena proses dalam industri tergolong cukup panjang seperti pemanasan, pendinginan, pembersihan, pencucian, dan pengolahan (Nuri, 2016)

Penggunaan air peroses di industri terutama adalah sebagai pembersihan, pemanasan, pendinginan, dan pembuatan uap/steam. Sumber air dapat berasal dari air sungai, air tanah, dan air laut. Kualitas air ditentukan oleh kualitas dan kuantitas kontaminan biologi, fisika, dan kimia. Khusus peralatan boiler yang menghasilkan uap, pemanasan dapat menghilangkan kontaminan biologi terutama mikroba yang umumnya tidak tahan terhadap panas. Sebaliknya, kontaminan kimia tidak dapat dihilangkan dengan pemanasan. Kontaminan kimia, terutama yang berupa ion logam, dapat menyebabkan korosi, penumpukan pada permukaan alat (scaling), slagging dan fouling (Widarti. S., 2015)



(Sumber: https://123dok.com/document/ydm1j0jy-slugging-fouling-and-scaling.html)

Gambar 3. Contoh Scaling

Scaling adalah peristiwa presipitasi garam-garam yang larut dalam air pada kondisi kimia dan temperatu tertentu. Presipitasi ini akan membentuk deposit pada permukaan logam, diantaranya pada boiler. (Prameswari., 2017)

3.7 Persyaratan Air Proses

Air proses memiliki peran penting dalam proses industri, oleh karena itu perlu dilakukan pengawasan agar memenuhi kriteria sebagai air proses. Berikut syarat-syarat yang harus dipenuhi air proses:

A. Tidak berbuih (Berbusa)

Buih dapat menyebabkan percikan sehingga padatan yang tersuspensi dapat menempel dan mengakibatkan terjadinya korosi jika terdapat pemanasan lebih lanjut.

B. Tidak membentuk kerak

Kerak dapat menyebabkan perpindahan padas tehambat, terbentuknya kerak dapat pecah sewaktu-waktu, sehingga menimbulkan kebocoran.

C. Tidak menyebabkan korosi

Korosi pada pipa disebabkan oleh keasaman (pH rendah), minyak dan lemak, bikarbonat, dan bahan organik, serta gas yang terlarut dalam air.

Kemudian zat-zat yang terkandung dalam air proses harus tidak menyebabkan kerusakan. Kandungan yang dapat menyebabkan kerusakan antara lain: Kadar zat terlarut (solube matter) yang tinggi, zat padat terlarut (suspended solid), garam-garam kalsium dan magnesium, zat organik, silika, sulfat, asam bebas dan oksida.

Air memiliki syarat dan ketentuan sesuai dengan spesifikasinya. Pada penelitian ini dilakukan pengolahan air limbah hasil pelindian air dengan tujuan diperoleh air yang dapat digunakan kembali menjadi air proses secara umum. Oleh karena itu perlu adanya parameter pembanding yang digunakan sebagai acuan. Acuan yang dipakai adalah baku mutu air minum dan baku mutu air sungai.

Baku mutu air adalah ukuran batas atau kadar makhluk hidup, zat, energi, atau komponen yang ada atau harus ada dan/ atau unsur pencemar yang ditenggang keberadaannya di dalam air (Kemen LH no 115, 2003). Berikut tabel baku mutu air yang dipakai sebagai parameter pembanding pada penelitian ini.

A. Baku mutu Air Sungai.

Tabel baku mutu air sungai menurut PP no 22 tahun 2021 tentang penyelenggaraan, perlindungan dan pengelolaan lingkungan hidup.

No Parameter Unit Kelas 1 Kelas 2 Kelas 3 Kelas 4 6-9 6-9 Derajat 6-9 6-9 1 Keasaman (pH) Besi (Fe) Mg/L 0,3 2 terlarut Radioaktivitas Bq/L 3 Gross-A 0.1 0.1 0.1 0.14 Gross-B Bq/L 1 1 1

Tabel 1. Baku Mutu air Sungai

B. Baku mutu Air Minum

Tabel menurut Permenkes no 492 tahun 2010 tentang persyaratan kualitas air minum.

Tabel 2. Baku Mutu Air Minum

No	Parameter	Unit	Kadar maksimum
			yang diperbolehkan
	Derajat		
1	Keasaman		6,5-8,5
	(pH)		
2	Besi (Fe)	Mg/L	0,3
	terlarut		
3	Natrium (Na)	Mg/L	200
4	Kesadahan	Mg/L	500
5	Uranium	Mg/L	0,015
	Radioaktivitas		
6	Gross-Alpha	Bq/L	0,1
7	Gross-Beta	Bq/L	1

3.8 Pengaruh zat besi

Besi terlarut dalam air dapat berbentuk kation ferro (Fe²⁺) atau kation ferri (Fe³⁺). Hal ini tergantung kondisi pH dan oksigen terlarut dalam air. Besi terlarut dapat berbentuk senyawa tersuspensi, sebagai butir koloidal seperti Fe(OH)₃, FeO, Fe₂O₃ dan lain-lain (Ronquillo, 2009; Dhimas, dkk. 2013). Menurut penelitian Harianti. M., dkk. (2004) bentuk Fe yang dapat meracuni tanaman adalah Fe dalam bentuk ion Fe⁺² dikarenakan Fe⁺³ mudah tereduksi menjadi Fe⁺² yang mudah larut dalam air, Kemudian Fe⁺² tidak bisa teroksidasi dalam waktu singkat pada air yang tergenang sehingga menyebabkan keracunan Fe.

Pada air permukaan jarang ditemui kadar Fe yang melebihi 1 mg/L, tetapi di dalam air kadar Fe tersebut dapat lebih tinggi (Manahan, 1999; Henie., Yenni. 2016). Konsentrasi Fe yang tinggi dapat dirasakan dan dapat menodai kain serta perkakas lainnya. Pada air yang tidak mengandung oksigen seperti air dalam proses industri maupun air tanah, kadar besi sebagai Fe²⁺ akan cukup tinggi, sedangkan air sungai yang mengalir dan terjadi aerasi. Fe²⁺ teroksidasi menjadi Fe(OH)₃, dimana Fe(OH)₃ ini sulit larut pada pH 6 sampai 8. Besi dalam bentuk ion Fe³⁺ sangat mudah larut dalam air. Oksigen yang terlarut akan mengoksidasi Fe³⁺ menjadi Fe(OH)₃ yang merupakan endapan. Menurut Dharma (2002), kehadiran ion Fe²⁺ yang terlarut dalam air dapat menimbulkan gangguan-gangguan seperti:

 Rasa dan bau logam yang amis pada air, disebabkan karena bakteri yang mengalami degradasi

- 2) Besi dalam konsentrasi lebih dari 25 mg/L, akan memberikan suatu rasa pada air yang menggambarkan rasa metalik, asrinogent atau obat
- 3) Mengakibatkan pertumbuhan bakteri besi (Crenothrix dan Gallionella) yang berbentuk filamen
- 4) Menimbulkan warna kecoklatan-coklatan pada pakaian putih
- 5) Meninggalkan noda pada bak-bak penambungan air dan peralatan lainnya yang disebabkan oleh besi
- 6) Dapat mengakibatkan penyempitan dalam pipa.
- Endapan logam ini juga dapat memberikan permasalahan pada sistem penyediaan air.

Air yang mengandung zat besi melebihi ambang batas memiliki kecenderungan memberikan rasa mual apabila dikonsumsi, selain itu dalam dosis yang berlebih dapat merusak dinding usus halus. Kandungan yang melebihi 1 mg/L dapat menyebabkan iritasi pada mata dan kulit. Apabila kelarutan besi dalam air lebih dari 10 mg/L akan menyebabkan air berbau seperti telur busuk (Wiyata, 2003).

3.9 Pengaruh kesadahan

Kandungan Ca dan Mg yang berlebih dalam air dapat menimbulkan tingkat kesadahan air. Air sadah akan menimbulkan penyakit ginjal pada manusia, dan terjadi pengendapan pada ketel tempat perebusan air dan akan menghilangkan busa pada sabun, contoh air yang memiliki kesadahan air cukup tinggi adalah pada waktu waktu mandi akan selalu terasa licin pada kulit. Kesadahan didefinisikan sebagai kemampuan air dalam mengendapkan sabun, sehingga keaktiffan atau daya bersih sabun akan berkurang atau sampai hilang/tidak berefek sama sekali (Asmanigrum., H.P. 2016)

Kesadahan merupakan suatu parameter untuk kualitas air bersih karena kesadahan menunjukan ukuran tingkat pencemaran oleh kandungan mineral-mineral tertentu dalam air, umumnya ion kalsium dan magnesium dalam bentuk garam karbonat. Kesadahan dalam air sangat tidak dihendaki untuk penggunaan industri. Kesadahan air dapat dibedakan atas 2 macam antara lain kesedahan sementara (temporer) dan kesadahan tetap (permanen). Kesadahan sementara disebabkan oleh garam-garam karbonat (CO₃²⁻) dan bikarbonat (HCO₃⁻) dari kalsium atau magnesium. Kesadahan jenis temporer dapat dihilangkan dengan pemanasan atau penambahan kapur tohor, Sedangkan kesadahan tetap disebabkan oleh garam-garam klorida (Cl⁻) dan sulfat (SO₄²⁻) dari kalsium atau magnesium. Kesadahan tetap tidak dapat

dihilangkan dengan pemanasan, tetapi hanya dapat dihilangkan dengan pertukaran ion. Menurut standar pernyaratan kualitas air untuk diminum kandungan kalsium yang diperbolehkan sehingga air dapat dinyatakan sebagai air bersih adalah 500 mg/L.

3.10 Radioaktivitas

Radioaktivitas adalah kemampuan inti atom yang tidak stabil untuk memancarkan radiasi dan berubah menjadi inti stabil. Menurut Susetyo (1988) Radioaktivitas adalah gejala perubahan keadaan inti atom secara spontan yang disertai radiasi berupa zarah dan atau gelombang elektromagnetik. Proses perubahan ini disebut peluruhan yang berarti perubahan inti atom yang tidak stabil menjadi inti atom yang lain. Inti atom yang tidak stabil disebut radionuklida. Materi yang mengandung radionuklida disebut zat radioaktif. Dengan kata lain radioaktifitas adalah transmutasi inti suatu unsur karena memancarkan zat radioaktif alfa, beta atau gamma yang secara berurutan dikenal sebagai inti helium, elektron/positron dan foton berenergi tinggi (Malaka. M. 2019).

Unsur-unsur radioaktif atau radionuklida yang ada di lingkungan dapat dikelompokkan ke dalam dua golongan besar, yaitu radionuklida alam dan radionuklida buatan. Radionuklida alam yang terdapat di lingkungan dapat dikelompokan menjadi dua golongan yaitu:

1) Radionuklida kosmogenik

Radionuklida kosmogenik adalah radionuklida yang terbentuk akibat interaksi antara sinar kosmik dengan atom target yang terdapat dalam atmosfer.

2) Radionuklida Primordial

Radionuklida primordial adalah radionuklida alam yang berasal dari dalam bumi. Radionuklida ini dapat ditemukan dalam lapisan tanah atau batuan, air serta udara.

Berdasarkan penyebaran radiasi ke lingkungan radiasi primordial terbagi dalam dua kelompok yaitu NORM (*Naturally Occurring Radioactive Material*) dan TENORM (*Technologically Enhanced Naturally Occurring Radioactive Material*).

NORM (Naturally Occurring Radioactive Material) merupakan bahan radioaktif dari peluruhan deret primordial yang termobilisasi ke dalam makhluk hidup atau lingkungan secara alami sehingga sudah merupakan bagian dari kehidupan makhluk hidup. NORM terdapat di

mana-mana, karena hampir semua bahan alami, baik dalam tubuh manusia maupun lingkungan sedikit banyak mengandung bahan radioaktif alami. Sumber radiasi ini masuk ke dalam tubuh melalui makanan, minuman, pernafasan, atau luka.

TENORM adalah *Technologically Enhanced Naturally Occurring Radioactive Material* yang didefinisikan sebagai unsur radioaktif yang terkonsentrasi atau terekspos ke lingkungan sebagai akibat aktifitas manusia seperti pabrik, pertambangan ataupun pengolahan air. *Technologically enchanced* (secara teknologi ditingkatkan) berarti bahwa sifat radiologi, fisik, dan kimia dari bahan radioaktif telah terkonsentrasi atau telah berubah oleh suatu proses, sehingga dapat ditingkatkan potensi paparan radiasi ke manusia dan/atau lingkungan (US-EPA. 2016; Makmur, M., dkk. 2019).

Efek radiasi dapat dibedakan atas efek genetik dan efek somatik. Efek genetik atau efek pewarisan adalah efek yang dirasakan oleh keturunan dari individu yang terkena paparan radiasi. Sebaliknya efek somatik adalah efek yang dirasakan oleh individu yang terpapar radiasi. Waktu yang dibutuhkan sampai terlihat gejala efek somatik sangat bervariasi sehingga dapat dibedakan atas efek segera dan efek tertunda. Efek segera adalah kerusakan yang secara klinik sudah dapat teramati pada individu dalam waktu singkat setelah individu tersebut terpapar radiasi sepertiepilasi (rontoknya rambut), eritema (kulit memerah), luka bakar, dan penurunan sel darah. Kerusakan tersebut terlihat dalam waktu hari sampai minggu pasca iradiasi. Sedangkan efek tertunda merupakan efek radiasi yang baru timbul setelah waktu lama (bulan sampai tahun) setelah terpapar radiasi, seperti katarak dan kanker.

Bila ditinjau dari dosis radiasi (untuk kepentingan proteksi radiasi), efek radiasi dibedakan atas efek deterministik dan efek stokastik. Efek deterministik adalah efek yang disebabkan karena kematian sel akibat paparan radiasi, sedangkan efek stokastik adalah efek yang terjadi sebagai akibat paparan radiasi dengan dosis yang menyebabkan terjadinya perubahan pada sel.

3.11 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal dan material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Sinar-X merupakan salah satu bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV-1 MeV dengan Panjang gelombang antara 0,5-2,5 Å (Suryanarayana dan Norton, 1998).

Hukum Bragg merupakan dasar dari spectrometer sinar-X (XRD). Difraksi sinar-X oleh sebuah materi terjadi akibat fenomena hamburan oleh tiap atom dan interferensi gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom-atom tersebut. Dengan demikian, syarat berkas difraksi dapat terjadi bergantung pada Panjang gelombang (λ), jarak antar bidang atom-atom (d), dan sudut berkass dating (θ). Interaksi sinar dengan sampel menghasilkan interferensi konstruktif (dan sinar terdifraksi) bila kondisinya memenuhi hukum Bragg:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

Keterangan:

n = Orde Difraksi

 λ = Panjang sinar-X

d = Jarak kisi

 θ = Sudur difraksi

Prinsip kerja XRD adalah sinar-X dihasilkan di suatu tabung sinar katoda dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target dengan memberikan suatu voltase. Pada saat elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam target, karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan, kemudian disaring oleh kertas perak atau kristal monokrometer yang akan menghasilkan sinar-X monokromatik yang diperlukan untuk difraksi. Sinar- X ini mengarah ke sampel. Pada saat sampel dan detektor diputar, intensitas sinar- X yang memantul itu direkam. Ketika geometri dari peristiwa sinar-X tersebut memenuhi persamaan Braag, interferensi konstruktif terjadi dan suatu puncak di dalam intensitas terjadi. Kemudian detektor akan merekam dan memproses isyarat penyinaran ini, setelah itu mengkonversi isyarat tersebut menjadi suatu arus yang akan dikeluarkan pada printer atau layar komputer (Atkins, 1999).

XRD digunakan untuk identifikasi bahan kristal dan padatan yang tidak diketahui. Aplikasi XRD lainnya yaitu karakterisasi bahan kristal, identifikasi mineral halus seperti lempung dan lempung campuran yang sulit ditentukan secara optik, penentuan dimensi sel satuan dan pengukuran kemurnian sampel (Taftazani, 2017).

Data yang dihasilkan dari analilis dengan XRD disebut difraktogram. Bentuk keluaran dari difraktogram yaitu analog; berupa grafik garis-garis yang terekam per menit sinkron dengan detector dalam sudut 20 per menit, sehingga sumbu X setara dengan sudut 20, dan

digital; berupa intensitas sinar X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik (Misnawati, 2006).

3.12 X-Ray Fluorescence (XRF)

Spektrometri X-Ray *Fluorescence* adalah suatu metode analisis berdasarkan pengukuran tenaga dan intensitas sinar X dari suatu unsur di dalam cuplikan hasil eksitasi sumber radiasi isotop. Spektrometri XRF didasarkan pada lepasnya elektron bagian dalam dari atom akibat dikenai sumber radiasi dan pengukuran intensitas karakteristik pendar sinar X yang dipancarkan oleh atom dalam sampel. Prinsip eksitasi pada spektrometri XRF apabila elektron dari suatu kulit atom bagian dalam dilepaskan, maka elektron yang terdapat pada bagian kulit luar akan berpindah pada kulit yang ditinggalkan tadi sehingga menghasilkan sinar X dengan panjang gelombang yang memiliki karakteristik berbeda tiap unsurnya (Jenkin, 1995). Menurut Firdos (2016), spektrometri XRF memiliki beberapa kelebihan dan kekurangan yaitu:

A. Kelebihan

- 1) Memiliki akurasi yang tinggi
- 2) Dapat menentukan unsur dalam material tanpa adanya standar
- 3) Dapat menentukan kandungan mineral dalam bahan biologic secara langsung

B. Kekurangan

- 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 tersebut

Alasan teknik analisis spektrometri XRF ini banyak digunakan karena metode ini terbilang cepat, memiliki akurasi yang baik, tidak merusak bahan dan dapat digunakan pada cuplikan berbentuk padat, bubuk, cair maupun pasta (Sukirno et al, 2003)

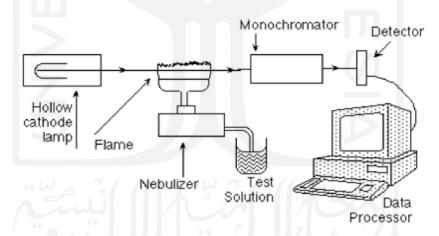
3.13 Spektrometri alpha dan beta

Spektrometri merupakan pengukuran kuantitatif dari intensitas radiasi elektromagnetik pada satu atau lebih panjang gelombang dengan suatu transduser (detector). Analisis jenis ini relatif selektif dan spesifik, akurasi cukup tinggi, relatif sederhana dan murah. Sehingga spektrometri alpha dapat didefinisikan sebagai suatu cara analisis radioaktif pemancar alpha berdasarkan pengukuran tenaga dari intensitas zarah alpha yang dipancarkan oleh radioaktif tersebut. Hasil sinar alpha yang terukur dipakai sebagai dasar dari analisis kuantitatif. Sama halnya dengan spektrometri beta yang membedakan adalah intensitas pancaran radioaktif beta yang diterima oleh detektor sehingga hasil sinar beta dapat dianalisis secara kuantitatif.

Pada prinsipnya setiap alat ukur radiasi terdiri dari dua bagian utama yaitu detektor dan peralatan penunjang. Detektor merupakan suatu bagian alat yang peka terhadap radiasi, apabila detektor dikenai radiasi maka akan menghasilkan suatu tanggapan tertentu yang lebih mudah diamati. Sedangkan alat penunjang biasanya merupakan peralatan elektronik yang berfungsi untuk mengubah tanggapan detektor tersebut menjadi suatu informasi yang dapat diamati oleh panca indra manusia sehingga informasi tersebut dapat diolah menjadi informasi yang berarti. Penggunaan detektor semi counter konduktor, energi radiasi alpha dapat ditentukan, karena partikel alpha mentrasfe energinya ke bagian semikonduktor melalui tumbukan inelastic kemudian pembawa muatan dipisahkan dalam medan listrik dan dikumpulkan di semikonduktor dengan polaritas yang berlawanan sehingga sebuah preamplifier mengintegrasikan arus dan menghasilkan pulsa voltase yang sebanding dengan energi alfa. Analisis tinggi pulsa dilakukan dengan alat penganalisis multichannel (MCA) yang terhubung ke computer (PC)

3.14 Spektrofotometri Serapan Atom

Prinsip dasar spektrometri serapan atom adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. Komponen penting pada metode spektrofotometri serapan atom adalah sistem (alat) yang dipakai untuk menghasilkan uap atom dalam sampel (Palar, 2006).



(Sumber: http://teknologikimiaindustri.blogspot.com/2011/01/spektrofotometer-serapan-atom-aas.html)

Gambar 4. komponen alat spektrofotometer serapan atom

Cara kerja spektroskopi serapan atom ini adalah berdasarkan penguapan pada larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya akan diubah menjadi atom bebas. Alat yang dapat membuat atom-atom bebas dalam spektorfotometri serapan atom adalah *atomizer*.

Alat spektrofotometri serapan atom terdiri dari sumber sinar, pemilah (*Chopper*), nyala, monokromator, detektor, amplifier, meter atau recerder. (Sumardi, 1996)

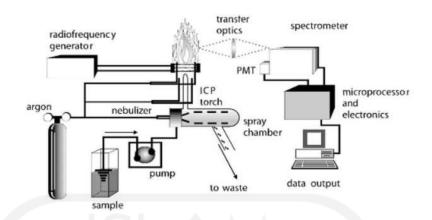
Kelebihan metode AAS dibandingkan dengan spektrofotometer lainnya adalah spesifik, batas deteksi yang rendah dari larutan yang sama bisa mengukur unsur yang berbeda, pengukuran dapat secara langsung dari contoh yang diujikan, output dapat langsung dibaca, dapat diaplikasikan pada banyak jenis unsur, batas kadar penentuan luas (mulai dari ppm sampai dalam %). Sedangkan kekurangan metode ini ada pada pengaruh kimia, dimana metode AAS tidak dapat menguraikan zat menjadi atom-atomnya, kemudian pengaruh ionisasi yaitu apabila atom tereksitasi (tidak hanya disosiasi) sehingga menimbulkan emisi pada panjang gelombang yang sama, serta pengaruh matriks misalnya pelarut.

3.15 Inductively Couple Plasma

Inductively couple plasma atau ICP merupakan alat untuk mengukur kandungan unsurunsur logam dalam sampel dengan menggunakan metode spektrofotometer emisi. Spektrofotometer emisi adalah metode analisis yang didasarkan pada pengukuran intensitas emisi pada panjang gelombang yang khas setiap unsurnya. Bahan yang akan dianalisis untuk alat ICP harus berwujud larutan yang homogen. Ada sekitar 80 unsur yang dapat dianalisis menggunakan instrumen ICP.

Metode analisis yang menggunakan couple induksi yaitu medan magnet dan medan listrik. Couple ini akan membentuk medan magnet dengan frekuensi tinggi sehingga atom tereksitasi tidak hanya ke satu tingkat elektron yang lebih tinggi melainkan akan terksitasi ke beberapa macam tingkat energi elektron yang lebih tinggi. Gabungan elektron-elektron yang terksitasi akan membentuk awan-awan elektron yang jenuh dengan elektron yeng disebut plasma sehingga disebut inductively coupled plasma atau ICP.

Metoda ICP berdasarkan ion yang tereksitasi dan memancarkan sinar. Intensitas cahaya yang terpancar pada panjang gelombang tertentu dan mempunyai karakteristik unsur tertentu yang terukur berhubungan dengan konsentrasi dari tiap unsur dari sampel.



(Sumber: Reseachgate, uploaded by Tatang Irianti)

Gambar 5. Komponen Alat Inductively couple plasma

Prinsip utama dari ICP adalah mendapatkan unsur-unsur yang memancarkan karakteristik cahaya pada panjang gelombang yang bisa diukur. ICP perangkat keras dirancang untuk menghasilkan plasma, yang mana atom dalam bentuk gas hadir dalam keadaan terionisasi, susunan dasar dari ICP adalah terdiri dari 3 tabung, terbuat dari silika. Tabung yang dimaksud adalah termed *outer loop intermediate loop*, dan *inner loop*, yang bersamaan menyusun obor ICP. Obor diposisikan dalam *water-colled coil* dari suatu frekuensi radio generator, kemudian gas dialirkan dalam obor, kemudian frekuensi radio bidang diaktifkan, dan gas di daerah *coil* dibuat secara elektris. Urutan peristiwa ini akan membentuk plasma. Pembentukan plasma bergantung pada cukup kuatnya intensitas medan magnet dan pola arus gas mengikuti pola putaran simetris tertentu. Plasma ini dijaga menggunakan induksi dari pengaliran gas.

Bagian yang perlu ada dalam instrumen ICP adalah ICP torch, sampel introduction system/ nebulizer, high frequency generator, transfer optics dan spectrometer, dan computer interface.

Unsur-unsur yang akan dianalisa menggunakan ICP harus dalam bentuk larutan. Larutan yang mengandung air lebih mudah dilakukan banding larutan organik, sebab larutan organik memerlukan perlakuan khusus sebelum penyuntikan ke dalam ICP. Sama halnya dengan sampel padat, cahaya yang dipancarkan oleh atom dari unsur dalam ICP dikonversi menjadi sinyal elektrik yang dapat diukur jumlahnya (kuantitasnya). Hal ini terpenuhi dengan komponen radiasinya oleh kisi difraksi, dan kemudian diukur intensitas cahayanya dengan tabung *photomultiplier* pada panjang gelombang yang spesifik untuk masing-masing unsur.

Keunggulan dari penggunaan instrumen ICP meliputi: kemampuan dalam mengidentifikasi dan mengukur semua unsur-unsur kecuali unsur Argon. Batas pengukurannya berkisar 1-100 g/L, analisa kuantitatif dapat dilakukan dengan cepat, didak memerlukan sampel yang banyak, sensitivitas tinggi, sensitivitas panjang gelombang bervariasi untuk setiap penentuan unsur. Sedangkan kekurangan dari instrumen ICP meliputi: gangguan isobarik diproduksi oleh spesies poli atom timbul akibat dari gas plasma dan atmosfer, menggunakan isotop argon, oksigen, nitrogen dan hidrogen yang dapat menggabungkan diri mereka sendiri atau unsur lain menghasilkan penggunaan isobarik, menganalisis unsur halogen memerlukan optik khusus untuk transmisi dari panjang gelombang.

3.16 Spektrofotometri Uv-Vis

Spektrofotometer UV-Vis adalah pengukuran serapan cahaya di daerah ultraviolet (200-300 nm) dan sinar tampak (350-800 nm) oleh suatu senyawa. Prinsip dari spektofotometer UV-Vis adalah penyerapan sinar tampak untuk ultra violet dengan suatu molekul yang dapat menyebabkan terjadinya eksitasi molekul dari tingkat energi dasar ke tingkat energi yang paling tinggi. Pada umumnya proses absorbsi sinar ultra violet atau sinar tampak oleh suatu molekul menghasilkan eksitasi elektron *bonding*, sehingga panjang absorbsi maksimum dapat dikorelasikan dengan jenis ikatan yang ada di dalam molekul tersebut. (Sumar Hendayana, 1994).

Spektrofotometri UV-Vis bisa digunakan untuk uji kuantitatif dan kualitatif, setiap analisis kuantitatif perlu dilakukan langkah-langkah baku berikut:

- Pembentukan warna (untuk pengukuran dengan sinar tampak) dan zat yang tidak berwarna atau berwarna kurang kuat
- 2. Penentuan panjang gelombang maksimum
- 3. Pembuatan kurva kalibrasi

Komponen-komponen UV-Vis terdiri dari sumber radiasi yang stabil dan berkelanjutan (kontinyu); sistem lensa; cermin dan celah untuk membatasi, membuat paralel dan memfokuskan berkas sinar; monokromator untuk menyeleksi sinar menjadi lamda tertentu (sinar monokromatis); kontainer atau wadah sampel yang transparan biasa disebut dengan sel atau kuvet; detektor yang dirangkaikan dengan readout atau piranti baca untuk menangkap sinyal dari sinyal yang masuk sesuai dengan intensitas cahayanya dan ditampilkan pada layar readout (Sitorus, 2009)

Panjang gelombang sinar tampak jauh lebih pendek dibandingkan panjang gelombang radiasi inframerah. Satuan yang digunakan untuk menentukan panjang gelombang ini adalah monokromator (1 nm = 10^{-7} cm). Spektrum tampak berada pada 400 nm (ungu) sampai 750 nm (merah) sedangkan spektrum UV adalah 100 - 400 nm (Day and Underwood, 2002)

Radiasi ultraviolet maupun radiasi cahaya tampak berenergi lebih tinggi daripada radiasi inframerah. Absorbsi cahaya UV atau visibel mengakibatkan tranmisi elektromagnetik yaitu promosi elektron-elektron dan orbital keadaan dasar yang berenergi rendah ke orbital keadaan terdesitasi berenergi tinggi, transisi ini memerlukan setidaknya 40 – 300 kkal/mol. Energi yang terserap selanjutnya terbuang sebagai cahaya atau tersalurkan melalui reaksi kimia misalnya isomerisasi atau reaksi-reaksi radiasi lain (Day and Underwood. 1986)

Ada beberapa hal yang perlu diperhatikan dalam analisis spektrofotometri UV-Vis terutama untuk senyawa yang semula tidak berwarna, karena senyawa tersebut harus diubah menjadi senyawa yang berwarna pembentukan molekul ketika dianalisis tidak menyerap pada daerah tersebut (Ibnu Ghalib, 2012)

BAB IV METODE PENELITIAN

4.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu seperangkat alat reaktor pelindian air skala pilot plant, tungku peleburan, gelas beker (500 mL; 1000 mL; 5000 mL)(Iwaki), corong (gelas; plastik), gayung, sendok, evaporator, mortar & pestle, botol 1000 mL, Gerigen, pompa penyedot air manual, *Centrifuge* (Biobase), spektometer X-Ray Fluorescence (XRF), X-Ray *Diffraction* (XRD), atomic absorption spectrophotometer (AAS), *Inductively couple plasma* (ICP); spektometer alpha dan beta; Spektrofotometer Uv – Vis, dan pH meter (*Eutech*-pH 2700).

4.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zirconium silicate (ZrSiO₄) dari PT. Monokem Surya seri MC-101 dengan spesifikasi ZrO₂ + HfO₂ (64,5%) (minimal); SiO₂ (32%) (maksimal), NaOH (Flake 98%) dari PT. Asahimas Chemical, Akuades, dan air (Kran).

4.3 Cara Kerja

Pada penelitian ini terdapat dua tahap pengerjaan yaitu tahap pembuatan umpan dan tahap pengolahan air limbah.

4.3.1 Pembuatan Umpan

Pembuatan umpan terdiri dari 2 tahapan yaitu proses peleburan zirkon dan proses pelindian yang masing-masing tahapan akan dijelaskan sebagai berikut:

4.3.1.1 Peleburan Zirkon

Peleburan dimulai dengan pencampuran 2 bahan yaitu konsentrat zirkon (ZrSiO₄) dan NaOH padat teknis dengan perbandingan mol 1:6 dicampur kemudian dimasukkan ke dalam mangkok. Setelah itu mangkok dimasukkan ke dalam tungku peleburan dan dilakukan peleburan pada suhu 700 – 850 °C selama 3 jam. Target total berat hasil peleburan adalah 4000 g

4.3.1.2 Pelindian Air

Padatan hasil peleburan dimasukkan ke dalam tabung reaktor pelindian, kemudian dimasukkan air sampai level berada di angka 100%. Level ini sebagai ukuran terisinya air pada tabung reaktor pelindian. Kemudian diatur temperatur pada 60 °C dan kecepatan pengadukan 140 rpm. Pelindian ini dilakukan secara bertingkat sampai pH mendekati 7 dan tiap tingkat pelindian dilakukan selama 3 jam. Setelah pelindian selesai air limbah hasil pelindian air diambil sebanyak 50 % level pada indikator level.

Kemudain diambil 300 mL sebagai sampel analisis menggunakan AAS; spektrofotometri alfa, beta.

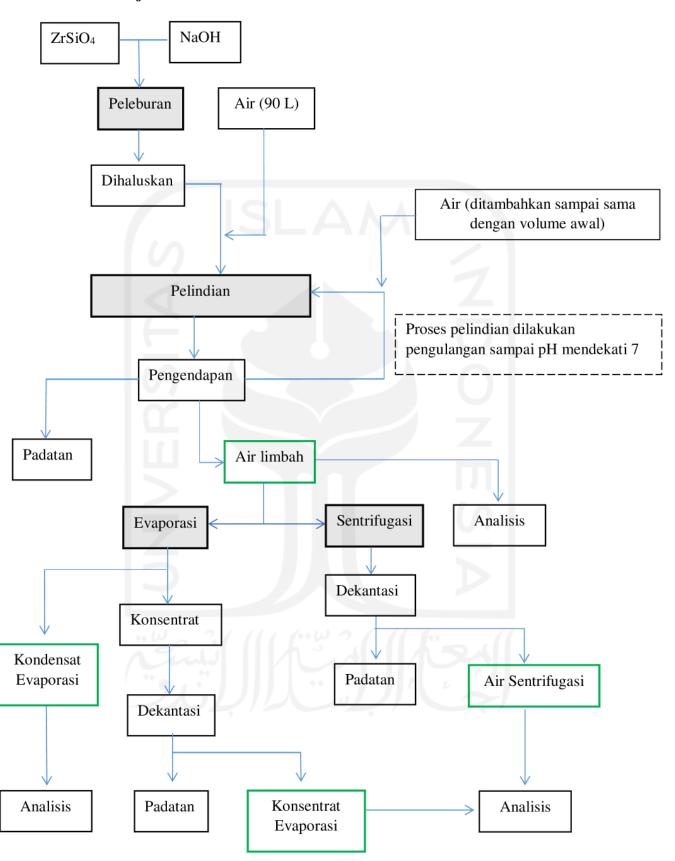
4.3.2 Pengolahan Air Limbah

Air limbah hasil pelindian air yang didapatkan kemudian dilakukan 2 perlakukan berbeda sebagai pembanding yaitu evaporasi, dan sentrifugasi. Proses evaporasi dilakukan pada suhu 130 – 150 °C sampai air dalam evaporator mengental. Kemudian diambil destilat evaporasi dan kosentrat evaporasi masing-masing sebanyak 1 L untuk dilakukan analisis. Proses ini dilakukan pada setiap tingkat pelindian. Kemudian proses sentrifugasi dilakukan pada suhu 30 °C dengan kecepatan putaran 6000 rpm selama 15 menit kemudian diambil air sentrifugasi sebanyak 1 L untuk dilakukan analisis.

4.3.3 Analisis

Pasir Zirkon sebagai bahan baku penelitian ini dilakukan analisis menggunakan XRF, XRD, dan Spektrometer Alpha dan Beta. Sehingga dapat di bandingkan dengan spesifikasi pasir zirkon produksi PT Monoken Surya. Kemudian terdapat 4 jenis sampel cair yang dianalisis yaitu sampel air limbah hasil pelindian air, sampel destilat evaporasi, sampel konsentrat evaporasi dan sampel air sentrifugasi. Kemudian masingmasing sampel tersebut dilakukan analisis spektrometri alpha dan beta, spektrofotometri Uv-Vis, AAS, ICP dan derajat keasaman (pH).

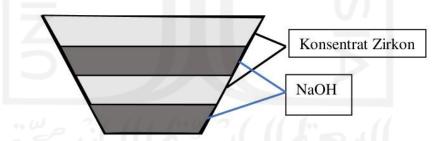
4.4 Skema Kerja



BAB V

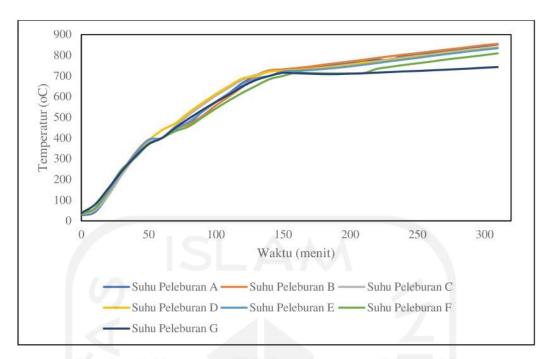
PEMBAHASAN

Pasir zirkon yang digunakan pada penelitian ini adalah zirconium silicate yang berasal dari PT Monokem Surya. Tahap awal proses pembuatan umpan dilakukan proses peleburan dengan penambahan bahan soda api yang berfungsi untuk melepas ikatan komponen SiO₂ dalam mineral zirkon. Komponen SiO₂ dalam mineral zirkon membentuk ikatan kimia yang kuat sehingga tidak dapat dipisahkan secara fisik maupun dilarutkan menggunakan pelarut yang umum. Menurut Sulistiyono dan Sajuti (1996), proses peleburan menggunakan alkali merupakan cara yang paling efektif dalam memisahkan komponen bernilai dari mineral yang berikatan dengan silika. Selama proses peleburan dengan basa, ikatan kuat antara zirkonium dengan silika akan dipecah oleh lelehan basa sehingga dapat dihasilkan zirkonium dengan kemurnian tinggi melalui pemisahan selanjutnya yaitu proses pelindian. Perbandingan konsentrasi mol pasir zirkon dengan natrium hidroksida (NaOH) pada proses peleburan digunakan perbandingan 1 : 6. Perbandingan mol tersebut dirujuk dari hasil penelitian Muzakky dan sudaryadi, 2020 dengan hasil yang paling baik dibandingkan dengan perbandingan mol yang lain. Perbandingan mol 1: 6 menghasilkan reaksi stoikiometri terbentuknya senyawa Na₄ZrO₄ dan Na₄SiO₄ karena polimerisasi pada temperatur tinggi (Muzakky dan Sudaryadi, 2020)



Gambar 6. Lapisan zirconium silicate dengan natrium hidroksida pada mangkuk

Pasir zirkon diambil sebanyak 150 gram yang direaksikan dengan natrium hidroksida sebanyak 200 gram, kemudian dua bahan tersebut dicampurkan pada satu mangkuk dengan susunan masing-masing 6 layer dimana posisi natrium hidroksida berada diposisi terbawah seperti yang ditunjukan pada gambar 1. Proses peleburan dilakukan pada temperatur berkisar 700 – 900 °C selama 3 jam, dihasilkan massa leburan sebanyak 4000 gram atau 4 kilogram yang dilakukan secara bertahap. Grafik proses peleburan yang dilakukan ditampilkan pada **Gambar 7** berikut:



Gambar 7. Temperatur Vs Suhu pada proses peleburan zirkon

Adapun reaksi yang terjadi pada proses peleburan sebagai berikut: (Muzakky, dkk. 2020)

$$ZrSiO_4(s) + 6NaOH(s) \rightarrow Na_2ZrO_3(s) + Na_4SiO_4(s) + 3H_2O(l) \uparrow....(1)$$

Hasil dari proses peleburan kemudian dilakukan proses pelindian secara bertingkat dengan air, untuk melarutkan NaOH berlebih dan pengotor yang terlarut dalam air. Adapun pelindian dilakukan dengan perbandingan berat air dan leburan yaitu 90 liter air: 4 kilogram hasil leburan pada temperatur 60°C selama 3 jam dengan kecepatan pengadukan 140 rpm. Kemudian didiamkan selama 1 jam. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut: (H Poernomo, et al. 2020).

1) Reaksi air dalam proses pelindian (Liu, et al. 2016; Abdel R. 2005)

$$Na_4SiO_4(s) + H_2O(l) \rightarrow H_2SiO_3(s) + 2NaOH(l)$$
....(2)

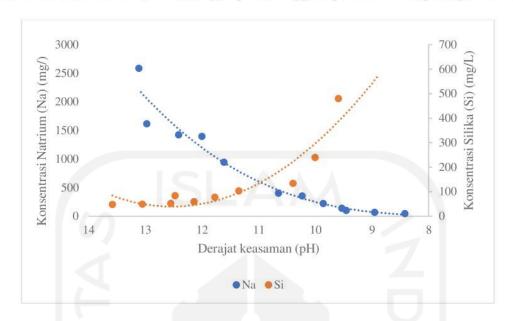
$$Na_2ZrO_3(s) + 2H_2O(1) \rightarrow ZrO(OH)_2(s) + 2NaOH(1)$$
....(3)

2) Reaksi ZOH dalam proses pelindian (Susiantini, E., Poernomo, H. 2015)

$$ZrO(OH)_2(s) + H_2O(l) \rightarrow Zr(OH)_4(s)$$
 (4)

Keberadaan sisa NaOH dalam hasil leburan dapat dihilangkan yang ditandai oleh pH air limbah hasil pelindian bertingkat pada kisaran pH mendekati 7. Pada penelitian ini

dilakukan penentuan titik akhir proses pelindian air dengan cara menentukan hubungan antara konsentrasi natrium, silika dengan pH sehingga diperoleh kurva pada gambar 8.



Gambar 8. Kurva Penentuan Titik Akhir Proses Pelindian Air pada Pengolahan Zirconium Silicate

Pada Gambar 8 terdapat sumbu yang bersilangan antara konsentrasi natrium dan silika. Hal tersebut menjelaskan bahwa pada pH 11, senyawa ZrO(OH)₂ sudah mulai terbentuk seperti yang terlihat pada reaksi (3). Kemudian setelah memasuki kisaran pH 10 sampai 9 senyawa ZrO(OH)₂ terhidrolisis menjadi Zr(OH)₄ seperti pada rekasi (4). Proses pelindian dapat dihentikan setelah senyawa yang ditargetkan telah diperoleh.

Pengambilan air limbah hasil pelindian air dilakukan setiap tingkat menggunakan pompa kemudian dipampung ke dalam wadah. Volume air limbah yang ditampung berkisar 30 – 40 L. Air limbah hasil pelindian air ditampung pada wadah yang berbeda sesuai dengan masing-masing tingkat pelindian, kemudian dilanjutkan pada tahap pengolahan air limbah menggunakan metode evaporasi.

Proses evaporasi dilakukan selama 3 jam pada suhu 100-130 °C, suhu tersebut mengacu pada titik didih air yaitu 100 °C. Selanjutnya kondensat hasil kondensasi dan konsentrat dari proses evaporasi tersebut ditampung pada wadah yang berbeda untuk dilakukan pengujian. Pada penelitian ini air limbah yang dimasukan kedalam labu evaporator sebanyak 5 L sehingga dalam 1 tingkat pelindian, proses evaporasi yang dilakukan sebanyak 6 kali pengisian ulang labu evaporator.

Proses sentrifugasi dilakukan selama 15 menit pada suhu ruang, dengan kecepatan putaran 6000 rpm setelah padatan dipisahkan dengan air, dalam 1 kali proses sentrifugasi terdapat 6 wadah dengan volume 1 liter, setiap wadah tersebut diisi dengan air limbah sebanyak 500 mL agar pada saat proses sentrifugasi air limbah tersebut tidak berceceran. Air hasil sentrifugasi kemudian ditampung pada wadah tertutup sehingga dapat dilakukan analisis untuk melihat perbedaan kandungan unsur dan radioaktivitas air sentrifugasi dengan air kondensat hasil proses evaporasi.

5.1 Karakterisasi Zirconium Silicate (ZrSiO₄) Menggunakan XRF, XRD, Spektrometri Alpha dan Beta.

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah zirkonium silicate dari PT Monokem Surya seri Micronized MC - 101.



Pada penelitian ini dilakukan pengolahan pasir zirkon yang terdiri dari 2 tahapan yaitu proses peleburan dan pelindian. Pada proses pelindian dihasilkan air limbah yang akan dilakukan pengolahan. Sebelum dilakukan pengolahan air limbah, dilakukan pengujian pada pasir zirkon terlebih dahulu. Pengujian ini dilakukan menggunakan instrumen XRF, XRD, spektrometer alpha dan beta.

5.1.1 Karakterisasi Zirconium Silicate (ZrSiO₄) dengan XRF

X-ray *fluorescence* atau XRF dilakukan untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam pasir zirkon, berikut tabel hasil analisis XRF yang diperoleh.

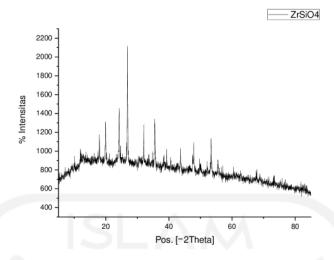
Tabel 3. Hasil Uji komposisi pada pasir zirkon menggunakan XRF

Parameter	Konsentrasi	Parameter	Konsentrasi
/ Oksida	(% berat)	/Unsur	(% berat)
ZrO ₂	61,50	Zr	45,50
SiO ₂	31,90	Si	14,90
HfO ₂	1,70	Hf	1,40
Na ₂ O	0,00	Na	0,00
MgO	0,20	Mg	0,10
CaO	0,00	Ca	0,00
Fe ₂ O ₃	0,10	Fe	0,00
TiO ₂	0,70	Ti	0,40
UO_2	478,9 (ppm)	U	655 (ppm)
ThO ₂	491,5 (ppm)	Th	667,1 (ppm)

Tabel 3 menjelaskan hasil pengujian pasir zirkon menggunakan XRF menunjukan bahwa terdapat 8 jenis unsur yang terdeteksi. Unsur-unsur tersebut adalah: Zr, Si, Na, Mg, Ca, Fe, dan Ti. Masing-masing unsur memiliki persentase yang berbeda. Urutan unsur pada pasir zirkon dari yang paling besar yakni zirkonium oksida (zirconia) dengan konsentrasi 61,50% berat, silika (SiO₂) dengan konsentrasi 31,90% berat, hafnia (HfO₂) dengan konsentrasi 1,70% berat, titania (TiO₂) dengan konsentrasi 0,70% berat dan magnesia (MgO) dengan konsentrasi 0,20% berat. Diperoleh kandungan seyawa radioaktif yaitu uranium dioksida (UO₂) dan torium dioksida (ThO₂) dengan konsentrasi berturut-turut sebesar 478,9 ppm dan 591,5 ppm.

5.1.2 Karakterisasi Zirconium Silicate (ZrSiO₄) dengan XRD

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal dan material dengan cara menentukan parameter kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.



Gambar. 10 Hasil Pengujian XRD pada Zirconium Silicate

Gambar 10 menjelaskan hasil difraktogram pengujian XRD. Diperoleh senyawa zirkon pada puncak tertinggi dengan 2θ sebesar 26,9019°, dan intensitas sebesar 2118,0544. Adapun ukuran partikel dapat dihitung menggunakan persamaan Debye Scherrer.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta} \, \text{dan} \, \beta = \text{FWHM} \, \times \frac{\pi}{180}$$

Dimana nilai k merupakan konstan yaitu 0,9, λ merupakan panjang gelombang dengan nilai sebesar 1,540 Å, kemudian nilai β mengacu pada *full width at half maximmum* (FWHM), dan θ merupakan sudut difraksi (Fatimah, 2020). Sehingga diperoleh ukuran partikel pada sudut $2\theta = 26,9019^{\circ}$ sebesar 50,762 nm.

5.1.3 Karakterisasi Zirconium Silicate (ZrSiO₄) dengan Spektrometer Alpha dan Beta

Dilakukan karakterisasi zirconium silicate menggunakan spektrometer alpha dan beta untuk mengetahui radioaktivitas pada zirconium silicate tersebut. Berikut hasil data pengujian radioaktivitas menggunakan spektrometer alpha dan beta.

Tabel 4. Hasil Analisis Radioaktivitas Alpha dan Beta Total Pada Zirconium Silicate

Sampel	Parameter	Hasil Uji	MDA	Metode Uji
		(Bq/l)	(Bq/l)	
Zirconium	Alpha Total	$2,523 \pm 0,143$	0,012	detektor solid state silicon PIPS
Silicate				merek iSolo Canberra dengan
Zirconium	Beta Total	$8,649 \pm 0,127$	0,127	SOP No.: SOP 033.3/IN 01
Silicate				02/STA 5.1

*Keterangan: MDA merupakan singkatan Minimum Detectable Activity

Tabel 4 menjelaskan hasil pengukuran radioaktif pada pasir zirkon. Diperoleh kadar alpha total sebesar 2,523± 0,143 Bq/l dan beta total sebesar 8,649 ± 0,127 Bq/l. Kadar tersebut tergolong tinggi dibandingkan kadar yang ditetapkan oleh BAPETEN. Menurut Perka Bapeten No.9 Tahun 2009 tentang Intervensi terhadap paparan yang berasal dari TENORM. Batas tingkat kontaminasi anggota radionuklida deret uranium dan thorium dengan konsentrasi aktivitas maksimal sebesar 1 Bq/gram (IAEA, 2007)

5.1.4 Perbandingan Hasil Uji dengan Spesifikasi Pabrik

Tabel 5. Standar Spesifikasi zirconium silicate di PT Monoken Surya

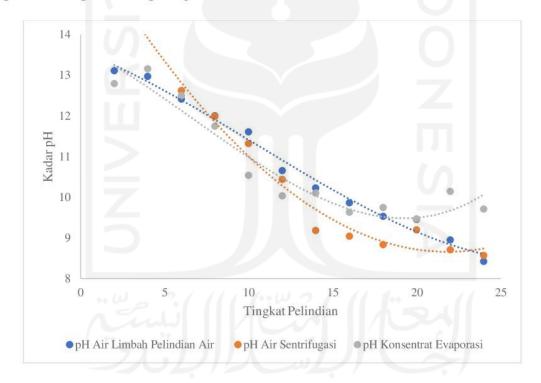
Parameter	Satuan	Seri MC-101
Purity Content (sebagai ZrO ₂ + HfO ₂)	%	64,5 (min)
Fe ₂ O ₃	%	0,1 (maks)
TiO ₂	%	0,15 (maks)
SiO ₂	%	32 (maks)
Uranium	ppm	200 (maks)
Thorium	ppm	350 (maks)
Particle Distribution D50	μm	$1,3 \pm 0,2$
Whiteness L	%	92 (min)

Tabel 5 menjelaskan tentang spesifikasi yang tertera di PT Monoken Surya. Dibandingkan dengan hasil karakterisasi yang diperoleh, Konsentrasi ZrO₂ dengan HfO₂ tidak memenuhi spesifikasi akan tetapi hasil pengujian cukup mendekati yaitu

ZrO₂ sebesar 61,50% dan HfO₂ sebesar 1,70% kemudian konsentrai TiO₂ hasil uji lebih besar dibandingkan dengan spesifikasi pabrik yaitu 0,70 %. Kemudian konsentrasi hasil uji SiO₂ diperoleh hasil yang mendekati batas maksimal yaitu 31,90%. Konsentrasi Fe₂O₃ diperoleh hasil yang sesuai dengan spesifikasi pabrik yaitu 0,10%. Kemudian hasil analisis XRD diperoleh ukuran partikel pada puncak tertinggi sebesar 507,624 Å atau 50,762 nm.

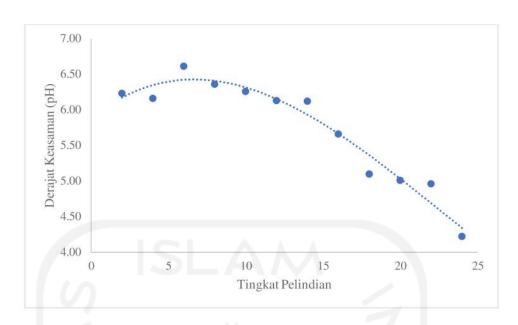
5.1 Karakterisasi dengan pH Meter

Analisis kadar pH dilakukan pada 4 jenis air, yaitu air proses pelindian (air limbah hasil pelindian air), proses evaporasi (konsentrat evaporasi dan kondensat evaporasi) dan proses sentrifugasi (air sentrifugasi). Masing-masing jenis air tersebut ditampung pada wadah yang berbeda sesuai dengan jenis dan tingkat pelindiannya. Tingkat pelindian yang dilakukan pada penelitian ini sampai dengan tingkat 24. kurva kadar pH pada tiap pelindian dapat dilihat pada gambar 10.



Gambar 11. Grafik Kadar pH pada Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air Sentrifugasi, dan Konsentrat Evaporasi.

Gambar 11 menjelaskan bahwa terdapat penurunan pH pada setiap tingkat pelindian. Semakin banyak pelindian yang dilakukan maka nilai pH yang diperoleh akan semakin kecil. Terdapat perbedaan Nilai pH yang diperoleh pada gambar 11 dengan gambar 12. Hasil analisis pH air kondensat evaporasi dapat dilihat pada gambar 12.



Gambar 12. Kurva Kadar pH pada Kondensat Evaporasi

Gambar 12 menjelaskan penurunan pH pada kondensat evaporasi. Apabila dibandingkan dengan gambar 10, pH kondensat evaporasi mengalami penurunan yang signifikan di awal tingkat pelindian. hal tersebut menjelaskan faktor kehilangan Na pada tiap tingkat pelindian, untuk membuktikan faktor kehilangan Na dapat mempengaruhi pH dapat dilihat pada gambar 12. Data pH yang diperoleh dapat dilihat tabel 6.



Tabel 6. pH Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air Sentrifugasi, Kosentrat Evaporasi dan Kondensat Evaporasi.

Tingkat	Air Limbah	Air	Konsentrat	Kondensat	
Pelindian	Pelindian Hasil Pelindian	Sentrifugasi	Evaporasi	Evaporasi	
2	13,09	-	12,79	6,23	
4	12,98	-	13,16	6,16	
6	12,41	12,62	12,50	6,61	
8	12,00	11,99	11,75	6,36	
10	11,61	11,32	10,54	6,26	
12	10,65	10,44	10,03	6,13	
14	10,23	9,18	10,10	6,12	
16	9,86	9,04	9,63	5,66	
18	9,53	8,83	9,75	5,10	
20	9,45	9,20	9,47	5,01	
22	8,95	8,71	10,14	4,96	
24	8,42	8,57	9,71	4,22	

Tabel 6 menjelaskan perbedaan kadar pH yang diperoleh. Perbedaan terlihat jelas pada jenis air kondensat evaporasi. Pada awal tingkat pelindian, kondensat evaporasi sudah mengalami penurunan pH yang sangat signifikan yaitu dari 13,09 menjadi 6,23. Akan tetapi penurunan pH pada kondensat evaporasi juga terjadi pada tingkat berikutnya sampai pada tingkat pelindian ke 24 sehingga pH yang diperoleh sebesar 4,22. Menurut baku mutu air sungai menurut PP no 22 tahun 2021 tentang penyelenggaraan, perlindungan dan pengelolaan lingkungan hidup pH yang diperbolehkan berkisar 6 sampai 9. Penurunan pH ini dapat terjadi akibat senyawa yang bersifat asam akan lebih mudah terambil pada proses pemanasan serta ion-ion OH yang berada dalam air limbah tersebut mengalami pengendapan (Naryono, dkk. 2017). Kemurnian air destilat evaporasi yang diperoleh memiliki pH 4,5 sampai 6, hal ini biasa terjadi karena air hasil evaporasi dengan kemurnian tinggi sangat mudah terkontaminasi terutama oleh karbon dioksida (CO₂) yang dapat mempengaruhi pH. Menurut artikel dari PT. Grinviro Biotekno Indonesia bagian demineralisasi air, penyerapan hanya beberapa ppm CO₂ dapat menyebabkan pH air yang

sangat murni turun menjadi 4,5. Meskipun air tersebut pada dasarnya masih berkualias tinggi.

Nilai pH berkaitan dengan jemlah karbondioksida (CO₂) yang terlarut dalam air. Hal ini dipengaruhi oleh nilai alkalinitas karbonat. Semakin tinggi alkalinitas maka pH akan semakin tinggi. Karbon dioksida terlarut bereaksi dengan air membentuk asam karbonat.

$$CO_2 + H_2O \rightarrow H_2CO_3$$
....(5)

Asam bikarbonat (H₂CO₃) yang terbentuk akan terdisosiasi menjadi H⁺, HCO₃⁻, dan CO₃²-, seperti reaksi berikut.

$$H_2CO_3 \rightarrow H^+ + HCO_3^- \rightarrow 2H^+ + CO_3^{2-}$$
 (6)

Terdapat 2 cara untuk meningkatkan nilai pH yaitu dengan mereduksi CO₂ dengan aerasi dan meningkatkan alkalinitas dengan cara menambahkan air kapur. Akan tetapi dengan penambahan air kapur ini tidak disarankan untuk air proses karena air kapur akan bereaksi dengan CO₂ membentuk kalsium karbonat (CaCO₃) yang dapat menimbulkan masalah lainnya.

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O$$
....(7)

Berbeda halnya dengan penambahan air kapur, menggunakan proses aerasi tidak memerlukan penambahan zat lain, H⁺ pada reaksi (6) akan berikatan dengan oksigen menjadi H₂O dan CO₃²⁻ akan bereaksi dengan H₂O seperti yang ditampilkan pada reaksi (9).

$$4H^+ + O_2 \rightarrow 2H_2O$$
(8)

$$CO_3^{2-} + 2 H_2O \rightarrow H_2CO_3 + 2 OH^-$$
 (9)

Tanda *strip* (-) pada tabel 6 menandakan bahwa tidak dilakukan pengujian pH pada tingkat tersebut karena proses sentrifugasi baru dimulai pada tingkat pelindian ke 5.

5.2 Karakterisasi dengan ICP

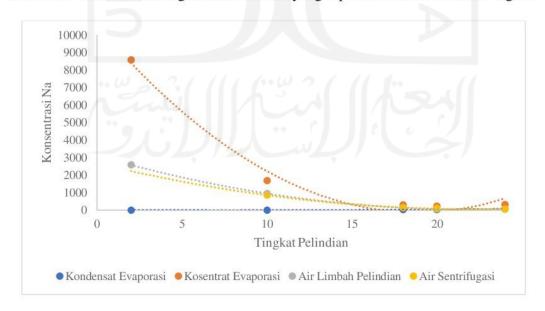
Inductively coupled plasma atau ICP digunakan untuk menentukan kadar suatu zat tertentu. ICP yang dipakai adalah jenis ICP-OES atau (Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectrometry). Pada penelitian digunakan ICP – OES untuk menentukan

kadar Na dalam kondensat evaporasi dan air sentrifugasi. Berikut Hasil yang diperoleh dari analisis ICP – OES:

Tabel 7. Konsentrasi Natrium (Na) pada Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air sentrifugasi, kondensat Evaporasi, Kosentrat Evaporasi.

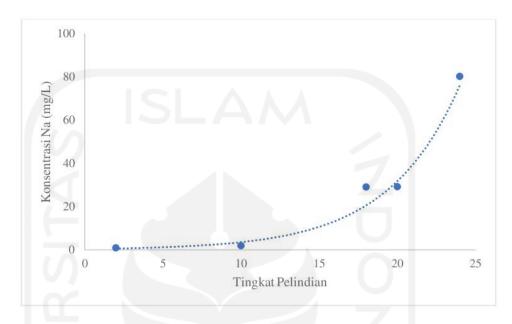
Konsentrasi Natrium (Na)					
Tingkat	Air Limbah	Air	kondensat	Kosentrat	
Pelindian	Hasil Pelindian	Sentrifugasi	Evaporasi	Evaporasi	
	Air	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	
	(mg/L)				
2	2583,64	=	0,8667	8584,65	
10	942,92	852,8	1,8773	1677,78	
18	138,983	142,63	28,9675	308,925	
22	68,0757	98,32	29,0951	226,639	
24	44,0646	75,33	80,211	325,29	

Pada tingkat pelindian ke 2, konsentrasi Na pada masing-masing jenis air memiliki konsentrasi yang tinggi dari ambang batas yang ditetapkan. Berbeda halnya kondensat evaporasi pada tingkat pelindian ke 2 sudah mengalami penurunan yang signifikan pada konsentrasi 0,8667 mg/L. Menurut Permenkes no 492 tahun 2010 tentang persyaratan kualitas air minum, kandungan maksimal Na yang diperbolehkan adalah 200 mg/L.



Gambar 13. Kurva Hasil Karakterisasi Natrium dengan ICP

Gambar 13 menjelaskan hubungan tingkat pelindian dengan konsentrasi Na pada masing-masing jenis air. Hampir setiap jenis air mengalami penurunan, penurunan konsentrasi Na merupakan penyebab dari penurunan pH disetiap tingkat pelindian. Pada destilat evaporasi mengalami kenaikan konsentrasi Na. Berikut kurva kenaikan konsentrasi Na pada kondensat evaporasi.



Gambar 14. Grafik Konsentrasi Na pada Kondensat Evaporasi

Meskipun mengalami kenaikan akan tetapi konsentrasi Na tersebut tidak sampai melebihi ambang batas yang ditetapkan yaitu 200 mg/L. Kenaikan ini dapat terjadi karena faktor kelarutan Na pada air semakin tinggi. Kandungan air dalam limbah pelindian air akan semakin tinggi dengan banyaknya pelindian yang dilakukan, ditambah dengan adanya pemanasan dalam proses evaporasi mengakibatkan kandungan Na yang terlarut dalam air semakin naik disetiap tingkat pelindian.

5.3 Karakterisasi dengan AAS

Parameter pengujian yang dilakukan menggunakan AAS terdapat 3 parameter uji yaitu magnesium, kalsium, dan besi. Parameter pengujian dilakukan pada masing-masing jenis air sehingga diperoleh hasil sebagai berikut.

5.3.1 Hasil Uji Komposisi Magnesium (Mg)

Magnesium (Mg) merupakan salah satu senyawa yang mempengaruhi kadar kesadahan dalam air. Senyawa yang timbul dari unsur Mg salah satunya adalah MgCO₃. Kualitas air mennjadi rendah jika kadar kesadahan dalam air tersebut tinggi, karena hal

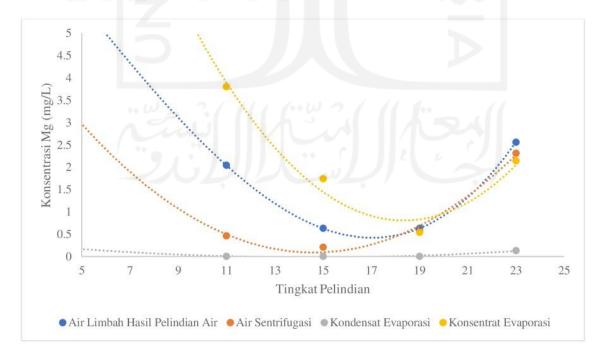
tersebut perlu adanya pengukuran kesadalam dalam penelitian ini. Berikut hasil karakterisasi magnesium menggunakan AAS.

Tabel 8 Konsentrasi Magnesium (Mg) pada Air limbah Hasil Pelindian Air, Air Sentrifugasi, Kondensat Evaporasi, Konsentrat Evaporasi.

	7600	llisis Magnesium (N	ag) Iotal	
Tingkat	Air Limbah Hasil Pelindian	Air Sentrifugasi	kondensat	Konsentra
pelindian	Air	(mg/L)	Evaporasi	Evaporasi
	(mg/L)		(mg/L)	(mg/L)
11	2,04	0,46	LOD=0,01	3,80
15	0,63	0,21	LOD=0,01	1,74
19	0,63	0,57	LOD=0,01	0,54
23	2,56	2,31	0,13	2,14

Keterangan: LOD merupakan singkatan dari Limit of Detection atau Limit Deteksi.

Tabel 8 menjelaskan hasil Mg yang diperoleh masing-masing jenis air. Konsentrasi Mg yang tinggi terdapat pada konsentrat evaporasi dengan konsentrasi Mg sebesar 3,08 mg/L. Sedangkan kondensat evaporasi memiliki konsentrasi Mg paling rendah dibanding dengan jenis air yang lainnya. Pada kondensat evaporasi konsentrasi Mg yang tinggi berada pada tingkat pelindian ke 24 sebesar 0,13 mg/L.



Gambar 15. Kurva Hasil Karakterisasi Magnesium dengan AAS.

Pada gambar 15 terlihat masing-masing jenis air memiliki perbedaan konsentrasi Mg. Masing-masing jenis air kecuali kondensat evaporasi memiliki kesamaan yaitu penurunan konsentrasi Mg sampai dengan pelindian tingkat 19 kemudian konsentrasi Mg menjadi berdekatan dan cenderung naik bersamaan. Agar dapat dibandingkan dengan ketentuan baku mutu yang ditetapkan, maka perlu adanya konversi konsentrasi Mg menjadi MgCO₃. MgCO₃ merupakan salah satu senyawa yang dapat mempengaruhi kesadahaan pada air. Berikut hasil konversi MgCO₃.

Tabel 9. Hasil Perhitungan Konsentrasi MgCO₃

Hasil Perhitungan Konsentrasi MgCO ₃					
Tingkat pelindian	Air Limbah Hasil Pelindian Air (mg/L)	Air Sentrifugasi (mg/L)	Kondensat Evaporasi (mg/L)	Konsentrat Evaporasi (mg/L)	
11	7,83	1,77	-	14,59	
15	2,42	0,81	-	6,68	
19	2,42	2,19		2,07	
23	9,83	8,87	0,50	8,22	

Menurut Permenkes No. 492 tahun 2010 tentang persyaratan kualitas air minum, kesadahan dalam air tidak lebih dari 500 mg/L. Pada penelitian ini kandungan MgCO₃ hasil perhitungan dengan nilai tertinggi adalah 14,59 mg/L pada konsentrat evaporasi tingkat pelindian ke 11, yang artinya dari segi kesadaan air memenuhi ambang batas yang ditetapkan.

5.3.2 Hasil Uji Komposisi Kalsium (Ca)

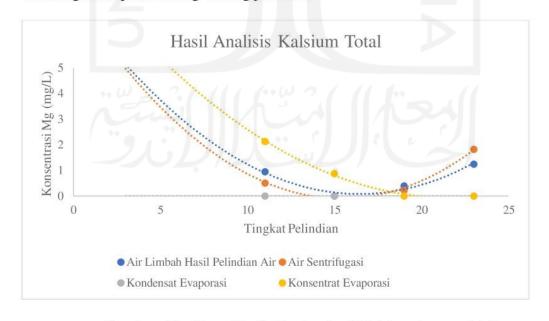
Kalsium (Ca) merupakan salah satu senyawa yang mempengaruhi kadar kesadahan dalam air. Senyawa yang timbul dari unsur Ca salah satunya adalah CaCO₃. Kualitas air mennjadi rendah jika kadar kesadahan dalam air tersebut tinggi, karena hal tersebut perlu adanya pengukuran kesadahan dalam penelitian ini. Berikut hasil karakterisasi kalsium menggunakan AAS.

Tabel 10. Hasil karakterisasi kalsium dengan AAS

	Hasil Analisis Kalsium (Ca) Total					
Tingkat pelindian	Air Limbah Hasil Pelindian Air (mg/L)	Air Sentrifugasi (mg/L)	Kondensat Evaporasi (mg/L)	Konsentra Evaporasi (mg/L)		
11	0,95	0,51	LOD=0,03	2,13		
15	LOD=0,03	LOD=0,03	LOD=0,03	0,87		
19	0,4	0,23	LOD=0,03	LOD=0,03		
23	1,24	1,82	LOD=0,03	LOD=0,03		

Keterangan: LOD merupakan singkatan dari Limit of Detection atau Limit Deteksi.

Dilihat dari konsentrasi kalsium (Ca) total hasil analisis, diperoleh konsentrasi Ca pada destilat evaporasi adalah tidak ada atau dibawah LOD (< 0,01). Hal tersebut berarti di tingkat awal proses pelindian kandungan Ca tersebut tidak terambil oleh uap air pada proses evaporasi sehingga terlihat pada konsentrasi Ca pada konsentrat evaporasi terdapat 2 bagian yang terdeteksi adanya kandungan Ca di dalam nya, yaitu pada tingkat 11 dan 15. Pada tingkat 11 diperoleh 2,13 mg/L dan tingkat 15 diperoleh 0,87 mg/L. Kemudian pada air sentrifugasi dan air limbah hasil pelindian air diperoleh kandungan Ca yang saling berdekatan tiap tingkatnya. Berikut grafik hasil analisis kandungan Ca pada masing-masing jenis air.



Gambar 16. Kurva Hasil Karakterisasi Kalsium dengan AAS

Pada gambar 16 diperoleh kurva masing-masing jenis air yang memiliki perbedaan. Konsentrat evaporasi memiliki konsentrasi Ca tertinggi, dilanjut dengan air limbah hasil pelindian air dan air sentrifugasi. Hal ini dapat terjadi karena volume H₂O yang terkandung dalam masing-masing jenis air tersebut berbeda-beda sebagai contoh kandungan H₂O pada jenis air konsentrat evaporasi telah diuapkan sehingga kandungan H₂O pada konsentrat evaporasi lebih sedikit dibanding dengan jenis air yang lain. Agar dapat dibandingkan dengan ketentuan baku mutu yang ditetapkan, maka perlu adanya konversi konsentrasi Ca menjadi CaCO₃. CaCO₃ merupakan salah satu senyawa yang dapat mempengaruhi kesadahaan pada air seperti halnya MgCO₃. Berikut hasil konversi CaCO₃.



Tabel 11. Hasil Perhitungan konsentrasi CaCO₃

Hasil Perhitungan Konsentrasi CaCO ₃					
Tingkat pelindian	Air Limbah Hasil Pelindian Air (mg/L)	Air Sentrifugasi (mg/L)	Kondensat Evaporasi (mg/L)	Konsentrat Evaporasi (mg/L)	
11	2,375	1,275	-	5,325	
15	-10	1 -A	-	2,175	
19	1	0,575	V 1-	-	
23	3,1	4,55	-	1 -	

Menurut Permenkes No. 492 tahun 2010 tentang persyaratan kualitas air minum, kesadahan maksimal yang ditetapkan yaitu 500 mg/L. Hasil perhitungan diperoleh konsentrasi CaCO₃ paling tinggi sebesar 5,325 mg/L yaitu pada konsentrat evaporasi tingkat pelindian ke 11, artinya dari segi kesadaan air memenuhi ambang batas yang ditetapkan.

5.3.3 Hasil Uji Komposisi Besi (Fe)

Tabel 12. Konsentrasi Besi (Fe) pada Air Limbah Hasil Pelindian Air, Air Sentrifugasi, Kondensat Evaporasi, Kosentrat Evaporasi.

Konsentrasi Fe					
Air Limbah Hasil	Air Sentrifugasi	Kondensat	Konsentrat		
Pelindian Air		Evaporasi	Evaporasi		
(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)		
0,0931	LOD (<0.0181)	0,0421	LOD (<0,0168)		
0,2364	LOD (<0.0181)	LOD (<0,0168)	0,0176		

Diperoleh konsentrasi Fe hasil analisis menggunakan AAS. Terlihat perbedaan kandungan Fe pada tiap jenis air. Pada Air limbah hasil pelindian air diperoleh konsentrasi Fe tertinggi dibanding jenis air yang lain. Pada tingkat pelindian 2 dan 24 sebesar 0,0931 mg/L dan 0,2364 mg/L. Sedangkan pada kondensat evaporasi diperoleh 0,0421 mg/L dan LOD (< 0,0168). Menurut Permenkes No. 492 tahun 2010 tentang

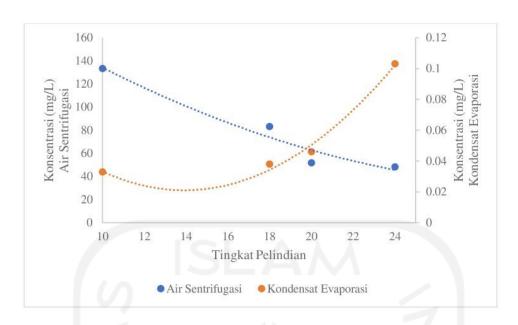
persyaratan kualitas air minum, kandungan Fe yang diperbolehkan adalah 0,3 mg/L. Jika masing-masing jenis air dibandingkan dengan pernyaratan kualitas air minum maka semua jenis air pada penelitian ini tidak ada yang melampaui batas maksimal kandungan Fe yang ditetapkan.

5.4 Karakterisasi dengan Spektrifotometer UV-Vis

Tabel 13. Konsentrasi Silika pada Kondensat Evaporasi dan Air Sentrifugasi

Tingkat	Kondensat	Air
Pelindian	Evaporasi	Sentrifugasi
	(mg/L)	(mg/L)
10	0,033	133,357
18	0,038	83,204
22	0,046	51,756
24	0,103	48,344

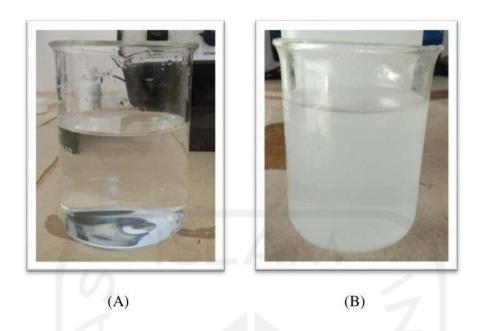
Perbedaan konsentrasi Si (Silika) terlihat antara kondensat evaporasi dan air sentrifugasi. Diperoleh konsentrasi Si pada kondensat evaporasi pada tingkat 10, 18, 22, 24 berturut-turut sebesar 0.052 mg/L; 0.033 mg/L; 0.038 mg/L; 0.046 mg/L; 0.103 mg/L. Sedangkan konsentrasi Si pada air sentrifugasi 10, 18, 22, 24 berturut-turut sebesar 479,68 mg/L; 133,357 mg/L; 83,204 mg/L; 51,756 mg/L; 48,344 mg/L. Terlihat perbedaan konsentrasi Si yang signifikan antara kondensat evaporasi dan air sentrifugasi, perbedaan lain terlihat pada kadar kondensat evaporasi yang cenderung naik dengan semakin banyaknya tingkat pelindian, berlawanan dengan air sentrifugasi yang semakin menurun di setiap tingkat pelindian. Berikut hasil karakterisasi silika pada kondensat evaporasi dan air sentrifugasi.



Gambar 17. Kurva Hasil Karakterisasi Silika dengan Spektrofotometer UV-Vis

Penurunan konsentrasi Si pada air sentrifugasi dapat terjadi karena semakin banyak tingkat pelindian yang dilakukan maka akan semakin sedikit kandungan Si dalam tangki reaktor lindi mengakibatkan kandungan Si pada proses sentrifugasi semakin sedikit. Berbeda halnya dengan kondensat evaporasi dalam prosesnya melibatkan pemanasan sehingga air limbah dalam labu evaporator menguap, kemudian air tersebut mengalami proses pengembunan (kondensasi) mengakibatkan kandungan silika dalam air limbah tidak mudah terbawa oleh uap air tersebut.

Meskipun dalam ketentuan baku mutu air minum maupun air sungai tidak disubutkan ambang batas kandungan Si dalam air, akan tetapi kandungan Si ini mempengaruhi tingkat kekeruhan pada air. Berikut Gambar dokumentasi yang membedakan kondensat evaporasi dan air sentrifugasi.



Gambar 18. Perbedaan Tingkat Kekeruhan pada Kondensat Evaporasi (A) dengan Air Sentrifugasi (B)

Pada gambar 15 terdapat 2 bagian gambar yang disajikan yaitu gambar A dan B. Gambar A merupakan kondensat evaporasi, sedangkan gambar B merupakan air sentrifugasi. Terlihat bahwa kondensat evaporasi memiliki tampilan air yang lebih jernih dibandingkan air sentrifugasi.

5.5 Karakterisasi dengan Spektrometer Alpha dan Beta

Air limbah hasil pelindian, air sentrifugasi, kondensat evaporasi, konsentrat evaporasi yang diperoleh dilakukan analisis radioaktivitasnya menggunakan instrumen spektrometer Alfa dan Beta. Hasil yang diperoleh dapat diamati pada tabel berikut:

Tabel 14. Hasil Analisis Radioaktivitas Alpha Total Pada Air Limbah, Kondensat Evaporasi, Air Sentrifugasi, dan Konsentrat Evaporasi.

Parameter Alpha Total					
Sampel Uji	Hasil Uji (Bq/L)	MDA (Bq/L)			
Air Limbah (5)	$2,436 \pm 0,514$	0,012			
Air Limbah (23)	$1,355 \pm 0,075$	0,012			
Kondensat Evaporasi (5)	< MDA	0,012			
Kondensat Evaporasi (23)	< MDA	0,012			
Air Sentrifugasi (7)	< MDA	0,012			
Air Sentrifugasi (23)	< MDA	0,012			
Konsentrat Evaporasi (5)	< MDA	0,012			
Konsentrat Evaporasi (23)	$0,198 \pm 0,019$	0,012			

^{*}Keterangan: MDA merupakan singkatan Minimum Detectable Activity

Hasil analisis radioaktif menggunakan spektrometer alpha terdapat tiga sampel cair yang terdeteksi mengandung radioaktif yaitu air limbah hasil pelindian air pada dua titik yaitu tingkat pelindian ke 5 dan 23, dengan kadar radioaktif sebesar 2,436 \pm 0,514 Bq/L dan 1,355 \pm 0,075 Bq/L. Kemudian konsentrasi radioaktif yang diperoleh pada konsentrat evaporasi tingkat pelindian ke 23 adalah 0,198 \pm 0,019 Bq/L, Sedangkan hasil analisis radioaktif menggunakan spektrometer beta terdapat 1 sampel cair yang terdeteksi mengandung unsur radioaktif yaitu pada air limbah hasil pelindian air di tingkat pelindian ke 23 dengan konsentrasi 1,811 \pm 0,491 Bq/L.

Tabel 15. Hasil Analisis Radioaktivitas Beta Total Dari Air Limbah, Kondensat Evaporasi, Air Sentrifugasi, dan Konsentrat Evaporasi

Parameter Beta Total							
Sampel Uji Hasil Uji (Bq/L) MD							
Air Limbah (5)	< MDA	0,127					
Air Limbah (23)	1,811 ± 0,491	0,127					
Kondensat Evaporasi (5)	< MDA	0,127					
Kondensat Evaporasi (23)	< MDA	0,127					
Air Sentrifugasi (7)	< MDA	0,127					
Air Sentrifugasi (23)	< MDA	0,127					
Konsentrat Evaporasi (5)	< MDA	0,127					
Konsentrat Evaporasi (23)	< MDA	0,127					

^{*}Keterangan: MDA merupakan singkatan Minimum Detectable Activity

Menurut baku mutu air sungai menurut PP no 22 tahun 2021 tentang penyelenggaraan, perlindungan dan pengelolaan lingkungan hidup, pada tabel 3.1 dan menurut Permenkes no 492 tahun 2010 tentang persyaratan kualitas air minum. Kadar maksimum gross alpha dan beta yang diperbolehkan berturut-turut adalah 0,1 Bq/L dan 1 Bq/L. Air limbah hasil pelindian air memiliki konsentrasi radioaktif yang terbilang tinggi, serta melebihi ambang batas yang ditetapkan, berbeda dengan air sentrifugasi dan kondensat evaporasi yang kadar radioaktifnya tidak terdeteksi atau dibawah MDA.

Menurut Salimin. Z dan Rachmadetin. J (2011) Air hasil pengembunan yang disebut kondensat evaporasi dari proses evaporasi menggunakan pelarut air, tidak terkontaminasi oleh unsur radioaktif karena unsur radioaktif tersebut terpekatkan dalam konsentrat sehingga membentuk kerak dan kandungan garamnya meningkat. Garamgaram kesadahan tetap seperti garam sulfat dan klorida dari kalsium, magnesium, dan silika pada suhu tinggi kelarutannya akan turun dan membentuk kerak yang tahan tranfer panas.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan :

- 1. Pasir zirkon dapat dilakukan pengolahan dengan beberapa proses yaitu proses peleburan dengan campuran pasir zirkon dan alkali (NaOH) (1:6) pada suhu 700 900 °C selama 3 jam. Pasir zirkon yang digunakan adalah zirconium silicate dari PT Monokem Surya seri MC-101. Kadar (ZrO₂+HfO₂) dan SiO₂ yang terkandung dalam zirconium silicate dari PT Monokem Surya dengan hasil pengujian cukup sesuai yaitu 63,20% (ZrO₂+HfO₂) dan 31,90% (SiO₂) sedangkan yang tertera pada spesifikasi zirconium silicate seri MC-101 adalah minimal 64,5% (ZrO₂+HfO₂) dan maksimal 32% (SiO₂). kemudian dilanjutkan proses pelindian yang dilakukan sebanyak 24 tingkat pada suhu 60 °C dengan kecepatan pengadukan 140 rpm selama 3 jam.
- Komposisi kimia yang terdapat dalam air limbah hasil pelindian air antara lain: Zirkon, Silika, Besi, Natrium, Magnesium, Kalsium, Uranium dan Thorium, dengan tingkat radioaktif pada air limbah hasil pelindian air diperoleh radioaktivitas alpha sebesar 1,355 Bq/L - 2,436 Bq/L dan radioaktivitas beta sebesar < MDA – 1,811 Bq/L.
- 3. Konsentrasi dari komposisi kimia yang terdapat dalam air limbah hasil pelindian air setelah dilakukan pengolahan secara evaporasi diperoleh konsentrasi dari masing-masing unsur mengalami penurunan yang sangat signifikan sehingga menurut Permenkes No. 492 tahun 2010 tentang persyaratan kualitas air minum hampir semua parameter memenuhi ambang batas, kecuali pH yang diindikasikan terkontaminasi oleh karbon dioksida sehingga membentuk senyawa asam karbonat, akan tetapi hal ini dapat diatasi dengan penambahan proses aerasi sehingga kandungan CO2 akan tereduksi dan pH air hasil pengolahan limbah dapat bertambah mencapai pH netral.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdel-Rehim, A.M., 2005, A New Technique for extraction zirconium from Egyptian zircon concentrate, *Int. J. Miner. Process*, 76, pp 234 243.
- Ardiansyah., 2011, Ekstrasi Senyawa Zirconia Dari Pasir Zircon dengan Metode Mechanical Activation, Skripsi, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN
- Atkins., 1999, Kimia Fisik Jilid 2 (Edisi Kempat), Translated by Irma, Jakarta: Erlangga.
- Ban, T., 1971, Studies on circulation driers, Institute of Agricultural Machinery, Japanese.
- Bramantyo, R.C., 2014, Studi Pengaruh Konsentrasi Larutan Pelindi Dan Suhu Elektrowinning Terhadap Perolehan Kembali Seng Dari Dross Seng Dengan Metode Hidro-Elektrometalurgi, Skripsi, Depok, Universitas Indonesia.
- Christopher Ecclestone, 2020, Corporate Action, Australian Strategic Materials (ASM), Hallgarten & Company.
- Day, R.A., Underwood, A.L., 1986. Analisis Kimia Kuantitatif, Edisi Kelima (Alih Bahasa: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Ph.D.). Jakarta, Penerbit Erlangga.
- Day, R.A., Underwood, A.L, 2002, Analisis Kimia Kuantitatif, Edisi Keenam, Erlangga, Yogyakarta.
- Deese., 2002, Temperature Change Versus Heat Added: Water, Microsoft Encarta Encyclopedia, Microsoft Corporation.
- Dharma.Y.P., 2002, Pelatihan Operator IPA Penghilangan Besi dan Mangan, Modul IPA, Yogyakarta.
- Dhimas.F.A., Bambang.Y., Sri.S., 2013, Studi Kandungan Logam Berat Besi (Fe) dalam Air, Sedimen dan Jaringan Lunak Kerang Darah (*Anadara granosa Linn*) Di Sungai Morosari Dan Sungai Gonjol Kecamatan Sayung, Kabupaten Demak. *Journal of Marine Research*. 2(2); 45 54.
- Dwiretnani, S., Triyono., 2008, Peningkatan kualitas zirkonia hasil olah pasir zircon. Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN, Ganendra, 9(1)
- 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.
- Focke, W.W., Manhique, A., Carter, R., 2002, Lattice model for estimating the opacity of white coatings, *Journal of the American Ceramic Society*. Vol. 85, pp. 1139-1144.
- Ghalib., I.Ganjar., A. Rahman., 2012, Kimia Farmasi Analsis, Yogyakarta, Pustaka Belajar.
- Hall, P.E.C.W., 1979, Drying and Storage of Agricultral Crops. The AVI Publ. Westport. USA.
- Heldman, D.R. dan D. B. Lund., 1992, Handbook of Food Engineering, Marcel Dekker, New York.

- Hendayana., Sumar., 1994, Kimia Analitik Instrumen. Edisi Kesatu, Semarang, IKIP Semarang Press.
- Hendayana.S., 1994.Kimia Analitik Instrumen, IKIP, Semarang PRESS.
- Henie.P.A., Yenni.P.P., 2016, Penentuan Kadar Besi (Fe) dan Kesadahan Pada Air Minum Isi Ulang Di Distrik Merauke, Jurnal Magistra 3(2), Merauke.
- H. Poernomo., Sajima., N.D. Pusporini., 2020, Synthesis of Zirconium Oxychloride and Zirconia Low TENORM by Zircon Sand from Landak West Kalimantan, *Journal of Physics*, Conference Series, 1436 012106.
- IAEA, 2007, SRS No. 51: Radiation Protection and NORM Residue Management in the Zircon and Zirconia Industries, Vienna
- Iskandar, A., 2001, Kajian Teknologi Produksi Pasta Tomat Menggunakan Evaporator Vakum, Thesis, Program Pasca Sarjana, IPB, Bogor.
- Itorus, M., 2009, Spektroskopi: Elusidasi Struktur Molekul Organik. 69 89. Graha: Yogyakarta.
- J. Zhang, L. Wang, and D. Jiang, 2012 'Decomposition process of zircon sand concentrate with CaO-NaOH, *Rare Met.*, 31(4), pp. 410–414.
- Jenkin, R., 1995, Quantitative X-Ray Spectrometry, Second Edition, Marcel Dekker, Inc.
- Joharman T., 2006, Studi Pengaruh Suhu Dan Lama Evaporasi Pada Proses Pemekatan Gelatin, Skripsi, Fakultas Teknologi Pertanian, IPB, Bogor
- KEPMEN LH No. 115. 2003, Tentang Pedoman Penentuan Status Mutu Air.
- Khopkar, S.M., 1990, Konsep Dasar Kimia Analitik Edisi kedua, UI Press, Jakarta.
- M.Makmur., W.R.Prihatiningsih., M.N.Yahya., 2019, Penilaian Dampak Bahaya Radiologis Terhadap Radionuklida Natural di Pesisir Pulau Bengkalis, Jurnal Kesehatan Lingkungan Indonesia, 18 (2), 113 120.
- Misnawati., 2006, Analisis Pengaruh Non Performing Financing (NPF) dan Capital Adequency Ratio (CAR) terhadap Return On Equity (ROE) pada Bank Umum Syariah, Skripsi, Semarang: IAIN Walisongo.
- Muchtadi, T.R., 1989, Teknologi Proses Pengolahan Pangan, PAU Pangan dan Gizi. Institut Pertanian Bogor.
- Newton, C. R., 2010, Free Energy of Zircon Based on Solubility Measurements at High Preasure," Memorial university, Canada.
- No.492/MENKES/PER/IV/2010, Tentang Persyaratan Kualitas Air Minum
- Nuri, H.L., 2016, Desain Awal Pilot Plant Pengolahan Tailing Monasit Menjadi ThO2 Kapasitas 100 Kg/Hari, Jurnal Prima, 13(1).
- Poernomo, H., Susiantini, E., 2015, Penilaian Teknologi Pembuatan Zirkonia dari Pasir Zirkon Secara Proses Basah dan Kering, Prosiding Seminar Nasional Teknologi Energi Nuklir, 601 615.

- PP No. 33 tahun 2007, tentang Keselamatan Radiasi Pengion dan Keamanan Sumber Radioaktif.
- PP No 22 Tahun 2021, Tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup.
- Prameswari.W.A., 2017, Analisa pembentukan slagging dan fouling pembakaran batubara pada boiler B 0201B Pabrik 3 Unit UBB di PT. Petrokimia Gresik, Tugas Akhir, Departemen Teknik Fisika, ITS, Surabaya,
- Rizana, S.M., 1997, Pengaruh Pengentalan Madu Dengan Menggunakan Evaporator Vakum Terhadap Mutu Madu Yang Dihasilkan, Thesis, Program Pasca Sarjana, IPB, Bogor.
- Ronquillo, U., 2009, Mengatasi Zat Besi (Fe) Tinggi dalam Air.
- S. Fatimah., 2019, *Short Tube Vertical Evaporator Design* pada Prarancang Pabrik Natrium Nitrat dengan Proses Sintesis Kapasitas 40.000 Ton/Tahun, Skripsi, Teknik Kimia, Universitas Negeri Semarang.
- Salimian, Z., J. Rachmadetin., 2011, Denitrifikasi Limbah Radioaktif Cair yang Mengandung Asam Nitrat dengan Proses Biooksidasi. Prosding Seminar Nasional Teknologi Pengolahan Limbah IX, Pusat Teknologi Limbah Radioaktif, Batan, Hal.152.
- Schuiling, D.R.G., 1976, Energies of formation of zircon, theorite, and phenacite. Utrech University, Netherland.
- 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.
- Sudaryadi., Sajima., 2016, Optimasi Parameter Peleburan Pasir Zirkon, Prosding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir, Pusat Sains dan Teknologi Akselerator. Surakarta.
- Sukirno., Sadono., 2003, Makro Ekonomi Modern, Penerbit PT. Raja Grafindo Perkasa, Jakarta.
- Sumardi,1996, Metode Analisa Kimia Intrumental dan Aplikasinya, Pusat Penelitian dan Pengembangan kimia Terapan, Bandung.
- Supriatna, A., 2008, Uji Performansi Dan Analisa Teknik Alat Evaporator Vakum, Bogor, Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor.
- Susetyo., wisnu., 1988, Spektrometri gamma dan penerapannya dalam analisis pengaktifan Neutron. Yogyakarta, Gajah Mada University Press.
- Taftazani, 2017, Diktat Kuliah Kimia Instrumental 2; X-Ray Diffractin, Yogyakarta, Universitas Islam Indonesia.
- Triyono., Muzakky, 2019, Kehilangan H2O selama reaksi pelindian mineral zircon dengan NaOH di dalam furnace, *Jurnal Iptek Nuklir Ganendra*, 22(1): 39-46.
- US-EPA. 2016, Technologically Enhanced Naturally Occurring Radioactive Material (TENORM). 1(2).

- Ward, A. G., Courts., 1977, The Science and technology of Gelatin, Academic Press, New York.
- Wijani.S., 2013, Perancangan Pabrik: Percobaan Pilot Plant, Jurusan Teknologi Industri Pertanian, UB.
- Wirakartakusumah, A., D. Hermanianto dan N. Andarwulan, 1989, Prinsip Teknik Pangan, PAU Pangan dan Gizi, Bogor.
- Wiyata, A. T. 2003. Pelatihan Kualitas Air, Modul, Yogyakarta.
- Z. Wang, Q. Xu, M. Xu, S. Wang, and J. You., 2015, In situ spectroscopic studies of decomposition of ZrSiO4 during alkali fusion process using various hydroxides, RSC Adv., 5 (15), pp. 11658–11666



LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan

Mol ZrSiO₄

Mr NaOH = (Ar Na = 23; Ar O = 16; Ar H = 1) = 40 g/mol
Mr ZrSiO₄ = (Ar Zr = 91; Ar Si = 28; Ar O =
$$(16x4)$$
) = 183 g/mol

Jika massa $ZrSiO_4 = 300$ gram, maka NaOH?

Jika mol =
$$\frac{gram}{Mr}$$
, maka gram = mol x Mr

Mol ZrSiO₄ =
$$\frac{300 \ gram}{183 \ gram/mol}$$
 = 1,639 mol

Karena perbandingan ZrSiO₄ dengan NaOH 1:6 maka massa NaOH adalah 9,836 mol x 40 g/mol = 393,442 gram

Massa CaCO₃ dan MgCO₃

$$Mr CaCO3 = (Ar Ca = 40; Ar C = 12; Ar O = (3X16 = 48)) = 100g/mol$$

 $Mr MgCO3 = (Ar Mg = 24,3; Ar C = 12; Ar O = (3X16 = 48)) = 84,3 g/mol$

%Ca dalam CaCO3 =
$$\frac{Ar\ Ca}{Mr\ CaCO3} \times 100\% = \frac{40\ g/mol}{100\ g/mol} \times 100\% = 40\%$$

%Mg dalam MgCO3 =
$$\frac{Ar \ mg}{Mr \ MgCO3} \times 100\% = \frac{40g/mol}{100g/mol} \times 100\% = 29\%$$

- Perbandingan Unsur Mg dan $CO_3 = 29\% : 71\% = 1,16 : 2,84$
- Perbandingan Unsur Ca dan $CO_3 = 20\% : 60\% = 1 : 1,5$

Rumus Perhitungan CaCO₃

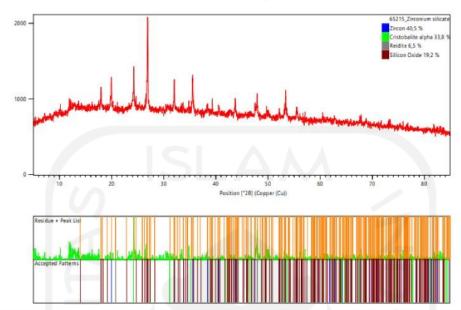
- Unsur (Ca (hasil uji) × CO₃(hasil perbandingan))= Konsentrasi CO₃
- Konsentrasi CO₃ + Ca (hasil uji) = konsentrasi CaCO₃

Rumus Perhitungan MgCO₃

- Unsur (Mg (hasil uji) × CO₃(hasil perbandingan))= Konsentrasi CO₃
- Konsentrasi CO₃ + Mg (hasil uji) = konsentrasi MgCO₃

Lampiran 2. Hasil Karakterisasi XRD Pasir Zirkon (ZrSiO₄)

Hasil Karakterisasi Zirconium Silicate (ZrSiO₄) dengan XRD



Hasil Analisis Pasir Zirkon (ZrSiO ₄)							
Sudut difraksi 2θ (°)	Sudut θ (°)	Rel. Intensity (%)	FWHM	Ukuran kristal (nm)			
26,9074	13,4537	100	0,161	50,76242			

Perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer

Ukuran kristal (D) =
$$\frac{k\lambda}{\beta\cos\theta}$$
 dengan β = FWHM x $\frac{\pi}{180}$

1. Sudut 26,9074°

$$\beta = FWHM x \frac{\pi}{180}$$

$$\beta = 0,161 \text{ x} \frac{3,14}{180}$$

$$\beta = 2,8085 \times 10^{-3}$$

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0.9 \times 1.54060 \text{ Å}}{(2.8085 \times 10^{-3}) \cos 13.4537}$$

Lampiran 3. Dokumentasi Kegiatan Penelitian



(Tungku Peleburan)



(Reaktor Pelindian)



(Evaporator)



(Sentrifuge)



(Kondensat dan Konsentrat Evaporasi)



(Wadah Sentrifuge)



(pH Meter)



(Wadah Sampel)



(NaOH dari PT. Asahimas Chemical)



(Zirconium Silicate dari PT. Monokem Surya)



(Padatan Hasil Peleburan)

Lampiran 4. Hasil Pengujian pada air Limbah hasil pelindian air, air sentrifugasi, konsentrat evaporasi dan kondensat evaporasi.

1. Hasil Pengujian parameter derajat keasaman

pH Air Pelindian

pH Air Pelindian							
pH 1	pH 2	pН					
13,08	13,09	13,09					
13,11	13,11	13,11					
13,04	13,04	13,04					
12,96	12,98	12,97					
12,54	12,57	12,56					
12,42	12,40	12,41					
12,28	12,28	12,28					
11,99	12,01	12,00					
11,77	11,77	11,77					
11,61	11,61	11,61					
10,82	10,82	10,82					
10,65	10,65	10,65					
10,39	10,38	10,39					
10,24	10,22	10,23					
9,83	9,83	9,83					
9,86	9,86	9,86					
9,62	9,62	9,62					
9,52	9,53	9,53					
9,29	9,30	9,30					
9,40	9,50	9,45					
9,07	9,05	9,06					
8,97	8,93	8,95					
8,84	8,88	8,86					
8,43	8,41	8,42					
9,16	9,20	9,18					
	pH 1 13,08 13,11 13,04 12,96 12,54 12,42 12,28 11,99 11,77 11,61 10,82 10,65 10,39 10,24 9,83 9,86 9,62 9,52 9,29 9,40 9,07 8,97 8,84 8,43	pH 1 pH 2 13,08 13,09 13,11 13,11 13,04 13,04 12,96 12,98 12,54 12,57 12,42 12,40 12,28 12,28 11,99 12,01 11,77 11,77 11,61 11,61 10,82 10,82 10,65 10,65 10,39 10,38 10,24 10,22 9,83 9,83 9,86 9,86 9,62 9,62 9,52 9,53 9,29 9,30 9,40 9,50 9,07 9,05 8,97 8,93 8,84 8,88 8,43 8,41					

pH Air Kosentrat

F			
tingkat pelindia n	pH 1	pH 2	pН
1	-	-	-
2	12,79	12,78	12,79
3	13,04	13,04	13,04
4	13,16	13,16	13,16
5	12,73	12,75	12,74
6	12,49	12,50	12,50
7	12,29	12,29	12,29
8	11,75	11,75	11,75
9	11,62	11,64	11,63
10	10,54	10,53	10,54
11	10,41	10,41	10,41
12	10,03	10,03	10,03
13	10,14	10,14	10,14
14	10,09	10,10	10,10
15	9,73	9,74	9,74
16	9,62	9,63	9,63
17	9,72	9,72	9,72
18	9,75	9,74	9,75
19	9,77	9,77	9,77
20	9,47	9,47	9,47
21	- 1		-
22	10,13	10,14	10,14
23	-	-	-
24	9,71	9,71	9,71
25	1"-	d (-	-

pH Air Sentrifugasi

PII I III DC			
tingkat pelindian	pH 1	pH 2	рН
1	-	-	-
2	-	-	-
3	-	-	-
4	-	-	-
5	12,49	12,49	12,49
6	12,62	12,62	12,62
7	12,22	12,22	12,22
8	11,99	11,99	11,99
9	11,72	11,72	11,72
10	11,32	11,32	11,32
11	10,95	10,95	10,95
12	10,44	10,44	10,44
13	10,20	10,20	10,20
14	9,18	9,18	9,18
15	9,16	9,21	9,18
16	9,06	9,03	9,04
17	8,97	8,96	8,97
18	8,82	8,83	8,83
19	8,93	8,83	8,88
20	9,20	9,19	9,20
21	8,96	8,95	8,95
22	8,71	8,71	8,71
23	-	-	-
24	8,57	8,57	8,57
25	-	<u> </u>	-

pH Air Filtrat Evp (Uap air)

Keterangan: tanda strip (-) pada tabel menunjukan tidak dilakukan analisis

2. Hasil pengujian parameter Na, Si, Fe

		Uap Air	Evaporas	i	
No	Code		Parameter	•	C .
No	Sampel	Na	Si	Fe	Satuan
1	B2	9,2642	0,152	0,0421	mg/L
2	B4	0,8667	0,052		mg/L
3	В6	9,087	0,106		mg/L
4	B8	0,8881	0,081	20	mg/L
5	B10	1,8773	0,033	2	mg/L
6	B12	3,8905	0,077	-	mg/L
7	B14	1,2218	0,024		mg/L
8	B16	6,9786	0,07	5 - 7	mg/L
9	B18	28,9675	0,038	-	mg/L
10	B20	29,0951	0,046	-	mg/L
11	B22	567,035	0,039		mg/L
12	B24	80,211	0,103	<0,0168	mg/L

		Air pelin	dian		
Na	Code Sommel	Pa	ramete	er	Catuan
No	Code Sampel	Na	Si	Fe	Satuan
1	A2	2583,64	-	0,0931	mg/L
2	A4	1616,8	-	=======================================	mg/L
3	A6	1423,74	2	22	mg/L
4	A8	1393,26	_		mg/L
5	A10	942,92	-	-	mg/L
6	A12	402,058	-	- "	mg/L
7	A14	355,552	-	-	mg/L
8	A16	219,354	-	-	mg/L
9	A18	138,983	-	-	mg/L
10	A20	102,697			mg/L
11	A22	68,0757		<u>≅</u>	mg/L
12	A24	44,0646		0,2364	mg/L

		Kosentrat ai	r Evapo	orasi			
No	Code	Par	Parameter				
NO	Sampel	Na	Si	Fe	Satuan		
1	K2	8584,65	-	<0,0168	mg/L		
2	K4	11478,85	-	-	mg/L		
3	K6	4797,08		□ □	mg/L		
4	K8	2505,52	-	3	mg/L		
5	K10	1677,78	-	2	mg/L		
6	K12	777,47	-	<u>u</u>	mg/L		
7	K14	621,74	121	2	mg/L		
8	K16	575,93	-	2	mg/L		
9	K18	308,925	-	1 - /	mg/L		
10	K20	226,639	-	- /	mg/L		
11	K22	206,922	-	-	mg/L		
12	K24	325,29		0,0176	mg/L		

		Air se	entrifugasi		
No	Code		Parameter		Satuan
NO	Sampel	Na	Si	Fe	Satuan
1	C2	-1	-	<0,0181	mg/L
2	C4	-	-		mg/L
3	C6	2476,97	479,68	- V	mg/L
4	C8	1518,84	239,65		mg/L
5	C10	852,8	133,357	121	mg/L
6	C12	471,58	103,001		mg/L
7	C14	246,98	77,518	-	mg/L
8	C16	443,09	58,793	-	mg/L
9	C18	142,63	83,204	-	mg/L
10	C20	98,32	51,756		mg/L
11	C22	82,35	48,476	/ / - / \	mg/L
12	C24	75,33	48,344	<0,0181	mg/L

Keterangan:

angka setalah huruf pada sampel code menunjukan jumlah tingkat pelindian tanda strip (-) pada tabel menunjukan **tidak dilakukan analisis**

Air Limbah Hasil Pelindian Air

_							
No	Kode	Vol	Vol. Akhir	Mg (mg/kg)		Ca (mg/kg)
		Awal mL	(mL)	Terbaca	Total	Terbaca	Total
1	A3	25	100	0,0896	0,36	0,1464	0,59
2	A7	25	100	0,5124	2,05	nd	LOD=0,03
3	A11	25	100	0,5109	2,04	0,2385	0,95
4	A15	25	100	0,1568	0,63	nd	LOD=0,03
5	A19	25	100	0,1583	0,63	0,0996	0,4
6	A23	25	100	0,6395	2,56	0,3098	1,24

Air Sentrifugasi

No	Kode	Vol	Vol. Akhir	Mg (mg/kg)		r Mg (mg/kg) Ca (mg/kg)		mg/kg)
NO	Kode	Awal mL	(mL)	Terbaca	Total	Terbaca	Total	
1	S3	25	100	0,0693	0,28	0,0387	0,15	
2	S7	25	100	0,1277	0,51	nd	LOD=0,03	
3	S11	25	100	0,115	0,46	0,1272	0,51	
4	S15	25	100	0,0523	0,21	nd	LOD=0,03	
5	S19	25	100	0,1416	0,57	0,0571	0,23	
6	S23	25	100	0,5777	2,31	0,4554	1,82	

Kondensat Evaporasi

No	Kode	Vol	Vol. Akhir	Mg (mg/kg)		Ca (mg/kg)	
		Awal mL	(mL)	Terbaca	Total	Terbaca	Total
1	В3	25	100	0,0826	0,33	nd	LOD=0,01
2	В7	25	100	0,0137	0,05	nd	LOD=0,01
3	B11	25	100	nd	LOD=0,01	nd	LOD=0,01
4	B15	25	100	nd	LOD=0,01	nd	LOD=0,01
5	B19	25	100	nd	LOD=0,01	nd	LOD=0,01
6	B23	25	100	0,0334	0,13	nd	LOD=0,01

Konsentrat Evaporasi

	Kode	Vol	Vol. Akhir	Mg (mg/kg)		Ca (mg/kg)	
No		Awal mL	(mL)	Terbaca	Total	Terbaca	Total
1	K3	25	100	nd	LOD=0,01	nd	LOD=0,03
2	K7	25	100	0,1127	0,45	nd	LOD=0,03
3	K11	25	100	0,9492	3,8	0,5329	2,13
4	K15	25	100	0,4358	1,74	0,218	0,87
5	K19	25	100	0,1347	0,54	nd	LOD=0,03
6	K23	25	100	0,5352	2,14	nd	LOD=0,03

Keterangan: nd merupakan singkatan dari not detection, LOD merupakan limit of detection, tanda strip (-) pada tabel menunjukan **tidak dilakukan analisis**

Hasil Rekapan Analisis dari Tingkat Pelindian ke 1 sampai tingkat 24

PARAMETER	BAKU MUTU	Satuan	Air Limbah Pelindian Air	
Doroist Vassaman	6,5-8,5		12.00 8.42	
Derajat Keasaman	6,0-9,0		13,09 – 8,42	
Besi terlarut (Fe)	0,3	mg/L	0,236 - 0,093	
Natrium (Na)	200	mg/L	2583,64 - 44,064	
Kesadahan	500		9,83 – 2,42 dan 3,1 – (<lod)< td=""></lod)<>	
(MgCO ₃ dan CaCO ₃)	500	mg/L		
Silika (Si)	-	mg/L	-	
Gross – Alpha	0,1	Bq/L	2,436 – 1,355	
Gross – Beta	1	Bq/L	1,811 – (<0,127)	

PARAMETER	BAKU MUTU	Satuan	Air Sentrifugasi
Derajat Keasaman	6,5 - 8,5	U	12,62 – 8,57
Derajat Keasaman	6,0-9,0	_	
Besi terlarut (Fe)	0,3	mg/L	<0.018 (LOD)
Natrium (Na)	200	mg/L	852,8-75,33
Kesadahan			
(MgCO ₃ dan	500	mg/L	8,87 – 0,81 dan 4,55 – (<lod)< td=""></lod)<>
CaCO ₃)			
Silika (Si)	-	mg/L	133,357 – 48,344
Gross – Alpha	0,1	Bq/L	<0,012
Gross – Beta	1	Bq/L	<0,127

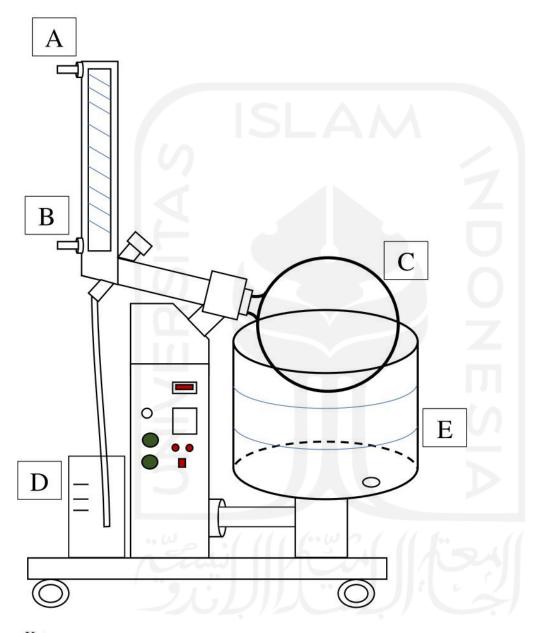
PARAMETER	BAKU MUTU	Satuan	Konsentrat Evaporasi
Derajat Keasaman	6,5-8,5 6,0-9,0	_	13,16 – 9,47
Besi terlarut (Fe)	0,3	mg/L	0,018 - <0.017 (LOD)
Natrium (Na)	200	mg/L	8584,65 -325,29
Kesadahan (MgCO ₃ dan CaCO ₃)	500	mg/L	14,59 – 2,07 dan 5,325 – (<lod)< td=""></lod)<>
Silika (Si)		mg/L	
Gross – Alpha	0,1	Bq/L	<0,012
Gross – Beta	1	Bq/L	<0,127

PARAMETER	BAKU MUTU	Satuan	Kondensat Evaporasi
Derajat Keasaman	6,5 - 8,5	6,5 - 8,5 6,0 - 9,0	6,23 – 4,22
Derajat Keasaman	6,0-9,0		0,23 – 4,22
Besi terlarut (Fe)	0,3	mg/L	0,042 - <0.018 (LOD)
Natrium (Na)	200	mg/L	80,211 - 0,867
Kesadahan			
(MgCO ₃ dan	500	mg/L	0,50 – (<lod) (<lod)<="" dan="" td=""></lod)>
CaCO ₃)			171
Silika (Si)	-	mg/L	0,103 - 0,033
Gross – Alpha	0,1	Bq/L	0,198 - (<0,012)
Gross – Beta	1	Bq/L	<0,127

Keterangan: kadar atau konsentrasi pada tabel hasil rekapan ini merupakan rentang hasil analisis yang diperoleh dari nilai yang tertinggi sampai nilai terendah. LOD merupakan singkatan dari Limit Of Detection. Tanda strip pada tabel menandapan bahwa pada parameter tersebut tidak dilakukan analisis.

Lampiran 5. Skema Alat

1. Evaporator



Keterangan:

A = Air masuk (kondensor)

B = Air keluar (kondensor)

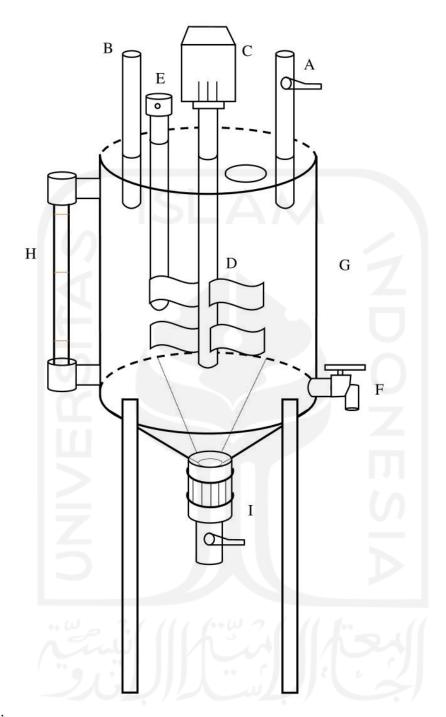
C = Labu Evaporator

D = Gelas Beker

E = Pemanas (berisi minyak)



2. Skema Reaktor Pelindian



Keterangan:

A= Air masuk (PDAM/Sumur)

B= Pembuangan Udara/ Uap

C= Motor (Penggerak baling-baling)

D= Baling-baling pengaduk

E= Detektor panas

F= Air keluar (dengan sedikit padatan)

G= Tangki Reaktor pelindian

H= Indikator level manual

I= Padatan keluar