

PEMISAHAN ZIRKONIA (ZrO_2) DARI PASIR ZIRKON BANGKA MENGGUNAKAN METODE ALKALI FUSION DAN LEACHING ASAM KLOORIDA

Gita Afriza¹, Adisyahputra¹, Verry Andre Fabiani¹, Sabrina Saraswati²
Muhammad Burhanudin²

¹Jurusan Kimia Fakultas Teknik Universitas Bangka Belitung

²PT Timah Tbk

Gitaafrika01@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan pemisahan zirkonia dari pasir zirkon Bangka menggunakan metode peleburan alkali dan pelindian asam klorida yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu peleburan terhadap persentase zirkonia dan untuk mengetahui karakteristik dari pasir zirkon Bangka setelah diekstraksi. Proses peleburan dilakukan dengan mereaksikan sampel zirkon dengan NaOH dimasukkan kedalam tungku pada suhu 700 °C dengan variasi waktu peleburan 5, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 120 dan 180 menit. Proses ini kemudian dilanjutkan dengan pencucian menggunakan akuades sebanyak 250 ml dengan pengadukan dan pemanasan menggunakan pelat pemanas pengaduk magnet selama 1 jam dengan kecepatan 180 rpm pada suhu 80 °C, disaring, dan residunya dilindi dengan HCl 37% sesuai dengan langkah pencucian dengan akuades. Filtrat dari pelindian dengan HCl kemudian diambil dan diendapkan dengan NH_4OH 12,5% dan selanjutnya diklasinasi dengan tungku pada suhu 700 °C sampai kering. Hasil ekstraksi kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD. Hasil penelitian menunjukkan waktu optimum peleburan adalah pada waktu 30 menit. Dilihat dari data karakterisasi XRF dan XRD, fasa yang terbentuk yaitu tetragonal dengan persentase zirkonia sebesar 65% dan kadar Zr dalam zirkonia sebesar 42,72%.

Kata kunci: Peleburan, variasi waktu, zirkonia

ABSTRACT

The separation of zirconia from Bangka zircon sand was conducted using the alkaline fusion method and hydrochloric acid leaching which aims to determine the effect of fusion time on the percentage of zirconia and to determine the characteristics of Bangka zircon sand after extraction. The fusion process was done by reacting zircon samples with NaOH in a furnace at a temperature of 700 °C with various fusion times of 5, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 120 and 180 minutes. This process was then followed by washing using 250 mL of distilled water by stirring and heating using a hot plate magnetic stirrer for 1 hour at a speed of 180 rpm at 80 °C, filtered, and the residue was leached with 37% HCl according to the washing step with distilled water. The filtrate from leaching with HCl was then precipitated with 12.5% NH_4OH and then calcined in a furnace at 700 °C to dry. The extraction results were then characterized using XRF and XRD. The results showed that the optimum melting time was 30 minutes. According to the XRF and XRD characterization data, the formed phase was tetragonal with a zirconia percentage of 65% and a Zr content of 42.72% in zirconia.

Keywords: Decomposition, time variation, zirconia

PENDAHULUAN

Provinsi Kepulauan Bangka Belitung dikenal sebagai daerah tambang timah dengan produksi terbesar di Indonesia dan kedua di dunia setelah Cina (Lutfhi & Sunarwan, 2008), dengan produksi timah sebanyak 84.000 ton pertahunnya (Ummaradiah dkk., 2020). Biji timah yang dilebur memiliki kandungan timah kurang lebih 70% dengan sisa mineral lainnya adalah mineral pengotor (tailing) atau logam tanah jarang. Logam tanah jarang salah satunya berupa pasir

zirkon (Adisyahputra dkk., 2021). Produk hasil pengolahan pasir zirkon berupa zirkonia (ZrO_2) dan silika (SiO_2). Berdasarkan hasil uji XRF kandungan pasir zirkon (Zr), zirkonia Bangka memiliki kandungan ZrO_2 yaitu 28,92% (Poernomo dkk., 2016), dari data tersebut perlu dilakukan pemisahan untuk mendapatkan kemurnian zirkonia yang tinggi. Zirkon merupakan senyawa kimia yang stabil karena berikatan kuat dengan zirkonia dan silika (Abdelkader dkk., 2007). Pemurnian secara kimiawi dilakukan dengan proses ekstraksi yang

diawali dengan proses *fusion* atau peleburan dengan memecah ikatan antara oksida tersebut. Salah satu cara untuk memecah ikatan tersebut yaitu dengan proses peleburan senyawa zirkonia dengan silika menggunakan senyawa alkali. Dari penelitian yang dilakukan oleh Mutimah, (2013) ekstraksi zirkon dengan metode aktivasi mekanik membentuk senyawa zirkonia pada suhu 700 °C dengan persentase yang didapatkan yaitu sebesar 16 % selain itu penelitian yang dilakukan Biyantoro dkk. (2017) dengan menggunakan metode campuran solven menghasilkan persentase 26,39%. Persentase tersebut masih belum maksimal sehingga untuk memisahkan dan meningkatkan kandungan zirkonia, diperlukan metode yang tepat untuk meningkatkan persentase zirkonia salah satu metode tersebut dapat dilakukan dengan metode alkali *fusion* menggunakan NaOH. NaOH lebih efektif digunakan karena titik leleh yang relatif rendah kisaran 323 °C, dibandingkan dengan Na₂CO₃ titik leleh di atas suhu 800 °C serta menimbulkan hasil samping berupa gas CO₂ yang berbahaya (Abdelkader dkk., 2007). Pada penelitian ini parameter yang diamati yaitu waktu peleburan karena merupakan parameter penting dalam pemisahan zirkonia.

BAHAN DAN METODE

Bahan yang digunakan adalah pasir zirkon yang diperoleh dari daerah tambang timah di Kepulauan Bangka Belitung. Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah asam klorida, amonia, natrium hidroksida diperoleh dari E. Merck (Darmstadt, Germany).

Pemisahan zirkonia dari pasir zirkon

Serbuk zirkon sebanyak 20 g dan 22 g NaOH dicampurkan dalam *crussible furnace*. Campuran dilebur pada suhu 700 °C dengan 9 kali perlakuan untuk variasi waktu yaitu 5, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 120 dan 180 menit. Hasil peleburan didinginkan dalam suhu ruang kemudian dilindi dengan akuades. Pelindian dilakukan dengan memasukkan hasil leburan dalam gelas kimia

kemudian diaduk menggunakan bantuan *hot plate* yang dilengkapi dengan pengaduk magnet, kecepatan pengadukan 180 rpm selama 1 jam pada suhu 80 °C. Hasil pelindian menggunakan akuades kemudian dipisahkan menggunakan penyaring untuk mengambil residunya. Residu hasil pelindian kemudian dilindi kembali menggunakan asam klorida dengan bantuan *hotplate* yang dilengkapi dengan pengaduk magnet, kecepatan pengadukan 180 rpm selama 1 jam pada suhu 80 °C. Kondisi operasi yang digunakan adalah asam klorida (37%) sebanyak 250 mL. Hasil pelindian dipisahkan dengan penyaringan, filtrat yang diperoleh kemudian diendapkan dengan ammonium hidrokisda (12,5%) sampai terbentuk endapan putih. Endapan putih dipanaskan pada *furnace* suhu 700 °C hingga kering. Hasil ekstraksi dikarakterisasi dengan X-Ray Fluorescence (XRF, portable olimpus type vanta) dan X-Ray Diffraction (XRD, PANalytical type AERIS XRD untuk mengetahui persentase kemurniannya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

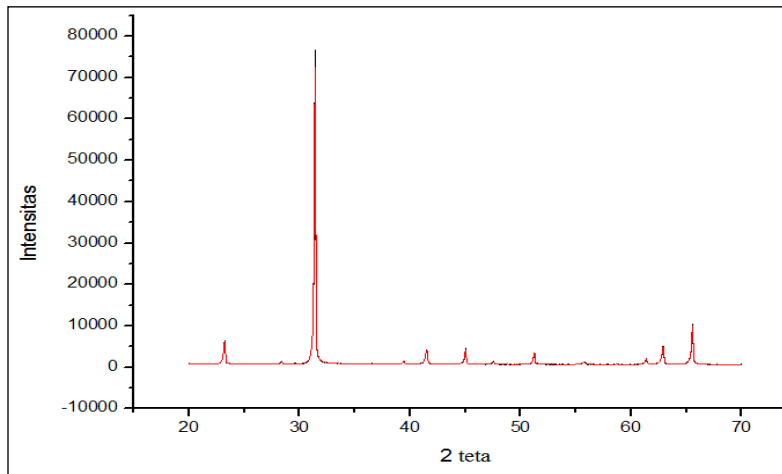
Sampel pasir zirkon dipreparasi terlebih dahulu sebelum masuk ke proses ekstraksi dengan ukuran 200 mesh yang bertujuan untuk menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil, karena semakin kecil ukuran partikel dari pasir zirkon maka akan mempengaruhi reaktifitas senyawa agar lebih mudah bereaksi (Mutimmah dkk., 2013). Pasir zirkon yang berasal dari Bangka sebelumnya diidentifikasi menggunakan XRF dan XRD untuk mengetahui kandungan unsur awal dari sampel pasir zirkon dan mengetahui persentase mineral serta struktur kristal awal dalam sampel pasir zirkon. Karakterisasi awal menggunakan XRF bertujuan sebagai pembanding untuk melihat persentase unsur Zr sebelum dan setelah diekstraksi, dari Tabel 1 sampel pasir zirkon menunjukkan adanya kandungan Zr dengan persentase sekitar 32,4% dan persentase Si 2,57%. Hal ini menunjukkan bahwa unsur zirkon merupakan unsur yang paling banyak pada pasir zirkon Bangka.

Tabel 1. Hasil uji kandungan awal pasir zirkon Bangka menggunakan XRF Unsur Persentase (%)

Unsur	Presentase (%)
Zr	32,4
Si	2,57

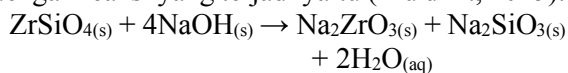
Pasir zirkon juga dikarakterisasi awal menggunakan XRD, dapat ditampilkan juga pada Gambar 1, bersama-sama dengan difraktogram XRD awal yang merupakan difraktogram XRD untuk mineral $ZrSiO_4$. Difraktogram tersebut menunjukkan bahwa terdapat puncak-puncak $ZrSiO_4$ pada sudut 2θ : 23,20°, 31,36°, 39,41°, 44,28°, 51,24°, 55,83°, 61,36° dan 65,55° dengan

persentase $ZrSiO_4$ sebesar 41,3%. Hasil analisis tersebut memiliki kemiripan dengan penelitian Genoveva dkk. (2007) dengan sudut 2θ : 17,47°, 20,06°, 26,98°, 28,24°, 30,34°, 31,54°, 35,27°, 40,79°, 50,61°, 55,4° dan 59,88°. Dan sesuai dengan JCPDS NO 06-0266 sudut 2θ : 20,09°, 27,08°, 35,69°, 38,63°, 43,38°, 53,54° dan 55,7°.

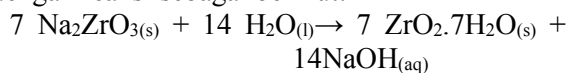


Gambar 1. Grafik Difraktogram XRD awal pasir zirkon

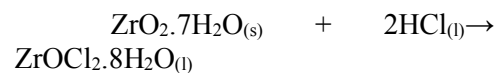
Kemudian dari hasil ekstraksi pasir zirkon menggunakan metode alkali fusi pada proses peleburan terjadi dekomposisi pasir zirkon dengan reaksi yang terjadi yaitu (Liu dkk., 2015):



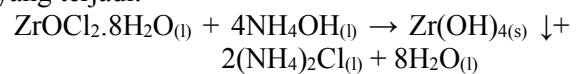
Natrium zirkonat dicuci menggunakan akuades dengan reaksi sebagai berikut:



pelindian dengan HCl untuk mengambil solute dalam larutan dan reaksinya sebagai berikut:



Zirkonil klorida diendapkan dengan ammonia sehingga terbentuk endapan putih dengan reaksi yang terjadi.



Kemudian endapan dikalsinasi untuk menghilangkan air menjadi zirkonia murni.



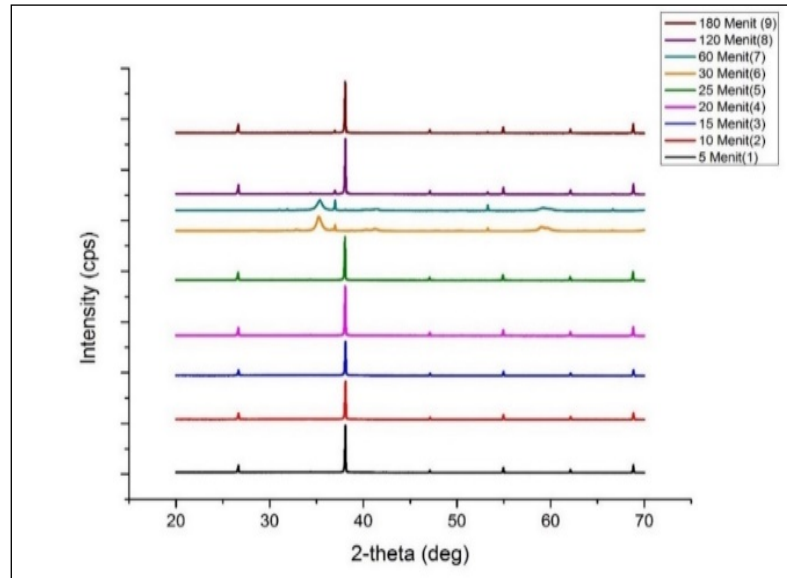
Zirkonia kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD.

Tabel 2. Hasil XRF setelah diekstraksi

Unsur	Persentase unsur (%)									
	Waktu peleburan									
	5	10	15	20	25	30	60	120	180	
Zr	2,87	3,59	4,03	6,00	7,403	42,72	23,8	15,130	14,245	
Si	0,241	0,184	0,145	0,29	0,201	2,63	0,98	0,5	0,51	

Dari Tabel 2 hasil XRF untuk beberapa variasi waktu tersebut menunjukkan bahwa waktu yang paling optimum adalah pada waktu

30 menit dengan kadar Zr 42,72%. Kadar Zr setelah waktu 30 menit mengalami penurunan.



Gambar 2. Karakterisasi XRD setelah ekstraksi

Dari data XRD, dapat ditampilkan juga pada Gambar 2, Bersama-sama dengan difraktogram XRD setelah ekstraksi sesuai dengan JCPDS No. 80-0965 dan fasa yang terbentuk tetragonal. Untuk variasi waktu peleburan pasir zirkon 5, 10, 15, 20 dan 25 menit menghasilkan pola difraksi yang sesuai dengan fasa zirkonia yaitu pada 2θ $34,68^\circ$, $39,60^\circ$, $40,60^\circ$, $49,46^\circ$, $58,04^\circ$ dan $68,75^\circ$. Struktur kristal yang terbentuk yaitu tetragonal namun intensitas yang dihasilkan sangat kecil. Puncak difraksi zirkonia terlihat jelas pada waktu peleburan 30 dan 60 menit, selain itu tampak juga puncak tertinggi masih didominasi oleh fasa mineral salamoniac yang merupakan garam Cl

dari produk samping pemisahan zirkonia, hal ini disebabkan karena pada saat proses pelindian yang mengalami penggaraman dengan adanya interaksi antara senyawa yang mengandung logam dengan asam klorida sehingga menghasilkan sisa ekstraksi berupa garam Cl (Juliani, 2018). Pola difraksi ZrO_2 juga memiliki kemiripan dengan penelitian Aisyah (2018), pada sudut 2θ $50,20^\circ$ dan $59,97^\circ$ dengan struktur kristalin yaitu tetragonal. Selanjutnya pada waktu peleburan 120 dan 180 menit menghasilkan pola difraksi yang sama, dengan persentase zirkonia sebesar 27,8%.

Table 3. Analisis kuantitatif menggunakan XRD variasi waktu

Waktu (menit)	Mineral	Kuantitatif (%)
5	ZrO_2	0,2
10	ZrO_2	0,2
15	ZrO_2	0,4
20	ZrO_2	0,5
25	ZrO_2	0,6
30	ZrO_2	65
60	ZrO_2	57,7
120	ZrO_2	27,8
180	ZrO_2	27,8

Dilihat dari Table 3 pengaruh waktu terhadap persentase zirkonia pada waktu 5 sampai 30 menit mengalami kenaikan yang cukup signifikan dengan persentase zirkonia sebesar 65% tetapi apabila waktu dinaikan hingga 180 menit zirkonia yang dihasilkan menurun. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu peleburan maka akan menghasilkan energi panas yang berlebih sehingga mengakibatkan turunnya kandungan zirkonia dalam sampel pasir zirkon. Energi panas yang berlebih pada proses peleburan pasir zirkon akan menyebabkan reaksi berlangsung terlalu tinggi dan akan berakibat pada turunnya kandungan zirkonia pada sampel (Pangestu, 2018). Selain itu penurunan kadar zirkonia disebabkan karena dihasilkannya produk samping yang didominasi berupa garam halite dan salamoniac dengan kadar yang tinggi hasil sisa ekstraksi sehingga kandungan zirkonia tertutup oleh produk samping tersebut (Dahlan, 2010) berdasarkan data XRF yaitu kadar Zr sebesar 42,72% dan berdasarkan data XRD memiliki fasa zirkonia tetragonal dengan persentase 65% untuk sampel pada waktu peleburan 30 menit.

KESIMPULAN

Waktu peleburan pasir zirkon berpengaruh terhadap persentase Zirkonia dalam pasir zirkon, pada waktu 5 sampai 30 menit mengalami kenaikan dan mengalami penurunan pada waktu 60-180 menit, waktu optimal peleburan terjadi pada waktu 30 menit. Karakterisasi zirkonia dari pasir zirkon Bangka berdasarkan data XRF yaitu kadar Zr sebesar 42,72% dan berdasarkan data XRD memiliki fasa zirkonia tetragonal dengan persentase 65% untuk sampel pada waktu peleburan 30 menit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dapat terlaksana dengan baik berkat bantuan dari pihak PT Timah Tbk untuk itu peneliti mengucapkan terima kasih karena telah membantu secara finansial baik materi dan ilmunya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdelkader, A.M., Daher, A. & El-Kashef, E. 2008. Novel decomposition method for zirkon. *Journal of Alloys and Compounds*. 460, 577-580.
- Adisyahputra, F.I.P., Sari, R.G. Mahardika & Afriza, G. 2021. *IOP Conference Seri: Earth Environmental Science*. 926 12105.
- Aisyah A., Mahatmanti, W. & Widiarti, N. 2018. Perbedaan aktivitas katalitik S-ZrO₂, S-ZA dan S-ZrO₂/ZA dalam reaksi esterifikasi minyak jelantah. *Indonesian Journal of Chemical Science*, Vol. 7(3), 285-291.
- Biyantoro. D., Made, S. & Agus, S. 2017. Pemisahan zirkonium dan hafnium memakai campuran solven TBP-D2EHPA dan amberlite Xad-16. *Jurnal Iptek Nuklir Ganendra*, 20(1), 9-21.
- Genoveva, G.R., Enrique, O.R., Teresita, R.G.E. & Eduardo, O.R. 2007. The influence of agitation speed on the morphology and size particle synthesis of Zr(HPO₄)₂, H₂O from Mexican Sand. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. 6(1), 39-51.
- Juliani, N.K.A. 2018. *Analisa Pengaruh Variasi Leaching Dan Penambahan Template Terhadap Pembentukan Hollow Mesoporous Silika Nanopartikel*. *Jurnal Teknik ITS*. 7(1), 91-95.
- Liu, J., Song, J., Qi, T., Zhang, C. & Qu, J. 2015. Controlling the formation of Na₂ZrSiO₅ in alkali fusion process for zirconium oxychloride production. *Advanced Powder Technology*. 27(1), 1-8.
- Luthfi, M. & Sunarwan, B. 2008. Analisis sebagai kegiatan pertambangan timah menggunakan sistem informasi geografi di daerah Bangka, Provinsi Bangka Belitung. *Jurnal Teknologi*, 1(13), 18-30.
- Mutimah, Yuswono, Akbar, S., Nugroho, D.W., Rahman, T.P., Nofrizal, Ikono, R., Siswanto & Rochman, N.T. 2013. Optimasi ekstraksi zirkonia berbahan baku pasir zirkon silikat melalui reduksi basa. *Prosiding. Semirata FMIPA Universitas Lampung*. 401-404.
- Poernomo. H, Dwi. B. & Maria. V.P. 2016. Kajian konsep teknologi pengolahan pasir zirkon lokal yang mengandung monasit, senotim dan ilmenit. *Jurnal Eksplorium*, 37(2): 73-88.
- Ummaradiah, A., Yusup, M. & Mukiat. 2020. Potensi investasi peningkatan nilai tambah mineral ikutan timah di Kepulauan Bangka Belitung. *Jurnal Pertambangan*. 4(2), 98-107.