

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Pasir zirkon yang memiliki senyawa berupa zirkon silikat ( $ZrSiO_4$ ) merupakan mineral zirkonium yang paling banyak di bumi. Secara fisik, pasir zirkon termasuk mineral yang berat dengan berat jenis 4,6 – 4,8 [1] dan memiliki stabilitas termodinamika yang baik [2]. Pasir zirkon memiliki sifat material yang baik sehingga banyak dimanfaatkan pada bidang industri dan bidang keilmuan seperti *geochronology* dan untuk *tracing* proses geologi [2]. Kualitas zirkon lebih baik apabila mempunyai kemurnian yang tinggi [3]. Zirkonia menjadi bahan untuk aplikasi berteknologi tinggi karena sifat mekanik, termal, listrik, kimia, dan optiknya yang sangat baik [4], [5]. Zirkonia sendiri dapat dimanfaatkan sebagai sensor gas, *thin film* [6], dan bahan tungku [7] serta komponen mesin, seperti pompa kimia, kepala piston, dan untuk mengendalikan bahan bakar dan oksigen pada mesin [5].

Sintesis nanopartikel  $ZrO_2$  akan dilakukan dengan metode presipitasi. Metode ini dilakukan dengan menambahkan ammonia ke larutan Zr yang sudah melewati tahap ekstraksi kemudian filterasi. Terdapat berbagai metode lainnya untuk melakukan sintesis nanopartikel  $ZrO_2$ , seperti sol-gel [8][9], *mechanical milling* [10][11], hidrotermal [12], *solvothermal* [13], dan *freeze-drying* [14][15]. Sol-gel merupakan teknik sintesis dengan menggunakan zirkon dan senyawa klorida sebagai prekursor yang kemudian terbentuk sol dan gel [8][16]. *Mechanical milling* adalah salah satu metode sintesis secara fisika dengan menggiling zirkon yang dicampur bersamaan sehingga terjadi perubahan jari-jari karena adanya tumbukan selama penggilingan tersebut [10]. Adapula metode hidrotermal yang mana zirkon dilarutkan pada aquades dan menambakkannya dengan larutan basa, kemudian diberikan perlakuan hidrotermal dalam *autoclave* dengan temperatur rendah, lalu mendiampkannya hingga mencapai suhu ruangan [12]. *Solvothermal* tidak jauh berbeda dengan hidrotermal, yang

membedakannya adalah penggunaan larutan *non-aqueous* dalam pencampurannya dengan zirkon, seperti larutan  $\text{HNO}_3$  atau  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [13]. *Freeze-drying* adalah salah satu metode sintesis kering, larutan zirkon dimasukkan ke dalam *freeze dryer* dimana terjadi proses penyemprotan nitrogen cair ( $196\text{K}$ ) terhadap larutan zirkon yang kemudian akan membeku secara cepat [14]. Melihat dari penggunaan alat yang besar, proses dan waktu yang cukup panjang, juga biaya yang tinggi pada metode lainnya, presipitasi memiliki prosedur lebih sederhana dan cepat.

Kemampuan adsorpsi suatu material dapat ditingkatkan dengan memperbesar luas permukaan pada material karena adanya pengecilan ukuran pori-pori [17]. Pada penelitian sebelumnya, sintesis  $\text{ZrO}_2$  dengan memvariasikan temperatur akan berpengaruh terhadap ukuran kristal. Semakin tinggi temperatur pembakaran maka akan bertambah ukuran kristal yang terbentuk. Pada temperatur  $900^\circ\text{C}$  zirkon memiliki ukuran sebesar 4 nm, pada temperatur  $1000^\circ\text{C}$  berukuran 7 nm, dan pada temperatur  $1100^\circ\text{C}$  zirkon berukuran 18 nm [18].

Pada penelitian lainnya, dilakukan sintesis zirkon menggunakan metode presipitasi dengan variasi pH dan temperatur kalsinasi. Dari hasil dari penelitian tersebut Ukuran partikel  $\text{ZrO}_2$  dengan presipitasi pH 7 pada temperatur kalsinasi  $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$ ,  $700^\circ\text{C}$ , dan  $800^\circ\text{C}$  berturut-turut adalah 22 nm, 27 nm, 32 nm, dan 38 nm dan ukuran partikel juga meningkat dengan semakin tingginya pH yang ada [19].

Pada penelitian lainnya, dilakukan sintesis zirkon melalui hidrolisis zirkonil nitrat dalam larutan alkohol menggunakan iradiasi gelombang mikro, setelah melewati beberapa proses berikutnya, nanopartikel  $\text{ZrO}_2$  dikalsinasi dengan beda temperatur  $100^\circ\text{C}$  sampai  $600^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Dari hasil penelitian tersebut,  $\text{ZrO}_2$  dengan temperatur kalsinasi  $100^\circ\text{C}$  dan  $300^\circ\text{C}$  memiliki fasa amorf, dan mulai pada temperatur  $400^\circ\text{C}$   $\text{ZrO}_2$  memiliki fasa *monoclinic* dan diatas temperatur  $400^\circ\text{C}$  tidak terdapat banyak perubahan signifikan pada struktur  $\text{ZrO}_2$  [20].

Pada penelitian berikutnya, zirkonia disintesis dengan metode perlakuan termal menggunakan zirkonium (IV) asetat hidroksida sebagai prekursor

logam, polivinilpirolidon (PVP) sebagai bahan *capping*, dan aquades sebagai pelarut. Kemudian diolah lebih lanjut dan dikalsinasi dengan suhu temperatur bervariasi 600<sup>0</sup>C - 900<sup>0</sup>C. Dari penelitian tersebut didapat ukuran partikel ZrO<sub>2</sub> dengan temperatur kalsinasi 600<sup>0</sup>C, 700<sup>0</sup>C, 800<sup>0</sup>C, dan 900<sup>0</sup>C adalah 7 nm, 12 nm, 19 nm, dan 32 nm [21]. Hal ini membuktikan bahwa temperatur kalsinasi memiliki pengaruh dalam perubahan struktur suatu bahan.

Dari pemaparan diatas, maka penelitian dirancang untuk mengekstraksi zirkonia dari pasir zirkon menggunakan metode fusi kaustik lalu dikalsinasi dengan variasi temperatur 500<sup>0</sup>C, 600<sup>0</sup>C, dan 700<sup>0</sup>C. Nanopartikel ZrO<sub>2</sub> hasil penelitian akan diaplikasikan sebagai adsorben metilen biru dengan memvariasikan konsentrasi dan waktu interaksi metilen biru. Hasil pengujian akan dipaparkan daya adsorpsinya menggunakan persamaan isoterm *Langmuir*, *Freundlich*, dan kinetika adsorpsi. Disamping itu, zirkonia yang didapat akan dikarakterisasi morfologi dan sifat kristalnya dengan menggunakan XRD, dan *Surface Area Meter* dengan metode *Brunauer-Emmett-Teller* (BET)

## 1.2. Rumusan Masalah

Berikut yang menjadi rumusan masalah dalam penelitian ini:

- a. Bagaimana proses ekstraksi zirkonia dari pasir zirkon dengan metode fusi kaustik?
- b. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi pada luas permukaan nanopartikel zirkonia yang diekstraksi dari pasir zirkon dengan metode fusi kaustik?
- c. Bagaimana mengetahui kemampuan adsorpsi zirkonia hasil ekstraksi dari pasir zirkon terhadap metilen biru sebagai adsorben?

## 1.3. Tujuan

Berdasarkan rumusan masalah di atas, tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah:

- a. Mendapatkan serbuk zirkonia dari pasir zirkon ( $ZrSiO_4$ ) menggunakan metode fusi kaustik,
- b. Mendapatkan data karakteristik serbuk zirkonia dari pasir zirkon.
- c. Mengaplikasikan zirkonia dari pasir zirkon untuk adsorben metilen biru dan mendapatkan data penyerapannya.

#### 1.4. Batasan Masalah

Yang menjadi batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Bahan dasar yang digunakan merupakan pasir zirkon.
- b. Bahan reaksi fusi kaustik adalah NaOH padatan. Perbandingan massa pasir zirkon dan NaOH padat 1:1.8.
- c. Variasi temperatur kalsinasi zirkonia adalah  $500^{\circ}C$ ,  $600^{\circ}C$ , dan  $700^{\circ}C$ .
- d. Variasi volume metilen biru pada pengujian zirkonia adalah 10 ml, 20 ml, 30 ml, dan 50 ml.
- e. Hasil karaktersasi *Surface Area Meter* dengan metode BET hanya dilakukan pada salah satu zirkonia dengan kemampuan adsorpsi terbaik.

#### 1.5. Metodologi Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan pada pengerjaan Tugas Akhir ini sebagai berikut:

##### a. Studi Literatur.

Studi literatur yang dilakukan yaitu pencarian literatur mengenai pemanfaatan pasir zirkon dan silika, pengolahan pasir zirkon menjadi zirkonia melalui proses *leaching*, pengolahan zirkonia sebagai adsorben, dan beberapa literatur pendukung untuk melengkapi studi yang diperlukan dalam persiapan dan pelaksanaan penelitian ini.

##### b. Ekstraksi Pasir Zirkon.

Pasir zirkon dimurnikan dengan proses *leaching* menggunakan fusi kaustik yang merupakan metode pengolahan untuk menguraikan zirkon

melalui pembentukan senyawa-antara berupa natrium silikat yang akan terlarut dalam air. Pelindian aquades untuk memisahkan zirkon yang berbentuk natrium zirkonat ( $\text{Na}_2\text{ZrO}_3$ ) dengan silika yang berbentuk natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). Pelindian asam menggunakan HCl untuk memisahkan Zirkon dengan senyawa lainnya yang belum hilang kemudian difilterasi untuk lanjut ke proses berikutnya

c. **Sintesis Zirkonia.**

Larutan  $\text{Zr}^{4+}$  dan  $\text{Cl}^-$  hasil dari filterasi sebelumnya lanjut diolah menggunakan metode presipitasi. Larutan dicampurkan dengan ammonia ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) untuk menghilangkan senyawa Cl, lalu dicuci kembali menggunakan air sekaligus disaring, kemudian dikeringkan untuk menghilangkan ion  $\text{OH}^-$  dan dikalsinasi dengan variasi temperatur.

d. **Karakterisasi Zirkonia.**

Zirkonia yang telah siap kemudian dikarakterisasi menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui informasi mengenai ukuran, fasa, dan orientasi zirkonia yang dihasilkan. *Surface Area Meter* untuk melihat morfologi dan kandungan unsur pada zirkonia.

e. **Pengaplikasian Zirkonia.**

Zirkonia yang dihasilkan pada penelitian ini diaplikasikan sebagai adsorben limbah warna yaitu, metilen biru. Pengaplikasian sekaligus pengujian zirkonia langsung menggunakan metilen biru untuk melihat kemampuan adsorpsi zirkonia. Pengujian ini dilakukan dengan variasi konsentrasi dan waktu untuk sebagai bahan peninjauan dan analisa yang lebih dalam.

f. **Penulisan Buku Laporan TA.**

Setelah ekstraksi, sintesis, karakterisasi dan pengaplikasian zirkonia sebagai adsorben, Tahapan terakhir adalah penulisan buku laporan Tugas Akhir. Tinjauan pustaka yang digunakan dalam penelitian, metode, dan proses penelitian didokumentasikan dalam bentuk tulisan dan gambar yang dituangkan ke dalam laporan Tugas Akhir.

## **1.6. Sistematika Penelitian**

Sistematika penulisan ini terdiri atas beberapa bab utama dimana dalam bab tersebut masing-masing memiliki sub-bab. Bab utama tersebut terdiri atas pendahuluan, bagian isi dan bagian akhir. Terdapat tiga bab dalam penulisan ini.

BAB I PENDAHULUAN, bab ini berisi tentang latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

BAB II LANDASAN TEORI, bab ini berisi tentang teori-teori yang berkaitan dengan penelitian.

BAB III METODE PENELITIAN, bab ini berisi tentang metode penelitian yang akan dilakukan, yaitu pengolahan pasir zirkon dengan metode fusi kaustik, sintesis  $ZrO_2$  dengan metode presipitasi, karakterisasi bahan, pengaplikasian  $ZrO_2$  sebagai adsorben metilen biru.

### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

Bab ini berisi tentang analisis dan pembahasan hasil yang diperoleh dari data-data yang diambil.

### **BAB V KESIMPULAN**

Bab ini berisi tentang kesimpulan dari penelitian yang dilakukan dan saran untuk penelitian selanjutnya berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan.