

Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi pada Sifat Optik ZrO_2 Hasil Ekstraksi Pasir Zirkon Alam

Ayu Novia Lisdawati¹
Saiful Karim²

Prodi Teknik elektro, Fakultas Teknik, Universitas Islam Kalimantan^{1,2}
noviayu57@gmail.com¹, ifulsuperindo@gmail.com²

ABSTRAK

Telah dilakukan karakterisasi sifat optik ZrO_2 menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis, terdapat empat sampel serbuk ZrO_2 berasal dari pasir zirkon alam yang disintesis menggunakan metode alkali fusion dan kopresipitasi dan dikalsinasi pada suhu $575^\circ C$, $625^\circ C$, $675^\circ C$, $725^\circ C$ dengan waktu penahanan 4 jam. Karakterisasi ini melihat pengaruh suhu kalsinasi pada sifat optik ZrO_2 , dengan meningkatnya suhu kalsinasi dari $575^\circ C$ sampai dengan $725^\circ C$, sifat optik dari ZrO_2 yaitu nilai energi gapnya cenderung meningkat. Nilai panjang gelombang dan energi gap dari masing-masing suhu kalsinasi $575^\circ C$, $625^\circ C$, $675^\circ C$, $725^\circ C$ berturut-turut adalah 278 nm dan 4,22 eV, 276 nm dan 4,25 eV, 275 nm dan 4,26 eV, 274 nm dan 4,28 eV.

Kata kunci : *energi gap, kalsinasi, Sifat Optik, ZrO_2*

I. PENDAHULUAN

Zirkonia (ZrO_2) merupakan material keramik yang berbentuk oksida kristalin dari hasil ekstraksi pasir zirkon ($ZrSiO_4$). Dalam pembuatan atau pemurnian serbuk zirkonia, dapat dilakukan dalam beberapa metode yaitu metode alkali fusion, metode klorinasi dan termal disosiasi, disosiasi dari alkaline oksida, metode plasma zirkonia (Priyono dan Febrianto, 2012), kopresipitasi, teknik sitrat, hidrotermal, *electrodeposition*, *solvothermal*, dan sol-gel (Kumar *et al.*, 2015). Pada penelitian ini serbuk ZrO_2 diperoleh dari ekstraksi pasir zirkon alam Kereng Pangi Kalimantan Tengah dengan metode alkali fusion dan metode kopresipitasi.

Alkali fusion yaitu mereaksikan zirkon dan basa dengan perbandingan mol tertentu pada suhu tinggi. Alkali fusion potassium hidroksida (KOH) dengan pasir zirkon alam bertujuan untuk melepaskan ikatan SiO_2 dari $ZrSiO_4$. Selain itu juga, KOH berfungsi menurunkan temperatur dekomposisi ZrO_2 dan SiO_2 (Abdelkader *et al.*, 2008). Alkali fusion terhadap konsentrat zirkon memberikan biaya yang murah karena tidak memerlukan peralatan dan bahan reaksi yang mahal (Dutra *et al.*, 2012). Metode kopresipitasi digunakan untuk mensintesis nanostruktur serbuk

ZrO₂, keuntungan utama dari metode ini adalah relatif ekonomis dan dapat digunakan untuk membuat nanoserbuk dalam skala besar (Prasad *et al.*, 2011).

ZrO₂ mempunyai aplikasi optik yang luas seperti fotonik, filter interferometer dan pelapis cermin laser berdaya tinggi karena sifat kekerasannya, daya tembus optik, dan indeks bias yang tinggi (Liu *et al.*, 2008). Oleh karena itu, perlu dilakukan karakterisasi sifat optik dari ZrO₂ hasil ekstraksi pasir zirkon alam.

ZrO₂ yang diperoleh dari hasil ekstraksi pasir zirkon alam akan dikalsinasi pada suhu 575°C, 625°C, 675°C, 725°C dengan waktu penahanan 4 jam. Kemudian akan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer Uv-Vis untuk memperoleh nilai panjang gelombang dan energi gapnya.

II. METODE PENELITIAN

A. Sintesis Serbuk ZrO₂

Sintesis serbuk ZrO₂ dilakukan dengan metode alkali fusion dan kopresipitasi. Metode alkali fusion yaitu mereaksikan pasir hasil preparasi dengan KOH pada suhu 700°C selama 3 jam dengan perbandingan massa KOH: massa pasir zirkon alam sebesar 1,5:1 setelah itu dilakukan pencucian dengan aquades sebanyak tiga kali. Setiap pelindian digunakan aquades sebanyak 300 ml untuk setiap 10 g hasil reaksi. Pelindian dilakukan dengan memasukkan hasil reaksi dalam gelas beker 500 mL berpengaduk magnetic stirrer bar, kemudian diletakkan pada hotplate stirrer Ciramec dengan kecepatan pengadukan sebesar 200 rpm selama 30 menit. Sampel tersebut kemudian diambil residunya dan dikeringkan. Selanjutnya dilakukan leaching HCl 30% sebanyak 300 ml untuk setiap 10 gr sampel pada suhu 80-90°C selama 30 menit hingga terbentuk larutan berwarna kuning yang mengandung gel. Hasil leaching HCl kemudian disaring dengan kertas saring untuk memisahkan larutan dan gel. Larutan yang diperoleh kemudian diendapkan (kopresipitasi) dengan amonium hidroksida (NH₄OH) pada pH 10, hasil endapan kemudian disaring dan dicuci sampai pH 7 selanjutnya dikeringkan.

B. Karakterisasi

Serbuk ZrO₂ yang telah dibuat kemudian dikalsinasi pada suhu 575°C, 625°C, 675°C, 725°C dengan waktu penahanan 4 jam. Selanjutnya dilakukan karakterisasi optik menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis akan diperoleh hubungan antara panjang gelombang dan nilai absorbansi dari ZrO₂, dengan demikian energi fotonnya dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$E = h \frac{c}{\lambda} \quad (1)$$

E = Energi (J)

h = konstanta Planck (6,26 x 10⁻³⁴ J.s)

c = Kecepatan cahaya (3 x 10⁸ m/s)

λ = panjang gelombang (m)

III. PEMBAHASAN

A. Hasil Sintesis Serbuk ZrO₂

Penelitian ini merupakan penelitian lanjutan, sehingga untuk sintesis serbuk ZrO₂ prosesnya sama dengan penelitian sebelumnya. Sintesis serbuk ZrO₂ dilakukan dengan metode alkali fusion dan kopresipitasi. Metode alkali fusion yaitu mereaksikan pasir hasil preparasi dengan KOH pada suhu 700°C selama 3 jam. Hasilnya seperti yang ditunjukkan gambar 1, pada proses ini terjadi dekomposisi pasir zirkon menjadi ZrO₂ dan SiO₂.



Gambar 1. Hasil alkali fusion

Karena kandungan pasir zirkon bukan hanya terdapat unsur Zr dan Si saja melainkan beberapa unsur lain juga masih ada maka proses alkali fusion dilanjutkan dengan proses kopresipitasi seperti yang ditunjukkan gambar 2.



Gambar 2. Proses Kopresipitasi

Dalam metode kopresipitasi, garam logam anorganik larut dalam air. Kation logam dalam air ada dalam bentuk jenis logam hidrat. Jenis ini terhidrolisis dengan penambahan larutan dasar seperti NaOH atau NH₄OH (Mazdisyani, 1982). Hasil endapan pada proses ini kemudian disaring dan dicuci sampai pH 7 selanjutnya dikeringkan. Untuk menghasilkan serbuk ZrO₂ kristalin, sampel kering hasil pengendapan (kopresipitasi) seperti yang ditunjukkan gambar 3, dikalsinasi terlebih dahulu.



Gambar 3. Sampel kering hasil kopresipitasi

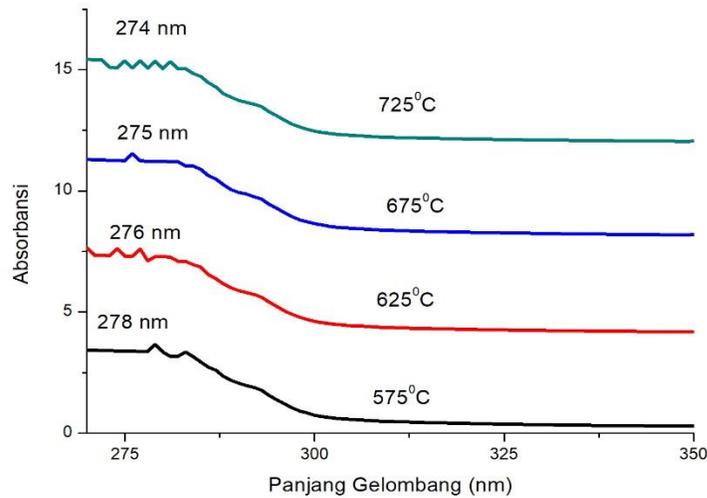
Berdasarkan hasil karakterisasi *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) dan *Thermogravimetry Analyzer* (TGA) pada penelitian sebelumnya, prosentase pengurangan massa tidak signifikan pada rentang suhu 550°C sampai dengan suhu $> 550^{\circ}\text{C}$ dan reaksi eksoterm dimulai pada suhu $> 550^{\circ}\text{C}$ hal ini berhubungan dengan proses kristalisasi serbuk ZrO_2 , maka variasi suhu kalsinasi pada penelitian ini adalah 575°C , 625°C , 675°C , dan 725°C dengan waktu penahanan 4 jam. Sampel serbuk ZrO_2 yang telah dikalsinasi ditunjukkan pada gambar 4 berikut.



Gambar 4. Serbuk ZrO_2 dengan variasi suhu kalsinasi

B. Karakterisasi Sifat Optik Serbuk ZrO_2

Serbuk ZrO_2 yang telah dikalsinasi pada suhu 575°C , 625°C , 675°C , 725°C dengan waktu penahanan 4 jam, selanjutnya dilakukan karakterisasi optik menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pada proses ini, diperoleh hubungan antara panjang gelombang dan nilai absorbansi dari sampel serbuk ZrO_2 seperti yang ditunjukkan gambar 5 berikut.



Gambar 5. Hubungan antara panjang gelombang dan serapan dari serbuk ZrO_2 yang telah dikalsinasi pada suhu $575^\circ C$, $625^\circ C$, $675^\circ C$, $725^\circ C$ dengan waktu penahanan 4 jam.

Dari gambar 4.6 di atas diperoleh data panjang gelombang dari masing-masing sampel, terlihat bahwa ada perbedaan nilai panjang gelombang untuk suhu kalsinasi yang berbeda. Selanjutnya data panjang gelombang tersebut digunakan untuk menghitung nilai energi foton atau energi gap dari setiap sampel dengan menggunakan persamaan (1). Hasil perhitungan energi gap dari setiap sampel ditunjukkan pada tabel 1. Pada tabel terlihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka nilai energi gap dari sampel akan cenderung meningkat. Energi gap dari sampel ZrO_2 mewakili sifat optik dari ZrO_2 itu sendiri. Sifat optik suatu material merupakan respon material terhadap paparan radiasi elektromagnetik, khususnya untuk range cahaya tampak, dalam penelitian ini respon ZrO_2 terhadap cahaya tampak yang ada pada spektrofotometer Uv-vis berupa grafik panjang gelombang dan nilai absorbansi dari sampel.

Tabel 1. Hasil perhitungan energi gap dari sampel serbuk ZrO_2

Suhu ($^\circ C$)	Panjang Gelombang (nm)	E_g (eV)
575	278	4,22
625	276	4,25
675	275	4,26
725	274	4,28

Dari tabel 1 di atas, terlihat bahwa untuk perubahan suhu kalsinasi sebesar $50^\circ C$, terjadi perubahan energi gap namun tidak signifikan, dengan meningkatnya suhu kalsinasi gapnya cenderung meningkat. Terdapat perbedaan jika dibandingkan dengan beberapa penelitian terdahulu seperti yang telah dilakukan Sachin Kumar dan kawan-kawan, terdapat tiga variasi

suhu kalsinasi yaitu 500°C, 600°C, dan 700°C. Untuk suhu kalsinasi 500°C terbentuk fase tetragonal dengan lima puncak dan diperoleh energi gapnya (E_g) sebesar 5,1 eV. Untuk suhu kalsinasi 600°C terbentuk fase tetragonal (73%) dan monoklinik (27%), dan energi gapnya (E_g) sebesar 4,3 eV. Terakhir untuk suhu kalsinasi 700°C terbentuk fase monoklinik (64%) dan tetragonal (36%), dan energi gapnya (E_g) sebesar 4,8 eV.

Karakteristik optik ZrO_2 berbeda juga ditunjukkan dari hasil penelitian (Keiteb et al, 2016) diperoleh bahwa energi gap menurun dengan meningkatnya suhu kalsinasi. Suhu kalsinasi pada penelitian ini adalah 600°C sampai dengan 900°C dengan waktu penahanan 3 jam. Untuk suhu kalsinasi 600°C diperoleh energi gapnya 4.83 eV, 700°C energi gapnya 4.81 eV, 800°C energi gapnya 4.79 eV, dan 900°C energi gapnya 4.74 eV.

Perbedaan hasil karakterisasi sifat optik ZrO_2 tersebut karena bahan dasar yang digunakan juga berbeda, selain itu juga suhu kalsinasi, waktu penahanan, metode karakterisasi, dan fasa yang dihasilkan juga berbeda. Namun energi gap yang diperoleh masih sama dalam kisaran 4 eV.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Sampel serbuk ZrO_2 dengan variasi suhu kalsinasi 575°C, 625°C, 675°C, 725°C dengan waktu penahanan 4 jam berhasil dibuat menggunakan metode alkali fusion dan kopresipitasi.
2. Dengan meningkatnya suhu kalsinasi dari 575°C sampai dengan 725°C, sifat optik dari ZrO_2 yaitu nilai energi gapnya cenderung meningkat.
3. Nilai panjang gelombang dan energi gap dari masing-masing suhu kalsinasi 575°C, 625°C, 675°C, 725°C berturut-turut adalah 278 nm dan 4,22 eV, 276 nm dan 4,25 eV, 275 nm dan 4,26 eV, 274 nm dan 4,28 eV.

V. DAFTAR PUSTAKA

- Abdelkader, A.M, Daher, A., and El-Kashef, E. (2008), “Novel Decomposition Method for Zircon”, *Journal of Alloys and Compounds* 460, 577–580.
- Afza, E. (2011), “Pembuatan Magnet Permanen Ba-Hexa Ferrite ($BaO.6Fe_2O_3$) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya”, Skripsi, Departemen Fisika, Fakultas MIPA, USU, Medan.
- Ardiansyah. (2011), “Ekstraksi Senyawa Zirkonia dari Pasir Zirkon dengan Metode Mechanical Activation,” Skripsi, Prodi Fisika, Fakultas Sainstek, UIN, Jakarta.

- Biswas, R.K., Habib, M.A., Karmakar, A.K., and Islam, M.R. (2010), “A Novel Method for Processing of Bangladeshi Zircon: Part I: Baking, and Fusion with NaOH”, *Hydrometallurgy* 103, 124-129.
- Dutra, A. J. B., Silva, R.J.F.D., and Afonso, J.C. (2012), “Alkali Fusion Followed by a Two-Step Leaching of a Brazilian Zircon Concentrate”, *Hydrometallurgy* 117-118, 94-100.
- Keiteb, Aysar S., Saion, Elias., Zakaria, Azmi., and Soltani, Nayereh. (2016). “Structural and Optical Properties of Zirconia Nanoparticles by Thermal Treatment Synthesis”, *Journal of Nanomaterials*, Volume 2016, Article ID 1913609, 6 pages.
- Kumar, S., Snehasi, B., and Animesh, K.O. (2015). “Effect of Calcination Temperature on Phase Transformation, Structural and Optical Properties of Sol-gel Derived ZrO_2 Nanostructures”. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructure* 66, 74-80.
- Lisdawati, Ayu N. 2015. “Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu Kalsinasi pada Pembentukan Fasa ZrO_2 ”. Tesis. ITS, Surabaya.
- Liu, H.Q., Wang, L.L., Chen, S.G., and Zou, B.S. (2008), “Optical Properties of Nanocrystal and Bulk $ZrO_2:Eu^{3+}$ ”, *Journal of Alloys and Compounds* 448(1), 336–339.
- Mazdisyani, K.S. (1982), “ Powder Synthesis from Metal–Organic Precursors”, *Ceramics International* 8, 42–56.
- Poernomo, H. (2012), “Informasi Umum Zirconium”. Badan Tenaga Nuklir Nasional, Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan.
- Prasad, K., Pinjari, D.V., Pandit, A.B., and Mhaske, S.T. (2011), “Synthesis of Zirconium Dioxide by Ultrasound Assisted Precipitation: Effect of Calcination Temperature”, *Ultrasonics Sonochemistry* 18, 1128–1137.
- Priyono, S., Febrianto, E.T. (2012), “Pemurnian Serbuk Zirkonia dari Zirkon”. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi* 30 (1), 1-6. ISSN : 0125-912.
- Reed, J.S. (1988), “Introduction to the Principles of Ceramic Processing”, John Wiley and Sons, Inc., New York.
- Schuiling, R.D. (1976), “Energies of Formation of Zirkon, Thorite, and Phenacite”, Utrecht University, Netherland.
- Sulistiyono, E., dan Sajuti, D. (1996), “Pemurnian Zirkon untuk Bahan Dasar Refraktori Berbasis Zirkonia”, *Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi*, 41-49.