PENGARUH VARIASI MASSA NATRIUM HIDROKSIDA PADA PEMBUATAN ZIRKONIUM OKSIDA DARI PASIR MINERAL ZIRKON ASAL MANDOR KABUPATEN LANDAK

Hermanus Senyan[1*], Imelda H Silalahi[1], Harlia[1]
[1]Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura
Jln. Prof. Dr. H.Hadari Nawawi 78124 Pontianak
[*]Email: senyan_chem@yahoo.co.id

ABSTRAK

Pembuatan zirkonium oksida (ZrO_2) telah dilakukan dengan variasi massa natrium hidroksida (NaOH) terhadap perbandingan massa pasir mineral zirkon ($ZrSiO_4$) yakni 1:2, 2:2, 3:2, dan 4:2. Teknik ini dilakukan dengan menggunakan natrium hidroksida untuk mendestruksi pasir zirkon pada temperatur 900 ^{0}C selama 2 jam. Fasa padat hasil destruksi yang telah digerus ditambahkan aquademineral untuk memisahkan natrium silikat dengan natrium zirkonat. Filtrat (natrium silikat) dan residu (natrium zirkonat) dipisahkan dengan penyaringan. Residu ditambahkan HCl pekat dalam kondisi panas pada suhu 80 ^{0}C untuk mengkonversi natrium zirkonat menjadi zirkonoksi klorida. Larutan zirkonoksi klorida diendapkan menggunakan larutan ammonium hidroksida (NH_4OH) 12,5%. Pemisahan endapan dilakukan dengan penyaringan. Endapan yang dihasilkan dicuci dengan aquademineral panas, lalu dikeringkan, kemudian dikalsinasi pada suhu 900 ^{0}C selama 1 jam. Zirkonium oksida yang dihasilkan dikarakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD) untuk mengetahui komposisi struktur dan bentuk kristal. Hasil karakterisasi zirkonium oksida dengan intensitas tertinggi dan bentuk kristal terbaik adalah untuk perbandingan massa natrium hidroksida terhadap pasir mineral zirkon yakni 4:2, dengan intensitas = 971,88 pada sudut 2θ = 30,27 ^{O} dan bentuk kristal yakni 100% tetragonal.

***Kata kunci** : zirkon, zirkonium oksida, destruksi, kristalisasi, XRD*

PENDAHULUAN

Zirkonium melimpah keberadaanya di alam seperti zirkon (*hyacianth*) dan zirkonia (*baddeleyit*). Zirkonia (*baddeleyit*) merupakan oksida zirkonium yang tahan terhadap suhu yang sangat tinggi sehingga dapat digunakan sebagai bahan pelapis tanur. Zirkonium terjadi secara alami terdapat dalam bentuk empat isotop yang stabil. $_{93}$Zr merupakan salah satu dari empat isotop yang paling stabil dan mempunyai waktu paruh yang sangat panjang yakni 1,53 juta tahun (Giri, 2008).

Indonesia mempunyai potensi pasir mineral zirkon yang cukup besar yang sampai saat ini belum dimanfaatkan secara maksimal. Endapan-endapan *placer* yang mengandung zirkon di pulau Kalimantan teridentifikasi dari hasil pendulangan *placer* untuk mendapatkan emas dan intan (Rodiana, 2007).

Menurut Danny (2007), endapan *placer* dari kategori sublingkungan *fluviatil* kemungkinan mengandung zirkon, yakni zirkon yang berasosiasi dengan emas atau intan dari konsentrat hasil pendulangan *placer* yang tersebar di daerah-daerah tertentu di wilayah Kalimantan Barat. Selain itu, penelitian yang dilakukan oleh Aryanto dan Kurnio (2010) tentang sebaran zirkon sebagai endapan sekunder di perairan Singkawang hingga ke daerah pulau Kabung dan pulau Lemukutan. Hasil penelitian yang dilakukan pada sedimen dasar laut, kandungan zirkon yang dihasilkan berkisar 0,5% hingga 10,4%.

Perkembangan teknologi industri berbasis zirkonium oksida maupun produk derivatnya mengalami peningkatan sehingga pengembangan bahan ini memiliki prospek yang sangat besar (Sudarto, dkk, 2008). Pasir mineral zirkon apabila diolah lebih lanjut mempunyai peranan yang sangat luas dalam berbagai industri. Dalam industri nuklir misalnya, zirkonium oksida digunakan sebagai pelapis reaktor bahan bakar nuklir, karena mempunyai sifat yang unggul seperti: tahan terhadap suhu tinggi, tahan terhadap korosi, dapat menaikan sifat fisik logam paduannya.

Bahan baku yang digunakan untuk mendapatkan zirkonium oksida adalah pasir mineral zirkon. Pasir mineral zirkon yang mengandung pengotor dan senyawa oksida logam lainya dengan kadar yang berbeda, sehingga perlu dicermati dalam pengolahannya (Benedict dan Pigford, 1981). Pemisahan pasir mineral zirkon dapat dilakukan dengan cara pemisahan berdasarkan perbedaan konsentrasi gravitasi (*gravity concentration*). Konsentrasi gravitasi merupakan metode pemisahan material-material dengan kategori bahan material berharga dan bahan material tidak berharga dalam suatu bahan galian berdasarkan

pada perbedaan densitas, bentuk dan ukuran material tersebut (Nurhakim, 2011).

Sajima, dkk (2007), telah melakukan penelitian yakni pembuatan larutan umpan proses pengendapan menggunakan metode re-ekstraksi dengan ekstrak zirkon sebagai larutan umpan kemudian dianalisis dengan XRF, diperoleh kandungan zirkonium oksida sebesar 76,26%. Pembuatan zirkonium oksida dapat pula dilakukan dengan cara pengendapan larutan *stripping* dari berbagai keasaman dan volume diperoleh kadar zirkonium oksida sebesar 71,595% (Sajima, dkk, 2006). Telah dilakukan pula pembuatan zirkonium oksida dari pasir mineral zirkon yang berasal dari Kalimantan berupa *tailing* sisa penambangan emas, yakni pemisahan menggunakan metode *shaking table*. konsentrat zirkon yang dihasilkan dianalisis dengan XRF diperoleh zirkonium oksida sebanyak 60,9% (Sajima, dkk, 2011).

Zirkonium oksida murni memiliki tiga jenis struktur kristal pada temperatur berbeda. Pada temperatur yang sangat tinggi (>2370 ^{0}C) mempunyai struktur Kristal kubus, temperatur sedang (1170 ^{0}C - 2370 ^{0}C) mempunyai struktur kristal tetragonal, dan temperatur rendah (<1170 ^{0}C) berubah bentuk menjadi struktur kristal monoklinik (Yet Ming Chiang, 1997).

Penelitian yang dilakukan adalah pembuatan zirkonium oksida dari pasir mineral zirkon yang dipisahkan dari endapan *placer* melalui proses pendulangan konsentrat sisa penambangan emas di Mandor. Pembuatan dilakukan melalui proses peleburan dengan basa alkali yakni pasir mineral zirkon didestruksi dengan natrium hidroksida pada suhu 900 ^{0}C selama dua (2) jam. Perbandingan massa natrium hidroksida : massa pasir zirkon : (1:2, 2:2, 3:2, 4:2).

METODOLOGI

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah aluminium foil, ayakan, botol semprot, botol vial, bulb, cawan petri, cawan porselen, corong, desikator, hot plate, kertas saring, lumpang, neraca analitik, oven listrik, peralatan gelas, pH meter, soklet, tanur listrik, dan X-Ray Diffraction.

Bahan-bahan yang digunakan adalah aquades (H_2O), aquademineral, asam klorida pekat (HCl), larutan ammonium hidroksida (NH_4OH), methanol teknis (CH_3OH), padatan natrium hidroksida (NaOH) dan sampel pasir mineral zirkon.

Sampling dan Preparasi Sampel

Lokasi pengambilan sampel pasir mineral zirkon diambil dari Desa Mandor Kecamatan Mandor Kabupaten Landak Kalimantan Barat. *Tailing* (tumpukan pasir sisa penambangan emas) dikumpulkan, lalu dilakukan pemisahan pasir mineral zirkon dari *tailing* sisa penambangan emas dilakukan dengan pendulangan. Pasir mineral zirkon yang dihasilkan dibersihkan dengan aquades, kemudian sampel pasir mineral zirkon dikeringkan.

Pasir mineral zirkon yang telah kering digerus secara manual dengan lumpang, kemudian diayak dengan ayakan ukuran 100 mesh kemudian 200 mesh. Serbuk hasil ayakan lalu dicuci dengan aquademineral hingga fasa larutan jernih. Selanjutnya dicuci dengan metanol teknis, kemudian dikalsinasi dengan oven pada suhu 200 ^{0}C hingga massa konstan.

Cara Kerja

Pembuatan Zirkonium Oksida

Pasir mineral zirkon hasil kalsinasi ditimbang masing-masing sebanyak 20 gr, kemudian NaOH 10 gr, 20 gr, 30 gr, 40 gr. Perbandingan variasi massa NaOH:$ZrSiO_4$ adalah (1:2, 2:2, 3:2, 4:2). Masing-masing variasi massa NaOH dengan massa pasir zirkon dicampur pada crus porselin.

Destruksi dilakukan pada suhu 900 ^{0}C selama dua (2) jam dalam crus poselin dalam tanur listrik. Hasil destruksi didinginkan dalam suhu ruang kemudian dilarutkan dengan aquademineral, residu dipisahkan dari filtrat. Residu dicuci dengan aquademineral lagi hingga pH larutan pencuci berkisar 6-7. Residu kering kemudian ditambahkan dengan HCl pekat dalam keadaan panas pada suhu 80 ^{0}C hinnga residu larut kemudian didinginkan hingga terbentuk gel berwarna kuning. Gel berwarna kuning dilarutkan dengan aquademineral sampai larut semua kemudian dibiarkan selama delapan (8) jam. Setelah delapan (8) maka akan terbentuk dua (2) fasa yakni filtrat berwarna kuning dan residu berupa gel berwarna putih. Filtrat dipisahkan dengan filtrasi, kemudian fitrat diendapkan dengan larutan NH_4OH (12,5%) hingga terbentuk endapan putih. Dihentikan penambahan larutan NH_4OH jika tidak terbentuk endapan lagi, lalu endapan yang terbentuk dikeringkan pada oven kemudian dikalsinasi lagi pada suhu 900 ^{0}C selama satu (1) jam. Padatan yang diduga zirkon oksida, lalu digerus hingga halus kemudian dikarakterisasi dengan XRD.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan zirkonium oksida dari pasir mineral zirkon

Proses ini melibatkan dekomposisi pasir mineral zirkon dengan metode meleburkan pasir mineral zirkon dengan NaOH, hidrolisis dengan auademineral, reaksi dengan HCl, dan pengendapan dengan NH_4OH (Sudjoko dan Purwani, 2005). Variasi massa natrium hidroksida yang dilakukan adalah untuk mengetahui pengaruh natrium hidroksida pada pembuatan zirkonium oksida dari pasir mineral zirkon. Zirkonium oksida yang dihasilkan dapat diketahui dari komposisi struktur dan bentuk kristal hasil karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD).

Tabel 1 : massa NaOH:massa pasir zirkon

No	Massa NaOH	Massa pasir zirkon
1	10,004 gr	20,003
2	20,002 gr	20,004
3	30,002 gr	20,005
4	40,003 gr	20,003

Destruksi dilakukan pada suhu 900 ^{0}C selama 2 jam. Proses ini akan menghasilkan natrium zirkonat dan natrium silikat. Adapun reaksi yang terjadi secara stoikiometri adalah sebagai berikut :

$$ZrSiO_4 + 4NaOH \rightarrow \underset{\text{natrium zirkonat}}{Na_2ZrO_3} + \underset{\text{natrium silikat}}{Na_2SiO_3} + 2H_2O$$

Hasil destruksi dilarutkan dengan aquademineral, bertujuan untuk memisahkan natrium zirkonat dengan natrium silikat. Natrium silikat akan larut dalam aquademineral sedangkan natrium zirkonat tidak larut. Residu (natrium zirkonat) dan filtrat (natrium silikat) dipisahkan dengan penyaringan. Residu dicuci dengan aquademineral hingga pH larutan berkisar 6-7. Selama proses pencucian maka akan terjadi reaksi hidrolisis, yakni pemecahaan senyawa dengan bantuan reaksi dalam aquademineral. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :

$$\underset{\text{natrium zirkonat}}{7Na_2ZrO_3} + 14H_2O \rightarrow \underset{\text{zirkonia hidrous}}{7ZrO_2.7H_2O} + 14NaOH\ (aq)$$

Pada proses penambahan asam klorida pekat bertujuan untuk mengkonversi zirkonat hidrous yang masih ada mengandung natrium zirkonat menjadi zirkonoksi klorida. Adupun reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

$$\underset{\text{zirkonat hidrous}}{ZrO_2.7H_2O} + 2HCl \longrightarrow \underset{\text{zirkonoksi klorida}}{ZrOCl_2.8H_2O}$$

.

Asam yang digunakan dalam penelitian ini yakni dengan menggunakan asam klorida, dimana zirkonia hidrous direaksikan dengan asam klorida maka akan menghasilkan zirkonoksi klorida ($ZrOCl_2$-$8H_2O$).

Zirkonoksi klorida yang terbentuk (gel kuning) dilarutkan dengan aquademineral sampai larut dengan tujuan untuk memisahkan natrium silikat yang masih belum terpisah dan dibiarkan hingga terbentuk endapan. Pisahkan fitrat (kuning) dan residu (putih). Filtrat Pada penelitian ini larutan zirkonoksi klorida diendapkan dengan ammonium hidroksida pada kondisi pH berkisar 7-8. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :

$$ZrOCl_2.8H_2O + 4NH_4OH \longrightarrow Zr(OH)_{4\downarrow} + 2(NH_4)_2Cl + 8H_2O \uparrow$$

Zirkonium hidroksida hasil endapan yang berwarna putih,dicuci dengan auademineral panas agar bebas dari klorida (Sajima, dkk,2006). Keringkan endapan pada oven suhu 200 ^{o}C. Kalsinasi kembali dilakukan pada suhu 900 ^{o}C akan berubah menjadi ZrO_2. Kalsinasi adalah proses pemanasan bahan sampai suhu tinggi, tanpa terjadinya peleburan, sehingga hidrat, karbonat atau komponen yang lain terurai dan bahan mudah menguap akan keluar. Reaksi kalsinasi yang terjadi adalah sebagai berikut :

$$\underset{\text{zirkonium hidroksida}}{Zr(OH)_4} \xrightarrow{\text{Panas}} ZrO_2 + 2H_2O \uparrow$$

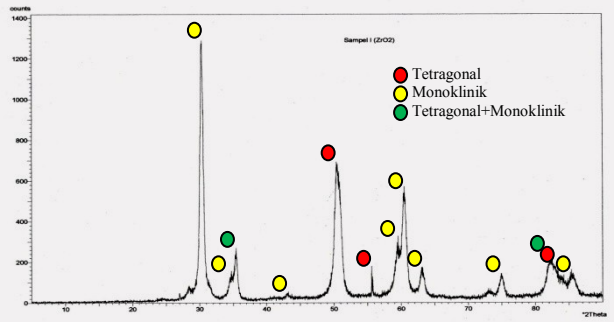
Penentuan Sistem Kristal dan Parameter Kisi Zirkonium Oksida

Pola difraksi sinar-x polikristalin zirkonium oksida diperoleh dari difraktometer sinar-x. Pengukuran dilakukan pada daerah 2θ : 5^O – 90^O yang dioperasikan dalam konfigurasi Bragg-Bretanno dengan radiasi Cu-Ka pada panjang gelombang (λ) 1,,54874 Å. Hasil yang diperoleh dari pengukuran dengan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) adalah grafik dikfraktogram.

Difraktogram adalah output yang merupakan grafik antara 2θ (*diffraction angle*) pada sumbu X versus intensitas pada sumbu Y. 2θ merupakan sudut antara sinar datang dengan sinar pantul. Sedangkan intensitas merupakan jumlah banyaknya *X-Ray* yang didifraksikan oleh kisi-kisi kristal (Sjarif, 1991).

Berdasarkan puncak spektra masing-masing fasa kristal zirkonium oksida yang terbentuk tersebut ditentukan dengan pendekatan sistem kristal dan parameter kisi dengan program Dicvol, sedangkan kelompok ruang ditentukan dengan program Chekcell.

Hasil analisis dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan fasa keempat sampel memiliki dua sistem kristal yakni sistem kristal monoklinik, dengan parameter kisi: a = 5,1505 Å, b = 5,2031 Å, c = 5,3154 Å dan β = 99,194° dan sistem kristal tetragonal dengan parameter kisi: a = 3,9561 Å, dan c = 5,177 Å.



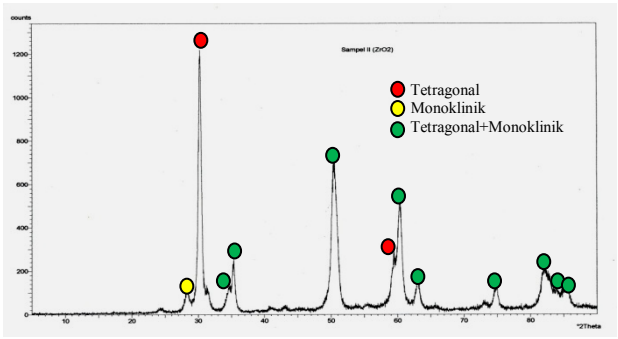
Gambar 1 : Difraktogram ZrO_2 sampel I

Hasil analisis menunjukkan fasa ZrO_2 sampel I memiliki sistem kristal monoklinik (73,1%) dengan parameter kisi: a = 5,1505 Å, b = 5,2031 Å, c = 5,3154 Å dan β = 99,194° dan sistem kristal tetragonal (26,9%) dengan parameter kisi: a= 3,9561 Å, dan c = 5,177 Å.

Tabel 2 : Hasil analisis (ZrO_2) sampel I

No	2 theta [^{O}]	d [A]	Intensitas	Match
1	30,34	2,94	960,58	
2	34,75	2,58	101,68	
3	35,48	2,53	155,22	
4	43,10	2,09	16,65	
5	50,51	1,80	492,47	
6	55,62	1,65	114,40	
7	55,78	1,64	73,62	
8	59,45	1,55	170,45	
9	60,39	1,53	364,85	
10	63,12	1,47	106,95	
11	73,09	1,29	19,59	
12	82,29	1,17	134,95	
13	82,82	1,16	114,07	
14	85,46	1,13	73,16	

Tabel 2. kristal ZrO_2 didominasi oleh kristal yang memiliki struktur monoklinik. diketahui ada delapan berstruktur monoklinik (warna kuning), tiga berstruktur tetragonal (warna merah) dan dua berstruktur monoklinik dan tetragonal (warna hijau). Intensitas tertinggi diperoleh pada sudut 2θ sebesar 30,34^o memiliki struktur monoklinik dengan intensitas 960,58 dan mempunyai nilai FWHM yang sama yaitu 0,1.



Gambar 2 : Difraktogram ZrO_2 sampel II

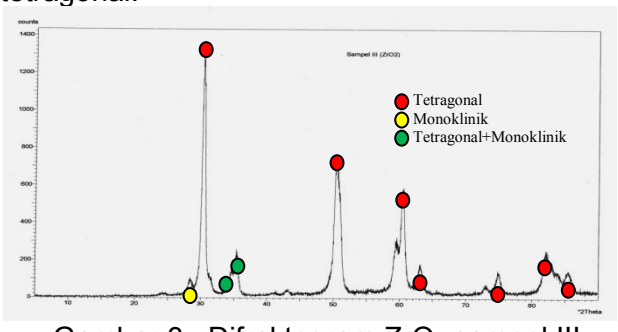
Hasil analisis menunjukkan fasa ZrO_2 sampel II memiliki sistem kristal tetragonal (79,1%) dengan parameter kisi: a = 3,9561 Å, dan c = 5,177 Å dan sistem kristal monoklinik (20,9%) dengan parameter kisi: a = 5,1505 Å, b = 5,2031 Å, c = 5,3154 Å dan β = 99,194°.

Tabel 3 : Hasil analisis (ZrO_2) sampel II

No	2 theta [^{O}]	d [A]	Intensitas	Match
1	28,14	3,16	91,77	
2	30,14	2,96	949,21	
3	34,48	2,59	87,46	
4	35,14	2,55	165,33	
5	50,31	1,81	551,74	
6	59,23	1,55	191,61	
7	60,14	1,53	429,45	
8	62,79	1,47	118,15	
9	74,61	1,27	95,66	
10	81,82	1,17	133,78	
11	82,48	1,16	129,46	
12	85,14	1,13	108,60	

Tabel 3. kristal ZrO_2 didominasi oleh kristal yang mempunyai struktur monoklinik dan tetragonal. Diketahui sembilan berstruktur monoklinik dan tetragonal (warna hijau), dua berstruktur tetragonal (warna merah) dan satu berstruktur monoklinik (warna kuning). Intensitas tertinggi diperoleh pada sudut 2θ sebesar 30,14^o memiliki struktur tetragonal dengan intensitas 949,21 dengan nilai FWHM yang sama yaitu 0,28.

Sampel II, terlihat perubahan pada puncak tertinggi yakni dari monoklinik menjadi tetragonal.



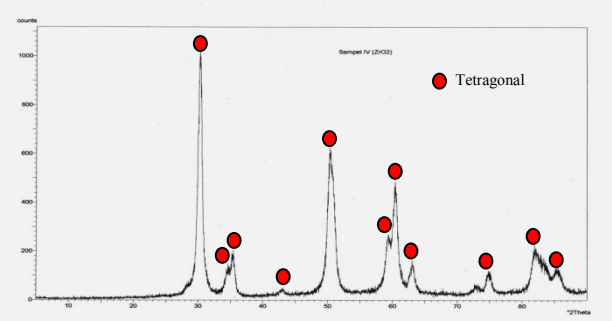
Gambar 3 : Difraktogram ZrO_2 sampel III

Hasil analisis menunjukkan fasa ZrO_2. sampel III memiliki sistem kristal tetragonal (89,1%) dengan parameter kisi: a = 3,9561 Å, dan c = 5,177 Å dan sistem kristal monoklinik (10,9%) dengan parameter kisi: a = 5,1505 Å, b = 5,2031 Å, c = 5,3154 Å dan β = 99,194°.

Tabel 4 : Hasil analisis (ZrO_2) sampel III

No	2 theta [^{O}]	d [A]	Intensitas	Match
1	28,38	3,14	55,49	
2	30,33	2,94	934,65	
3	34,59	2,59	98,06	
4	35,39	2,53	172,02	
5	43,19	2,09	19,31	
6	50,43	1,80	549,28	
7	59,48	1,55	199,99	
8	63,12	1,47	107,06	
9	72,97	1,29	24,75	
10	85,35	1,13	87,05	

Tabel 4. ZrO_2 didominasi oleh kristal yang mempunyai struktur tetragonal. Diketahui tujuh berstruktur tetragonal (warna merah),satu berstruktur monoklinik (warna kuning) dan dua berstruktur monoklinik dan tetragonal (warna hijau) Intensitas tertinggi diperoleh pada sudut 2θ sebesar 30,14° dengan intensitas 949,21 memiliki struktur tetragonal dan FWHM yang sama yaitu 0,1.



Gambar 4 : Difraktogram ZrO_2 sampel IV

Hasil analisis menunjukkan fasa ZrO_2 memiliki sistem kristal tetragonal (100%) dengan parameter kisi: a = 3,9561 Å, dan c = 5,177 Å.

Tabel 5 : Hasil analisis (ZrO_2) sampel III

No	2 theta [^{O}]	d [A]	Intensitas	Match
1	30,27	2,95	971,88	
2	34,59	2,59	127,42	
3	35,35	2,53	172,87	
4	43,06	2,10	25,99	
5	50,46	1,80	561,06	
6	59,35	1,55	234,18	
7	60,45	1,53	418,78	
8	63,03	1,47	114,60	
9	74,81	1,26	92,22	
10	81,89	1,17	162,65	
11	85,39	1,13	86,16	

Tabel 5. semua puncak memiliki struktur tetragonal. Intensitas tertinggi diperoleh pada sudut 2θ sebesar 30,27° dengan intensitas 971,88 dan nilai FWHM yang sama yaitu 0,1.

Semakin besar variasi massa natrium hidroksida intensitasnya semakin tinggi. Peningkatan intensitas ini berkaitan dengan kesempurnaan kristal yang terbentuk (orientasi kristal yang sama) (Willard *et al.*, 1974). Hal ini disebabkan karena perubahan fasa struktur kristal, diffraksi panjang gelombang dengan fase yang berlawanan semakin berkurang.

Tabel 6 : Parameter kisi zirkonium oksida

No	Sampel	Tetragonal		Monoklinik		
		a (Å)	*c* (Å)	*a* (Å)	*b* (Å)	*c* (Å)
1	I	3,9561	5,177	5,1505	5,2031	5,3154
2	II	3,9561	5,177	5,1505	5,2031	5,3154
3	III	3,9561	5,177	5,1505	5,2031	5,3154
4	IV	3,9561	5,177	-	-	-

Parameter kisi hasil perhitungan menunjukkan bahwa nilai a dan c untuk struktur monoklinik lebih panjang jika dibandingkan dengan parameter kisi struktur tetragonal. Hal ini menunjukkan bahwa ZrO_2 yang dihasilkan bukan hanya terdiri dari satu bentuk kristal. Kenyataan ini didukung oleh hasil identifikasi puncak-puncak hasil XRD, senyawa ZrO_2 yang muncul adalah polikristal.

Tabel 7 : Ukuran Kristal zirconium oksida

No	Sampel	Ukuran (t-ZrO_2)	Ukuran (m-ZrO_2)
1	I	15,3437 Å	14,3786 Å
2	II	5,1485 Å	5,1241 Å
3	III	14,3786 Å	14,3149 Å
4	IV	14,3757 Å	-

Derajat kristalinitas yaitu besaran yang menyatakan banyaknya kandungan kristal dalam suatu material dengan membandingkan luasan kurva kristal dengan total luas amorf dan kristal (Purnama, 2006).

$$D = \frac{0{,}9\ \lambda}{B \cos \theta}$$

Dengan D adalah ukuran kristal, B adalah lebar stengah puncak (FWHM), λ adalah panjang gelombang sinar-x dan θ adalah sudut Bragg pada puncak difraksi.

Semakin besar massa NaOH maka semakin besar ukuran kristal terbentuk. Semakin banyak komposisi massa NaOH, maka lebar setengah puncak (FWHM) semakin kecil. Karena ukuran kristal berbanding terbalik dengan FWHM, maka semakin kecil nilai FWHMnya ukuran kristal yang terbentuk semakin besar.

Ukuran kristal yang meningkat dengan pengaruh variasi massa NaOH disebabkan oleh semakin besar energi termal yang diterima oleh ZrO_2. Energi termal ini digunakan untuk bertransformasi dari amorf ke kristal. Sedangkan penurunan ukuran kristal dengan peningkatan dengan pengaruh variasi massa NaOH, karena terjadinya transformasi kristal yang sudah terbentuk sebelumnya mengalami *disorder* atau rusak (Fajarin, 2008).

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Sudut 2θ hasil karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan puncak tertinggi untuk kristal zirkonium oksida adalah pada perbandingan massa variasi NaOH terhadap $ZrSiO_4$ (4:2) pada 2θ = 30,27 dengan intensitas = 971,88.
2. Komposisi struktur dan bentuk kristal zirkonium oksida optimum yang dihasilkan adalah pada perbandingan massa variasi NaOH terhadap $ZrSiO_4$ (4:2) dengan komposisi dan bentuk kristal 100% *tetragonal.*

UCAPAN TERIMA KASIH

1. Imelda H. Silalahi, S.Si.,M.Si; Dra. Harlia, M.Si; Titin Anita Zahara, S.Si.,M.Si; Nora Idiawati, S.Si.,M.Si atas dukungan, bimbingan dan motivasi yang diberikan.
2. Ibunda, Ayahnda, dan semua keluarga atas dukungannnya dan doanya.
3. Semua pihak yang telah mendukung yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu hingga terselesainya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

Aryanto, N.C.D dan Kurnio, H., 2010, *Penyebaran dan Karakteristik Zirkon Dasar Laut sebagai Endapan Sekunder di Perairan Singkawang dan Sekitarnya,Kalimantan Barat*, *Jurnal Geologi Indonesia,* Vol 5 (2):127-135.

Benedict. M dan Pigford, 1981, Nuclear Chemical Enginering, Mc Graw Hill Book Company, New York.

Danny, Zulkifli H., 2007, *Kemungkinan Sebaran Zirkon pada Endapan Placer di Pulau Kalimantan*, *jurnal geologi Indonesia*, vol 2 (2):87-97.

Fajarin, R., 2008, Analisis Pembentukan Material Nanokristal Dari Material Amorf Berbasis Zirkonium pada Suhu 390˚C-410˚C, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, (Tesis).

Giri,S., 2008, Synthesis And Characterization of Zirconia Coated Silica Nanoparticles For Catalytic Reactions, National Institute of Technology, Rourkela, (Disertasi).

Nurhakim.,2011, Dasar-dasar Pengolahan Bahan Galian, Teknik Kimia, diakses tanggal 03 April 2012.

Rodiana, Eddy.H., 2007, Potensi Pasir Zirkon di Provinsi Kalimantan Barat dan Kalimantan Tengah, *Buletin Sumber Daya Geologi*, Vol 2, Jakarta.

Sajima, Nuraini, E dan Handayani, A., 2006, Pembuatan ZrO_2 Dengan Pengendapan Larutan Strippsing Secara Catu Dari Berbagai Keasaman Dan Volume, *Seminar Nasional II SDM Teknologi Nuklir,* Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, Yogyakarta, 69-75.

Sajima, Indrati,T dan Mulyono., 2007, Pembuatan Larutan Umpan Proses Pengendapan $Zr(OH)_2$ Menggunakan Metode Re-Ekstraksi, *Seminar Nasional III SDM Teknologi Nuklir,* Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, Yogyakarta, 73-79.

Sajima, Suardjo, dan Supriyadi, H., 2011, Pembuatan Konsentrat Zirkon Sebagai Umpan Proses Peleburan Menggunakan ShakingTable (Meja Goyang), *Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*, Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, Yogjakarta, 131-135.

Sjarif, S., 1991, Metode Analisis Mineral Lempung, Jurusan Tanah, Fakultas Pertanian, Institut Pertanian Bogor, Bogor, (Skripsi).

Sudarto; Kallista,D; dan Hermawan,D,.2008, Kajian Teknis Aspek Pengawasan Bahan Niklir Dalam Pasir Zirkon,.Pusat pengkajian sistem teknologi dan pengawasan instalasi bahan nuklir, Prosiding seminar nasional saint dan teknologi II, Jakarta, 30-38.

Sudjoko, D. dan Purwani, M. V. 2005. Pembuatan Zirkonium Hidroksida untuk Umpan Penyiapan Zirkon Dioksida bagi Industri Non Nuklir." *Prosiding Seminar Nasional VIII*, Jakarta, 177-183.

Willard, H. H. *et al*. 1974. *Instrumental Methodsof Analysis*. Princeton, NJ: D. vanNostrand

Yet Ming Chiang, Dnbar Birnie , W.David Kimgery, 1997, Physical CeramicsPrinciples for Ceramic.