

Pelindian Natrium Zirkonat Menggunakan Asam Klorida Secara Catu

Sodium Zirconate Leaching Using Hydrochloric Acid on Batch Process

Sajima*

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator–BATAN
Jln. Babarsari, Kotak Pos 6101 ykbb, Yogyakarta 55281
Telp (0274) 488435, Fax (0274)489762
*E-mail: sajima@batan.go.id

Naskah diterima: 19 April 2018, direvisi: 25 Mei 2018, disetujui: 31 Mei 2018

DOI: [10.17146/eksplorium.2018.39.1.4369](https://doi.org/10.17146/eksplorium.2018.39.1.4369)

ABSTRAK

Penelitian tentang teknologi pengolahan zirkon terus dilakukan untuk mengikuti kebutuhan industri pasar. Pengolahan natrium zirkonat dengan pelindian menggunakan asam klorida sebagai pelarut telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan mempelajari pengaruh ukuran butir, temperatur, dan kecepatan pengadukan terhadap zirkon terambil. Penelitian dilakukan dengan memasukkan pelarut (asam klorida 4 N) ke dalam reaktor, kemudian pelarut tersebut dipanaskan sambil diaduk. Umpan dengan ukuran butir tertentu dimasukkan ke dalam reaktor. Kondisi temperatur dan kecepatan pengadukan dijaga tetap. Setelah kondisi operasi tercapai, proses dihentikan kemudian disaring. Hasil penelitian dengan analisis XRF menunjukkan bahwa kondisi proses optimum dicapai pada ukuran butir 90 μm , temperatur 80 $^{\circ}\text{C}$ dan kecepatan pengadukan 200 rpm. Pada kondisi tersebut zirkon terambil sebesar 84,50 %.

Kata kunci: pelindian, zirkon, temperatur, pengadukan, butiran

ABSTRACT

Research on zircon processing technology has been continued to follow industrial market needed. Treatment of sodium zirconate with leaching process using hydrochloric acid as solvent has been conducted. The aim of the study is to evaluate the effect of grain size, temperature, and speed of stirring on the extracted zircon. The research starting with introduced the solvent (chloride acid 4 N) into the reactor, then heated while stirring. The feed with a certain grain size was introduced into the reactor. The temperature and stirring conditions were kept steady. Once the operating conditions are reached, the process is stopped and then filtered. The results with XRF analysis showed that the optimum process conditions were achieved on 90 μm grain size, the temperature of 80 $^{\circ}\text{C}$, and stirring speed of 200 rpm. The amount of zircon that taken out were 84.50 % on this conditions.

Keywords: leaching, zirconate, temperature, stirring, grain

PENDAHULUAN

Undang-Undang Minerba Nomor 9 Tahun 2009 tentang Pertambangan Mineral dan Batubara melalui Peraturan Menteri ESDM Nomor 5 Tahun 2017 menjelaskan adanya larangan penjualan bijih (*raw*

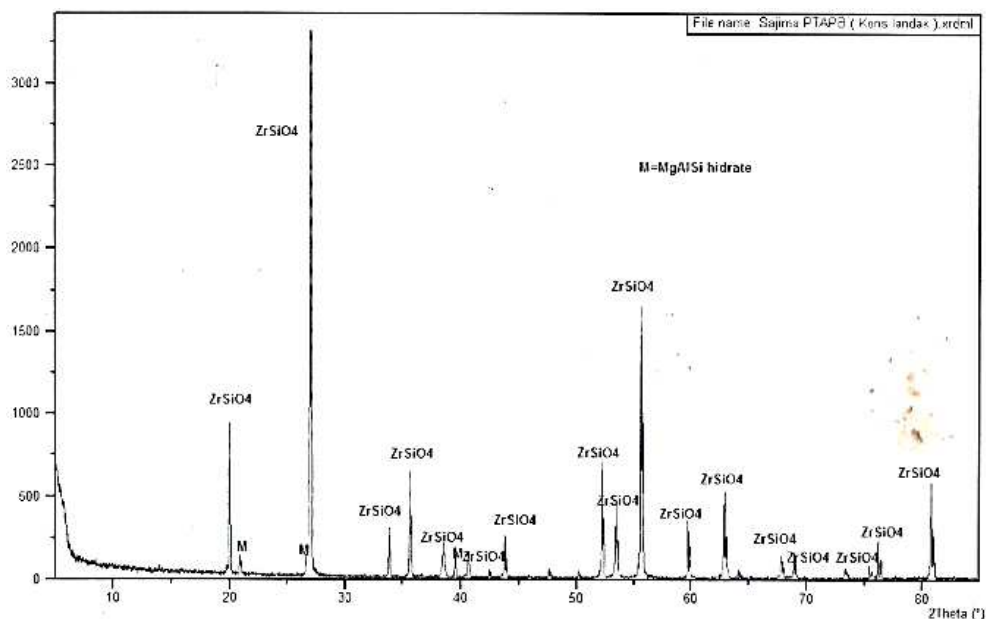
material atau *ore*) mineral ke luar negeri, termasuk di dalamnya mineral zirkon (ZrSiO_4) [1]. Mineral zirkon secara alamiah termasuk bijih kadar rendah (*low grade/lateric ores*) dan merupakan mineral ikutan penambangan emas [2].

Mineral zirkon apabila diolah lebih lanjut akan memiliki peran yang sangat strategis terkait dengan industri nuklir maupun industri aplikatif lainnya [3,4]. Pada industri nuklir, bahan ini dapat diolah menjadi zirkonia atau sebagai bahan keramik maju karena memiliki kekuatan yang tinggi dan titik lebur sangat tinggi (2700 °C) [5]. Selain itu, bahan ini juga memiliki konduktivitas termal yang rendah, fleksibilitas yang tinggi, dan ketahanan terhadap korosi yang sangat baik sehingga dapat diaplikasikan sebagai bahan pembuatan sensor oksigen. Sensor oksigen digunakan untuk memantau konsentrasi oksigen pada sistem nuklir berpendingin *lead alloy* seperti pada LFR (*Lead alloy-cooled Fast Reactor*) maupun target spalasi pada ADS (*Accelerator Driven System*) [7].

Pengolahan mineral zirkon diawali dengan proses fisis dilanjutkan pemurnian secara kimiawi. Perangkat pengolahan secara fisis antara lain meja goyang, magnetik separator, dan *high tension separator*. Pemisahan menggunakan meja goyang merupakan proses pemisahan berdasarkan perbedaan massa jenis antarmineral sedangkan proses pemisahan menggunakan

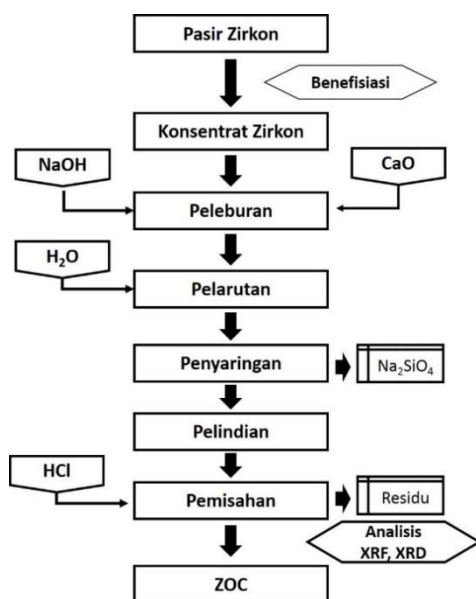
magnetik separator adalah proses pemisahan mineral berdasarkan perbedaan sifat kemagnetan mineral [6]. *High tension separator* merupakan perangkat pemisahan mineral berdasarkan perbedaan sifat kelistrikan mineral [8,9]. Hasil pemisahan mineral zirkon berupa konsentrat zirkon yang memiliki karakteristik difraktogram seperti Gambar 1 [10].

Penelitian tentang pelarutan zirkon di dalam asam klorida yang pernah dilakukan antara lain pelarutan natrium zirkonat secara kontinu [8], pelindian secara bertingkat leburan konsentrat zirkon Brasil [11], dan konfirmasi bentuk $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ dalam proses peleburan pada pembuatan zirkon oksid klorid [4]. Penelitian tersebut umumnya menggunakan NaOH sebagai reaktan pada saat proses peleburan. Pada penelitian ini umpan yang digunakan merupakan hasil peleburan dengan reaktan campuran NaOH dengan CaO karena menghasilkan leburan yang ramah lingkungan [12]. Skema pengolahan dari pasir zirkon menjadi Zirconium Oxychloride (ZOC) ditunjukkan oleh Gambar 2.



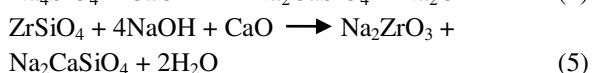
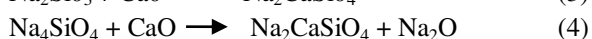
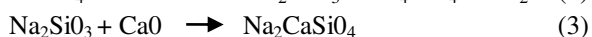
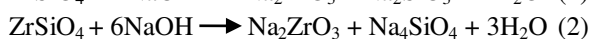
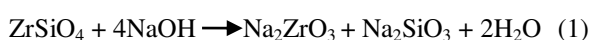
Gambar 1. Difraktogram konsentrat zirkon.

Penelitian tentang pelarutan zirkon di dalam asam klorida yang pernah dilakukan antara lain pelarutan natrium zirkonat secara kontinu [8], pelindian secara bertingkat leburan konsentrat zirkon Brasil [11], dan konfirmasi bentuk $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ dalam proses peleburan pada pembuatan zirkon oksid khlorid [4]. Penelitian tersebut umumnya menggunakan NaOH sebagai reaktan pada saat proses peleburan. Pada penelitian ini umpan yang digunakan merupakan hasil peleburan dengan reaktan campuran NaOH dengan CaO karena menghasilkan leburan yang ramah lingkungan [12]. Skema pengolahan dari pasir zirkon menjadi Zirconium Oxychloride (ZOC) ditunjukkan oleh Gambar 2.



Gambar 2. Skema pengolahan mineral zirkon menjadi ZOC.

Mekanisme reaksi yang terjadi pada proses peleburan diharapkan sebagai berikut [12]:



$\text{Na}_2\text{CaSiO}_4$ bersifat larut dalam air sedangkan Na_2ZrO_3 tidak larut dalam air. Perbedaan kedua sifat di atas digunakan sebagai dasar pemisahan bahan tersebut.

Mekanisme reaksi pelindian natrium zirkonat dengan asam klorida sebagai berikut:



Faktor-faktor yang harus diperhatikan dalam proses pelindian antara lain [11]:

a. Ukuran partikel

Semakin kecil ukuran partikel maka areal terbesar antara padatan terhadap cairan memungkinkan terjadi kontak secara tepat. Semakin besar partikel maka waktu yang diperlukan oleh cairan yang akan mendifusi relatif lebih lama.

b. Pengadukan

Pengadukan sangat erat hubungannya dengan sistem pendispersian butir padatan ke dalam cairan sehingga kontak molekul semakin luas dan memperbesar tumbukan antarmolekul dalam cairan. Kecepatan pengadukan merupakan parameter penting dalam pengadukan yang dinyatakan dengan gradien kecepatan [13]. Gradien kecepatan merupakan fungsi dari tenaga yang disuplai (P):

$$G = \sqrt{\frac{P}{\mu V}} \quad (7)$$

dimana G adalah gradien kecepatan, P adalah tenaga yang diberikan ke target (N.m/detik), V merupakan volume target yang diaduk (m^3), dan μ adalah viskositas absolut target (N.detik/ m^2). Kenaikan kecepatan putaran pengadukan akan menaikkan *power supply* per satuan massa larutan yang akan mengakibatkan kecepatan pelarutan semakin meningkat.

c. Temperatur

Pada umumnya jika temperatur dinaikkan, laju reaksi bertambah cepat. Hal ini dikarenakan semakin tinggi temperatur, gerak partikel-partikel pereaksi dan energi kinetik partikel akan ikut meningkat. Hubungan antara konstanta kecepatan reaksi (k) dengan temperatur mengikuti persamaan *Arrhenius*.

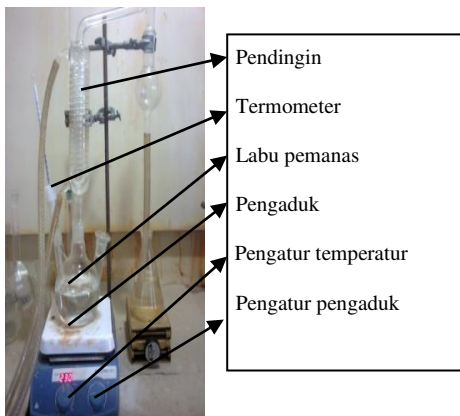
$$k = A \cdot \text{Exp. } (-E/RT) \quad (8)$$

dengan k adalah konstanta laju reaksi, A adalah konstanta integrasi/faktor frekuensi, E adalah energi aktivasi (kal/mol), R merupakan tetapan gas ideal yang bernilai 1,987 kal/mol.K, dan T adalah temperatur mutlak (K).

Cara untuk mengetahui keberhasilan atau efisiensi proses digunakan persamaan berikut [5]:

$$\eta_p = \left(\frac{\sum n - \sum p}{\sum n} \right) \times 100\% \quad (9)$$

dimana η_p adalah efisiensi proses, $\sum n$ adalah jumlah total zirkon dalam umpan, dan $\sum p$ adalah jumlah total zirkon dalam larutan (ZOC).



Gambar 3. Proses pelindian.

TATA KERJA

Bahan Baku

Bahan baku berupa konsentrat zirkon yang berasal dari Kalimantan dengan

komposisi seperti yang ditunjukkan oleh Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi penyusun konsentrat zirkon

No.	Nama oksida	Kadar (%)
1	ZrO ₂	22,03
2	SiO ₂	9,98
3	TiO ₂	38,58
4	Fe ₂ O ₃	13,70
5	HfO ₂	0,287
6	SnO ₂	6,97
7	Cr ₂ O ₃	1,56

Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri dari timbangan, perangkat pelindian, penyaring vakum, dan satu unit Spektrofotometer pendar sinar X (XRF). Timbangan digunakan untuk menimbang bahan. Pelindian dilakukan dengan satu perangkat pelindian tegak yang dilengkapi dengan pemanas, pendingin, dan pengaduk. Penyaring vakum digunakan untuk memisahkan larutan dan padatan.

Cara kerja

Pembuatan umpan dilakukan dengan melakukan penimbangan yaitu 125 g konsentrat zirkon 137,5 g NaOH teknis, kemudian dicampur hingga heterogen. Campuran yang diperoleh dimasukkan ke dalam tungku peleburan dan ditutup rapat. Tombol pengatur *power* pada tungku diposisikan *on*. Pengatur temperatur tungku diatur pada 800 °C. Apabila temperatur tungku sudah tercapai maka proses dipertahankan selama 120 menit. Setelah waktu penahanan tercukupi, tombol pengatur *power* diposisikan pada *off* dan dibiarkan dingin.

Langkah selanjutnya berupa Percobaan Pelindian. Percobaan ini berlangsung dalam labu gelas pyrex dengan kapasitas 500 ml yang dilengkapi dengan motor pengaduk,

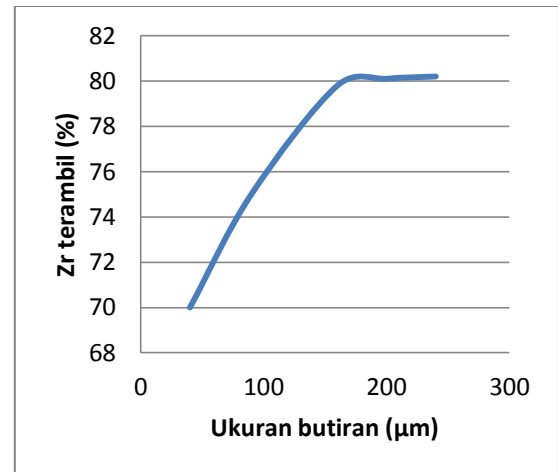
pemanas, dan pendingin. Mula-mula dimasukkan pelarut (HCl 4N) sebanyak 300 ml ke dalam bejana sambil diaduk pada kecepatan putar tertentu. Air pendingin dialirkan, kemudian pemanas dihidupkan hingga termometer menunjukkan angka tertentu. Setelah temperatur tercapai, umpan dengan ukuran tertentu sebanyak 10 g dimasukkan ke dalam bejana secara manual. Temperatur proses dan kecepatan pengadukan dipertahankan tetap selama 60 menit. Apabila waktu pelindian tercapai, perangkat proses dimatikan dan dibiarkan dingin. Hasil proses dipisahkan menggunakan penyaring vakum. Selanjutnya kandungan zirkon dalam umpan dan filtrat dianalisis menggunakan metode XRF. Penelitian dilakukan dengan memvariasi temperatur (30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, dan 100 °C), kecepatan pengadukan (25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, dan 200 rpm), serta ukuran butir (240, 200, 160, 90, dan 40 μm).

HASIL DAN PEMBAHASAN

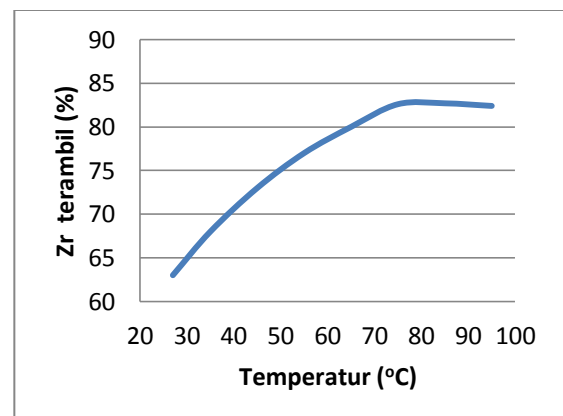
Semakin besar ukuran butiran maka jumlah zirkon yang terambil semakin sedikit atau semakin kecil ukuran butiran umpan (90 μm menjadi 200 μm) mengakibatkan jumlah zirkon terambil semakin banyak. Hal ini membuktikan bahwa semakin kecil ukuran butiran, luas permukaan kontak antara padatan dengan pelarut semakin besar. Namun, ketika ukuran butiran diperhalus lagi (40 μm), jumlah zirkon terambil tidak mengalami kenaikan yang berarti. Hal ini menunjukkan bahwa ukuran butir 90 μm merupakan ukuran optimum untuk proses pelindian. Pengaruh ukuran butir pelindian terhadap zirkon terlarut disajikan pada Gambar 4.

Temperatur pelindian sangat mempengaruhi jumlah zirkon terikat dalam filtrat (larutan HCl 4 N). Ketika proses

pelindian dilakukan dengan menaikkan temperatur dari 30 hingga 80 oC, jumlah zirkon terambil mengalami kenaikan secara signifikan (63,50 % menjadi 79,80 %) dengan grafik percobaan seperti pada Gambar 5.



Gambar 4. Pengaruh ukuran butiran umpan pelindian selama 60 menit dengan kecepatan putar pengaduk 200 rpm terhadap zirkon terlarut dalam HCl. 4 N.

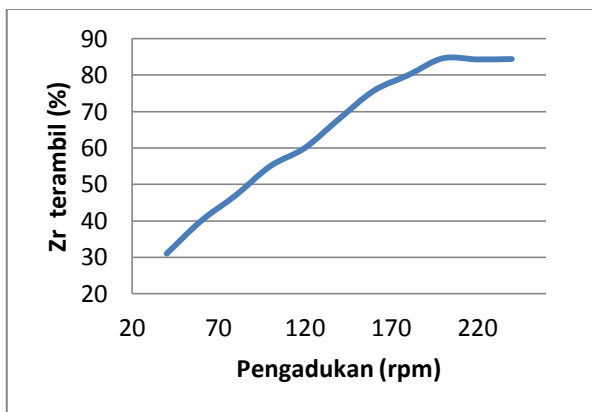


Gambar 5. Pengaruh temperatur pelindian selama 60 menit dengan kecepatan putar pengaduk 200 rpm terhadap zirkon terlarut dalam HCl 4 N.

Hal ini sesuai dengan persamaan (8) bahwa semakin tinggi temperatur menyebabkan tenaga kinetis yang dimiliki oleh molekul-molekul reaktan meningkat. Hal ini akan memacu gerakan zat lebih besar dan menimbulkan tumbukan antarmolekul semakin intens sehingga reaksi berjalan lebih sempurna. Namun, ketika temperatur proses

dinaikkan lagi menjadi 90 °C diperoleh gambar grafik dengan garis mendatar. Kondisi ini menunjukkan bahwa proses pelindian terbaik terjadi pada temperatur 80°C dengan jumlah zirkon terambil sebanyak 82,90 %.

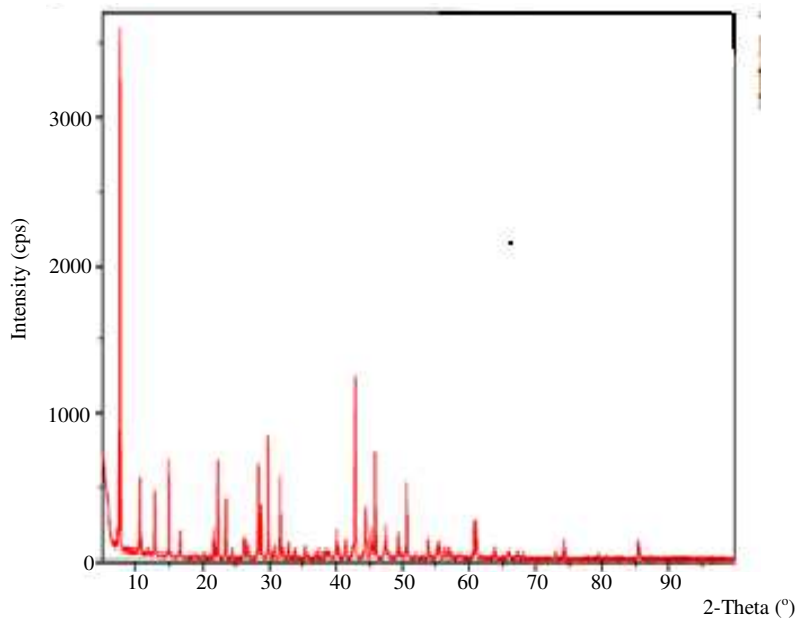
Persentase zirkon terambil dalam interval waktu yang sama mengalami kenaikan sangat signifikan (30,00 % menjadi 84,60 %) seiring dengan penambahan kecepatan pengadukan (40 rpm menjadi 200 rpm) seperti pada Gambar 6.



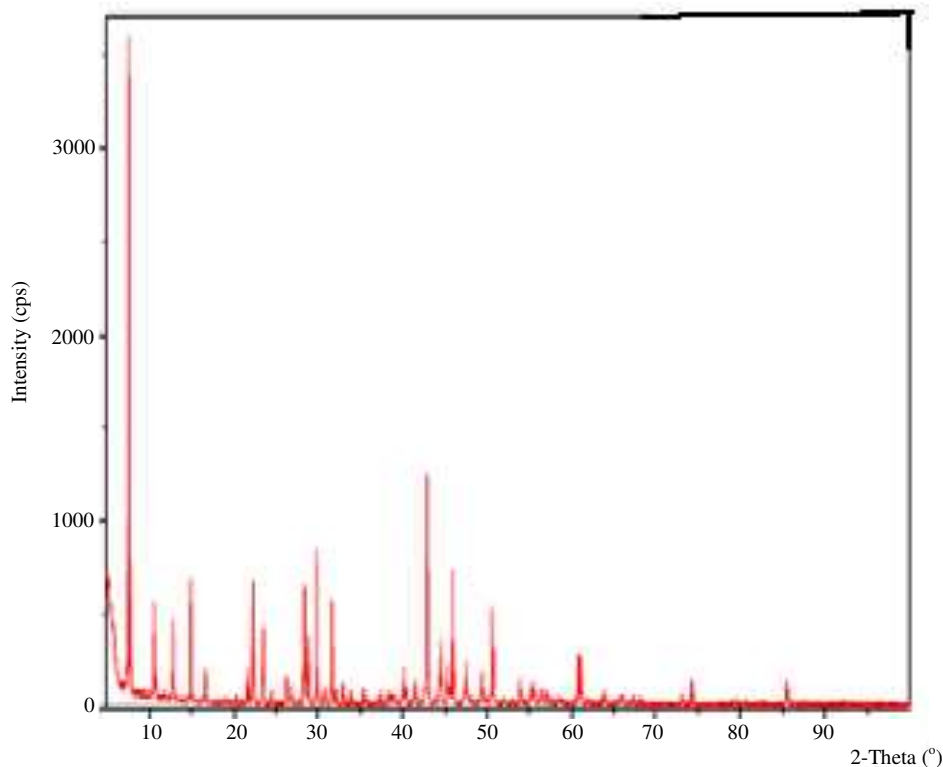
Gambar 6. Pengaruh kecepatan pengadukan pelindian selama 60 menit pada temperatur 80 °C terhadap zirkon terlarut dalam HCl 4 N.

Hal ini menunjukkan bahwa pengadukan berpengaruh pada distribusi pereaksi dalam reaktor serta berpengaruh pada pembentukan lapisan film. Semakin cepat putaran pengadukan akan menaikkan turbulensi fluida tersebut yang akan menurunkan ketebalan lapisan film sebagai batas antara pereaksi (dalam hal ini antara padatan dan cairan). Dengan menipisnya lapisan film tersebut akan mengakibatkan transfer massa antarfase semakin cepat. Namun, ketika proses pengadukan dinaikkan terus menjadi 240 rpm, data dalam grafik menunjukkan garis relatif mendatar. Kondisi ini menunjukkan bahwa proses pelindian terbaik terjadi pada kecepatan pengadukan 200 rpm dengan zirkon terambil sebanyak 84,50 %.

Hasil analisis dengan menggunakan XRD menunjukkan karakteristik difraktogram menunjukkan gambar yang serupa. Difraktogram ZOC olahan menyerupai ZOC pabrikan dengan perbedaan sedikit intensitasnya (Gambar 7 dan Gambar 8).



Gambar 7. Difraktogram ZOC olahan.



Gambar 8. Diffraktogram ZOC pabrikan.

KESIMPULAN

Ukuran butiran umpan, temperatur, dan kecepatan pengadukan berpengaruh dalam proses pelindian untuk memungut zirkon dari natrium zirkonat menggunakan pelarut HCl 4N. Hasil percobaan menunjukkan bahwa kondisi proses pelindian optimum pada ukuran butir 90 μm , temperatur 80 $^{\circ}\text{C}$, dan kecepatan putar pengaduk 200 rpm. Pada kondisi proses tersebut zirkon terambil atau larut dalam HCl sebanyak 84,60 %.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional yang telah memberikan dana dan fasilitas serta Saudara Nurrohman Hafid yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Menteri Energi dan Sumberdaya Mineral, “Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral Nomor 5 Tahun 2017”, 2017.
- [2] T. Suseno, “Analisis Biaya Pengolahan Pasir Zirkon (ZrSiO_4) Menjadi Pasir Zirkon Berkadar $\text{ZrO}_2 \geq 65,5$ % dan Micronized Zirkon”, *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, 12, 179–194, 2016.
- [3] C. Chai, “Global Zirconium Mark”, *Ceram. Ind. News*, 1–12, 2012.
- [4] R. Liu, T. Xue, J. Song, Y. Wang, T. Qi, J. Qu, and A. Du, “Removal of Silicon in Acid Leaching and Flocculation Processes during Zirconium Oxychloride Octahydrate Production”, *Ceramic International*, 40(6), 8801–8808, 2014.
- [5] Sajima and M. Setyadji, “Optimasi Proses Pelindian pada Pengambilan Uranium dan Thorium dalam Pembuatan Zirkon Opacifier (ZrSiO_4)”, *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, 11(2), 113–123, 2015.
- [6] R. Septawendar, S. Sutardi, U. Karsono, and N. Sofyaningsih, “A Low-Cost , Facile Method on Production of Nano Zirconia and Silica from

- Local Zircon in a Large Scale Using a Sodium Carbonate Sintering Technology”, *Journal of The Australian Ceramic Society*, 52(2), 92–102, 2016.
- [7] A. Gessi and G. Benamati, “Corrosion Experiments of Steels in Flowing Pb at 500 °C and in Flowing LBE at 450 °C”, *Journal of Nuclear Materials*, 76(3), 269–273, 2008.
- [8] Y. Yuhelda, D. Amalia, and E. P. Nugraha, “Processing Zirconia through Zircon Sand Smelting with NaOH as a Flux”, *Indonesian Mining Journal*, 19(1), 39–49, 2017.
- [9] H. Poernomo, D. Biyantoro, and M. V. Purwani, “Kajian Konsep Teknologi Pengolahan Pasir Zirkon Lokal yang Mengandung Monasit, Senotim dan Ilmenit”, *Eksplorium*, 37(2), 73–88, 2016.
- [10] Sajima and Triyono, “Pelindian Leburan Pasir Zirkon Kalimantan Menggunakan Air Panas Bench Scale”, *Jurnal Forum Nuklir*, 11(1), 1–6, 2017.
- [11] R. J. F. Da Silva, A. J. B. Dutra, and J. C. Afonso, “Alkali Fusion Followed by a Two-Step Leaching of a Brazilian Zircon Concentrate”, *Hydrometallurgy*, 117–118, 93–100, 2012.
- [12] J. Zhang, L. Wang, and D. Jiang, “Decomposition Process of Zircon Sand Concentrate with CaO-NaOH”, *Rare Metals*, 31(4), 410–414, 2012.
- [13] M. Rosidi, “Pengadukan dalam Proses Koagulasi-Flokulasi”, *Chemistry-Environment (ChemVi)*, 8 Juni 2015, [Online]. Tersedia: <http://chem-envi.blogspot.com/2015/06/pengadukan-dalam-proses-koagulasi.html>.