

## KARAKTERISASI TERMAL SERBUK $ZrO_2$ HASIL SINTESIS PASIR ZIRKON ALAM

Ayu Novia Lisdawati

Prodi Teknik Elektro, Fakultas Teknik, Universitas Islam Kalimantan MAB  
Jl. Adhiyaksa No. 2 Kayu Tangi, Banjarmasin  
Email: noviayu57@gmail.com

### ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis  $ZrO_2$  dari pasir zirkon alam dengan metode alkali fusion dan kopresipitasi. Pada penelitian ini telah dilakukan karakterisasi termal serbuk  $ZrO_2$  amorf menggunakan *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) dan *Thermogravimetry Analyzer* (TGA). Karakterisasi termal sampel serbuk  $ZrO_2$  amorf bertujuan untuk mengetahui suhu transisi gelas, suhu kristalisasi dan suhu leleh. Dengan mengetahui suhu kristalisasi, memudahkan untuk menentukan suhu kalsinasi serbuk  $ZrO_2$  amorf agar membentuk serbuk  $ZrO_2$  kristal. Hasil DSC-TGA pada penelitian ini menunjukkan suhu transisi gelas pada rentang suhu 25°C sampai dengan suhu 500°C, suhu kristalisasi mulai terjadi pada rentang suhu sekitar 550°C sampai dengan 1000°C dan puncak kristalisasinya pada suhu 617°C dan suhu leburnya sekitar 1050°C.

**Kata kunci :** karakterisasi,  $ZrO_2$ , DSC-TGA

### PENADHULUAN

Salah satu sumber zirkonia di alam adalah pasir zirkon. Pemurnian pasir zirkon perlu untuk meningkatkan nilai tambah dari pasir zirkon tersebut, salah satunya dengan metode *alkali fusion* menggunakan *potassium hidroksida* (KOH) untuk melepaskan ikatan  $SiO_2$  dari  $ZrSiO_4$ . *Potassium hidroksida* (KOH) merupakan katalis yang berfungsi menurunkan temperatur dekomposisi  $ZrO_2$  dan  $SiO_2$  [1].

Dalam industri diperlukan sifat unggul dari suatu bahan, dalam hal ini adalah  $ZrO_2$ . Sifat unggul suatu bahan salah satunya dapat diketahui dari struktur kristalnya. Struktur kristal dipengaruhi proses pengolahan salah satunya adalah perlakuan panas. Perlakuan panas bermacam-macam yaitu annealing, sintering, hidrolisis, pirolisis, dan kalsinasi. Pada zirkonia pembentukan fase kristal diperoleh melalui kalsinasi. Untuk menentukan

suhu kalsinasi pada  $ZrO_2$  perlu dilakukan karakterisasi termal salah satunya dengan menggunakan DSC-TGA.

Pada penelitian ini karakterisasi termal sampel serbuk  $ZrO_2$  amorf bertujuan untuk mengetahui suhu transisi gelas, suhu kristalisasi dan suhu leleh. Dengan mengetahui suhu kristalisasi, memudahkan untuk menentukan suhu kalsinasi serbuk  $ZrO_2$  amorf agar membentuk serbuk  $ZrO_2$  kristal.

### TINJAUAN PUSTAKA

Zirkonia merupakan material keramik yang berbentuk oksida kristalin dari hasil ekstraksi pasir zirkon. Salah satu sumber zirkonia di alam yaitu pasir zirkon ( $ZrSiO_4$ ) yang tersebar di Kepulauan Riau, Bangka Belitung dan Kalimantan [2].

Salah satu metode yang dilakukan untuk menurunkan suhu dekomposisi zirkon adalah alkali fusion [1]. Pada dasarnya proses alkali fusion terhadap

pasir zirkon adalah untuk melepaskan ikatan komponen  $\text{SiO}_2$  dalam mineral zirkon. Komponen  $\text{SiO}_2$  dalam mineral zirkon membentuk ikatan kimia yang kuat sehingga sehingga tidak dapat dipisahkan secara fisik maupun dilarutkan dengan menggunakan pelarut yang umum [3].

Kopresipitasi merupakan salah satu metode yang sering digunakan dalam teknik sintesis material dengan struktur nano. Keuntungan utama dari metode ini adalah relatif ekonomis dan dapat digunakan untuk membuat nanoserbuk dalam skala besar. Kekurangan metode ini adalah ketidakmampuan mengontrol ukuran partikel dan akhirnya partikel-partikel tersebut cenderung membentuk gumpalan [4].

Metode TGA merupakan prosedur yang cukup banyak dilakukan dalam karakterisasi bahan. Pada prinsipnya metode ini mengukur berkurangnya massa material ketika dipanaskan dari suhu kamar sampai suhu tinggi yang biasanya sekitar  $900^\circ\text{C}$ . Alat TGA dilengkapi dengan timbangan mikro didalamnya sehingga secara otomatis berat sampel setiap saat bisa terekam dan disajikan dalam tampilan grafik [5].

Differential Scanning Calorimetry (DSC) adalah metode yang sangat ampuh untuk mempelajari sifat termal bahan. Berbagai informasi dapat diperoleh dengan DSC seperti nilai kalori, suhu transisi fasa, reaksi kimia-fisika dan sebagainya[6]. Hasil atau output dari pengujian DSC berupa kurva yang disebut Termogram. Termogram DSC dapat digunakan untuk menetukan sejumlah sifat-sifat karakteristik sampel [7].

## METODE PENELITIAN

Metode penelitian ini akan diuraikan menjadi 2 bagian, yaitu (1) persiapan alat dan bahan, (2) karakterisasi material.

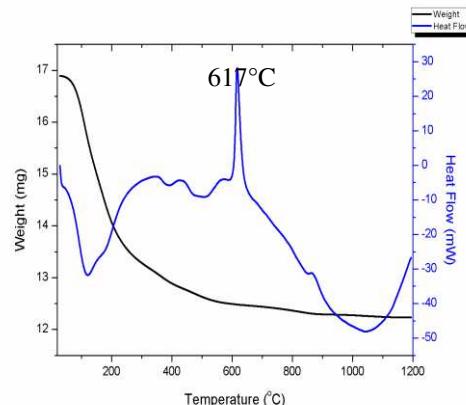
### 1. Persiapan Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan untuk karakterisasi adalah *Differential Scanning Calorimetry and Thermogravimetric Analysis* (DSC-TGA) dan bahan yang digunakan adalah sampel kering  $\text{ZrO}_2$  amorf hasil kopresipitasi.

### 2. Karakterisasi Material

Sampel kering hasil pengendapan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sebelum dikalsinasi terlebih dahulu dilakukan karakterisasi DSC/TGA untuk mengetahui perubahan massa dan perubahan fasa sebagai fungsi suhu yang akan dijadikan referensi suhu kalsinasi. DSC/TGA dilakukan di Laboratorium COE (*Center of Energy*) LPPM ITS Surabaya. Pengukuran dilakukan pada rentang suhu  $20-1200^\circ\text{C}$  dengan kelajuan kenaikan suhu sebesar  $25^\circ\text{C}/\text{menit}$ .

## HASIL DAN PEMBAHASAN



Gambar 1. Kurva DSC-TGA Sampel Kering Hasil Kopresipitasi (ket: hitam adalah kurva TGA, dan biru adalah kurva DSC)

Kurva TGA menunjukkan bahwa terjadi pengurangan massa yang signifikan pada rentang suhu  $25^\circ\text{C}$  sampai dengan suhu  $500^\circ\text{C}$  yaitu sekitar 24 %, karena adanya pengaruh reaksi endoterm pada kurva DSC yang berhubungan dengan pengurangan massa air melalui penguapan dan pelepasan gugus hidroksil dari  $\text{Zr}(\text{OH})_4$  menuju ke  $\text{ZrO}_2$ . Pada rentang suhu ini sampel

serbuk  $\text{ZrO}_2$  masih bersifat amorf. Dengan meningkatnya suhu, pengurangan massa akan semakin besar, namun prosentase pengurangan massa pada rentang suhu  $550^\circ\text{C}$  sampai dengan suhu  $> 550^\circ\text{C}$  tidak signifikan seperti pada rentang suhu  $25^\circ\text{C}$  sampai dengan suhu  $500^\circ\text{C}$ .

Pada kurva DSC, selain reaksi endoterm juga terjadi reaksi eksoterm. Karena prosentase pengurangan massa tidak signifikan pada rentang suhu  $550^\circ\text{C}$  sampai dengan suhu  $> 550^\circ\text{C}$  dan reaksi eksoterm dimulai pada suhu  $> 550^\circ\text{C}$  hal ini berhubungan dengan proses kristalisasi serbuk  $\text{ZrO}_2$ , dan puncaknya terjadi pada suhu  $617^\circ\text{C}$ .

## KESIMPULAN

Hasil analisis DSC-TGA menunjukkan bahwa suhu kalsinasi serbuk  $\text{ZrO}_2$  hasil sintesis pasir zirkon alam berada pada rentang  $550^\circ\text{C}$  sampai dengan  $1000^\circ\text{C}$ . Suhu transisi gelas pada rentang suhu  $25^\circ\text{C}$  sampai dengan suhu  $500^\circ\text{C}$ , dan suhu leburnya sekitar  $1050^\circ\text{C}$ .

## REFERENSI

- [1] A.M Abdelkader, A. Daher, E. El-Kashef .2008. “Novel decomposition method for Zircon,” Journal of Alloys and Compounds. vol. 460 hal. 577-580.
- [2] Sudjoko, D., Triyono. (2008), “Peningkatan Kualitas Zirkonia Hasil Olah Pasir Zirkon”. Ganendra. Vol.XI.No.1. ISSN: 1410-6957.
- [3] Sulistiyo, E., dan Sajuti, D. (1996), “Pemurnian Zirkon untuk Bahan Dasar Refraktori Berbasis Zirkonia”, Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi, hal. 41-49.
- [4] Prasad, K., Pinjari, D.V., Pandit, A.B., Mhaske, S.T. (2011), “Synthesis of Zirconium Dioxide by Ultrasound Assisted Precipitation: Effect of Calcination Temperature”, Ultrasonics Sonochemistry, Vol 18 1128–1137.

- [5] <https://materialcerdas.wordpress.com>
- [6] <http://coe.its.ac.id>
- [7] <https://nazroel.id>