

DEKOMPOSISI KONSENTRAT ZIRKON HASIL SAMPING TAMBANG TIMAH MENGGUNAKAN NATRIUM HIDROKSIDA

Sajima, Tri Handini, Suyanti

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator–BATAN
Jln. Babarsari, Kotak Pos 6101ykbb, Yogyakarta 55281
Telp (0274) 488435, Fax (0274) 489762. HP. 083127494105
*E-mail: sajima@batan.go.id

Abstrak: Telah dilakukan dekomposisi konsentrat zirkon hasil samping tambang timah sebagai umpan dengan menggunakan natrium hidroksida sebagai reaktan. Proses dekomposisi diawali dengan mencampur umpan dengan reaktan, kemudian campuran dimasukkan ke dalam *muffle furnace* dan dipanaskan. Leburan dilindi menggunakan air panas kemudian dipisahkan. Padatan sebagai natrium zirkonat dipisahkan dari filtratnya terus dilarutkan menggunakan HCl 4 N, kemudian disaring. Ampas yang diperoleh dipanaskan pada temperatur 750 °C selama 2 jam kemudian didinginkan. Apabila sudah dingin kemudian ditimbang sebagai pasir yang tidak melebur. Umpan dan hasil proses dikonfirmasi menggunakan X-Ray fluorescence dan XRD. Penelitian ini mempelajari temperatur, waktu dan ukuran butiran terhadap pasir yang melebur. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi proses optimum pada temperatur 800 °C, waktu 120 menit dengan ukuran butir 160 µm. Pada kondisi tersebut konsentrat zirkon melebur 92,00 %.

Kata kunci : dekomposisi, umpan, waktu, temperatur, ukuran butir

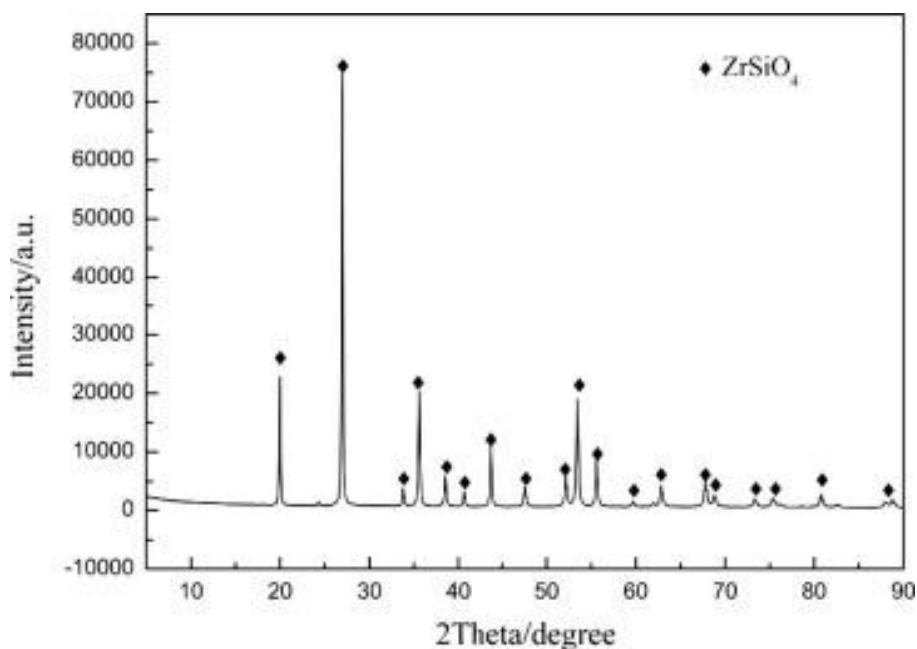
Abstract: Decomposition of zircon concentrate from tin tailing mining as feed and using sodium hydroxide as a reactant has been done. The decomposition process began by mixing the feed with the reactants, then the mixture was put into the muffle furnace and heated. The result of that process then was leached by using hot water and separated. The residue which sodium zirconate were dissolved by using HCl 4 N then filtered. That residue was heated at 750°C for 2 hours then cooled. When it was cold, the weighed of residue, as sand that did not melt, was measured. The feed and the sample of the process were analyzed by using X-Ray Fluorescence and XRD. This research studied the effect of heating rate, temperature and particle size distribution of the dissolved sand. The result showed that the optimum process condition were at the temperature of 800 °C, the times of 120 minutes and particle size of 160 µm. At these conditions the zircon concentrate was 92.00% dissolved.

Keywords : decomposition, feed, heating rate, temperature, particle size

PENDAHULUAN

Peraturan menteri Energi dan Sumber Daya Mineral no 05 tahun 2017 tentang Peningkatan Nilai Tambah Mineral Melalui Kegiatan Pengelolaan dan Pemurnian Mineral Di Dalam Negeri. Produk samping atau sisa hasil pengolahan komoditas tambang Mineral Logam timah berupa konsentrat zirkon, ilmenit, rutil, monasit dan senotim wajib dilakukan pengolahan dan atau pemurnian di dalam negeri sesuai dengan batasan minimum pengolahan dan atau pemurnian komoditas tambang Mineral Logam dan Mineral non

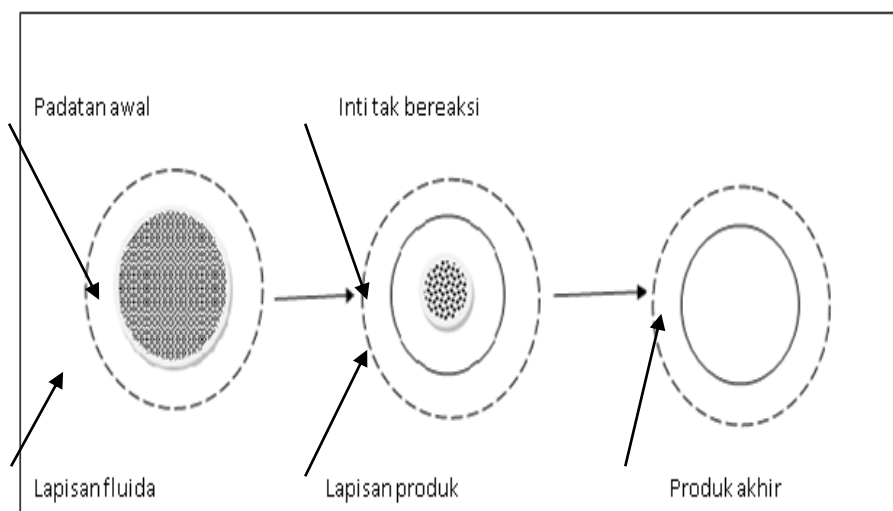
logam. Dengan demikian ekspor konsentrat zirkon dapat dikendalikan dan membuka peluang untuk peningkatan nilai tambah dari pengolahan konsentrat zirkon, sehingga dapat menstimulasi berdirinya beberapa industri hilir berbasis zirkonium di Indonesia.



Gambar 1. Hasil Analisis Mineral Zirkon menggunakan XRD

Perkembangan teknologi material terutama pemanfaatan derivat mineral zirkon telah mewujudkan berbagai fungsi. Pada industri nuklir, bahan ini dapat diaplikasikan sebagai bahan struktur dan kelongsong bahan bakar nuklir serta sensor oksigen karena memiliki sifat fleksibilitas, dan ketahanan terhadap korosi yang tinggi. Sedangkan aplikasi pada industri non nuklir dibagi menjadi enam kelompok besar yaitu industri keramik sebagai *zirconia*, *opacifier*, *refractory*, paduan, TV glass, dan *zircon chemicals*. Zirconia sangat diperlukan dalam bidang kedokteran gigi. Bahan ini dapat dimanfaatkan sebagai material implan, pasak, dan bracket karena implan zirkon memiliki sifat proses penyembuhan tulang yang lebih baik daripada implan lainnya (titanium).

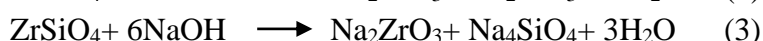
Pengolahan mineral zirkon dapat dilakukan dengan metode proses basah atau kering. Pengolahan secara basah, diawali dari pengolahan secara fisis, antara lain sortir hasil penambangan, *upgrading*, benefisiasi kemudian dilanjutkan pemurnian secara kimiawi. Pemurnian secara kimiawi diawali dari proses fusi atau peleburan, pelindian, pelarutan, pengendapan dan kalsinasi. Sedangkan pengolahan secara kering adalah mineral zirkon dipanaskan pada temperature tinggi (± 2.500 °C) dilanjutkan pemurnian secara kimiawi. Menurut Syoni Soepriyanto, untuk mempelajari laju proses fusi kaustik zirkon pada selang suhu yang lebih tinggi pada mana telah memberikan hasil konversi zirkon terbaik, dilakukan analisis kinetika reaksi heterogen menggunakan model penyusutan inti. Model ini telah banyak diterapkan dalam berbagai proses metalurgi ekstraktif dan menunjukkan kesesuaian dengan verifikasi hasil eksperimental.



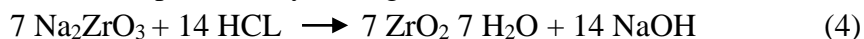
Gambar 2. Skematik Model Penyusutan Inti

Dalam Gambar 2. ditunjukkan skematik konsep model penyusutan inti ini, beserta fungsi konversinya untuk partikel padatan berbentuk bola. Formulasi model ini didasarkan pada dua mekanisme yang membatasi dalam pengendali proses (*governing equation*), yaitu difusi reaktan/produk reaksi melalui lapisan berpori produk padatan dan reaksi kimia di antara muka. Persamaan model ini dapat diturunkan dalam tiga geometri yang berbeda : pelat, silinder, dan bola, dimana untuk konversi zirkon ini lebih sesuai didekati dengan bentuk partikel geometri bola. Kurva linier hasil perhitungan model ini selanjutnya dapat dialurkan grafiknya antara logaritmik fungsi konversi versus waktu proses. (*solid/fluid*)(*Shrinking un-reacted core model*).

Menurut Jingchong Liu, reaksi utama yang terjadi selama proses dekomposisi adalah sebagai berikut:



Sebagian besar Na_2SiO_3 mudah larut dalam air, Na_4SiO_4 yang tidak bereaksi dan NaOH larut dalam air, sedangkan Na_2ZrO_3 dan $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ tidak larut dalam air tetapi larut dalam larutan asam (HCl) dan sisanya atau ampas sebagai pasir zirkon yang tidak lebur. Mekanisme reaksi pelarutannya sebagai berikut:



Beberapa peneliti telah melakukan ekstraksi dengan metode *mechanical activation* dan alkali fusion. Setiawan telah melakukan ekstraksi zirkonia dari pasir zirkon dengan metode alkali fusion. Pada penelitian tersebut, pasir zirkon direaksikan dengan NaOH dalam temperatur 700°C . Hasil yang diperoleh kandungan zirkonia nya sebesar 16 %. Penelitian tersebut mendapatkan senyawa zirconia sebesar 17,4 %. Mutimmah dkk juga melakukan penelitian ekstraksi zirkonia dari pasir zirkon memakai metode alkali fusion dengan variasi ukuran partikel pasir zirkon. Penelitian yang dilakukan Mutimmah, diperoleh

kondisi optimal pada ukuran 235 mesh dengan persentase dekomposisi yaitu 77,64 %. Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti tersebut, menunjukkan bahwa metode-metode yang telah dilakukan belum memperoleh hasil yang optimal, karena bahan baku (konsentrat zirkon) yang digunakan kandungan ZrO_2 masih rendah (20 – 45 %). Penelitian ini mempelajari proses dekomposisi konsentrat zirkon hasil proses benefisiasi tailing tambang timah dengan reaktan NaOH. Variabel variabel yang dipelajari antara lain pengaruh temperatur, waktu dan ukuran butiran terhadap konsentrat zirkon yang terlebur. Proses yang dilakukan menggunakan tungku berjenis catu dengan spesifikasi umpan sebagai berikut

Tabel 1. Spesifikasi Umpan Proses Peleburan

No	Nama oksida	Kadar (m/m %)
1	ZrO_2	64,28
2	SiO_2	25,52
3	TiO_2	0,167
4	Fe_2O_3	0,813
5	HfO_2	0,929
6	SnO_2	1,02
7	SO_3	0,010
8	Al_2O_3	0,255
9	MoO_3	0,272
10	Y_2O_3	0,168
11	MgO	0,065
12	U_3O_8	0,052
13	La_2O_3	0,026

Bahan yang digunakan

Konsentrat zirkon hasil proses benefisiasi tailing tambang timah digunakan sebagai bahan baku. Natrium hidroksida (NaOH) teknis digunakan sebagai reaktan. Air bebas mineral digunakan untuk proses pelindian dan asam khlorida (HCl 6 N) digunakan untuk pelarutan dalam pengujian.

Peralatan yang digunakan

Satu set tungku untuk proses peleburan. Timbangan digunakan untuk menimbang umpan maupun reaktan. Satu set bejana pelarutan yang dilengkapi pengaduk dan pengukur temperatur digunakan untuk proses pelindian leburan dan pelarutan natrium zirkonat. Perangkat gelas digunakan untuk preparasi. Satu set spektrometri pendar sinar-X digunakan untuk analisis unsur zirkon baik dalam umpan maupun produk.

Langkah kerja

Variasi temperatur

Ditimbang 100 gram konsentrat zirkon 160 μm dan 137,5 gram NaOH teknis, kemudian bahan tersebut dimasukkan ke dalam alat pencampur terus diaduk hingga diperoleh campuran yang heterogen. Campuran yang diperoleh dimasukkan ke dalam tungku peleburan kemudian ditutup rapat. Penghisap gas buang yang telah terhubung dengan furnace dihidupkan. Tombol pengatur *power* pada tungku diposisikan pada *on*. Pengatur temperatur tungku diatur pada temperature 800 °C. Apabila temperatur dapur sudah tercapai, maka proses dipertahankan selama 120 menit. Setelah waktu penahanan tercukupi, tombol pengatur *power* diposisikan pada *off* dan dibiarkan dingin. Setelah dingin dilakukan pengujian. Percobaan diulangi dengan temperatur yang berbeda (700, 750, 850, 900 dan 950 °C).

Variasi kecepatan pemanasan.

Ditimbang 100 gram konsentrat zirkon 160 μm dan NaOH teknis seberat 137,5 gram kemudian bahan tersebut dimasukkan ke dalam alat pencampur terus diaduk hingga diperoleh campuran yang heterogen. Campuran yang diperoleh dimasukkan ke dalam tungku peleburan kemudian ditutup rapat. Penghisap gas buang yang telah terhubung dengan tungku dihidupkan. Tombol pengatur *power* pada tungku diposisikan pada *on*. Pengatur temperatur tungku diatur pada temperatur 800 °C. Apabila temperatur dapur sudah tercapai, maka proses dipertahankan selama 120 menit. Setelah waktu penahanan tercukupi, tombol pengatur *power* diposisikan pada *off* dan dibiarkan dingin. Setelah dingin dilakukan pengujian. Percobaan diulangi dengan lama pemanasan yang berbeda (30 menit, 60 menit, 90 menit, 150 dan 180 menit).

Variasi ukuran butiran

Ditimbang 100 gram konsentrat zirkon 200 μm dan NaOH teknis 137,5 gram, kemudian bahan tersebut dimasukkan ke dalam alat pencampur terus diaduk hingga diperoleh campuran yang heterogen. Campuran yang diperoleh dimasukkan ke dalam tungku peleburan kemudian ditutup rapat. Penghisap gas buang yang telah terhubung dengan furnace dihidupkan. Tombol pengatur *power* pada tungku diposisikan pada *on*. Pengatur temperatur tungku diatur pada temperatur 800 °C. Apabila temperatur dapur sudah tercapai, maka proses dipertahankan selama 120 menit. Setelah waktu penahanan tercukupi, tombol pengatur *power* diposisikan pada *off* dan dibiarkan dingin. Setelah dingin dilakukan pengujian. Percobaan diulangi dengan ukuran butir yang berbeda (240 μm , 160 μm , 90 μm dan 40 μm).

Pengujian leburan

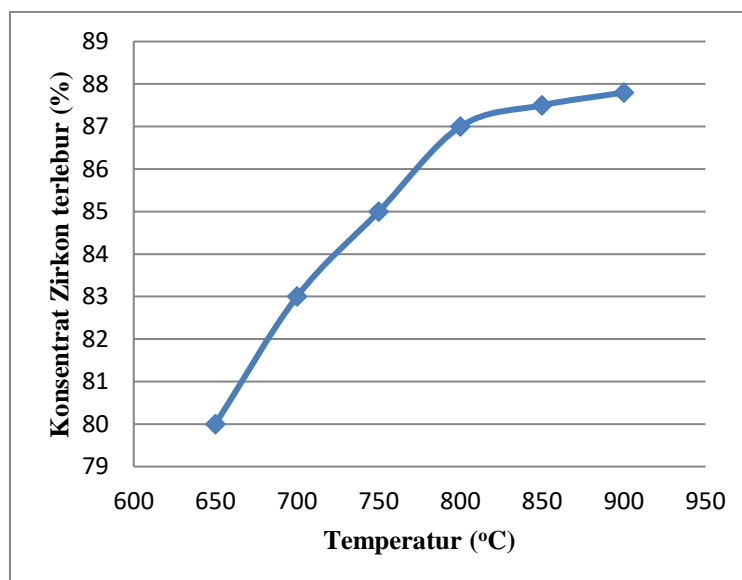
Hasil proses peleburan diambil dan ditimbang seberat 30 gram kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker. Ditambahkan air bebas mineral sebanyak 600 ml sambil dipanaskan pada temperatur 80 °C selama 60 menit. Setelah proses selesai, dipisahkan dengan cara penyaringan. Padatan sebagai natrium zirkonat dilindi menggunakan HCl 6 N dengan

perbandingan 1 gram padat dalam 30 ml HCl 6 N kemudian disaring. Padatan yang diperoleh sebagai pasir yang tidak lebur dikeringkan dan ditimbang. Kandungan unsur zirkon (Zr) dalam umpan maupun ampas (zirkon yang tidak lebur) digunakan perangkat spektrometri pendar sinar-X. Cara untuk menghitung banyaknya zirkon terlebur digunakan persamaan sebagai berikut

$$\frac{\text{banyaknya Zr dalam umpan} - \text{banyaknya Zr dalam residu}}{\text{banyaknya Zr dalam umpan}} \times 100 \% \quad (6)$$

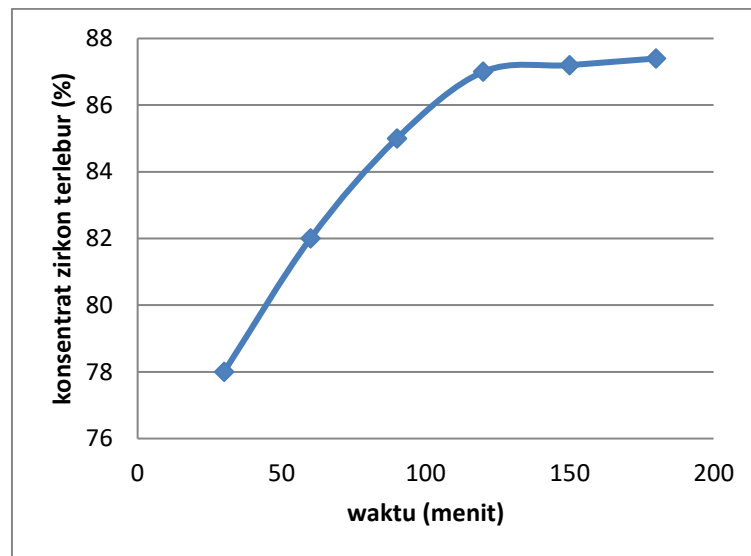
HASIL DAN PEMBAHASAN.

Telah dilakukan proses dekomposisi konsentrat zirkon hasil samping tambang timah menggunakan natrium hidroksida sebagai reaktan secara catu. Hasil percobaan dengan variasi temperatur peleburan disajikan pada Gambar.



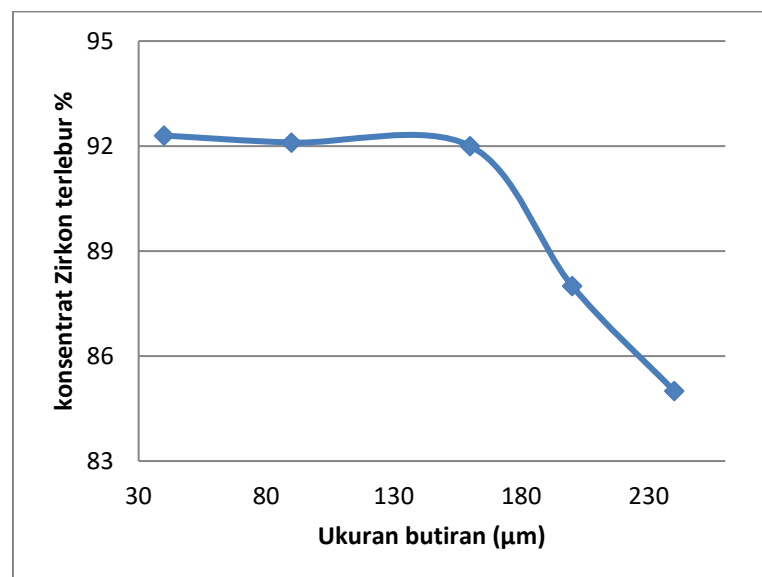
Gambar 3. Pengaruh Temperatur Peleburan terhadap Konsentrat Zirkon Terlebur pada Proses Peleburan Selama 120 Menit dengan Ukuran Butiran 160 µm.

Gambar 3. menunjukkan bahwa suhu peleburan dinaikkan (650 °C menjadi 800 °C) mengakibatkan konsentrat zirkon terlebur mengalami kenaikan dari 80 % menjadi 87 %. Hal ini membuktikan, apabila temperatur proses dinaikkan mengakibatkan ion-ion pereaksi akan memiliki energi kinetik yang lebih besar. Berdasarkan teori tumbukan, energi kinetik yang lebih besar akan membuat tumbukan antar partikel akan menjadi lebih sering, sehingga reaksi akan lebih cepat berlangsung. Namun, ketika temperatur dinaikkan terus (950 °C) konsentrat zirkon terlebur tidak mengalami kenaikan secara signifikan, hal ini menunjukkan bahwa temperatur peleburan 800 °C merupakan temperatur yang optimum. Hasil percobaan dengan variasi waktu disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Pengaruh Waktu terhadap Konsentrat Zirkon Terlebur pada Proses Peleburan Temperatur 800 °C dengan Ukuran Butiran 160 μm .

Gambar 4 menunjukkan, apabila waktu proses peleburan dinaikkan dari 30 menit hingga 120 menit akan diperoleh garis mengarah ke atas. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah konsentrat zirkon yang terlebur mengalami kenaikan secara tajam (78,00 % menjadi 87,00 %). Peristiwa ini membuktikan bahwa semakin lama waktu peleburan, menyebabkan kontak antar materi semakin intens (tercukupi) sehingga reaksi berjalan lebih sempurna. Namun ketika waktu peleburan dinaikkan lagi hingga 180 menit, jumlah konsentrat zirkon terlebur tidak mengalami penambahan yang berarti. Hal ini menunjukkan bahwa waktu peleburan optimum selama 120 menit. Hasil percobaan dengan variasi ukuran butiran umpun disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Pengaruh Ukuran Butiran Konsentrat Zirkon terhadap Zirkon Tidak Lebur pada Proses Peleburan selama 120 Menit pada Temperatur 800 °C

Prosiding

Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2019

Malang, 03 November 2019

Gambar 5. menunjukkan bahwa semakin besar ukuran butiran umpan (konsentrat zirkon) dari 40 μm hingga 240 μm yang dilebur, menyebabkan zirkon terlebur semakin sedikit. Hal ini membuktikan bahwa semakin kecil ukuran butir makasemakin besar luas permukaan sehingga semakin cepat reaksi yang terjadi, karena peningkatan luas permukaan akan mengakibatkan jumlah bidang sentuh antar partikel menjadisemakin besar, sehingga tumbukan semakin efektif. Pada gambar 5 tampak ketika ukuran butiran dinaikkan dari 40 μm menjadi 160 μm , konsentrat zirkon yang terlebur masih cukup tinggi sekitar 90 % hampir sama dengan ukuran 40 μm . Namun apabila ukuran dinaikkan lagi menjadi 240 μm , konsentrat zirkon yang terlebur turun sangat signifikan, hal membuktikan bahwa ukuran butiran untuk proses, optimum pada ukuran 160 μm dengan pertimbangan ekonomian.

KESIMPULAN

Mineral zirkon sebagai mineral ikutan tambang timah yang mempunyai peran yang sangat strategis dalam berbagai industri dengan nilai jual sangat tinggi. Proses ini merupakan tahap yang sangat menentukan untuk tahap pengolahan berikutnya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi proses optimum pada temperatur 800 °C, waktu 120 menit dengan ukuran butir 160 μm . Pada kondisi tersebut konsentrat zirkon terlebur sebesar 92,00 %.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terimakasih kepada Pusat Sains teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional Yogyakarta dan PT Timah Tbk yang telah membantu baik dalam bentuk fasilitas, dana maupun peralatan bagi keberhasilan dan kelancaran kegiatan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Cameron Chail. 2012., *Worldwide Market for Zirconium to Reach 2.6 Million Metric Tons by 2017.*, 1 – 12.
- Jingchong Liu, Jing Song, Tao Qi, Changqiao Zhang, Jingkui Qu. 2016., Controlling the formation of $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ in alkali fusion process for zirconium oxychloride production., , National Engineering Laboratory for Hydrometallurgical Cleaner Production Technology, Beijing, China, *jurnalelsevier*
- José O. A. Paschoal., High Purity Zirconia and Silica Powders via Wet Process: Alkali Fusion of Zircon Sand. 2008., *Materials Science Forum Vols. 591-593 (2008) pp 771-776 Online available since 2008/Aug/19 at www.scientific.net* © Trans Tech Publications, Switzerland
- Muammer Kaya 2012 ., Mining Engineering Departement., Osmangazy University. Eskiseher, Turkey, 2012.
- Mutimmah, Yuswono, Sulthony Akbar. 2013., Optimasi Ekstraksi Zirkonia Berbahasan Baku Pasir Zirkon Silikat Melalui Reduksi Basa., Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung, 2013

Prosiding

Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2019

Malang, 03 November 2019

- Permen ESDM RI NO 05 tahun 2017., Peningkatan NilaiTambah Mineral Melalui KegiatanPengelolaandanPemurnianMineralDiDalamNegeri., Jakarta, 11 Januari 2017
- Puji Setiati. 2014., Pemanfaatan Pasir Zirkon Lokal Untuk Cetakan Keramik Pada Proses Pengecoran Presisi., Jurnal riset industry, vol 8 no 1. (2014).
- Ran Liu, Jing Kui Qu, Jing Song, Tao Qi, Ailing Du, 2013, Analysis of Water Leaching and Transition in Zirconium Oxychloride Octahydrate Production., WWW.elsevier.com/locate/ceramint. 1 - 8.
- Routray, S., Padhi, L.N., Bera, T., 2014., Recovery of Zirkons of South Eastern Coast of India Their Potential as Refractories and Ceramics., International Journal of Mechanical Engineering and Technology, Vol 5, Issue 5, pp 73-82
- Setiawan,A.N . 2011., Ekstaksi Senyawa Zirkonia Dari Pasir Zirkon Dengan Metode Mechanical Activation., skripsi program studi fisika, fakultas sains dan teknologi universitas islam negeri syarif hidayatulloh Jakarta.
- Syoni Soepriyanto. 2009. Zirconia Untuk Keramik Maju: Probuk Peningkatan Nilai Tambah Mineral IkutanMajelis Guru BesarInstitut Teknologi Bandung Pidato Ilmiah Guru Besar Institut Teknologi Bandung, Bandung, 9 januari 2009.
- Tunjung Indrati, Sajima, Sudaryadi. 2015., Analisis Struktur Mikro Hasil pemangnangan Pasir Zirkon., Laporan kegiatan no. 08/STA-3.3/2015.