

UJI FUNGSI REAKTOR PELINDIAN NATRIUM ZIRKONAT DENGAN ASAM KHLORIDA SECARA SINAMBUNG SATU TINGKAT

Sajima dan Sudaryadi

*Pusat Sains dan Teknologi Akselerator, BATAN
Jln. Babarsari no 21 Yogyakarta
email: sajima_06@yahoo.com*

ABSTRAK

UJI FUNGSI REAKTOR PELINDIAN NATRIUM ZIRKONAT DENGAN LARUTAN ASAM KHLORIDA SECARA SINAMBUNG SATU TINGKAT. Telah dilakukan uji fungsi reaktor pelindian natrium zirkonat menggunakan pelarut asam klorida 6 N. Reaktor pelindian sebagai perangkat pembuatan larutan zirkon ($ZrOCl_2$) merupakan hasil rekayasa Pusat Sains dan Teknologi Akselerator. Perangkat ini diuji kinerjanya agar diperoleh hasil yang optimal. Pengujian diawali dari kalibrasi perangkat dukung proses meliputi penggerak batang pengaduk, motor screw feeder dan pompa reaktan. Hasil pengujian menunjukkan bahwa perangkat proses pelindian secara sinambung dapat dioperasikan dengan baik, dan kondisi proses pada debit $Na_2ZrO_3=1,5$ g/menit dan $HCl=10,5$ mL/menit dengan kecepatan pengadukan 200 rpm diperoleh recovery proses sebesar 63,84 %.

Kata kunci : uji fungsi, pelindian, kalibrasi, larutan.

ABSTRACT

FUNCTION TESTING OF SODIUM ZIRCONATE LEACHING REACTOR BY CHLORIDE ACID SOLUTION AS CONTINUOUS SINGLE STAGE. The sodium zirconate leaching reactor by chloride acid 6 N solution as continuous single function tested has done. leaching reactor as a tool for production of zircon solution ($ZrOCl_2$) was engineered by Center for Accelerator Science and Technology. This equipment was tested of the performance to obtain optimal results and traceable. Testing has began on the calibration of the device support process as motor of impeller, motor of screw feeder and pump of reactant. The result of testing showed that the continuous leaching process can be operated as well, on the conditions process at Na_2ZrO_3 discharge 1,5 g/min and HCl 10,5 mL/menit by stirring speed 200 rpm obtainable of the recovery process were 63,84 %.

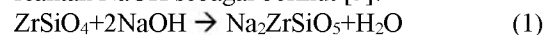
Keywords : performance, leaching, calibration, solution

PENDAHULUAN

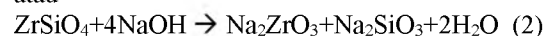
Mineral zirkon merupakan mineral ikutan dari bijih timah atau emas *alluvial* dan sebagai bahan tambang yang masuk klasifikasi bahan galian golongan B dengan variasi pengotor tidak terlalu kompleks, walaupun kandungan zirkon kadang-kadang lebih dominan [1]. Mineral ini apabila diolah lebih lanjut mempunyai peran yang sangat strategis dalam berbagai industri. Peran zirkon dalam industri non nuklir, salah satunya adalah dapat digunakan sebagai bahan *refractory*, karena bahan ini tahan suhu tinggi (2750°C). Selain itu, bahan ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan *abrasive* maupun sebagai *ceramic advanced* seperti oksigen sensor dan *Solid Oxide Fuel Cell* (SOFC) [2]. Manfaat zirkon dalam industri nuklir adalah (ZrC) dapat digunakan untuk melapisi kernel UO_2 bahan bakar reaktor generasi ke empat seperti HTR (*High Temperature Reactor*) sebagai pengganti SiC (*silica Carbide*). karena ZrC lebih tahan terhadap

suhu tinggi [3]. Selain itu, bahan ini dapat digunakan sebagai bahan kelongsong bahan bakar nuklir karena mempunyai penampang lintang yang kecil (0,185 barn) dan tidak menyerap neutron, tahan terhadap suhu tinggi, tahan terhadap korosi, mempunyai sifat mekanik yang kuat dan struktur yang baik, sehingga dapat mempermudah pelepasan bahan bakar setelah habis dipakai dan mempunyai sifat penghantar panas yang baik [3].

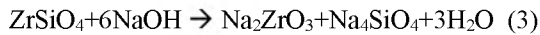
Pengolahan mineral zirkon diawali dengan proses fisika dilanjutkan dengan pemurnian secara kimiawi. Perangkat proses yang digunakan dalam pengolahan secara fisika antara lain meja goyang, magnetik separator dan *high tension separator* [4]. Sedangkan pemurnian secara kimiawi diawali dari proses peleburan pasir zirkon dengan alkali sebagai reaktan. Mekanisme reaksi peleburan menggunakan reaktan NaOH sebagai berikut [5]:



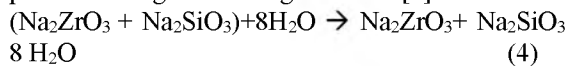
atau



atau



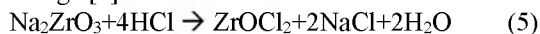
Natrium silikat (Na_2SiO_3) bersifat larut dalam air sedangkan Na_2ZrO_3 dan $\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$ tidak mudah larut dalam air. Tahapan proses selanjutnya adalah pencucian leburan menggunakan air panas, mekanisme reaksi yang terjadi pada proses pelindian dengan air sebagai berikut [6] :



Pengolahan selanjutnya adalah proses pelindian menggunakan asam klorida (HCl) 6 N. Pelindian (*leaching*) adalah suatu cara pemisahan komponen dari suatu campuran padatan (*solid*) menggunakan pelarut (*solvent*) tertentu sehingga sebagian zat padat larut dan sebagian sebagai ampas (*inert*) karena proses pengadukan. Persyaratan kondisi proses pelindian adalah [7] :

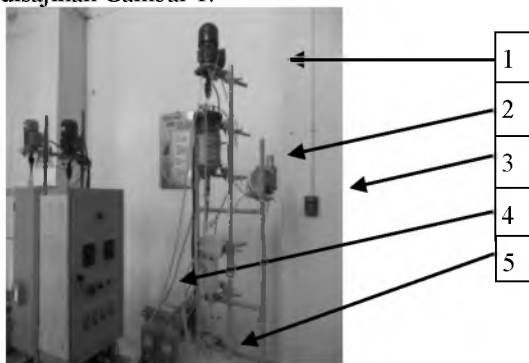
1. Bahan yang diinginkan mudah larut
2. Unsur atau bahan lain yang ikut larut harus mudah dipisahkan pada proses berikutnya.
3. Mineral-mineral pengganggu (*gangue minerals*) jangan terlalu banyak menyerap (bereaksi) dengan zat pelarut yang dipakai.
4. Zat yang diumpakan harus porous atau punya permukaan kontak yang luas agar mudah (cepat) bereaksi pada suhu rendah.

Reaksi yang terjadi pada proses pelindian tersebut diduga [6] :



Zirkon Oksi Klorid (ZrOCl_2) adalah produk derivat zirkon, merupakan *starting material* dalam pembuatan zirkon murni nuklir.

Bidang Teknologi Proses (BTP) Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA) telah melakukan rekayasa pembuatan reaktor pelindian natrium zirkonat menggunakan larutan asam klorida sebagai pelarut dengan pemanasan yang dilengkapi sistem kendali. Reaktor hasil rekayasa BTP-PSTA disajikan Gambar 1.



Gambar 1. Reaktor pelindian natrium zirkonat dengan pelarut asam klorida.

Keterangan gambar:

1. Penggerak pengaduk
2. Reaktor berpengaduk dan pemanas
3. Feeder
4. Sistem instrument kendali
5. Pompa reaktan

Reaktor pelindian dilengkapi dengan pengaduk terbuat dari bahan gelas piroks ketebalan 5 mm, mempunyai volume 800 ml. Perangkat ini juga dilengkapi mantel pemanas dari nikelin dengan kapasitas 150 W. Perangkat dukung lainnya adalah motor penggerak pengaduk 3 phase dengan seri S.A. Spesifikasi motor yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 1. Spesifikasi motor penggerak pengaduk.

1	Model motor	Single phase
2	Arus	3 A
3	HP	1/4
4	Power	200 W
5	Kecepatan putar	1500 rpm
6	Capasitor	10 μF
7	Voltage	230V/50Hz

Screw Feeder atau pengumpan merupakan perangkat proses yang berfungsi mengatur pergerakan laju natrium zirkonat sebagai umpan proses pelindian. Kecepatan dan dimensi *screw feeder* tergantung dari jenis bahan yang akan dipindahkan. Pompa reaktan merupakan sarana dukung proses berfungsi sebagai pengatur laju aliran reaktan (asam klorida). Spesifikasi pompa yang digunakan seperti Tabel 2 berikut:

Tabel 2. Spesifikasi pompa reaktan

1	Model pompa	PZ (manual)
2	Kapasitas maks	130 ml/mnt
3	Tekanan maksimum	2 bar
4	Power	18 W
5	Joint	PVC
6	Head pompa	PVC
7	Check ball	keramik
8	Voltage	220V/1phase/50Hz

METODE

1. Bahan yang digunakan:

Larutan asam klorida (HCl) 6 N digunakan untuk kalibrasi pompa dosis dan penggerak pengaduk. Natrium zirkonat 200 *mesh* digunakan untuk umpan.

2. Peralatan yang digunakan:

Reaktor alir berpengaduk yang dilengkapi pemanas. Penggerak pengaduk 3 *phase*. Pompa dosis digunakan untuk mendorong larutan HCl 6 N.

Screw feeder digunakan untuk mengatur laju umpan penelitian (natrium zirkonat). Sistem informasi kendali digunakan untuk mengatur dan mencatat kondisi operasional misal temperatur proses pelindian, kecepatan penggerak pengaduk, kecepatan laju umpan dan debit reaktan. *Stop watch* digunakan untuk mencatat waktu kalibrasi. *Tachometer* digunakan untuk kalibrasi penggerak pengaduk. Gelas ukur digunakan untuk menampung bahan kalibrasi larutan HCl 6 N. *X-Ray Fluorecence* digunakan untuk analisis unsur. *X-Ray Difraktometer* mengambil gambar difraktogram.

3. Langkah kerja:

Uji fungsi penggerak pengaduk

Inverter 1 phase 220 V dengan *output 3 phase* dihubungkan pada motor penggerak. Motor penggerak yang telah dirangkai pada perangkat proses pelindian dihubungkan dengan sumber arus induk. Reaktor pelindian diisi dengan larutan HCl 6 N sebanyak 800 ml (sesuai kapasitas reaktor pelindian) sambil dipanaskan hingga temperatur proses 90°C. Sensor *infra red Tachometer* diarahkan pada ujung penggerak pengaduk yang telah dihubungkan pada batang pengaduk. Hidupkan penggerak pengaduk dan *inverter* dengan mengatur putaran menggunakan *potensio* pada *inverter* sesuai yang dikehendaki. Putaran dipertahankan selama 5 menit kemudian dicatat putaran yang ditampilkan pada *digital Tachometer*. Pengamatan kalibrasi dilakukan dengan putaran yang berbeda.

Uji fungsi pompa reaktan

Gelas ukur diisi larutan HCl 6 N sebanyak 1.000 ml. Masukkan selang *inlet* pompa dosis dalam gelas ukur yang berisi HCl 6 N. Masukkan selang *outlet* ke dalam reaktor pelindian. Pompa dosis dihidupkan dengan mengatur tombol pada *on*. Atur kecepatan debit larutan dengan mengatur *potensio* pada pompa pada putaran 20 rpm. Percobaan diulangi dengan putaran yang berbeda.

Uji fungsi *Screw feeder*

Inverter 1 phase 220 V dengan *output 3 phase* dihubungkan pada motor penggerak *feeder*. Motor penggerak yang telah dirangkai pada *Screw feeder* dihubungkan dengan sumber arus induk. Sensor *infra red Tachometer* diarahkan pada ujung penggerak *Screw feeder*. Serbuk natrium zirkonat 200 mesh dimasukkan ke dalam *Screw feeder*. Penggerak *Screw feeder* dan *inverter* dihidupkan dan mengatur putaran menggunakan *potensio* pada *inverter* sesuai yang dikehendaki. Putaran

dipertahankan selama 5 menit kemudian catat putaran yang ditampilkan pada *digital tachometer*. Pengamatan dilakukan dengan putaran yang berbeda.

Uji coba Pelindian Na_2ZrO_3

Dimasukkan larutan HCl 6 N sebanyak 800 ml, kemudian dipanaskan hingga temperatur mencapai 90°C sambil diaduk pada kecepatan putar 200 rpm. Setelah temperatur tercapai, dimasukkan umpan (serbuk natrium zirkonat 200 mesh) melalui feeder pada debit $\text{Na}_2\text{ZrO}_3 = 1,5$ g/menit. Temperatur proses pelindian dipertahankan pada suhu 90°C dan kecepatan pengadukan tetap. Apabila waktu pelindian tercapai (1 jam) kemudian dilakukan uji proses sinambung. Hasil proses pelindian diambil dengan membuka kran *outlet* dengan kecepatan 10,5 mL/menit. Bersamaan dengan keluarnya hasil proses, dialirkan reaktan dengan kecepatan 10,5 mL/menit ke dalam reaktor melalui *inlet* dan umpan dengan debit $\text{Na}_2\text{ZrO}_3 = 1,5$ g/menit, proses dilakukan selama 60 menit. Dilakukan sampling setiap 5 menit, kemudian dianalisis menggunakan *X-Ray Fluorecence*. Pelindian dilakukan selama 2-3 kali waktu tinggal. Apabila proses telah selesai, perangkat proses dimatikan dan dibiarkan dingin. Hasil proses dipisahkan menggunakan *centrifuge* untuk memisahkan padatan sebagai natrium zirkonat yang tidak bereaksi dengan HCl dan pasir zirkon yang tidak terlebur. Larutan hasil pemisahan sebagai zirkon oksid klorid (ZrOCl_2) dipanaskan untuk proses kristalisasi kemudian dikonfirmasi menggunakan X-Ray Difraktometer.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji fungsi reaktor pelindian natrium zirkonat menggunakan pelarut asam klorida 6 N diawali dari kalibrasi perangkat dukung diantaranya penggerak pengaduk, pompa dosis dan penggerak *screw feeder*. Penggerak pengaduk dikalibrasi untuk mengetahui kecepatan putaran pengaduk sebenarnya dengan beban larutan HCl 6 N. Hasil kalibrasi penggerak pengaduk disajikan Tabel 3.

Tabel 3. Uji fungsi penggerak pengaduk menggunakan *tachometer* dengan beban larutan HCl 6 N sebanyak 800 ml

Inverter (rpm)	25	50	75	100	125	150	175	200
Tachometer (rpm)	25	51	76	102	127	152	177	202
Selisih (rpm)	0	0	1	2	2	2	2	2

Dari Tabel 3 Diperoleh data bahwa angka yang ditunjukkan oleh inverter tidak jauh berbeda dengan angka yang ditunjukkan oleh *digital Tachometer* (< 5%). Hal ini menunjukkan bahwa *inverter* sebagai

pendukung penggerak pengaduk dapat digunakan untuk mengatur kecepatan putar pengaduk. Menurut Budi Sulistyio [11], proses pelindian natrium zirkonat menggunakan larutan HCl optimum pada putaran pengaduk sebesar 175 rpm.

Hasil kalibrasi pompa pendorong reaktan dengan beban larutan HCl 6 N, dengan pembandingan gelas ukur yang terkalibrasi disajikan Tabel 4.

Tabel 4. Uji fungsi pompa pendorong reaktan dengan beban larutan HCl 6 N, dengan pembandingan gelas ukur terkalibrasi :

Pompa (ml/menit)	10	20	30	40	50	60	70	80
Gelas ukur (ml/menit)	9	18	29	39	49	59	70	80
Selisih (rpm)	1	2	1	1	1	1	1	1

Dari Tabel 4 Diperoleh data bahwa debit yang dihasilkan dari pengamatan pompa tidak jauh berbeda dengan hasil pengamatan menggunakan gelas ukur (<5 %). Hal ini menunjukkan bahwa pompa dosis yang digunakan dalam proses pelindian memberikan hasil (debit) yang terukur dan tertelusur sehingga layak digunakan sebagai perangkat dukung proses pelindian secara sinambung.

Hasil kalibrasi motor *feeder* (pendorong natrium zirkonat) dengan beban natrium zirkonat 200 mesh sebanyak 100 gram, menggunakan digital *tachometer* disajikan Tabel 5.

Tabel 5. Uji fungsi motor *screw feeder* dengan beban natrium zirkonat 200 mesh sebanyak 100 gram menggunakan digital *Tachometer*

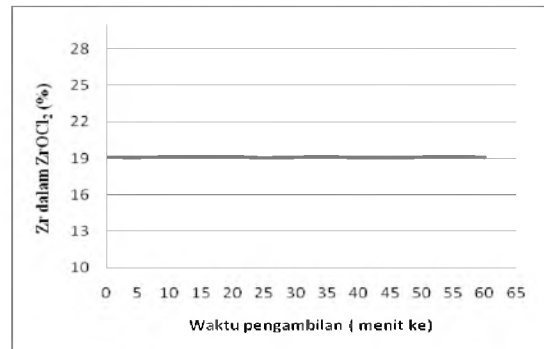
Inverter (rpm)	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Tachometer (rpm)	11	21	30	40	50	60	70	71	90	100
Selisih (rpm)	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0

Dari Tabel 5 Diperoleh data bahwa angka yang ditunjukkan oleh inverter tidak jauh berbeda dengan angka yang ditunjukkan oleh *digital tachometer* (<5 %). Hal ini menunjukkan bahwa *inverter* sebagai pendukung motor *screw feeder* (pendorong umpan) dapat digunakan dan layak untuk mengatur kecepatan putar motor *screw feeder*.

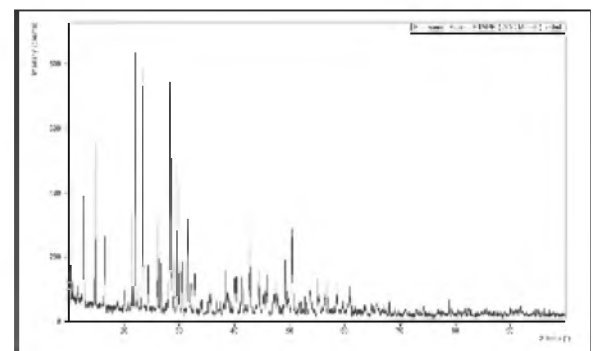
Hasil uji coba proses pelindian natrium zirkonat dengan pelarut HCl 6 pada debit umpan ($\text{Na}_2\text{ZrO}_3 = 1,5 \text{ g/menit}$) dan debit reaktan HCl = 10,5 mL/menit dengan kecepatan pengadukan 194,4 rpm menggunakan reaktor pelindian disajikan Gambar 2.

Gambar 2 merupakan hubungan waktu pengambilan hasil (sampling) dengan kadar Zr dalam ZrOCl_2 (ZOC), menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengambilan hasil proses pelindian (0 menit hingga 60 menit) tidak terjadi kenaikan

kandungan Zr yang signifikan. Hal ini membuktikan bahwa waktu reaksi antara natrium zirkonat dengan pereaksi HCl 6 N tercapai pada 60 menit (*star up*). Hasil identifikasi ZOC pabrikan menggunakan *X-Ray Diffractometer* disajikan Gambar 3.

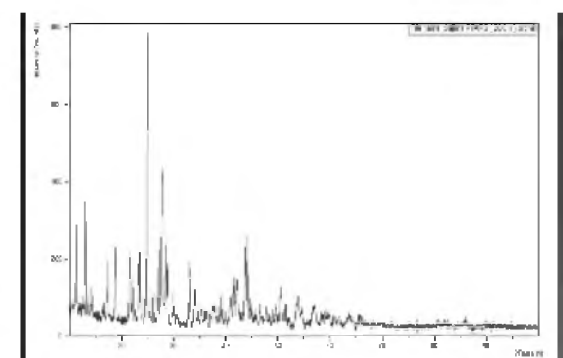


Gambar 2. Hubungan waktu pengambilan hasil pelindian dengan kadar Zr dalam zirkon oksid klorid (ZrOCl_2).



Gambar 3. Diffraktogram zirkon oksid klorid pabrikan

Hasil identifikasi ZOC olahan menggunakan *X-Ray Diffractometer* disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Diffraktogram zirkon oksid klorid olahan

Dari Gambar 3. dan 4. diperoleh data bahwa hampir kedua gambar tidak ada perbedaan difraksi yang berarti. Hal ini menunjukkan bahwa kristal olahan merupakan zirkon oksid klorid (ZOC).

Namun intensitas ZOC olahan jauh lebih rendah dibanding ZOC pabrikan, hal ini menunjukkan bahwa ZOC olahan masih banyak mengandung unsur pengotor apabila dibandingkan dengan ZOC pabrikan.

Hasil analisis ZOC olahan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) apabila dikomparasi dengan produk lainnya disajikan Tabel 6.

Dari Tabel 6. diperoleh data bahwa ZOC olahan kualitasnya lebih rendah apabila dibandingkan dengan produk pabrikan, karena masih banyak mengandung unsur pengotor. Pada kondisi proses tersebut diperoleh *recovery* proses pelindian sebesar = $\frac{(0,4352 - 0,161712) \text{ mol}}{0,4352 \text{ mol}} \times 100 \% = 63,84 \%$, dimana 0,4352 mol adalah zirkon dalam umpan (Na_2ZrO_3) sedangkan 0,161712 sebagai zirkon dalam ampas.

Tabel 6. Komparasi hasil analisis ZOC olahan dengan produk PSTA dan pabrikan memakai XRF`

No	ZOC (percobaan)		ZOC PSTA	ZOC Pabrikan [5]
	Senyawa	Kadar (%)	Kadar (%)	Kadar (%)
1	Zr(Hf)O ₂	32,77	34,39	Min. 35
2	SiO ₂	0,36	0,002	Max.0,01
3	TiO ₂	0,01	0,003	Max.0,002
4	Fe ₂ O ₃	0,06	0,001	Max.0,005
5	Al ₂ O ₃	0,16	0,044	Max.0,02
6	CaO	0,01	0,011	Max.0,01
7	MgO	0,003	0,003	-
8	LOI	58,93	-	-

KESIMPULAN

Telah dapat dilakukan uji fungsi reaktor pelindian natrium zirkonat menggunakan pelarut asam klorida 6 N. Uji fungsi meliputi penggerak batang pengaduk, motor *screw feeder* dan pompa reaktan. Seluruh perangkat alat reaktor pelindian natrium zirkonat menggunakan pelarut asam klorida dapat berfungsi dengan baik dan layak operasi untuk proses pelindian natrium zirkonat. Hasil uji coba kondisi proses pelindian secara sinambung pada debit $\text{Na}_2\text{ZrO}_3 = 1,5 \text{ g/menit}$ dan $\text{HCl} = 10,5 \text{ mL/menit}$ dengan kecepatan pengadukan 194,4 rpm. Pada kondisi proses tersebut diperoleh *recovery* 63,84 %.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terimakasih kepada PSTA-BATAN yang telah membantu baik dalam bentuk fasilitas, dana maupun fasilitas untuk keberhasilan dan kelancaran kegiatan uji coba alat.

DAFTAR PUSTAKA

- Zulfikar, Herry R.E, *Endapan Zirkon Di Daerah Pangkalan Batu, Kecamatan Kendawangan, Ketapang, Kalbar*, Proceeding Pemaparan Hasil Kegiatan Lapangan dan Non Lapangan, Pusat Sumber Daya Geologi, 2008.
- Cameron C., *Worldwide Market for Zirconium to Reach 2.6 Million Metric Tons by 2017.*, Published on May 7, 2012 at 5:27 AM, diunduh 18juli 2012.
- Zhou X., Tang T., *Current status and future development of coated fuel particles for high temperature gas-cooled reactors*, Institute of Nuclear and New Energy Technology, Tsinghua University, Beijing, China, 2010.
- Lubbe S., Munsami R., Fourie D., *Beneficiation of Zircon Sand in South Africa*, Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy, vol 112 Johannesburg, hal 1-8, 2012.
- Song, J., Fei Fan, J., Liu, J. C., Liu, R., Qu, J. K., & Qi, T.). *A Two-Step Zircon Decomposition Method to Produce Zirconium Oxychloride: Alkali Fusion and Water Leaching*. Journal Rare Metals, 2015.
- Yamagata, C., Andrade, J., Ussui, V., Lima, N., Paschoal, J.. *High Purity Zirconia and Silica Powders via Wet Process: Alkali Fusion of Zircon Sand*. Material Science, 200,8 591-593, 771-776.
- Liu, R., Qu, J., Song, J., Qi, T., & Du, A.. *Analysis of Water Leaching Transition Processes in Zirconium Oxychloride Octahydrate Production*, Journal Ceramics Internationa, 2013.
- Octave Levenspiel., *Chemical reaction engineering.*, Dept of Chem. Engineering, Oregon State University, Wiley Eastern Ltd, New Delhi, Bangalore, Bombay, Calcutta, 1972.
- Indra S.Y., *Perencanaan Alat Briket Pakan Ternak.*, Sripsi, Universitas Kristen Petra, Surabaya, 2003.
- Sandy Gunawan, *Perencanaan Alat Pengayak Pasir Silika dengan Kapasitas 250 kg/jam.*, Sripsi, Universitas Kristen Petra, Surabaya, 2003.



11. Budi Sulistyono., *Pemekatan larutan ZrOCl₂ Menggunakan Alat rotary evaporator*, Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir, Yogyakarta, 12 – 14 April 1988.

TANYA JAWAB

Torowati (PTBBN)

- Apa goal dari perangkat proses yang anda buat?

- Apa fungsi Zirkon dalam industri?

Sajima

- *Produk dari perangkat proses adalah zirkon oksid klorid. Material ini merupakan starting material dalam pembuatan zirkon derajat nuklir.*
- *Fungsi zirkon dalam industri:*
- *Dalam industri nuklir digunakan sebagai kelongsong bahan bakar nuklir, dan lain-lain.*
- *Dalam industri non nuklir digunakan sebagai bahan fritz, dan lain-lain.*