



**STUDI PENGARUH WAKTU KALSINASI TERHADAP PEMBENTUKAN
FASA TETRAGONAL ZrO_2 DARI HASIL SINTESIS ALKALI FUSI
 NaOH DARI PASIR ZrSiO_4 KATINGAN**

SKRIPSI

**untuk memenuhi persyaratan
dalam menyelesaikan program sarjana Strata-1 Kimia**

Oleh:

FIKRI KURNIAWAN

NIM 2211012210012

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
BANJARBARU
JUNI 2026**

SKRIPSI

Studi Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Pembentukan Fasa Tetragonal ZrO_2 Dari Hasil Sintesis Alkali Fusi NaOH Dari Pasir ZrSiO_4 Katingan

Oleh:

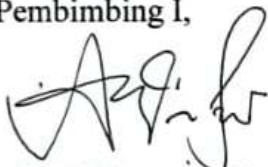
Fikri Kurniawan

NIM 2211012210012

telah dipertahankan didepan Dosen Penguji tanggal 19 Juni 2026

Susunan Dosen Penguji:

Pembimbing I,



Edi Mikrianto, S.Si., M.Si

NIP. 19700510 199512 1 001

Dosen Penguji:

1. Dr. Drs. Rahmat Yunus, M.Si



2. Prof. Ir. Sunardi, S.Si., M.Sc., Ph.D



Pembimbing II,



Prof. Rodiansono, S.Si., M.Si., Ph.D

NIP. 19730411 200012 1 001

Banjarbaru, 19 Juni 2026

Program Studi Kimia FMIPA ULM

Koordinator



Dr. Ahmad Budi Junaidi, S.Si., M.Sc

NIP. 19760304 200112 1 003

SKRIPSI

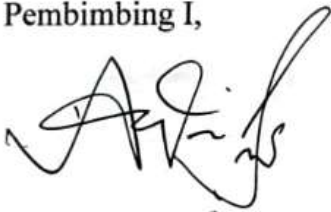
Studi Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Pembentukan Fasa Tetragonal ZrO_2 Dari Hasil Sintesis Alkali Fusi NaOH Dari Pasir ZrSiO_4 Katingan

Oleh:

Fikri Kurniawan

2211012210012

Pembimbing I,



Edi Mikrianto, S.Si., M.Si

NIP. 19700510 199512 1 001

Pembimbing II,

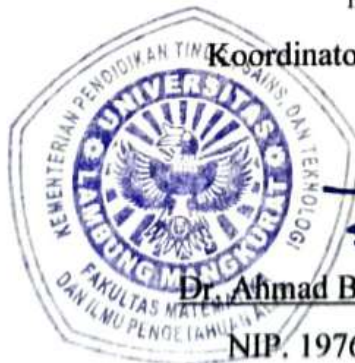


Prof. Rodiansono, S.Si., M.Si., Ph.D

NIP. 19730411 200012 1 001

Mengetahui,

Koordinator Progam Studi Kimia



Dr. Ahmad Budi Junaidi, S.Si., M.Sc

NIP. 19760304 200112 1 003

PERNYATAAN

Dengan ini saya akan menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Banjarbaru, 19 Juni 2026



Fikri Kurniawan

NIM 2211012210012

ABSTRAK

STUDI PENGARUH WAKTU KALSINASI TERHADAP PEMBENTUKAN FASA TETRAGONAL ZrO_2 DARI HASIL SINTESIS ALKALI FUSI NaOH DARI PASIR ZrSiO_4 KATINGAN (Oleh: Fikri Kurniawan; Pembimbing: Edi Mikrianto S.Si., M.Si dan Prof. Rodiansono S.Si., M.Si., Ph.D;2026;43 halaman)

Penelitian ini bertujuan menganalisis pengaruh waktu kalsinasi terhadap pembentukan fasa oksida tetragonal zirconia (t-ZrO_2) dari pasir zirkon (ZrSiO_4) Katingan, Kalimantan Tengah melalui metode alkali fusi menggunakan NaOH , pelindian, dan presipitasi. Waktu kalsinasi atmosfer oksigen dilakukan selama 2, 3, dan 4 jam pada suhu $750\text{ }^\circ\text{C}$. Karakterisasi dilakukan menggunakan XRF untuk komposisi kimia serta XRD untuk identifikasi fasa, parameter kisi, ukuran kristalit, dan derajat kristalinitas melalui metode Debye-Scherrer dan metode Rietveld refinement. Hasil XRF untuk sampel hasil sintesis menunjukkan kemurnian oksida ZrO_2 sebesar 93,6%. Analisis XRD masing-masing sampel menunjukkan dominasi fasa tetragonal dengan persentase tetragonal meningkat dari 78% (2 jam); 86,1% (3 jam); hingga 89,2% (4 jam). Parameter kisi fasa tetragonal berada pada kisaran $a \approx 3,57\text{--}3,58\text{ \AA}$ dan $c \approx 5,17\text{--}5,19\text{ \AA}$, sedangkan fasa kubik memiliki $a \approx 5,03\text{--}5,08\text{ \AA}$. Ukuran kristalit masing-masing sampel meningkat dari 5,66 nm (2 jam) menjadi 7,34 nm (3 jam) dan 8,13 nm (4 jam), sedangkan persentase derajat kristalinitas meningkat dari 49,83% (2 jam) menjadi 52,78% (3 jam) dan 58,15% (4 jam). Dari data-data ini dapat diindikasikan secara keseluruhan, waktu kalsinasi berpengaruh signifikan terhadap fasa, struktur kristal, ukuran kristalit, dan kristalinitas oksida t-ZrO_2 .

Kata kunci: pasir zirkonia, kalsinasi, kristalinitas, tetragonal zirconia, ukuran kristalit.

ABSTRACT

STUDY OF THE EFFECT OF CALCINATION TIME ON THE FORMATION OF TETRAGONAL ZrO_2 PHASE SYNTHESIZED VIA NaOH ALKALI FUSION FROM KATINGAN ZrSiO_4 SAND (By: Fikri Kurniawan; Supervisor: Edi Mikrianto S.Si., M.Si and Prof. Rodiansono S.Si., M.Si., Ph.D;2026;43 pages).

This study aims to analyze the effect of calcination time on the formation of t- ZrO_2 phases synthesized from zircon sand (ZrSiO_4) from Katingan, Central Kalimantan using the alkali fusion method using NaOH followed by leaching and precipitation. Calcination times was carried out at 2, 3, and 4 hours at 750 °C. Characterization was conducted using XRF for chemical composition and XRD for phase identification, lattice parameters, crystallite size, and degree of crystallinity using the Debye–Scherrer method and Rietveld refinement method. The XRF results of the synthesized sample showed a ZrO_2 oxide purity of 93.6%. XRD analysis each sample indicated that the tetragonal phase dominated with a contribution from the cubic phase, where the tetragonal percentage increased from 78% (2 hours), 86.1% (3 hours), to 89.2% (4 hours). The tetragonal lattice parameters were in the range of $a \approx 3.57\text{--}3.58 \text{ \AA}$ and $c \approx 5.17\text{--}5.19 \text{ \AA}$, while the cubic phase had $a \approx 5.03\text{--}5.08 \text{ \AA}$. The crystallite sizes of each sample increased from 5.66 nm (2 hours) to 7.34 nm (3 hours) and 8.13 nm (4 hours), while crystallinity increased from 49.83% (2 hours) to 52.78% (3 hours) and 58.15% (4 hours). Overall, calcination time significantly affects phase formation, crystal structure, crystallite size, and crystallinity of t- ZrO_2 .

Keywords: *zircon sand, calcination; crystallinity; tetragonal zirconia; crystallite size.*

PRAKATA

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa atas limpahan rahmat dan Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Pembentukan Fasa Tetragonal ZrO_2 Dari Hasil Sintesis Alkali Fusi NaOH Dari Pasir ZrSiO_4 Katingan”. Penyusunan skripsi ini tidak akan terselesaikan tanpa adanya bantuan, bimbingan, dan dukungan dari berbagai pihak, oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Edi Mikrianto S.Si., M.Si dan Prof. Rodiansono, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Dosen Pembimbing yang telah banyak memberikan ilmu pengetahuan, bimbingan, motivasi, kritik, dan saran selama membimbing penulis dari awal penelitian hingga akhir, serta telah meluangkan banyak waktu selama penyusunan skripsi ini.
2. Dr. Drs. Rahmat Yunus, M.Si dan Prof. Ir. Sunardi, S.Si., M.Sc., Ph.D selaku Dosen Penguji yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, serta memberikan nasehat, motivasi, bimbingan, koreksi dan saran dalam penulisan skripsi ini.
3. Seluruh staf dosen pengajar di Program Studi Kimia dan teknisi di Laboratorium FMIPA ULM yang telah memberikan ilmu pengetahuan dan membantu pelaksanaan penelitian selama saya menempuh pendidikan di FMIPA ULM.
4. Kedua orang tua saya, yang selalu memberi semangat, doa restu, memfasilitasi dan mendukung penuh setiap langkah saya sehingga saya dapat menyelesaikan pendidikan S-1.
5. Teman seperjuangan saya Irfan, Bryan, Najmi, Shauqi, Muliansyah, Daniel, Akbar, Gea yang telah menjadi teman dalam suka maupun duka dalam dunia perkuliahan, penelitian dan terus mendukung saya hingga saya menyelesaikan pendidikan S-1.
6. Teman-teman angkatan 22 dan keluarga besar HIMAMIA ‘Redoks’. Serta seluruh teman teman di fakultas matematika dan ilmu pengetahuan alam

Universitas Lambung Mangkurat yang telah mendukung dan memberi semangat selama ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, segala saran dan masukan dari semua pihak selalu diharapkan untuk perbaikan dan penyempurnaannya. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Banjarbaru, 19 Juni 2026



Fikri Kurniawan

NIM 2211012210012

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN	iv
ABSTRAK.....	v
<i>ABSTRACT</i>	vi
PRAKATA.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Zirkonium.....	4
2.2 Zirkonium silikat (ZrSiO_4).....	4
2.3 Zirkonia (ZrO_2)	5
2.4 Metode alkali fusi.....	6
2.5 Metode pelindian dan presipitasi	7
2.6 Metode Kalsinasi.....	7
2.7 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	8
2.8 X-Ray Fluorescence (XRF).....	9
BAB III METODE PENELITIAN	10
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	10
3.2 Alat.....	10
3.3 Bahan.....	10
3.4 Prosedur Kerja.....	10
3.4.1 Preparasi sampel pasir zirkon.....	10

3.4.2	Sintesis zirkonia (ZrO_2) dari pasir zirkon.....	10
3.4.3	Analisis Data	11
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		12
4.1	Preparasi Sampel Pasir Zirkon	12
4.2	Proses Sintesis Zirkonia(ZrO_2) dari Pasir Zirkon	12
4.3	Karakterisasi XRF Sebelum dan Sesudah Sintesis ZrSiO_4	14
4.4	Hasil Karakterisasi XRD	15
4.4.1	Karakterisasi Pasir Zirkon Katingan.....	15
4.4.2	Karakterisasi ZrO_2	17
4.5	Analisis Rietveld Refinement	19
4.6	Analisis Parameter Kisi dan Struktur Kristal	23
4.6.1	Parameter Struktur ZrSiO_4 dan ZrO_2	23
4.6.2	Struktur Kristal 3D ZrSiO_4 dan ZrO_2	27
4.7	Analisis Fasa Kristal ZrO_2	30
4.8	Ukuran Kristalit ZrO_2	32
4.9	Derajat Kristalinitas ZrO_2	35
BAB V PENUTUP		37
5.1	Kesimpulan	37
5.2	Saran.....	38
DAFTAR PUSTAKA.....		39
LAMPIRAN		1

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur kristal Zirkonia: (a) kubik, (b) tetragonal, dan (c) monoklinik.....	5
2. Hasil sintesis ZrO_2	13
3. Difraktogram Pasir Zirkon dan Indeks Miller $ZrSiO_4$	16
4. Difraktogram ZrO_2 hasil sintesis suhu kalsinasi $750^\circ C$ dengan variasi waktu (1) 2 jam , (2) 3 jam, & (3) 4 jam.	17
5. Hasil Rietveld refinement $ZrSiO_4$ Katingan.	20
6. Hasil Rietveld refinement ZrO_2 2 jam.....	20
7. Hasil Rietveld refinement ZrO_2 3 jam.	21
8. Hasil Rietveld refinement ZrO_2 4 jam.	21
9. Visualisasi struktur kristal $ZrSiO_4$	27
10. Visualisasi struktur kristal ZrO_2 kubik.	28
11. Visualisasi struktur kristal ZrO_2 tetragonal.....	29
12. Hubungan $\ln(1/\cos \theta)$ dan $\ln \beta$ waktu 2 jam suhu $750^\circ C$	33
13. Hubungan $\ln(1/\cos \theta)$ dan $\ln \beta$ waktu 3 jam suhu $750^\circ C$	33
14. Hubungan $\ln(1/\cos \theta)$ dan $\ln \beta$ waktu 4 jam suhu $750^\circ C$	34

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Sifat fisik unsur Zirkonium	4
2. Data XRF Sebelum dan Setelah Disintesis	14
3. Parameter Rietveld refinement.....	22
4. Parameter struktur ZrSiO_4 yang diperoleh analisis Rietveld refinement.....	23
5. Koordinat fraksional atom ZrSiO_4 yang diperoleh analisis Rietveld refinement	23
6. Parameter struktur ZrO_2 pada 3 Sampel yang diperoleh analisis Rietveld refinement	24
7. Koordinat fraksional atom Molekul ZrO_2 yang diperoleh dari analisis Rietveld refinement	25
8. Persentase fasa ZrO_2 yang diperoleh dari analisis Rietveld refinement	30
9. Perhitungan nilai $\ln (1/\cos \theta)$ dan $\ln \beta \text{ZrO}_2$ waktu 2 jam 750°C	32
10. Perhitungan nilai $\ln (1/\cos \theta)$ dan $\ln \beta \text{ZrO}_2$ waktu 3 jam 750°C	32
11. Perhitungan nilai $\ln (1/\cos \theta)$ dan $\ln \beta \text{ZrO}_2$ waktu 4 jam 750°C	33
12. Ukuran kristalit ZrO_2 hasil sintesis menggunakan metode perhitungan <i>Debye-Scherrer</i>	34
13. Derajat kristalinitas ZrO_2 hasil sintesis menggunakan perhitungan Rietveld refinement	36

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran

1. Prosedur kerja penelitian
2. Perhitungan
3. Hasil Analisis Rietveld Refinement Menggunakan Match!
4. Hasil Karakterisasi XRF
5. Hasil Perhitungan Ukuran Kristalit dengan Persamaan Debye Scherrer ZrO_2
6. Hasil perhitungan derajat kristalinitas ZrO_2
7. Dokumentasi penelitian
8. Riwayat hidup