

## PENGARUH JENIS KARBON DAN TEBAL LAPISAN PADA PROSES PEMBUATAN ZIRKON KARBIDA

*Budi Sulisty, Sunardjo, Dwiretnan dan Pristi Hartati*

*P3TM – BATAN*

### ABSTRAK

*PENGARUH JENIS KARBON DAN TEBAL LAPISAN PADA PROSES PEMBUATAN ZIRKON KARBIDA. Telah dilakukan pembuatan logam zirkon dari pasir zirkon melalui proses kering tidak langsung yaitu proses karbida. Tujuan penelitian ini adalah untuk memperoleh proses yang pendek dan hasil yang maksimal. Proses karbida adalah proses pemanasan pasir zirkon dengan karbon diatas suhu 1800 °C, sehingga diperoleh hasil ZrC dan terpisahnya SiO<sub>2</sub> yang menguap. Alat pemanas ini berupa busur listrik yang bekerja pada tegangan 24 volt dan arus listrik 80 amper, menggunakan elektrode grafit dari alat spectro emisi yang mempunyai panjang 30 cm dan diameter 6 mm, waktu pemanasan selama 15 menit. Dari penelitian ini diperoleh hasil bahwa jenis karbon yang terbaik adalah dari jenis grafit, disusul petroleum coke dan calcine coke. Perbandingan pasir zirkon dengan karbon adalah 75 % : 25 %, jumlah bahan yang dipanaskan sebanyak 4 gram atau 80 % dari volume krus. Hasil ZrC sebesar 75 % dan SiO<sub>2</sub> sebesar 10 %.*

### ABSTRACT

*EFFECT OF CARBON TYPE AND THICKNESS OF COATING ON THE PROCESS OF MAKING ZIRCONIUM OF CARBIDE. The zirconium metal has been made from zirconium sand by indirectly dry process namely the carbide processing. The aim of this process is to obtain a short process and the maximum product. The carbide process is a heating process of zirconium sand with carbon at the temperature above 1800 °C, so that it result ZrC product and SiO<sub>2</sub> that was separated from which by vaporization . This heater is an electric arc which was operated at the voltage of 24 volts and the electrical current 80 ampers, used a graphite elektrode from the spectroemission having 30 cm of length and 6 mm in diameter, the heating time of 15 menit. From this research is obtained that the best type of carbon is graphite , followed by petroleum coke and calcine coke. The ratio of zirconium sand to carbon is 75 % to 25 % , the amount of material heated was 4 grams, or 80 % of the crucibles volume. The product is 75% of ZrC and 10 % SiO<sub>2</sub>*

### PENDAHULUAN

Proses kering pada pembuatan logam zirkon dari pasir zirkon dilakukan, mempunyai tujuan untuk memperoleh proses yang singkat dan konversi proses yang tinggi. Pada proses kering ada tiga macam yaitu : proses karbida, proses karbonitrit dan proses klorinasi langsung. Pada proses karbida dan karbonitrit atau proses klorinasi tidak langsung konversi reaksinya mencapai 95 % . Proses kering disini dilakukan secara tidak langsung, artinya sebelum pasir zirkon dilakukan proses klorinasi, dilakukan proses pemanasan terlebih dahulu untuk memperoleh hasil zirkon karbida, baru kemudian zirkon karbida diklorinasi dengan menggunakan gas Cl<sub>2</sub>. Reaksi proses tersebut sebagai berikut :



Pasir zirkon digambarkan sebagai senyawa yang mempunyai rumus ZrSiO<sub>4</sub> atau ( ZrO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> ) ikatan oksida kedua senyawa tersebut sangat kuat, maka memerlukan cara dan kondisi yang sangat khusus caranya direaksikan pada suhu tinggi dengan menambahkan karbon ( C ), dengan maksud untuk memecah ikatan antara ZrO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> berubah menjadi senyawa ZrC dan SiO, senyawa SiO menguap dan menyublim pada suhu 200 °C menjadi SiO<sub>2</sub> sehingga antara Zr dan Si dapat terpisahkan.

Salah satu cara pemanasan pada suhu tinggi ini dengan busur listrik, busur yang timbul disebabkan karena adanya loncatan arus listrik dari elektrode ke anoda atau ke ground. Besar kecilnya busur listrik ini tergantung dari besarnya tegangan dan arus listrik.

$$P = I^2 R \quad \text{dan} \quad I = V/R \quad \text{dan} \quad R = \rho l / A$$

Dimana :

- P = daya listrik ( watt)  
 I = arus dalam Amper  
 R = tahanan dalam ohm  
 V = tegangan ( Volt)  
 L = Panjang elektrode ( cm)  
 A = luas atau diameter elektrode (cm<sup>2</sup>)  
 P = tahanan jenis ( ohm cm)

Daya listrik akan berpengaruh pada kapasitas panas pada pemanas ini, makin besar dayanya, panas diberikan menjadi lebih besar juga. Variabel yang berpengaruh dalam penelitian ini antara lain : jenis elektrode, diameter dan panjang elektrode, jarak antara elektrode dengan katode atau groun, tebal tipisnya umpan yang dipanaskan. Pengaruh tegangan dan arus listrik pada jumlah panas yang diberikan.

Dari reaksi diatas maka perbandingan antara pasir dan karbon sangat berpengaruh terhadap konversi reaksi. Jenis karbon berpengaruh pada kualitas kandungan karbon . Karbon yang dapat digunakan adalah jenis grafit, calcine coke, petroleum coke, batu bara, tar pitch, karbon aktif. Pada penelitian ini yang akan dilakukan adalah variasi tebal tipis umpan, perbandingan umpan dan jenis dari karbon terhadap hasil ZrC..

#### TATA KERJA

##### Bahan Yang Digunakan

Pasir zirkon dari pulau Bangka dengan kadar 40 – 45 % berat Zr. Sebagai bahan tambahan digunakan karbon, dicoba ber macam-macam karbon antara lain : petroleum coke, calcine

coke, batu bara, karbon aktif dan grafit dari bahan moderator Reaktor Kartini Yogyakarta.

##### Cara Percobaan

Ditimbang pasir zirkon dan serbuk karbon dengan perbandingan (75 : 25) sebanyak 5 gram dicampur sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam krus dari grafit pada pemanas dari busur listrik. Sebagai elektrode digunakan dari bahan yang biasa digunakan pada alat spektrometri. Tegangan listrik dari transformator di tetapkan pada skala 80 atau tegangan 27 Volt, Jarak antara bahan yang dipanaskan dengan elektrode diatur sedemikian rupa sehingga ada loncatan arus listrik yang dapat menimbulkan busur listrik atau panas, kira-kira memberikan suhu sekitar 1800 °C. Waktu pemanasan ditetapkan selama 15 menit. Pada waktu pemanasan terbentuk gas berwarna putih. Gas ini menyublim pada suhu 150 °C. Hasil yang tertinggal dalam krus (dapaur) berupa padatan yang sedikit keras dan berwarna hitam. Hasil ini adalah ZrC. Setelah pemanasan dan sudah dingin kedua bahan diambil kemudian ditimbang. Untuk mengetahui kadar Zr digunakan alat X ray. Khusus untuk Si analisisnya digunakan generator elektron. Percobaan diulang dengan skala 40 atau tegangan listrik 24 volt.

##### HASIL DAN PEMBAHASAN

Perbandingan umpan, Pasir zirkon 75% dan Karbon 25 %, panjang elektrode 15 cm, diameter elektrode 6 mm, waktu pemanasan 15 menit, skala 40, tegangan 24 volt dan arus 80 amper, berat sampel 4 gram.

Tabel 1. Variasi jenis karbon terhadap hasil pemanasan

Jenis Karbon	ZrC		SiO <sub>2</sub>		Berat Hilang		Elektrode termakan	
	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(Cm)	(%)
Grafit	3.01	75,0	0.29	7,25	0.80	20,1	2,20	15,38
Petroleum Coke	2.09	70,1	0.30	7,50	0.89	22,5	2,11	15,38
Calcine Coke	2.52	62,5	0.26	6,51	1.31	32,5	0,57	3,80
Batu bara	2.07	50,0	0.14	3,51	1.09	47,5	1,30	7,69
Tar pitch	2.51	62,5	0.13	3,25	1.41	35,2	1,23	7,67
Karbon Aktif	1.96	49,2	0.231	5,78	1.80	45,1	1,41	7,69

Pada Tabel 1. terlihat bahwa karbon yang berasal dari grafit hasil pemanasannya paling baik, karena diperoleh hasil ZrC sebanyak 3,01 gram atau 75 % dan hasil SiO<sub>2</sub> sebanyak 0,29 gram atau 7,25 % berat . kehilangan berat sebesar 0,8 gram atau sekitar 20 % berat. . Berat yang hilang ini adalah paling kecil diantara karbon yang lain, tetapi kehilangan elektrode yang paling besar

sekitar 20 mm selama 15 menit atau (1,25 mm/menit).

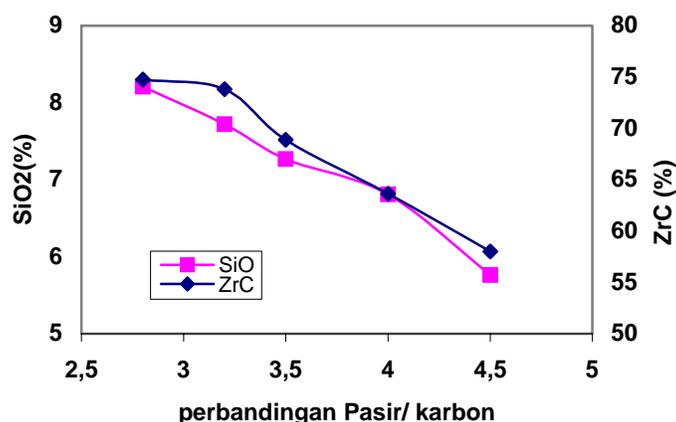
Karbon dari jenis grafit terbentuknya busur listrik paling mudah dan waktu pijarnya paling lama dan warna busurnya paling putih seperti lampu neon. Menurut pustaka<sup>(6)</sup> grafit mempunyai kandungan carbon sekitar 99 %, pengotornya paling kecil. Bahan karbon

berikutnya adalah petroleum coke disusul calcine coke dan batu bara. Untuk karbon dari tar pitch dan karbon aktif kurang baik dapat dilihat dalam Tabel diatas hasil ZrC dan SiO<sub>2</sub> kecil dan kehilangan beratnya lebih sedikit. Pada waktu mulai timbulnya busur listrik sangat sukar seperti daya hantarnya listrik kurang dibanding dengan bahan dari grafit, nyala busur kurang terang sedikit kekuningan tidak putih seperti neon. Tar pitch pada suhu 400 °C mempunyai sifat lembek meleleh seperti lilin. Tar pitch digunakan sebagai

perekat pada pembuatan grafit. Dari penelitian ini karbon yang baik adalah dari bahan grafit, kemudian bahan dari petroleum coke, calcine coke dan terakhir batu bara.

#### Variasi Perbandingan Umpan

Panjang elektrode 15 cm, diameter elektrode 6 mm, waktu pemanasan 15 menit, skala 40, tegangan 24 Volt dan arus 80 Amper, bahan karbon dari grafit reaktor kartini, jumlah umpan sebanyak 4 gram.



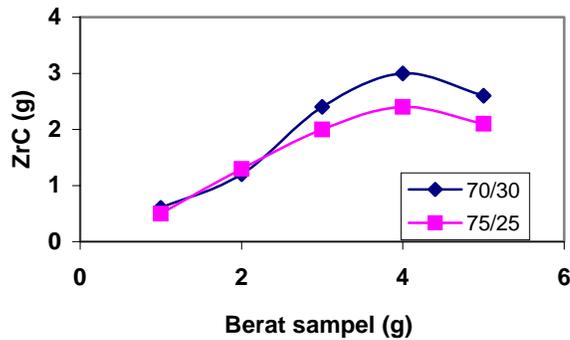
Gambar 1. Grafik hubungan perbandingan umpan terhadap hasil

Pada Gambar 1. grafik hubungan perbandingan umpan terhadap ZrC dan SiO<sub>2</sub> yang terbentuk. Pada perbandingan pasir zirkon : karbon dimulai dari perbandingan 4,5 : 1,0 dibuat menurun sampai perbandingan 2,5 : 1,0, artinya dari jumlah pasir yang paling banyak sampai jumlah pasir paling sedikit. Gambar 1. terlihat bahwa mulai perbandingan pasir 70 % : karbon 30% diperoleh hasil ZrC 75% dan SiO<sub>2</sub> 9 % dan perbandingan diubah dengan pasir lebih banyak , hasil ZrC dan SiO<sub>2</sub> menjadi turun dan sampai perbandingan pasirnya dinaikan menjadi 82 % dan karbon 18 % hasil ZrC 58 % dan SiO<sub>2</sub> 5,76 %. Hal ini disebabkan jumlah karbon untuk mereduksi kadar Zr dan Si sebagai oksida kurang cukup, karbonnya sudah habis Zr dan Si sebagai oksida masih tersisa, atau kata lain masih ada ZrO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> yang belum bereaksi. Pada perbandingan yang kecil berarti pasir lebih sedikit dan karbon lebih banyak sebagian ZrO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> sudah bereaksi semua, jadi sudah tidak ada sisa lagi. Pada penelitian ini diambil perbandingan pasir zirkon dengan karbon sebesar ( 75 : 25) %.

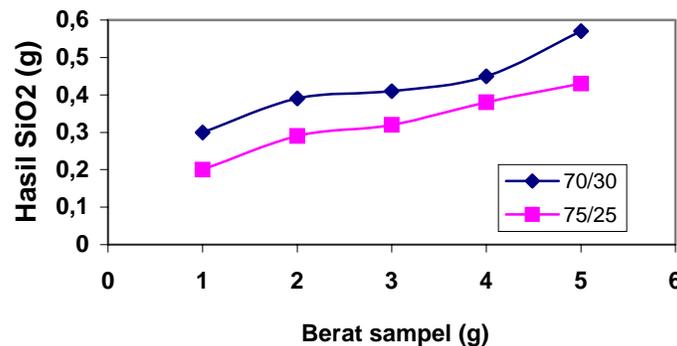
#### Variasi Berat Sampel terhadap hasil ZrC

Karbon yang digunakan berasal dari grafit dari moderator Reaktor Kartini, waktu pemanasan 15 menit, panjang elektrode 15 cm, diameter 6 mm, skala 80 Arus listrik 76 A dan tegangan 26 V. Bahan karbon dari jenis grafit dengan perbandingan pasir zirkon : grafit = 70 % : 30 % dan perbandingan pasir zirkon : grafit = 75% : 25%.

Pada Gambar 2. dan 3 terlihat bahwa dengan jumlah sampel sebesar 1,0 gram diperoleh hasil ZrC sebesar 0,5 gram atau 50 % berat dan SiO<sub>2</sub> sebesar 0,23 gram atau 23 % berat, kehilangan berat sebesar 27 %. Bila sampel ditambah lagi hasil ZrC dan SiO<sub>2</sub> juga tambah , sampai berat sampel sebesar 4 gram hasil ZrC dan SiO<sub>2</sub> paling besar yaitu ZrC 75 % dan SiO<sub>2</sub> sebesar 11,75 %. Bila sampel ditambah lagi menjadi 5 gram hasil ZrC dan SiO<sub>2</sub> menjadi turun. Pada jumlah sampel yang sedikit lapisan masih tipis artinya jarak elektrode dengan katode sangat dekat sehingga loncatan busur listrik mudah karena sampel sendiri sebagai isolator.



Gambar 2. Grafik Hubungan berat sampel terhadap hasil ZrC



Gambar 3. Grafik hubungan berat sampel terhadap hasil SiO<sub>2</sub>

Bila jumlah sampel diperbesar sampai 5 gram tempat sampel penuh dan lapisannya menjadi tebal sehingga jarak antara elektrode dan katode menjadi jauh mengakibatkan timbulnya busur listrik menjadi sukar. Bila terlalu penuh mengakibatkan banyak sampel berhamburan keluar karena tekanan busur listrik, mengakibatkan hasil ZrC dan SiO<sub>2</sub> banyak yang hilang, sehingga hasilnya berkurang. Pada waktu awal (start) busur yang timbul sangat sukar, karena terlalu tebal yang mengakibatkan jarak elektrode maksimal terlampaui. Pada perbandingan pasir zirkon : grafit = 70 % : 30 % , hasilnya lebih besar dari perbandingan pasir zirkon : grafit = 75 % : 25 %. Pada penelitian ini diambil sampel yang efektif sebanyak 4 gram atau 80 % dari volume krus. Banyaknya sampel tergantung dari kapasitas transformator, makin besar kapasitas transformatornya semakin besar bahan yang dipanaskan.

#### KESIMPULAN

Dari hasil penelitian disimpulkan sebagai berikut:

1. Dipilih karbon jenis grafit, karena menghasilkan ZrC dan SiO<sub>2</sub> yang paling

besar sekitar 70 % dan 10 %, busur listrik menyala lebih lama dan warnanya sangat putih.

2. Tebal lapisan sampel yang paling baik adalah 16 mm atau 4 gram atau 80 % dari tinggi tempat umpan.
3. Tegangan yang diperlukan sekitar 24 – 26 volt, pada tegangan ini tekanan busurnya tidak terlalu kuat, sehingga umpan tidak berhamburan keluar dan elektrodenya lebih awet tidak mudah berkurang.
4. Perbandingan pasir zirkon dengan karbon sekitar 75 % : 25 %.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. BENEDICT, M , PIGFORD, TH. and LEVI, A.W. Zirconium and Hafnium, Nuclear Chemical Engineering, (1981).
2. LEVEN SPIEL, O., Chemical Reaction Engineering, Wily, Eastern Limited, New Delhi, (1972).
3. LUSMAN,B. and KERZEF Jr, The Metallurgy of Zirconium, Mc Graw- Hill Book Company, Inc., New York, (1955).

4. MILLER , G.L., Metallurgy of Rarer Metal , Better Worths Scientific Publications, London, (1957).
5. PERRY, R.H. and CHILTON, C.H., Chemical Engineering Hand Book , Mc. Graw Hill , Kogakusha, Ltd., Tokyo, (1973).
6. WOLFGANG GERHARTZ , Ullamanns Encyclopedia Of Industrial Chemistry, vol 5, VCH, Republic of German (1986).

---

**TANYA JAWAB****Damunir**

- *Apakah pada suhu 800 – 1800°C, jika reaksinya dilakukan dalam medium udara*

*karbon bereaksi dengan oksigen atau tidak? Jika reaksi berjalan kontinyu apakah karbon habis bereaksi dengan oksigen sehingga reaksi antara Zr dengan C tidak sempurna?*

**Budi Sulisty**

- Pada suhu 800 – 1800°C, karbon (C) mudah bereaksi dengan oksigen dalam udara, suhu makin tinggi reaksinya makin cepat. Pada reaksi pembuatan ZrC, bila ada udara maka jumlah karbonnya (C) harus diperbanyak supaya mengimbangi reaksi oksigen dari udara.