SINTESIS ZIRKONIA TERSULFATASI (ZrO_2-SO_4) DARI PASIR ZIRKON UNTUK ADSORPSI ION FOSFAT DALAM LARUTAN

TESIS

Sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Magister Sains
dari Universitas Tanjungpura

Oleh
POPON RATNASARI
H2061221001

PROGRAM STUDI S2 KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS TANJUNGPURA
2025

ABSTRAK

SINTESIS ZIRKONIA TERSULFATASI (ZrO_2-SO_4) DARI PASIR ZIRKON UNTUK ADSORPSI ION FOSFAT DALAM LARUTAN

Oleh

Popon Ratnasari
H2061221001
(Program Studi S2 Kimia)

Pasir zirkon dari hasil pemurnian pasir puya, mengandung mineral zirkon yang cukup tinggi dapat diproses lebih lanjut sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan dalam proses adsorpsi fosfat. Penelitian ini bertujuan untuk memanfaatkan kandungan zirkonium pada pasir puya untuk menyisihkan fosfat dalam larutan. Modifikasi zirkonium dengan penambahan sulfat ditujukan untuk meningkatkan kemampuan dalam mengadsorpsi fosfat. Pembuatan zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) dilakukan melalui dua tahapan, yakni sintesis zirkonia dari pasir puya dan proses sulfatasi pada zirkonia hasil sintesis. Sintesis diawali dengan tahap fusi alkali sampel pasir puya, pencucian, pengeringan dan pelindian asam, serta ekstraksi senyawa zirkon melalui pencampuran dengan ammonia, filtrasi, pengeringan dan kalsinasi. Proses sulfatasi dilakukan dengan cara mereaksikan zirkonia dengan ammonium sulfat, selanjutnya zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) hasil sintesis diaplikasikan sebagai adsorben fosfat. Zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) dikarakterisasi dengan FTIR, XRD dan SAA. Hasil analisa FTIR menunjukkan bilangan gelombang 435,86, 477,70, dan 535,22 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur asimetris Zr-O-Zr, bilangan gelombang 1057,32, 1140,30, dan 1214,18 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur asimetris dari gugus S-O, dan vibrasi ulur simetris S=O, serta bilangan gelombang 3432,86 dan 1636,76 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur dan tekuk dari O-H. Hasil analisa XRD menunjukkan puncak serapan ZrO_2-SO_4 pada bidang d_{101} dengan sudut $2\theta=30,5232^o$ (2,92880), bidang d_{110} dengan sudut $2\theta=35,2931^o$ (2,54313), bidang d_{102} dengan sudut $2\theta=44,6259^o$ (2,03057), bidang d_{200} dengan sudut $2\theta=50,7699^o$ (1,79832) dan bidang d_{211} dengan sudut $2\theta=60,5944^o$ (1,52817) yang memiliki % intensitas relatif berturut-turut 100, 15,86, 14,96, 43,19, dan 22,28%. Zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) memiliki luas permukaan 167,53 m^2/g, volume pori 0,20 cc/g dan diameter pori 2,39 nm. Zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) mempunyai kemampuan adsorpsi yang baik terhadap fosfat dalam larutan, dengan kapasitas sebesar 22,78 mg/g.

Kata Kunci : Pasir Zirkon, Zirkonia tersulfatasi, Adsorpsi, Fosfat

ABSTRACT

SYNTHESIS OF SULFATED ZIRCONIA (ZrO_2-SO_4) FROM ZIRCON SAND FOR ADSORPTION OF PHOSPHATE IONS IN SOLUTION

By
Popon Ratnasari
H2061221001
(Master's Program in Chemistry)

Zircon sand from the purification of puya sand, contains high levels of zircon minerals and can be processed further, so that it has the potential to be used in the phosphate adsorption process. This research aims to utilize the zirconium content in puya sand to remove phosphate in the solution. Zirconium modification with the addition of sulfate is aimed at increasing its ability to adsorb phosphate. The sulfated zirconia (ZrO_2-SO_4) is manufactured in two stages, namely the synthesis of zirconia from puya sand and the sulfatation process on the synthesized zirconia. The synthesis begins with the alkaline fusion stage of the puya sand sample, washing, drying, and acid leaching, as well as extraction of zircon compounds through mixing with ammonia, filtration, drying, and calcination. The sulfatation process is carried out by reacting zirconia with ammonium sulfate, then the sulfated zirconia (ZrO_2-SO_4) the synthesis result was applied as a phosphate adsorbent. Sulfated zirconia (ZrO_2-SO_4) is characterized by FTIR, XRD, and SAA. FTIR analysis results show wave numbers 435,86, 477,70, and 535,22 cm^{-1} which is the asymmetric stretching vibration of Zr-O-Zr, wave numbers 1057,32-1140,30, and 1214,18 cm^{-1} which is asymmetric stretching vibration S-O and symmetric stretching vibration S=O, and wave numbers 3432,86 dan 1636,76 cm^{-1} which is stretching and banding vibration of O-H. The results of XRD analysis show an absorption peak ZrO_2-SO_4 on field d_{101} with an angle of $2\theta=30,5232^o$ (2,92880), field d_{110} with an angle of $2\theta=35,2931^o$ (2,54313), field d_{102} with an angle of $2\theta=44,6259^o$ (2,03057), field d_{200} with an angle of $2\theta=50,7699^o$ (1,79832) and field d_{211} with an angle of $2\theta=60,5944^o$ (1,52817) which has relative intensity % respectively 100, 15,86, 14,96, 43,19, and 22,28%. Sulfated zirconia (ZrO_2-SO_4) has a surface area of 167,53 m^2/g, pore volume of 0,20 cc/g, and pore diameter of 2,39 nm. Sulfated zirconia (ZrO_2-SO_4) has a good adsorption capacity for phosphate in solution, with a capacity of 22,78 mg/g.

Key Words *: Puya Zircon, Sulfated Zirconia, Adsorption, Phosphate*

SINTESIS ZIRKONIA TERSULFATASI (ZrO_2-SO_4) DARI PASIR ZIRKON UNTUK ADSORPSI ION FOSFAT DALAM LARUTAN

Oleh
POPON RATNASARI
H2061221001
(Program Studi S2 Kimia)

Universitas Tanjungpura

Menyetujui
Tim Pembimbing dan Penguji

Tanggal 22 Januari 2025

Pembimbing 1	Pembimbing 2
Dr. Anis Shofiyani, S.Si., M.Si.	Dr. Endah Sayekti, S.Si., M.Si.
NIP 197311152000122001	NIP 197206222000122001

Penguji 1	Penguji 2
Dr. Andi Hairil Alimuddin, S.Si., M.Si.	Berlian Sitorus, S.Si., M.Sc., Ph.D.
NIP 19710920200012100 1	NIP 197410102000122006

Dekan FMIPA

Prof. Dr. Gusrizal, S.Si., M.Si.
NIP 197108022000031001

PEDOMAN PENGGUNAAN TESIS

Tesis Program Pascasarjana S2 Kimia yang tidak dipublikasikan terdaftar dan tersedia di Perpustakaan Universitas Tanjungpura, serta terbuka untuk umum dengan ketentuan bahwa hak cipta ada pada penulis dengan mengikuti aturan HKI yang berlaku di Universitas Tanjungpura. Referensi kepustakaan diperkenankan dicatat, tetapi pengutipan atau peringkasan hanya dapat dilakukan seizin penulis dan harus dengan kaidah ilmiah untuk menyebutkan sumbernya.

Sitasi hasil penelitian Tesis ini dapat di tulis dalam bahasa Indonesia sebagai berikut:

Ratnasari, Popon. (2025): *Sintesis Zirkonia Tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) dari Pasir Zirkon Untuk Adsorpsi Ion Fosfat dalam Larutan*, Tesis Program Studi S2 Kimia, FMIPA, Universitas Tanjungpura.

dan dalam bahasa Inggris sebagai berikut:

Ratnasari, Popon, (2025): *Synthesis of Sulfated Zirconia (ZrO_2-SO_4) from Zircon Sand for Adsorption of Phosphate Ions in Solution*, Master's Thesis, FMIPA, Universitas Tanjungpura.

Memperbanyak atau menerbitkan sebagian atau seluruh tesis haruslah seizin Dekan FMIPA, Universitas Tanjungpura.

PRAKATA

Alhamdulillah tsumal hamdulillah, segala puji dan syukur penyusun panjatkan kehadirat Allah SWT, berkat rahmat-Nya penyusun dapat menyelesaikan tesis dengan judul "Sintesis Zirkonia Tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) dari Pasir Zirkon Untuk Adsorpsi Ion Fosfat dalam Larutan" sebagai salah satu kewajiban penyusun dalam memperoleh gelar Magister dari Program Studi S2 Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura**.**

Pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi ini dapat berjalan dengan baik atas bantuan dan dukungan pihak-pihak lain baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak, mama, bapake, mamake, suami dan adik adik serta keluarga yang selalu mendoakan dan memberikan dukungan, semangat sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi ini.
2. Ibu Dr. Anis Shofiyani, M.Si selaku pembimbing I dan Ibu Dr. Endah Sayekti S.Si., M.Si. selaku pembimbing II yang selalu memberikan bimbingan dan arahan selama penelitian dan penyusunan tesis ini.
3. Bapak Dr. Andi Hairil Alimuddin, S.Si., M.Si. selaku penguji I dan Ibu Berlian Sitorus, S.Si., M.Si., M.Sc., Ph.D. selaku penguji II yang selalu memberikan masukan dan saran yang membangun dalam penyusunan tesis ini.
4. Bapak Dr. Gusrizal, S.Si., M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura Pontianak.
5. Ibu Dr. Anis Shofiyani, M.Si selaku dosen pembimbing akademik program studi S2 kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura yang telah memberikan dukungan, bimbingan dan semangat selama penulis menjalani pendidikan magister kimia.
6. Dosen-dosen pengajar S2 kimia FMIPA UNTAN yang membantu penulis selama proses perkuliahan.

7. Bapak Ali Ridho selaku Kepala Cabang PT SUCOFINDO Pontianak yang telah membantu dan mengizinkan penulis menggunakan laboratorium beserta fasilitasnya, selama penelititan berlangsung.
8. Bapak Rusdi Palureng selaku Kepala Cabang PT SUCOFINDO Denpasar yang telah mendukung penulis untuk melanjutkan pendidikan magister.
9. Bapak Ari Hambali selaku Kepala Bidang Inspeksi dan Pengujian PT SUCOFINDO Pontianak yang telah membantu dan mengizinkan penulis menggunakan laboratorium beserta fasilitasnya, selama penelititan berlangsung.
10. Seluruh pegawai PT. SUCOFINDO Pontianak atas segala bantuan dan dukungannya.
11. Teman-teman S2 Kimia Angkatan 2022 yang telah memberikan dukungan dan semangat selama mengikuti pendidikan.
12. Kepala Laboratorium Riset dan Bioteknologi FMIPA yang telah mengizinkan penulis menggunakan laboratorium beserta fasilitasnya selama penelitian di laboratorium.
13. Karyawan dan Staff FMIPA UNTAN yang membantu penulis selama penyelesaian studi S2 kimia.
14. Semua pihak yang telah memberi dukungan dan kontribusi selama penelitian hingga penyelesaian penyusunan tesis ini.

Semoga Allah SWT membalas segala bantuan yang telah diberikan dengan pahala yang berlipat ganda, Aamiin. Tidak ada gading yang tak retak maka dari itu, penulis mohon kritik dan saran yang dapat membangun kesempurnaan tesis ini. Semoga tesis ini dapat bermanfaat bagi semua pihak, penulis pada khususnya dan pembaca pada umumnya.

Pontianak, 22 Januari 2025

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK ii
ABSTRACT iii
DAFTAR ISI viii
DAFTAR GAMBAR x
DAFTAR TABEL xii
DAFTAR LAMPIRAN xiii
BAB I PENDAHULUAN 1
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Masalah Penelitian 4
1.3 Hipotesis 5
1.4 Tujuan Penelitian 6
1.5 Manfaat Penelitian 6
1.6 Keaslian Penelitian 6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA 8
2.1 Pasir Zirkon 8
2.2 Zirkonia Tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) 8
2.3 Adsorpsi 17
2.3.1 Adsorpsi Isoterm 19
2.3.1.1 Model Isoterm Freundlich 19
2.3.1.2 Model Isoterm Langmuir 19
2.3.1.3 Model Isoterm BET (Brauner, Emmet, Teller) 20
2.3.2 Kinetika Adsorpsi 21
2.4 Adsorpsi Fosfat dari Limbah *Laundry* 23
BAB III METODOLOGI 26
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian 26
3.2 Alat dan Bahan 26
3.3 Prosedur Kerja 26
3.3.1 Preparasi Pasir Zirkon 26
3.3.2 Sintesis Zirkonia Tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) dari Pasir Zirkon 27
3.3.3 Adsorpsi Fosfat oleh Adsorben Zirkonia Tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) 27

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 29
4.1 Proses Preparasi Pasir Zirkon 29
4.2 Sintesis Zirkonia Tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) dari Pasir Zirkon.....30
4.3 Adsorpsi Fosfat oleh Adsorben Zirkonia Tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) 39
BAB V KESIMPULAN.....49
5.1 Kesimpulan.....49
5.2 Saran 49
DAFTAR PUSTAKA 50

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal (a) monoklinik, (b) tetragonal, (c) kubik dari zirkonium oksida (ZrO_2) (Sekewael *et al*., 2022)..... 9

Gambar 2.2 Situs asam Lewis dan Bronsted dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) (Sekewael *et al*., 2022)..... 10

Gambar 2.3 Model permukaan zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) dari jenis kelat bidentat (Sekewael *et al*., 2022)..... 10

Gambar 2.4 Hasil Karakterisasi FTIR dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) (Sekewael *et al*., 2022) 13

Gambar 2.5 Hasil Karakterisasi XRD dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) (Sekewael *et al*., 2022) 13

Gambar 2.6 Hasil Karakterisasi FTIR dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) (Shaafi *et al*., 2021) 14

Gambar 2.7 Hasil Karakterisasi XRD dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) (Shaafi *et al*., 2021) 15

Gambar 2.8 Hasil Karakterisasi FTIR (a) ZrO_2, (b) MSZ, dan (c) TSZ (Han *et al*., 2017)..... 16

Gambar 2.9 Hasil Karakterisasi XRD (a) ZrO_2, (b) MSZ, dan (c) TSZ (Han *et al*., 2017)..... 17

Gambar 2.10 Mekanisme Adsorpsi Fosfat Berdasarkan Pertukaran Ion (Luo *et al*., 2016)..... 24

Gambar 2.11 Mekanisme Adsorpsi Fosfat Berdasarkan Pertukaran Ligan (Luo *et al*., 2016)..... 25

Gambar 4.1 (a) Sampel pasir puya, (b) pemisahan pasir puya dengan separator magnetik, (c) pencucian pasir zirkon, (d) pengeringan pasir zirkon menggunakan oven, (e) pasir zirkon hasil preparasi, (f) penghalusan pasir zirkon, (g) pengayakan pasir zirkon, (h) pasir zirkon lolos ayakan 200 mesh..... 30

Gambar 4.2 (a) proses alkali fusi pasir zirkon, (b) pencuci pasir zirkon dari filtrat aluminosilikat, (c) pemisahan dan pengeringan pasir pasir zirkon, (d) ekstraksi zirkonia dengan pelindian asam dari pasir, (e) ekstraksi partikel zirkon dengan pencampuran ammonia, (f) sintesis zirkonia tersulfatasi dengan pencampuran ammonium sulfat..... 32

Gambar 4.3 Spektrum FTIR dari zirkonia (ZrO_2)..... 33

Gambar 4.4 Spektrum FTIR dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4)..... 34
Gambar 4.5 Difraktogram dari zirkonia dan zirkonia tersulfatasi..... 36
Gambar 4.6 Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi dari zirkonia (ZrO_2) 38
Gambar 4.7 Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4)..... 38
Gambar 4.8 Grafik linearisasi model isoterm Langmuir (a) ZrO_2 (b) ZrO_2-SO_4 Freundlich (c) ZrO_2 (d) ZrO_2-SO_4 dan BET (e) ZrO_2 (f) ZrO_2-SO_4 42
Gambar 4.9 Kurva kinetika adsorpsi fosfat oleh adsroben (a) ZrO_2 (b) ZrO_2-SO_4 model orde 0, (c) ZrO_2 (d) ZrO_2-SO_4 model orde 1, (e) ZrO_2 (f) ZrO_2-SO_4 model orde 2, (g) ZrO_2 (h) ZrO_2-SO_4 model *pseudo*-orde 1, (i) ZrO_2 (j) ZrO_2-SO_4 model *pseudo*-orde 2 46

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kinetika Adsorpsi Fosfat Pada Graphene oksida (Luo *et al*., 2016) 22

Tabel 4.1 Komposisi Unsur dan Oksida Logam Pasir Puya dan Pasir Zirkon Berdasarkan Analisis XRF 30

Tabel 4.2 Analisis gugus fungsi dari hasil analisa FTIR pada zirkonia (ZrO_2) dan zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) 34

Tabel 4.3 Perbandingan data sudut 2θ dan d *spacing* zirkonia (ZrO_2) dan zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) hasil sintesis dengan standar ICSD 36

Tabel 4.4 Luas permukaan, volume pori, dan diameter pori dari zirkonia (ZrO_2) dan zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) hasil sintesis 37

Tabel 4.5 Parameter pada model isoterm Langmuir, Freundlich, dan BET untuk adsorpsi fosfat pada larutan 42

Tabel 4.6 Parameter pada model orde 0, orde 1, orde 2, *pseudo*-orde 1, dan *pseudo*-orde 2 47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Dokumentasi Penelitian 56

Lampiran B Perhitungan Rendemen Hasil ZrO_2 Sintesis dari Pasir Puya 59

Lampiran C Hasil Karakterisasi XRF Pasir Puya 60

Lampiras D Hasil Karakterisasi XRF Pasir Zirkon 61

Lampiran E Hasil Karakterisasi FTIR ZrO_2 62

Lampiran F Hasil Karakterisasi FTIR ZrO_2-SO_4 63

Lampiran G Hasil Karakterisasi XRD ZrO_2 64

Lampiran H Hasil Karakterisasi XRD ZrO_2-SO_4 65

Lampiran I Ukuran Kristal ZrO_2 66

Lampiran J Ukuran Kristal ZrO_2-SO_4 67

Lampiran K Perhitungan Ukuran Kristal ZrO_2 dan ZrO_2-SO_4 68

Lampiran L Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi Hasil Karakterisasi SAA ZrO_2 69

Lampiran M Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi Hasil Karakterisasi SAA ZrO_2-SO_4 70

Lampiran N Data Luas Permukaan, Volume Pori dan Ukuran Pori Hasil Karakterisasi SAA ZrO_2 71

Lampiran O Data Luas Permukaan, Volume Pori dan Ukuran Pori Hasil Karakterisasi SAA ZrO_2-SO_4 72

Lampiran P Grafik linearisasi model isoterm Langmuir (1) ZrO_2 dan (2) ZrO_2-SO_4 73

Lampiran Q Grafik Linearisasi Model Isoterm Freundlich (1) ZrO_2 dan (2) ZrO_2-SO_4 74

Lampiran R Grafik Linearisasi Model Isoterm BET (1) ZrO_2 dan (2) ZrO_2-SO_4 75

Lampiran S Kurva kinetika adsorpsi fosfat oleh adsroben (1) ZrO_2 dan (2) ZrO_2-SO_4 model orde 0 76

Lampiran T Kurva kinetika adsorpsi fosfat oleh adsroben (1) ZrO_2 dan (2) ZrO_2-SO_4 model orde 1 77

Lampiran U Kurva kinetika adsorpsi fosfat oleh adsroben (1) ZrO_2 dan (2) ZrO_2-SO_4 model orde 2 78

Lampiran V Kurva kinetika adsorpsi fosfat oleh adsroben (1) ZrO_2 dan (2) ZrO_2-SO_4 model pseudo-orde 1 79

Lampiran W Kurva kinetika adsorpsi fosfat oleh adsroben (1) ZrO_2 dan (2) ZrO_2-SO_4 model pseudo-orde 2 80

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Permasalahan lingkungan dipengaruhi oleh pertumbuhan penduduk dan perkembangan industri. Semakin banyak jumlah penduduk, maka semakin banyak industri yang berkembang guna mempermudah kegiatan sehari-hari. Aktivitas penduduk dan industri yang berkembang ini menyebabkan tingginya permasalahan lingkungan akibat limbah yang dihasilkan. Limbah yang semakin hari semakin banyak dihasilkan ini justru dianggap biasa saja dan dibuang ke lingkungan tanpa pengolahan terlebih dulu. Limbah yang menjadi perhatian dan banyak dihasilkan adalah limbah domestik. Limbah domestik yang dihasilkan umumnya mengandung deterjen yang berasal dari aktivitas penduduk dan industri yang mencuci menggunakan sabun. Industri yang banyak berkembang saat ini dan menghasilkan limbah domestik mengandung deterjen adalah tempat *laundry*. Industri *laundry* merupakan tempat yang menyediakan layanan untuk mencuci pakaian atau benda lainnya yang perlu dicuci menggunakan sabun (Alala & Ramadhani, 2021).

Air limbah *laundry* yang mengandung deterjen dapat meningkatkan kadar fosfat di lingkungan perairan. Fosfat berasal dari sodium tripolifosfat ($Na_5P_3O_{10}$) merupakan salah satu bahan *builder* dan surfaktan yang terkandung pada deterjen (Garmini & Zairinayati, 2022). Pembuangan air limbah *laundry* secara langsung ke perairan dengan kandungan fosfat yang tinggi dapat menimbulkan dampak negatif, salah satunya eutrofikasi (Alala & Ramadhani, 2021). Eutrofikasi ditandai dengan tumbuhnya alga di permukaan perairan (Siswandari *et al*., 2017). Baku mutu fosfat dari air limbah bagi usaha dan/atau kegiatan industri sabun, deterjen dan produk-produk minyak nabati adalah 2 mg/L (Kementerian Lingkungan Hidup Republik Indonesia, 2014). Penelitian mengenai kandungan fosfat di lingkungan perairan pernah dilakukan di Parit Baru, Kubu Raya, Kalimantan Barat. Berdasarkan hasil penelitian, pada titik lokasi Parit Derabak ditemukan mengandung fosfat sebesar 5,06 mg/L. Hasil penelitian yang menunjukkan tingginya kandungan fosfat diduga berasal dari aktivitas pertanian, aktivitas manusia dan limbah domestik yang

mengandung deterjen. Wilayah perairan Parit Derabak bertepatan dengan pekarangan rumah warga sehingga sangat banyak tumbuhan dan alga yang tumbuh subur, hal ini sesuai dengan kandungan fosfat yang tinggi dan mengindikasikan bahwa lingkungan tersebut sudah mengalami eutrofikasi (Nuraya *et al*., 2022). Kandungan fosfat yang tinggi dapat membuat lingkungan perairan menjadi sangat subur namun juga berbahaya akibat dampak negatif lainnya yang dihasilkan. Hal ini dapat diatasi dengan menyediakan sistem pengolahan limbah yang efektif dan efesien serta mudah diaplikasikan.

Rekoveri fosfat dalam air dapat dilakukan dengan berbagai metode, antara lain fitoremediasi (Siswandari *et al*., 2017), koagulasi-flokulasi (Mashitah *et al*., 2017), biodegradasi (Zairinayati & Shatriadi, 2019), presipitasi (Fitriana & Warmadewanthi, 2016; Iswarani & Warmadewanthi, 2018; Qoriati *et al*., 2019; Setiawan *et al*., 2022), elektrokoagulasi (Juherah & Ansar, 2018), atau adsorpsi (Alala & Ramadhani, 2021; Garmini & Zairinayati, 2022; Indah *et al*., 2022; Majid *et al*., 2017; Ultama *et al*., 2021). Metode adsorpsi merupakan teknik pengolahan fosfat yang banyak digunakan karena alasan efisiensi biaya dan waktu. Metode ini tentunya memerlukan adsorben yang sesuai untuk mengoptimalkan prosesnya. Berbagai jenis adsorben telah dikembangkan untuk adsorpsi fosfat, diantaranya adalah senyawa zirkon oksida atau zirkonia.

Zirkonia merupakan material berpori dengan luas permukaan yang besar. Karakteristik ini yang menjadikan zirkonia dapat diaplikasikan sebagai adsorben (Athifah *et al*., 2021; Jenatu *et al*., 2023; Luo *et al*., 2016, 2017; Sonal & Mishra, 2021; Su *et al*., 2013). Sintesis senyawa zirkon dapat dilakukan dari material sintetis maupun alami. Salah satu jenis material alam yang berpotensi sebagai bahan prekursor dalam sintesis zirkonia adalah pasir zirkon.

Pasir zirkon alami atau sering juga disebut pasir puya dihasilkan dari proses penggerusan batuan tambang yang mengandung mineral-mineral berharga, diantaranya adalah kuarsa, titanium dioksida, besi oksida, zirkonia, dan mineral lainnya. Pasir puya umumnya hanya dibiarkan menumpuk oleh penambang, karena dianggap tidak dapat dimanfaatkan kembali dan lama kelamaan dapat menimbulkan pencemaran lingkungan (Agustina *et al*., 2021). Pasir puya mengandung komposisi

utama zirkon silikat ($ZrSiO_4$) yang merupakan material alam dengan mineral zirkon paling banyak di bumi. Pasir puya di Indonesia banyak ditemukan di Kalimantan Barat, Sumatera, dan Bangka Belitung (Athifah *et al*., 2021). Pasir puya dari Tumbang Titi dan Mandor Kabupaten Landak Kalimantan Barat dilaporkan mengandung mineral dengan unsur-unsur utama zirkonium, titanium, besi, silikon, dan unsur-unsur tanah jarang dalam konsentrasi kecil (Poernomo *et al*., 2016, 2020). Komposisi pasir puya dari desa Nanga Jetak, Dusun Lengkong, Kecamatan Dedai, Kabupaten Sintang, Kalimantan Barat dilaporkan mengandung senyawa zirkon silikat ($ZrSiO_4$) 58,3 %, ilmenit ($FeTiO_3$) 35,2 %, dan anatase (TiO_2) 6,5% (Agustina *et al*., 2021), sedangkan pasir puya di Kereng Pangi, Kalimantan Tengah dilaporkan mengandung mineral utama zirkon 58% dan silika sebanyak 23% (Suastika *et al*., 2018). Zirkonium yang cukup tinggi dari pasir puya ini menjadikannya sebagai sumber pasir zirkon. Pasir zirkon ini dapat di proses lebih lanjut sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan dalam proses adsorpsi fosfat dari air limbah *laundry*.

Adsorpsi fosfat pada zirkonia terjadi melalui beberapa mekanisme reaksi. Penelitian yang dilakukan oleh Su *et al*., (2013) yang mensintesis zirkonia *amorf* (am-ZrO_2) nanopartikel dari bahan zirkonium oksiklorida oktahidrat dengan metode hidrotermal menyebutkan bahwa adsorpsi yang terjadi mengikuti mekanisme *inner-sphere complexes*, dan gugus -OH pada permukaan memainkan peran utama dalam penghilangan fosfat. Hasil penelitian menunjukkan zirkonia *amorf* (am-ZrO_2) mampu mengadsorpsi fosfat dengan kapasitas sebesar 99,01 mg/g pada pH optimum 6,2. Penelitian lain oleh Luo *et al*., (2016) juga melaporkan adsorpsi fosfat dalam air menggunakan *graphene oxide* tereduksi bermuatan zirkonium (RGO-Zr) melibatkan pertukaran ion dan pertukaran ligan (*outer or inner-sphere complexes*). Adsorben RGO-Zr mampu mengadsorpsi fosfat dengan kapasitas adsorpsi sebesar 27,71 mg/g. Luo *et al*., (2017) juga melaporkan adsorpsi fosfat dapat ditingkatkan dengan memodifikasi zirkonium hidroksida dengan ammonium, mekanisme yang terjadi melalui proses pertukaran ligan.

Kemampuan adsorpsi fosfat pada zirkonia dapat ditingkatkan dengan melakukan modifikasi permukaan dengan beberapa cara, antara lain penambahan

ammonium (Luo *et al*., 2017), penambahan material anorganik (Li *et al*., 2021; Zou *et al*., 2020), dan penambahan sulfat (Han *et al*., 2017; Sekewael *et al*., 2022; Shaafi *et al*., 2021; Sinta *et al*., 2015; Yadav & Nair, 1999). Hasil-hasil penelitian menunjukkan modifikasi permukaan zirkonia dapat meningkatan kapasitas adsorpsi baik melalui peningkatan luas permukaan maupun adanya gugus fungsi baru. Hingga saat ini, belum banyak dijumpai penelitian yang melakukan modifikasi permukaan zirkonia dengan penambahan sulfat (zirkonia tersulfatasi) untuk diarahkan sebagai adsorben ion fosfat. Berdasarkan uraian tersebut, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zirkonia tersulfatasi dengan prekursor senyawa zirkonium dari pasir zirkon. Zirkonia tersulfatasi hasil penelitian akan diaplikasikan lebih lanjut untuk mengadsorpsi fosfat dalam larutan.

1.2 Masalah Penelitian

Zirkonia sebagai adsorben dapat disintesis dari material alam seperti pasir zirkon. Kemampuan adsorpsi fosfat oleh zirkonia dapat ditingkatkan dengan melakukan modifikasi permukaan dengan beberapa cara, antara lain penambahan ammonium (Luo *et al*., 2017), penambahan material anorganik (Li *et al*., 2021; Zou *et al*., 2020), dan penambahan sulfat (Han *et al*., 2017; Sekewael *et al*., 2022; Shaafi *et al*., 2021; Yadav & Nair, 1999). Penelitian oleh Luo *et al*., (2017) melaporkan zirkonium hidroksida termodifikasi ammonium mampu mengadsorpsi fosfat dengan kapasitas adsorpsi yang tinggi yaitu 155,04 mg/g. Penelitian oleh Zou *et al*., (2020) menyebutkan zirkonium termodifikasi kalsium-montmorillonit (Zr-CaMs) dapat meningkatkan luas permukaan spesifik dengan kapasitas adsorpsi sebesar 22,37 mg/g. Penelitian lain dilakukan oleh Li *et al*., (2021) yang melaporkan bahwa *red mud* termodifikasi zirkonium (Zr-RM) dapat meningkatkan luas permukaan spesifik dan mampu mengadsorpsi fosfat dengan kapasitas adsorpsi yang cukup tinggi yaitu 33,14 mg/g. Penelitian oleh Han *et al*., (2017) menunjukkan pertukaran ion arsenat dengan gugus sulfat dari zirkonia tersulfatasi mesopori (MSZ) merupakan mekanisme adsorpsi yang dominan terjadi. Hasil penelitian menyebutkan Zirkonia tersulfatasi dalam bentuk mesopori (MSZ) mampu mengadsorpsi arsenat dengan kapasitas adsorpsi yang tinggi yaitu 99,23 mg/g.

Penelitian oleh Shaafi *et al*., (2021) menunjukkan magnetit KCC-1 pada zirkonium oksidasi tersulfatasi sangat efesien untuk menghilangkan aspalten dari minyak mentah. Keberadaan gugus zirkonium oksida tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) tidak hanya meningkatkan kapasitas adsorpsi, namun juga mampu mempertahankan efesiensi adsorpsi saat didaur ulang karena ketahanan kimianya yang tinggi.

Modifikasi lain juga dilakukan oleh Yadav & Nair, (1999) serta Sekewael *et al*., (2022) yang menyebutkan bahwa zirkonia tersulfatasi mempunyai sifat asam yang tinggi yang sangat menguntungkan performanya sebagai katalis. Hasil penelitian juga menyimpulkan bahwa modifikasi dengan asam sulfat mampu meningkatkan luas permukaan material (Yadav & Nair, 1999) dan diameter pori (Sekewael *et al*., 2022), namun belum dipelajari mekanisme dan performanya sebagai adsorben. Hasil-hasil penelitian menunjukkan modifikasi permukaan zirkonia dapat meningkatan kapasitas adsorpsi baik melalui peningkatan luas permukaan maupun adanya gugus fungsi baru, namun belum dijumpai penelitian yang melakukan modifikasi permukaan zirkonia dengan penambahan sulfat (zirkonia tersulfatasi) untuk diarahkan sebagai adsorben ion fosfat. Berdasarkan uraian di atas, masalah pada penelitian ini adalah bagaimana karakteristik adsorben zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) yang disintesis dari bahan dasar pasir zirkon serta berapa kapasitas maksimum adsorpsi dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) hasil penelitian dalam penyerapan ion fosfat dari larutan.

1.3 Hipotesis

Adsorben zirkonia tersulfatasi dapat disintesis dari prekursor alami seperti pasir kuarsa melalui dua tahapan, yakni proses sintesis zirkonia dan proses sulfatasi zirkonia. Sintesis zirkonia dari pasir zirkon melalui proses alkali fusi, pencucian, pengeringan dan pelindian asam, serta ekstraksi partikel zirkon melalui pencampuran dengan ammonia, filtrasi, pengeringan dan kalsinasi. Proses sulfatasi melalui tahapan pencampuran zirkonia hasil sintesis dengan ammonium sulfat, pemanasan dan pencucian.

1. Jika pasir zirkon memiliki kandungan zirkonium yang tinggi, maka dimungkinkan melakukan sintesis zirkonia dengan kemurnian tinggi dari bahan dasar pasir zirkon.
2. Jika modifikasi dengan gugus sulfat mampu meningkatkan luas permukaan spesifik serta memperkaya gugus fungsi, maka kemampuan adsorpsi dari zirkonia tersulfatasi terhadap ion fosfat akan meningkat sebagai hasil dari peningkatan luas permukaan adsorben dan penambahan situs aktif adsorpsinya. Mekanisme adsorpsi dimungkinkan terjadi melalui adsorpsi fisik pada struktur pori atau adsorpsi kimia pada gugus fungsional adsorben.

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengkaji karakteristik adsorben zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) yang disintesis dari bahan dasar pasir zirkon.
2. Menentukan kapasitas maksimum adsorpsi dari zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) hasil penelitian terhadap ion fosfat.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini yaitu memberikan informasi tentang pemanfaatan material alam yaitu pasir zirkon sebagai prekursor zirkonia dalam sintesis adsorben zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) yang bernilai ekonomis. Pemanfaatan lebih lanjut dari material ini adalah sebagai sarana alternatif pengolahan air limbah *laundry* untuk meningkatkan kualitas lingkungan khususnya di perairan.

1.6 Keaslian Penelitian

Keaslian penelitian ini terletak pada sintesis zirkonia tersulfatasi (ZrO_2-SO_4) dengan prekursor zirkonia yang berasal dari material alam yaitu pasir zirkon relatif belum banyak dipublikasikan. Publikasi penelitian mengenai sintesis zirkonia tersulfatasi dengan prekursor bahan kimia relatif banyak ditemukan seperti *sodium dedocyl sulphate* (SDS) (Han *et al*., 2017), zirkonium oksida (Lestari, 2018), *zirkonium oxychloride* ($ZrOCl_2.8H_2O$) (Ore *et al*., 2020), zirkonium (IV) klorida ($ZrCl_4$) (Shaafi *et al*., 2021), *zirkonium oxy nitrate* (($ZrO(NO_3)_2$) (Ibrahim *et al*.,

2021). Publikasi penelitian mengenai modifikasi zirkonia dengan material lain seperti, penambahan ammonium (Luo *et al*., 2017) dan penambahan material anorganik (Li *et al*., 2021; Zou *et al*., 2020) banyak diaplikasikan sebagai adsorben fosfat. Modifikasi lain yang dapat meningkatkan kemampuan zirkonia sebagai adsorben ialah dengan penambahan sulfat (Han *et al*., 2017; Sekewael *et al*., 2022; Shaafi *et al*., 2021; Yadav & Nair, 1999), namun pengaplikasianya sebagai adsorben fosfat relatif belum banyak ditemui publikasinya.