

KEHILANGAN H₂O SELAMA REAKSI PELINDIAN MINERAL ZIRCON DENGAN NaOH DI DALAM FURNACE

LOSS OF H₂O DURING THE LEACHING REACTION OF ZIRCON MINERALS WITH NaOH IN FURNACE

Triyono, Muzakky

PSTA - BATAN, Jl. Babarsari Kotak Pos 6101 ykbb Yogyakarta 55281

E-mail: triyono793@gmail.com

Diterima 19 September 2018, diterima dalam bentuk perbaikan 21 Pebruari 2019, disetujui 4 April 2019

ABSTRAK

KEHILANGAN H₂O SELAMA REAKSI PELINDIAN MINERAL ZIRCON DENGAN NaOH DI DALAM FURNACE. Telah dilakukan prediksi jumlah kehilangan H₂O selama proses peleburan mineral zircon dengan NaOH di dalam furnace. Proses awal pemurnian zirkonium dimulai dari pelindian mineral zircon dengan NaOH. Selama proses peleburan akan dikeluarkan H₂O yang diperkirakan akan membawa Rn-222 dan Rn-220 yang berbahaya bagi pekerja radiasi. Maka tujuan dari penelitian ini adalah melakukan prediksi jumlah kehilangan H₂O pada reaksi pelindian mineral zircon dengan NaOH di dalam furnace dan keluar ke udara. Kehilangan H₂O dihitung berdasarkan mol sebelum reaksi peleburan dikurangi dengan sesudah reaksi peleburan. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur dan lama waktu kontak, kehilangan mole H₂O akan semakin besar. Biasanya kehilangan mole H₂O akan dipengaruhi oleh mole rasio ZrSiO₄/NaOH. Kecuali pada mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:4), mol kehilangan H₂O berharga sama dengan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:2). Kehilangan mol H₂O dicapai pada mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:8), pada temperatur 950 °C dan waktu kontak 60 menit sebesar 0,024 mole/gr. Pada kondisi tersebut sisa fase kristal ZrSiO₄ tidak terbentuk, tetapi sampel mengandung sisa NaOH yang tidak bereaksi dan bersifat pasta.

Kata kunci : mol rasio ZrSiO₄/NaOH, mineral zircon, peleburan

ABSTRACT

LOSS OF H₂O DURING THE LEACHING REACTION OF ZIRCON MINERALS WITH NaOH IN FURNACE. It has been predicted the amount of H₂O loss during the leaching reaction of zircon mineral with NaOH in the furnace. The initial process of zirconium purification begins with the leaching of zirconium minerals with NaOH. During the leaching process, H₂O is released which is expected to carry over Rn-222 and Rn-220 which are harmful to the radiation workers. So the objective of this investigation is to predict the amount of H₂O loss in zircon mineral reactions with NaOH in the furnace and exit to the air. Loss ratio of H₂O was calculated based on the mole before the reaction minus by the mole after the reaction. The results show that the increased both temperature and contact time, will be increased of loss moles ratio of H₂O. The amount of H₂O mole loss will be affected by the mole ratio of ZrSiO₄ / NaOH. Except for the mole ratio ZrSiO₄ / NaOH (1:4), losses of H₂O mole value was the same as the mole ratio of ZrSiO₄ / NaOH (1:2). Loss ratio of H₂O mole achieved in the mole ratio of ZrSiO₄ / NaOH (1:8), at 950 °C and 60 minutes contact time was 0.024 mole/g. Under those conditions the remaining phase of the ZrSiO₄ crystal was not formed, but the sample contains the residue of unreacted NaOH and paste-containing NaOH.

Key words: mole ratio ZrSiO₄ / NaOH, zircon minerals, roasting

PENDAHULUAN

Pada umumnya di dalam mineral zircon (ZrSiO₄) terkandung beberapa unsur berharga lain seperti titanium dalam mineral ilmenit (FeTiO₃), logam tanah jarang (LTJ) seperti (La, Ce, Nd, Pr, Sm, Y, Dy, Tb, Gd) dalam mineral monasit dan senotim yang mengandung naturally occurring radioactive materials (NORM) seperti U₃O₈ dan ThO₂. Kebanyakan di dalam mineral zircon berasosiasi dengan mineral monasit yang merupakan mineral radioaktif. Dengan demikian mineral zircon dari Tumbang Titi Kalimantan Barat mengandung NORM sekitar 1587

g/g [1,2]. Walaupun begitu penelitian oleh Coble [3], Boehnke [4], Danisik [5] kandungan U+Th dalam zirkon berguna untuk melacak keberadaan deposit mineral zirkon serta umur dari mineral zirkon ($ZrSiO_4$). Mineral tersebut merupakan sumber utama senyawa zirkonium untuk industri nuklir maupun nonnuklir. Industri tersebut menggunakan senyawa zirkonium seperti zirkonium sulfat, zirconium basic sulfat, zirconium aksiklorid, zirconium tetrahalida, zirkonium oksida yang semua itu merupakan bahan dasar pembuatan keramik, kimia, elektronik, militer dan industri lain [6,7]. Dalam industri nuklir zirkonium dengan kandungan Hafnium $< 100 \mu\text{g/gr}$ yang berderajat nuklir, dipakai sebagai kelongsong bahan bakar uranium [7]. Secara alami kandungan U+Th di dalam mineral zirkon masing-masing akan meluruh menjadi anak luruhnya. Salah satu anak luruh U-238 adalah Rn-222 sedangkan Th-232 berupa Rn-220, dan masing-masing isotop tersebut berbentuk gas [8]. Walaupun berumur paruh pendek, dengan bentuk gas Rn-222 dan Rn-220 sangat mudah larut di dalam H_2O [9-11]. Berdasarkan Gevantman [12] kelarutan Rn-222 di dalam H_2O mencapai $1,288 \times 10^{-4}$ mole/l, sementara Vogeltanz [13] telah meneliti penyakit kanker paru yang diakibatkan terpapar oleh radon.

Dalam industri pemurnian mineral zirkon sebagai bahan baku industri tersebut, harus melalui perlakuan kimia dengan kaustik soda terlebih dulu sebelum dimanfaatkan yang reaksinya [6,7,14,15]



Aplikasi pada reaksi 1 tersebut dilakukan di dalam *furnace* pada suhu $600 \text{ }^\circ\text{C}$ [15,16] atau $700 \text{ }^\circ\text{C}$ [17] akan dihasilkan H_2O yang menjadi uap dan sebagai *carrier* gas radon ke udara [8]. Berdasarkan data kelarutan gas radon ke dalam H_2O yang terlepas dari mineral zirkon [12], serta dampaknya terkena kanker paru bagi pekerja radiasi menarik untuk diteliti [13]. Proses pelepasan radon ke udara diperkirakan lewat pemanasan selama proses pengolahan alkali di dalam *furnace* [15]. Maka untuk keperluan proteksi radiasi diperlukan data berapa banyak H_2O yang hilang selama proses reaksi tersebut berlangsung [14]. Maka tujuan dari penelitian ini adalah melakukan prediksi kehilangan H_2O pada reaksi pelindian mineral zirkon dengan NaOH di dalam *furnace* dan keluar ke udara ruangan. Guna merealisasikan tujuan tersebut akan didahului kelayakan alat dengan melakukan kalibrasi kinerja *furnace* yang digunakan. Untuk merealisasikan tujuan tersebut dilakukan beberapa variasi seperti perbandingan molar $ZrSiO_4/NaOH$, waktu kontak dan variasi temperatur. Penelitian ini diharapkan akan melengkapi data pemurnian mineral zirkon menjadi produk industri yang komersial dan aman bagi pekerja radiasi.

METODOLOGI

Bahan

Mineral zirkon dari daerah Tumbang Titi Kalimantan Barat ukuran 100 mesh dan NaOH buatan E Merck

Alat

Furnace buatan Nabertherm HT 04/17 dan cawan porselin kapasitas 300 gr.

Metode penelitian

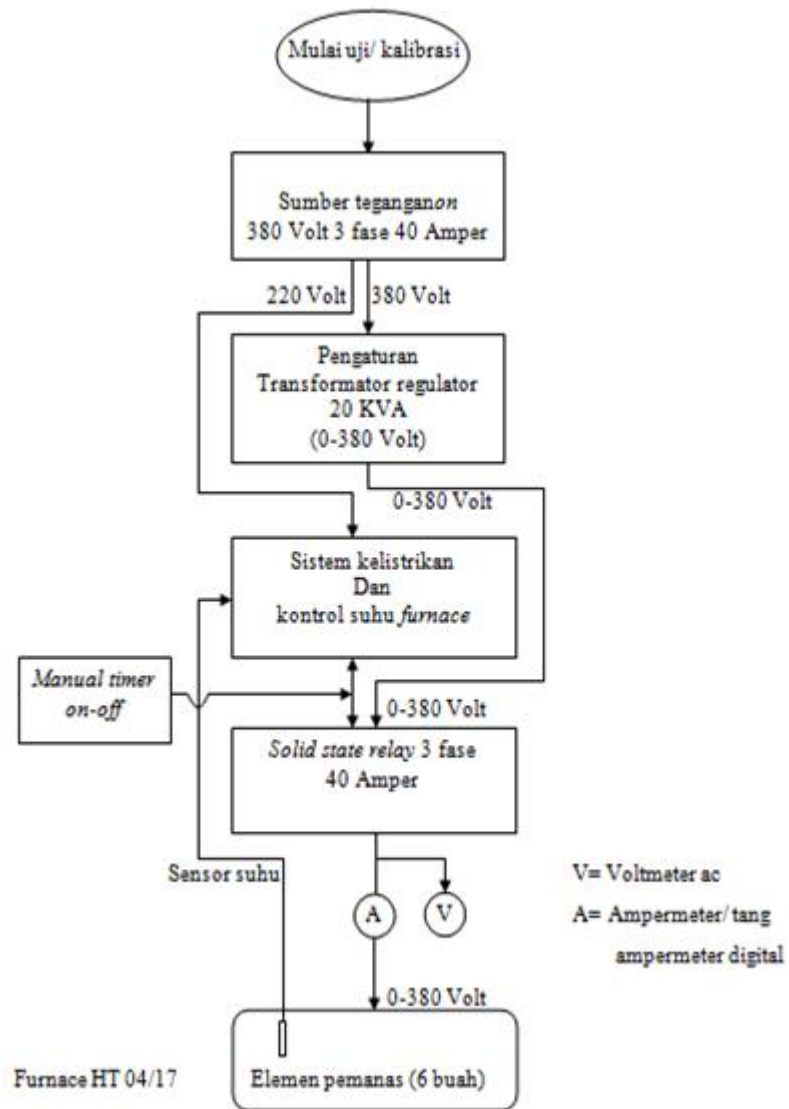
Dicampur antara mineral zirkon dengan NaOH ke dalam cawan porselin sedemikian rupa sehingga mempunyai perbandingan molar 1: 2. Dimasukkan cawan ke dalam *furnace* suhu tinggi dan dipanaskan hingga temperatur $600 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 15 menit. Selanjutnya didinginkan dan ditimbang hingga berat tetap. Pekerjaan selanjutnya diulangi lagi dengan langkah berikut (1) perbandingan molar 1: 4, 1:6 dan 1:8 (2) variasi temperatur $700 \text{ }^\circ\text{C}$, $800 \text{ }^\circ\text{C}$ dan $900 \text{ }^\circ\text{C}$, (3) waktu kontak 30 menit, 45 menit dan 60 menit. Selanjutnya masing-masing dilakukan pendinginan pada suhu kamar dan ditimbang hingga berat tetap. Kehilangan H_2O selama reaksi pelindian mineral zirkon dengan NaOH dihitung sebagai berikut:

$$H_2O \text{ hilang} = \text{jumlah mole sebelum reaksi } (ZrSiO_4 + NaOH) - \text{jumlah mole setelah reaksi} \quad (2)$$

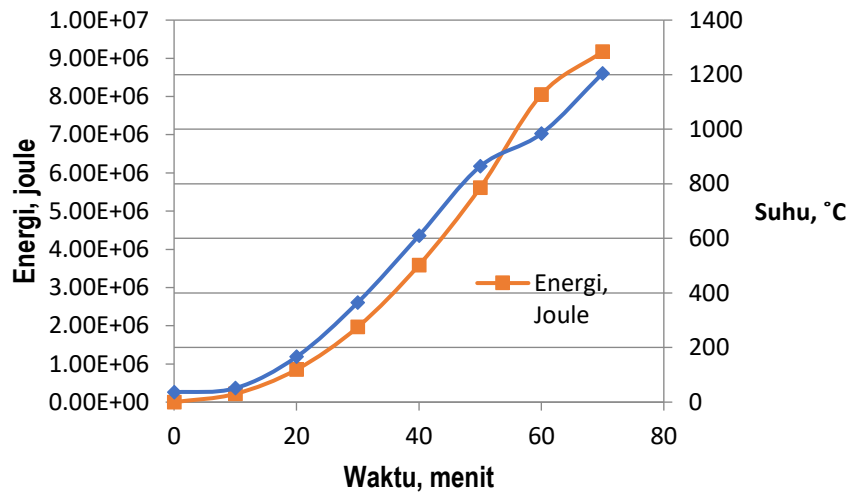
HASIL DAN PEMBAHASAN

Kinerja Furnace *Nabertherm* HT 04/ 17

Penentuan kinerja alat dengan melakukan kalibrasi furnace dengan bagan alir sebagai berikut:



Gambar 1. Flow diagram kalibrasi/uji fungsi furnace *Nabertherm* HT 04/ 17.

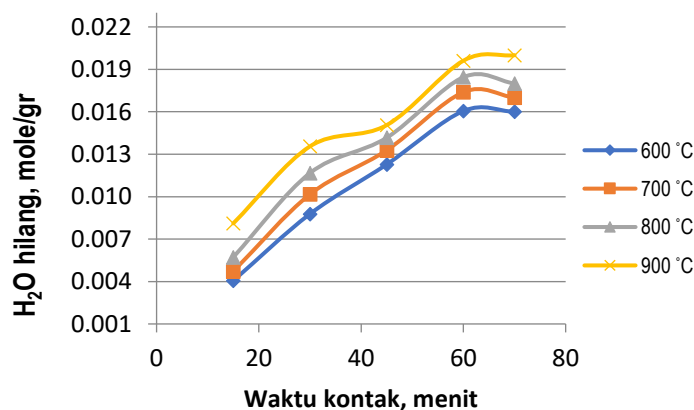


Gambar 2. Keluaran hasil kinerja *furnace Nabertherm HT 04/ 17*.

Dari Gambar 2, merupakan respon keluaran *furnace* dengan berdimensi volume ruang $21 \times 21 \times 15,5$ cm. Pada Gambar 2 tampak bahwa kalibrasi suhu tertinggi dilakukan pada suhu $1205 \text{ }^\circ\text{C}$, yang dicapai pada waktu operasi selama 70 menit. Sebagai perbandingan dengan alat lain, Aminhar [18] telah melakukan kalibrasi *muffle furnace* sebagai fungsi waktu operasi dan temperatur. Ternyata untuk mencapai suhu $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ *furnace Nabertherm HT 04/17* membutuhkan waktu 60 menit, sementara *muffle furnace* 90 menit. Perbedaan ini kemungkinan karena dimensi ruang *furnace* yang berbeda, maupun faktor umur *heating element* yang berbeda. Pada Gambar 2 tersebut ternyata dengan dimensi ruang *furnace* $21 \times 21 \times 15,5$ cm pada suhu $800 \text{ }^\circ\text{C}$, menghasilkan energi panas sebesar 5.61×10^6 joule. Pada keadaan energi panas tersebut mineral ZrSiO_4 telah rapuh/labil secara struktur dan mudah tertreatment seperti NaOH [19]

Kehilangan H₂O selama reaksi pelindian

Berdasarkan Biswas [14] dan Liu [6], bahwa perbandingan molar rasio $\text{ZrSiO}_4/\text{NaOH}$ akan mempengaruhi kontrol pembentukan struktur senyawa zirkonium zirkonat yang terjadi selama reaksi. Demikian pula Abdel-Rehim [20] bahwa temperatur dan waktu kontak akan mempercepat terhadap reaksi pembentukan senyawa zirkonium zirkonat yang reaksi (1). Sementara Lubbe [16] merubah perbandingan mole $\text{ZrSiO}_4/\text{NaOH}$ (1:6), sehingga dikeluarkan produk H₂O yang menguap dan keluar ke udara bebas dan membawa gas radon yang beracun [8]. Pada Gambar 3 berikut dapat disajikan hasil prediksi kehilangan H₂O melalui hubungan antara waktu kontak dengan kehilangan H₂O di setiap perubahan temperatur pada perbandingan mole rasio $\text{ZrSiO}_4/\text{NaOH}$ (1:2).



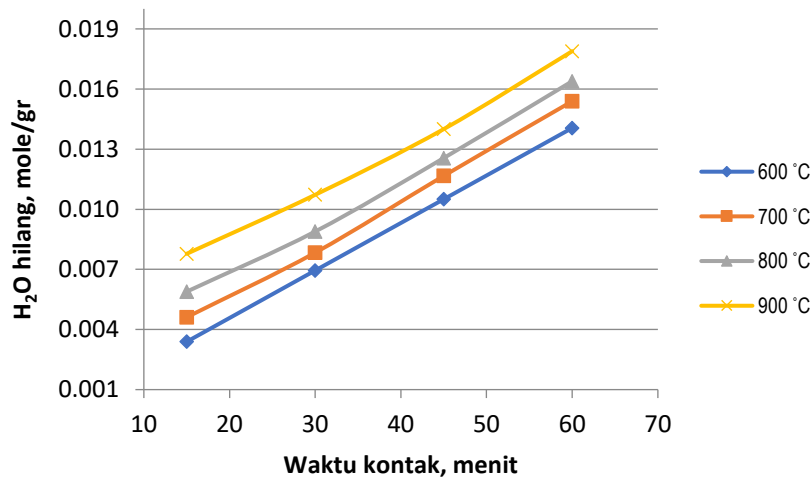
Gambar 3. Perbandingan mole rasio $\text{ZrSiO}_4/\text{NaOH}$ (1:2) pada peleburan zirkon.

Pada Gambar 3 dapat diperlihatkan bahwa semakin tinggi temperatur dan lama waktu kontak, kehilangan mole H₂O akan semakin besar. Pada Gambar 3 bahwa kehilangan H₂O tertinggi dicapai pada suhu 900 °C pada waktu kontak 60 menit dengan 0,020 mol/gr. Berdasar pengamatan hasil pada mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:2) akan menghasilkan produk yang berbentuk padat yang sangat sulit larut pada proses pelindian air. Berdasarkan Lubbe [16,14], reaksi pelindian dengan mole rasio ZrSiO₄/NaOH (1:2) masih didominasi oleh Na₂ZrSiO₅ yang sulit larut dalam air dan tidak bisa digunakan pada proses berikutnya yang reaksinya,



Pada persamaan reaksi (3) di atas dengan sendirinya masih mengandung ZrSiO₄ dan NaOH yang tidak bereaksi dan hanya kehilangan H₂O yang menguap [15]. Ternyata pada mole rasio ZrSiO₄/NaOH (1:2) prediksi kehilangan H₂O paling tinggi pada waktu kontak 60 menit dengan suhu 900 °C sebesar 0,02 mole/gr.

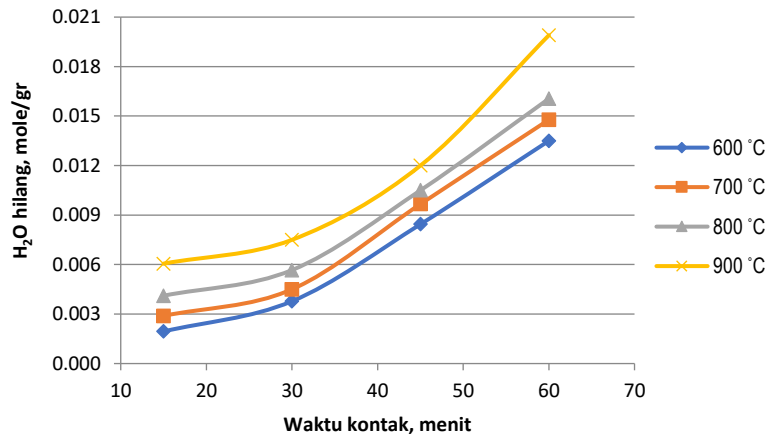
Selanjutnya proses peleburan dinaikkan dengan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:4), dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4. Ternyata pada Gambar 4, dapat ditampilkan bahwa semakin lama waktu kontak dan semakin tinggi temperatur tampak kehilangan H₂O akan semakin tinggi. Fenomena ini sesuai dengan penelitian Biswas [14], yang menyatakan bahwa semakin lama waktu kontak dan tingginya temperatur pembentukan Na₂ZrO₃ semakin tinggi



Gambar 4. Perbandingan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:4) pada peleburan zircon.

Pada Gambar 4 diperlihatkan bahwa mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:4) diperlihatkan bahwa kehilangan H₂O tertinggi dicapai pada waktu kontak 60 menit dengan temperatur 900 °C sebesar 0,018 mol/gr. Jumlah kehilangan H₂O tersebut ternyata masih lebih rendah dari pelindian dengan perbandingan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:2). Hal ini karena jumlah molkul oksigen reaktan dipakai untuk pembentukan produk Na₂ZrO₃ dan Na₂SiO₃ yang dapat dilihat pada persamaan reaksi (1). Dari perbandingan dengan persamaan reaksi (3) terlihat bahwa walaupun jumlah mol NaOH lebih tinggi dari reaksi (1), tetapi jumlah molkul oksigen dipakai untuk membentuk produk Na₂ZrO₃ dan Na₂SiO₃. Berdasarkan Lubbe [16] meskipun reaksi (1) diatas tampak stokiometri, tetapi menghasilkan produk padat (Na₂ZrO₃ dan Na₂SiO₃) dan keras. Dengan demikian persamaan reaksi (1) masih menyisakan ZrSiO₄ yang tidak bereaksi dengan NaOH, akibatnya jumlah kehilangan H₂O menjadi lebih kecil dibandingkan dengan reaksi (3). Selanjutnya pada pelindian pada mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:6) dapat diperlihatkan pada Gambar 5.

Pada Gambar 5, dapat diperlihatkan fenomena lamanya waktu kontak dan tingginya temperatur akan meningkatkan mol kehilangan H₂O. Pada Gambar (5) terlihat bahwa pada mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:6) kehilangan H₂O tertinggi dicapai pada waktu kontak 60 menit dengan temperatur 900 °C sebesar 0,020 mol/gr. Ternyata hal ini telah terjadi peningkatan mol kehilangan H₂O dibandingkan dengan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:4), tetapi berharga sama dengan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:2).



Gambar 5. Perbandingan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:6) pada peleburan zirkon

Fenomena kenaikan mol kehilangan H₂O dapat dilihat pada persamaan reaksi berikut [14,21]



Pada persamaan reaksi (4) tersebut walaupun jumlah mol NaOH besar, tetapi kenaikan mol kehilangan H₂O tidak begitu meningkat. Hal ini karena kebutuhan membentuk produk Na₄SiO₄ akan membutuhkan lebih banyak NaOH. Pada suasana temperatur tinggi (>600 °C) senyawaan produk Na₄SiO₄ tersebut ini sangat dibutuhkan untuk bereaksi dengan ZrSiO₄ yang tidak bereaksi selama proses pelindian yang reaksinya [21]

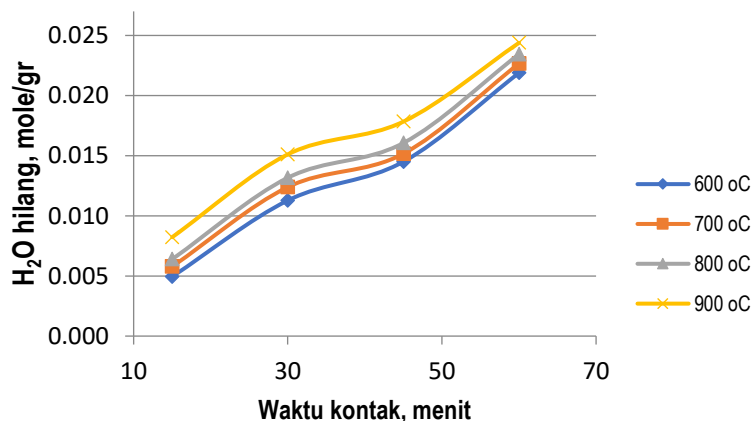


Berdasarkan Liu [6], persamaan reaksi no (5) tersebut tidak mudah terjadi bila mineral ZrSiO₄ yang digunakan berukuran besar, sehingga untuk memperoleh produk Na₂ZrO₃ yang besar sebaiknya partikel mineral tersebut berukuran kecil. Partikel berukuran besar mempunyai energi aktivasi yang lebih tinggi, sehingga kontrol pembentukan senyawa Na₂ZrSiO₅ biasanya dikontrol dengan ukuran partikel yang optimal.

Selanjutnya bila mol rasio ZrSiO₄/NaOH dinaikan menjadi (1:8), dengan persamaan reaksi sebagai berikut [14],



Pada Gambar 6, terlihat bahwa mol kehilangan H₂O pada pada waktu kontak 60 menit dengan temperatur 900 °C akan meningkat dibandingkan pada ZrSiO₄/NaOH (1:4), yaitu sebesar 0,024 mol/gr.



Gambar 6. Perbandingan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:8) pada pelindian zirkon

Berdasar Biswas [14] kenaikan mol H₂O yang hilang tersebut karena sumbangan dari reaktan NaOH yang tidak bereaksi. Hal ini terlihat dengan keadaan struktur produk yang lembab pada hasil pelindian setelah bersentuhan dengan udara pada suhu kamar. Sementara masa leburan yang konstan pada mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:8), kemungkinan reaksi peleburan mineral ZrSiO₄ dengan NaOH telah selesai dan meninggalkan sisa NaOH.

Hal ini ternyata sesuai dengan penelitian Liu [6], bahwa pada suasana ZrSiO₄/NaOH (1:8), temperatur 950 °C, fase kristal yang terbentuk di dominasi oleh Na₂ZrO₃ dengan tidak dipengaruhi oleh ukuran partikel. Dengan kondisi peleburan tersebut dapat dikatakan bahwa fase kristal ZrSiO₄ dan Na₂ZrSiO₅ tidak terbentuk.

KESIMPULAN

Dengan didahului kinerja *furnace Nabertherm HT 04/ 17*, ternyata semakin tinggi temperatur dan lama waktu kontak, kehilangan mol H₂O akan semakin besar. Fenomena ini terjadi di setiap mol rasio ZrSiO₄/NaOH, dan besarnya kehilangan mol H₂O akan dipengaruhi oleh stokiometri pelindian atau mol rasio ZrSiO₄/NaOH. Kecuali pada mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:4), mol kehilangan H₂O berharga sama dengan mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:2). Kehilangan mol H₂O dicapai pada mol rasio ZrSiO₄/NaOH (1:8), pada temperature 950 °C dan waktu kontak 60 menit sebesar 0,024 mol/gr. Pada kondisi tersebut sisa fase kristal ZrSiO₄ tidak terbentuk, tetapi sampel mengandung sisa NaOH yang tidak bereaksi dan bersifat pasta.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan selesainya pembuatan makalah ini penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada Ir. Puradwi I.W, DEA, Suyanti, S.ST dan Ir. Herry Poernomo, MT. Masing-masing sebagai Plt. Kapus PSTA-Batan, Kabid BTP/pembimbing dan Kapok TPZ/pembimbing yang banyak membantu hingga selesainya makalah dengan pendanaan melalui DIPA 2017. Penulis juga sangat berterimakasih kepada saudara Fuad Hanif yang telah banyak membantu di laboratorium.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. H. Poernomo, 'Prospek bisnis pengolahan pasir zircon lokal menjadi produk zirkonium dan oksida logam tanah jarang bebas radioaktif badan tenaga nuklir nasional', 2014.
- [2]. M. M. Zaman *et al.*, 'Presence of uranium and thorium in zircon assemblages separated from beach sands of Cox's Bazar, Bangladesh', *J. Sci. Technol. Environ. Informatics*, vol. 3, no. 1, pp. 161–169, 2016
- [3]. M. A. Coble, S. D. Burgess, and E. W. Klemetti, 'New zircon (U-Th)/He and U/Pb eruption age for the Rockland tephra, western USA', *Quat. Sci. Rev.*, vol. 172, pp. 109–117, 2017.
- [4]. P. Boehnke, M. Barboni, and E. A. Bell, 'Zircon U/Th model ages in the presence of melt heterogeneity', *Quat. Geochronol.*, vol. 34, pp. 69–74, 2016.
- [5]. M. Danišik, A. K. Schmitt, D. F. Stockli, O. M. Lovera, I. Dunkl, and N. J. Evans, 'Application of combined U-Th-disequilibrium/U-Pb and (U-Th)/He zircon dating to tephrochronology', *Quat. Geochronol.*, vol. 40, pp. 23–32, 2017.
- [6]. J. Liu, J. Song, T. Qi, C. Zhang, and J. Qu, 'Controlling the formation of Na₂ZrSiO₅ in alkali fusion process for zirconium oxychloride production', *Adv. Powder Technol.*, vol. 27, no. 1, pp. 1–8, 2016.
- [7]. E. Zolfonoun, A. B. Monji, M. Taghizadeh, and S. J. Ahmadi, 'Selective and direct sorption of zirconium from acidic leach liquor of zircon concentrate by rice bran', *Miner. Eng.*, vol. 23, no. 9, pp. 755–756, 2010.
- [8]. M. Abo-Elmagd, 'Radon exhalation rates corrected for leakage and back diffusion – Evaluation of radon chambers and radon sources with application to ceramic tile', *J. Radiat. Res. Appl. Sci.*, vol. 7, no. 4, pp. 390–398, 2014.

- [9]. V. Moreno, J. Bach, M. Zarroca, L. Font, C. Roqué, and R. Linares, 'Characterization of radon levels in soil and groundwater in the North Maladeta Fault area (Central Pyrenees) and their effects on indoor radon concentration in a thermal spa', *J. Environ. Radioact.*, vol. 189, no. March, pp. 1–13, 2018.
- [10]. H. Keramati *et al.*, 'Radon 222 in drinking water resources of Iran: A systematic review, meta-analysis and probabilistic risk assessment (Monte Carlo simulation)', *Food Chem. Toxicol.*, vol. 115, no. January, pp. 460–469, 2018.
- [11]. Telahigue, B. Agoubi, F. Souid, and A. Kharroubi, 'Groundwater chemistry and radon-222 distribution in Jerba Island, Tunisia', *J. Environ. Radioact.*, vol. 182, no. November 2017, pp. 74–84, 2018.
- [12]. L. H. Gevantman, 'Solubility of Selected Gases in Water', *CRC Handb. Chem. Phys.*, pp. 5–8, 2015.
- [13]. N. Vogeltanz-Holm and G. G. Schwartz, 'Radon and lung cancer: What does the public really know?', *J. Environ. Radioact.*, vol. 192, no. January, pp. 26–31, 2018.
- [14]. R. K. Biswas, M. A. Habib, A. K. Karmakar, and M. R. Islam, 'A novel method for processing of Bangladeshi zircon: Part I: Baking, and fusion with NaOH', *Hydrometallurgy*, vol. 103, no. 1–4, pp. 124–129, 2010.
- [15]. R. J. F. Da Silva, A. J. B. Dutra, and J. C. Afonso, 'Alkali fusion followed by a two-step leaching of a Brazilian zircon concentrate', *Hydrometallurgy*, vol. 117–118, pp. 93–100, 2012.
- [16]. S. Lubbe, R. Munsami, and D. Fourie, 'Beneficiation of zircon sand in South Africa', *J. South. African Inst. Min. Metall.*, vol. 112, no. 7, pp. 583–588, 2012.
- [17]. N. Van Tuyen, V. T. Quang, T. G. Huong, and V. H. Anh, 'Preparation of High Quality Zirconium', *VAEC-Anual Rep.*, vol. 7, no. 43, pp. 286–291, 2007.
- [18]. D. . Aminhar, 'Kalibrasi muffle furnace', *Urania*, vol. VI, no. 21–22, pp. 9–13, 2000.
- [19]. A. Kaiser, M. Lobert, and R. Telle, 'Thermal stability of zircon (ZrSiO₄)', *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 28, no. 11, pp. 2199–2211, 2008.
- [20]. A. M. Abdel-Rehim, 'A new technique for extracting zirconium form Egyptian zircon concentrate', *Int. J. Miner. Process.*, vol. 76, no. 4, pp. 234–243, 2005.
- [21]. C. Yamagata, J. B. Andrade, V. Ussui, N. B. de Lima, and J. O. A. Paschoal, 'High Purity Zirconia and Silica Powders via Wet Process: Alkali Fusion of Zircon Sand', *Mater. Sci. Forum*, vol. 591–593, pp. 771–776, 2008.