

Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Ferit Berbahan Dasar Batuan Besi

Lidya Mozanna*, Astuti

Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Andalas
Kampus Unand, Limau Manis, Padang, 25163

Info Artikel

Histori Artikel:

Diajukan: 07 Oktober 2021
Direvisi: 10 November 2021
Diterima: 28 November 2021

Kata kunci:

kalsium ferit
solid state reaction
batu besi
CaCO₃

Keywords:

calcium ferrite
solid state reaction,
iron rock
CaCO₃

Penulis Korespondensi:

Lidya Mozanna
Email: lidyamozanna37@gmail.com

ABSTRAK

Sintesis kalsium ferit telah dilakukan dengan metode *solid state reaction* menggunakan Fe₃O₄ hasil sintesis dari batuan besi, dan CaCO₃ dari batu kapur alam. Dalam penelitian ini digunakan variasi suhu sinter yaitu 500 °C, 600 °C, dan 700 °C. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *magnetic susceptibility meter*. Sampel dengan pemanasan selama 3 jam pada suhu 500 °C menghasilkan ukuran kristal 6,3 nm, pada suhu 600 °C menghasilkan ukuran kristal 0,169 nm, dan pada suhu 700 °C menghasilkan ukuran kristal 5,544 nm. Sementara ukuran partikel Fe₃O₄ pada variasi suhu 300 °C dan 700 °C adalah 17,89 nm dan 4,05 nm.

The synthesis of calcium ferrite has been carried out by solid state reaction method using Fe₃O₄ synthesized from iron rock, and CaCO₃ from natural limestone. In this study, variations in sintering temperature were used, 500 °C, 600 °C, and 700 °C. The results of the synthesis were characterized by X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), and magnetic susceptibility meter. Samples with heating for 3 hours at the temperature of 500 °C produce a crystal size of 6.3 nm, at the temperature of 600 °C produce a crystal size of 0.169 nm, and at the temperature of 700 °C produce a crystal size of 5.544 nm. While the particle size of Fe₃O₄ at various temperatures of 300 °C and 700 °C is 17.89 nm and 4.05 nm.

Copyright © 2021 Author(s). All rights reserved

I. PENDAHULUAN

Material kalsium ferit merupakan material jenis keramik yang terbuat dari campuran kalsium oksida dan besi oksida. Ada beberapa bentuk fase dari kalsium ferit ini seperti CaFeO_3 , CaFe_2O_4 , $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$, CaFe_4O_7 , $\text{Ca}_4\text{Fe}_9\text{O}_{17}$, dan $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$ (Saleh, 2004). Kalsium Ferit diaplikasikan pada *optical memory devices*, *manetoplumbite structure*, biomaterial, industri baja, tulang sintetis, *drug delivery system*, dan lain-lain (Sunendar and Hermawan, 2019)

Mastuki *et al.*, (2012) melakukan penelitian sintesis dan karakterisasi kalsium ferit menggunakan pasir besi dan batu kapur dengan metode pencampuran basah berbahan dasar pasir besi Fe_2O_3 . Pada penelitian ini digunakan variasi suhu sintering, variasi waktu sintering, dan variasi perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan *Differential Thermal Analysis/Thermal Gravimetric Analysis* (DTA/TGA), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX). Sampel dengan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}6$ pada pemanasan $800\text{ }^\circ\text{C}$ selama 3 jam menghasilkan 100% Ca-Fe-O dengan 28,81% CaFe_4O_7 , 24,57% $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$, dan 46,62% $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$. Sampel dengan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}12$ tidak mengalami perubahan yang signifikan. Namun, hasil perbandingan dari ketiga variasi menunjukkan terbentuknya Fe_2O_3 tertinggi pada suhu sintering $900\text{ }^\circ\text{C}$.

Gatut *et al.*, (2019) melakukan penelitian sintesis Ca-Fe-O dengan metode kopresipitasi menggunakan CaCO_3 dan Fe_2O_3 . Ekstraksi batu gamping sebagai bahan baku endapan kalsium karbonat (*Precipitated Calcium Carbonate*, PCC) dan pasir besi Fe_2O_3 disiapkan untuk mengeksplorasi berbagai senyawa Ca-Fe-O. PCC dan Fe_2O_3 dilarutkan dalam HCl kemudian dicampur hingga homogen dan diendapkan menggunakan NH_4OH . Pencampuran dilakukan dengan perbandingan massa PCC dan Fe_2O_3 dengan perbandingan 1/4, 1/6, 1/8, dan 1/12. Sintesis dilakukan dengan sintering pada temperatur $700\text{ }^\circ\text{C}$. Sampel yang telah disintering dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX. Hasil yang diperoleh menunjukkan terbentuknya fase Ca-Fe-O yang didominasi oleh fase $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ dan $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$. Hasil SEM-EDX menunjukkan ukuran partikel berskala nano yang tersusun dari Ca, Fe, O, dan Si.

Pada penelitian ini akan disintesis kalsium ferit dari bahan alam yaitu kalsium karbonat dan ferit. Kalsium karbonat adalah mineral anorganik yang diperoleh dari batu kapur dan tersedia dengan harga murah secara komersial. Kalsium karbonat merupakan fase yang paling stabil dan banyak digunakan dalam industri cat, kertas, *magnetic recording*, industri tekstil, detergen, plastik, dan komestik (Lailiyah *et al.*, 2012), sedangkan ferit disintesis dari batuan besi yang diperoleh dari Kabupaten Solok Selatan dengan menggunakan metode kopresipitasi.

Metode kopresipitasi merupakan metode sintesis yang paling efektif untuk memperoleh nanopartikel ferit karena metode ini dapat dilakukan pada kondisi lingkungan yang normal. Padatan yang dihasilkan dari metode kopresipitasi stabil dan tidak mudah larut dalam pelarut. Sintesis nanopartikel ferit dengan metode kopresipitasi melibatkan kation logam dari medium tertentu yang diendapkan secara bersamaan dalam bentuk hidroksida, karbonat, oksalat, atau sitrat. Dalam sintesisnya, metode ini menggunakan pasangan asam dan basa. Asam berfungsi sebagai pelarut dan basa membawa zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki (Mairoza and Astuti, 2016). Tahapan selanjutnya adalah pembuatan kalsium ferit, yang akan disintesis dengan menggunakan metode *solid state reaction*, yaitu perpaduan antara kalsium karbonat dan ferit. Kalsium ferit disintering pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$, $600\text{ }^\circ\text{C}$, dan $700\text{ }^\circ\text{C}$ dalam selang waktu 3 jam. Morfologi partikel dan kristalinitas kalsium ferit dikarakterisasi menggunakan SEM, XRD, dan *magnetic susceptibility meter*.

II. METODE

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah Fe_3O_4 yang dicampur dengan CaCO_3 . Proses pembuatan Fe_3O_4 terdiri dari dua tahap yaitu penggerusan dan penyaringan batuan besi. Penggerusan batuan besi dilakukan dengan menggunakan alat *Los Angeles* (LA). Jumlah putaran dari alat diatur sebanyak 400 kali putaran. Dari hasil penggerusan menggunakan LA ini didapatkan material Fe_3O_4 berupa serbuk. Selanjutnya proses penyaringan serbuk besi yaitu pengambilan serbuk besi dari bahan nonmagnetik menggunakan magnet permanen. Kemudian serbuk Fe_3O_4 diayak menggunakan ayakan 200 mesh secara berulang-ulang untuk memperoleh serbuk besi yang murni. Kemudian dicuci dengan aquades sebanyak tiga kali selama 15 menit untuk membersihkan serbuk besi dari pengotor.

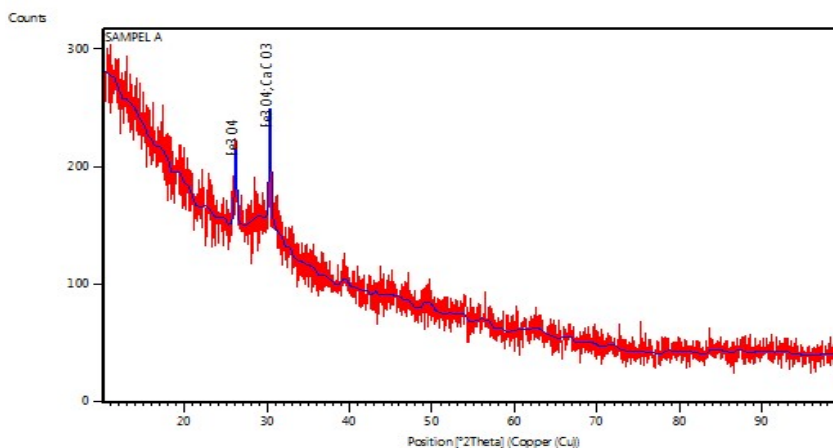
Nanopartikel Fe_3O_4 disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Serbuk besi sebanyak 10 gram dilarutkan dalam 20 ml HCl (12,063 M) pada suhu sekitar 90°C dan diaduk selama 60 menit dengan menggunakan *magnetic stirrer* sehingga diperoleh Fe_3O_4 dalam bentuk larutan. Selanjutnya larutan disaring dengan kertas saring agar terpisah dengan pengotor dan didapatkan larutan berupa filtrat. Ke dalam larutan ditambahkan 25 ml NH_4OH (12 M) sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 70°C . PEG-4000 yang berbentuk padat dipanaskan sebanyak 50 gram dengan aquades 20 ml pada suhu 40°C . PEG-4000 yang sudah mencair ditambahkan ke dalam filtrat, lalu diaduk. Endapan Fe_3O_4 yang terbentuk (berwarna hitam pekat) dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci dengan aquades sebanyak 6 kali agar hasil yang diperoleh benar-benar bersih. Untuk mendapatkan serbuk nanopartikel Fe_3O_4 , endapan dikeringkan dalam *furnance* pada suhu 400°C selama 2 jam.

Kalsium ferit disintesis dengan metode solid state reaction. Fe_3O_4 hasil sintesis dan CaCO_3 dilarutkan dalam 10 ml HNO_3 dengan perbandingan 1:2 hingga homogen. Setelah larutan homogen larutan dipanaskan pada suhu 300°C selama 10 jam hingga berbentuk serbuk. Tahap selanjutnya adalah sintering, sintering dilakukan pada suhu 500°C , 600°C , dan 700°C masing-masing selama 3 jam. Setelah itu dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, dan *magnetic susceptibility meter*.

III. HASIL DAN DISKUSI

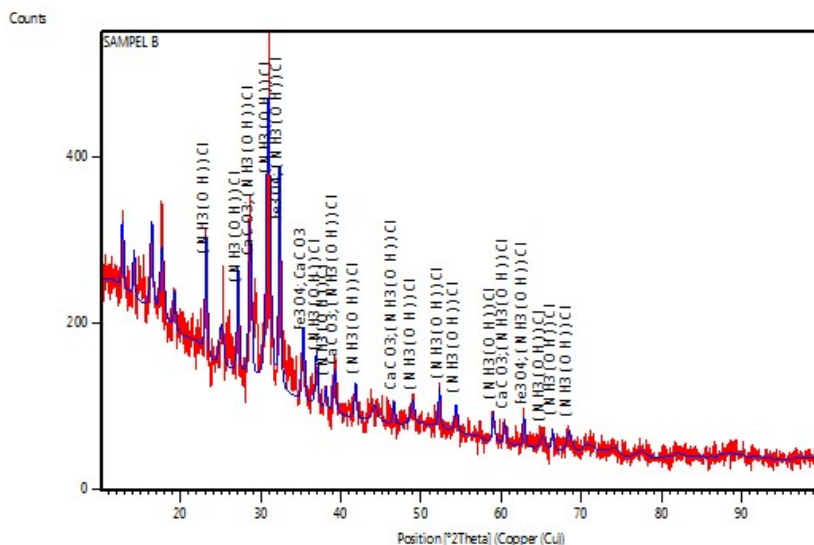
3.1 Karakterisasi XRD

Gambar 1 memperlihatkan hasil uji XRD material $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang disintering pada suhu 500°C . Dari Gambar 1 terlihat puncak-puncak fase Fe_3O_4 dan CaCO_3 , serta tidak ditemukan fase lain sebagai pengotor. Fase Fe_3O_4 yang terbentuk dicocokkan dengan data *International for Diffraction Database* (ICDD) dengan kode referensi 01-078-3149, sehingga diketahui bahwa fase Fe_3O_4 memiliki struktur kristal monoklinik, dengan nilai $a = b \neq c$ ($a = b = 5,944$ dan $c = 16,7751$), dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Sedangkan fase CaCO_3 bersesuaian dengan data ICDD dengan kode referensi 00-051-1524 yang mempunyai struktur trigonal dengan jenis mineral *calcite*.



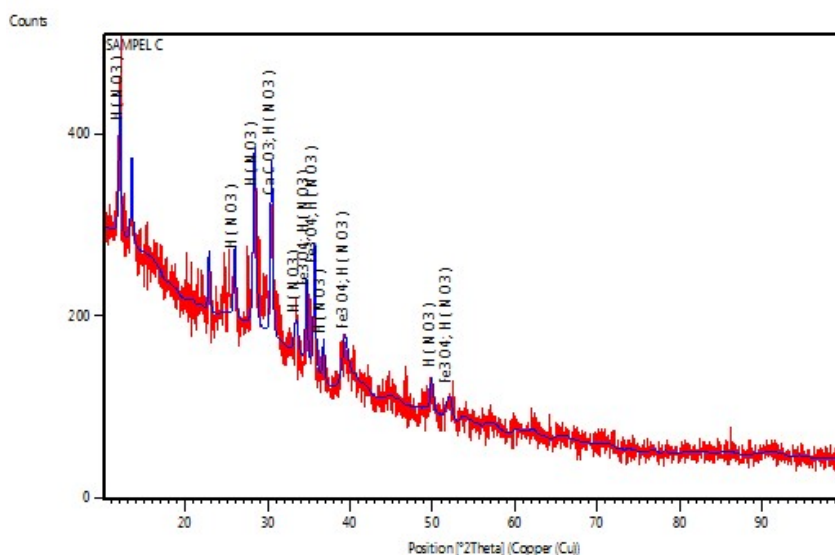
Gambar 1 Hasil uji XRD material $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ dengan suhu sintering 500°C

Nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang disintering pada suhu 600°C dapat dilihat pada Gambar 2. Dari Gambar 2 terlihat sejumlah puncak difraksi yang terdiri dari fase Fe_3O_4 , CaCO_3 , dan $\text{NH}_3(\text{OH})$. Kehadiran fase ammonium hidroksida ($\text{NH}_3(\text{OH})$) karena HNO_3 yang digunakan saat sintesis nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ tidak terdekomposisi secara sempurna. Fase Fe_3O_4 yang terbentuk dicocokkan dengan data standar ICDD dengan kode referensi 01-076-5948, dimana fase tersebut memiliki struktur kristal kubik, dengan nilai $a = b = c = 8.3940$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Sama halnya dengan nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang disintering dengan suhu 500°C , disini juga diperoleh fase CaCO_3 dengan struktur trigonal.



Gambar 2 Hasil uji XRD material $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ dengan suhu sintering $600\text{ }^\circ\text{C}$

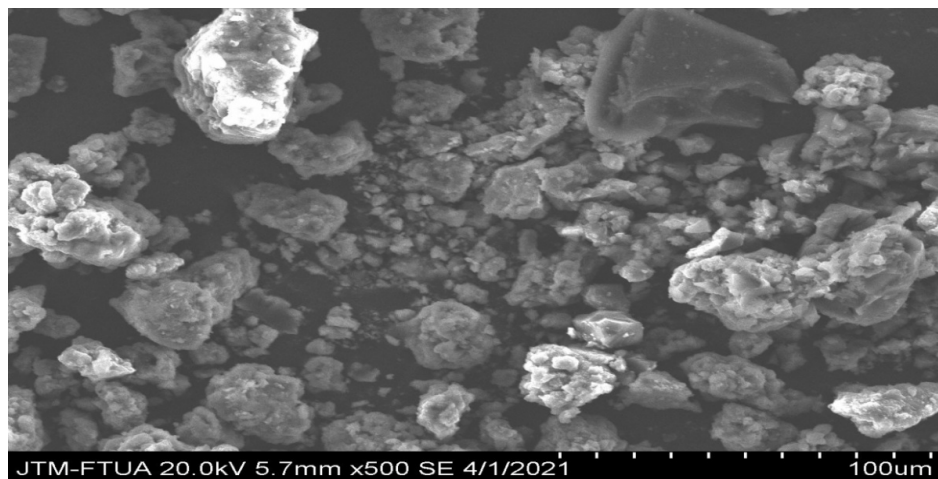
Nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang disintering pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasarkan Gambar 3 terlihat puncak-puncak difraksi dari Fe_3O_4 , CaCO_3 , dan $\text{H}(\text{NO}_3)$. Munculnya puncak difraksi hidrogen nitrate ($\text{H}(\text{NO}_3)$) sebagai akibat dari sisa proses sintesis yang tidak terdekomposisi secara sempurna. Fase Fe_3O_4 yang diperoleh merupakan mineral *magnetite*, yang bersesuaian dengan data ICDD dengan kode referensi 01-074-4121. Berdasarkan data tersebut dapat diketahui puncak tertinggi berada pada sudut $2\theta = 30,4196$ dengan struktur kristal *orthorhombic*, dengan nilai $a \neq b \neq c$ ($a = 9.3260$, $b = 9.2880$ dan $c = 2.755$), dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Sedangkan fase CaCO_3 juga teridentifikasi dengan struktur trigonal seperti halnya pada sampel yang disintesis dengan suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ dan $600\text{ }^\circ\text{C}$.



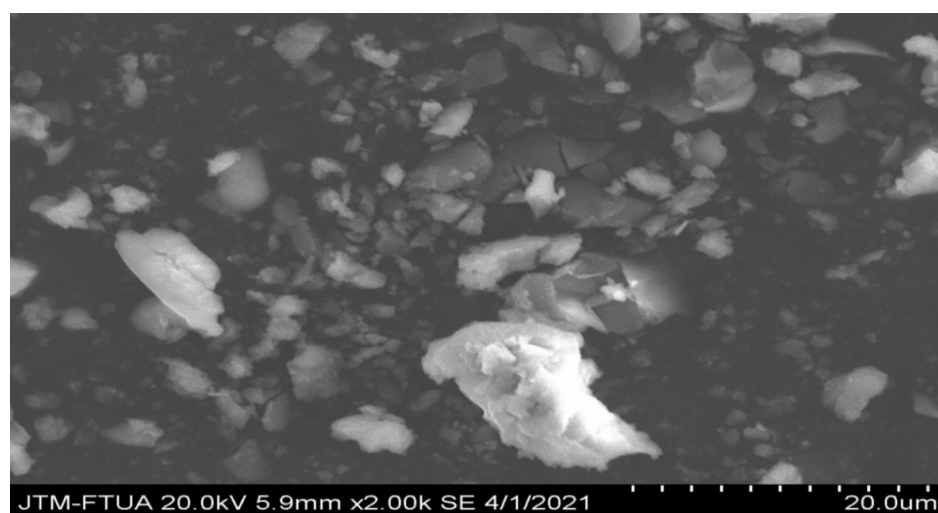
Gambar 3 Hasil uji XRD material $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ dengan suhu sintering $700\text{ }^\circ\text{C}$

3.2 Karakterisasi SEM

SEM digunakan untuk melihat morfologi permukaan sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ tanpa sintering pada perbesaran $500\times$, dan dengan sintering ($700\text{ }^\circ\text{C}$) pada perbesaran $2000\times$. Hasil karakterisasi SEM diperlihatkan oleh Gambar 4.



(a)



(b)

Gambar 4 Hasil Uji SEM nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$
(a) tanpa sintering dan (b) dengan sintering

Gambar 4 (a) menunjukkan bahwa distribusi ukuran nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang tidak disintering banyak terbentuk gumpalan yang tidak homogen. Dengan menggunakan *software ImageJ* untuk analisis hasil karakterisasi SEM, didapatkan ukuran partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ berkisar antara 4,36 nm hingga 50,19 nm dengan ukuran partikel rata-rata adalah 17,89 nm. Gambar 4 (b) menunjukkan bahwa distribusi ukuran nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang disintering pada suhu 700 °C terdapat gumpalan yang tidak homogen namun lebih sedikit dibandingkan tanpa sintering. Dari analisis hasil SEM menggunakan *software ImageJ* diperoleh ukuran nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ bervariasi antara 1,2 nm hingga 20 nm dengan ukuran partikel rata-rata adalah 4,05 nm. Berdasarkan Gambar 4 (a) dan 4 (b) dapat disimpulkan bahwa pembuatan nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang disintesis menggunakan metode *solid state reaction* berhasil dilakukan, dengan terbentuknya partikel-partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ dengan ukuran partikel rata-rata di bawah 100 nm. Selain itu juga dapat dilihat pengaruh proses sintering terhadap ukuran partikel, dimana nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang disintering pada suhu 700 °C memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan tanpa sintering.

3.3 Suseptibilitas Magnet

Pengujian sifat magnet dilakukan dengan menggunakan alat *magnetic susceptibility meter*. Hasil pengukuran suseptibilitas magnet pada masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 1. Nilai suseptibilitas merupakan fungsi dari banyaknya material magnetik dan menunjukkan jenis magnetik yang terdapat pada serbuk sampel (Mahardika, 2008). Nilai suseptibilitas yang terdapat pada Fe_3O_4

bernilai besar dan positif yang berarti material ini bersifat ferimagnetik. Berbeda dengan CaCO_3 , dimana nilai suseptibilitasnya bernilai kecil dan negatif sehingga tergolong material diamagnetik. Pada senyawa gabungan dari Fe_3O_4 dan CaCO_3 ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$) dengan dan tanpa proses sintering, terjadi perubahan nilai suseptibilitas yang cukup signifikan. Perubahan nilai suseptibilitas ini membuat sifat magnet dari senyawa $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ ikut berubah, dimana sifat materialnya menunjukkan karakteristik antiferromagnetik. Dari hasil uji suseptibilitas magnet, terlihat suhu sintering tidak memberikan efek signifikan terhadap sifat magnet nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ (Mahardika, 2008).

Tabel 1 Hasil pengukuran suseptibilitas magnet

No.	Sampel	Suseptibilitas magnet ($10^{-8}\text{m}^3/\text{kg}$)
1	Fe_3O_4	2776,7
2	CaCO_3	-1,2
3	$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ (tanpa sintering)	442,26
4	$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ suhu 500 °C	21,96
5	$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ suhu 600 °C	34,74
6	$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ suhu 700 °C	116,33

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, diperoleh kesimpulan bahwa suhu sintering mempengaruhi kristalinitas nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$, namun tidak terlihat perubahan yang signifikan dari derajat kekristalannya. Proses sintering berpengaruh terhadap ukuran partikel, dimana nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang disintering pada suhu 700 °C memiliki ukuran partikel rata-rata 4,05 nm, lebih kecil dibandingkan tanpa proses sintering dengan rata-rata ukuran partikel yang terbentuk 17,89 nm. Hasil karakterisasi sifat magnet menunjukkan Fe_3O_4 bersifat ferimagnetik, sementara CaCO_3 bersifat diamagnetik. Pada senyawa gabungan dari Fe_3O_4 dan CaCO_3 ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$) dengan dan tanpa proses sintering, tidak terjadi perubahan nilai suseptibilitas yang cukup signifikan, dimana nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaCO}_3$ yang terbentuk menunjukkan sifat antiferromagnetik.

DAFTAR PUSTAKA

- Gatut, P.U., Brata, A.W., Istiawan, A.G., Aditya, B. and Masrufi, H. (2019), "Characterization of Calcium Ferrite Phase from Fe_2O_3 and CaCO_3 Based on Iron Sand and Limestone Using XRD and SEM-EDX Analysis", *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Vol. 694, IOP Publishing, p. 12034.
- Lailiyah, Q., Baqiya, M.A. and Darminto, D. (2012), "Pengaruh Temperatur dan Laju Aliran Gas CO_2 pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat dengan Metode Bubbling", *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, Vol. 1 No. 1, pp. B6–B10.
- Mahardika, P.A. (2008), "Kajian Sifat Magnetik (Fe_3O_4) Hasil Penumbuhan dengan Metode Presipitasi Berbahan Dasar Pasir Besi", Tesis Program Magister Fisika Institut Teknologi Bandung.
- Mairoza, A. and Astuti, A. (2016), "Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dari Batuan Besi Menggunakan Asam Laurat sebagai Zat Aditif", *Jurnal Fisika Unand*, Vol. 5 No. 3, pp. 283–286.
- Mastuki, M., Baqiya, M.A. and Darminto, D. (2012), "Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Ferit Menggunakan Pasir Besi dan Batu Kapur", *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, Vol. 1 No. 1, pp. B76–B80.
- Saleh, H. (2004), "Synthesis and formation mechanisms of calcium ferrite compounds", *材料科学技术: 英文版*, Vol. 20 No. 5, pp. 530–534.
- Sunendar, B. and Hermawan, I.T. (2019), "Preparasi dan Karakterisasi Kalsium Ferit dari Keramik Biogelas Menggunakan Simulated Body Fluid (SBF) Ringer Untuk Aplikasi Identifikasi Sel Kanker", *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol. 10 No. 1, pp. 1–6.