



## **Karakterisasi Fase Kalsium Ferrite Berbasis Bahan Baku Pasir Besi Lumajang Dan Batu Kapur Tuban**

**Mastuki, Ichlas Wahid, Djoko Sulistyono**

Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas 17 Agustus 1945 Surabaya

Jalan Semolowaru No. 45 Surabaya 60118, Tel. 031-5931800, Indonesia

email: [mastuki@untag-sby.ac.id](mailto:mastuki@untag-sby.ac.id)

### **ABSTRAK**

Penelitian sintesis kalsium ferrit pencampuran dari sintesis  $\text{CaCO}_3$  yang berbahan dasar batu kapur tuban dan sintesis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang berbahan dasar dari pasir besi lumajang. Dalam penelitian ini menggunakan variasi perbandingan massa dan temperatur tahan kalsinasi untuk mengetahui karakterisasi pembentukan kalsium ferrit. Pembentukan sintesis kalsium ferrit dari pencampuran sintesis  $\text{CaCO}_3$  yang di proses dari batu kapur menggunakan metode karbonasi dan sintesis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Selanjutnya, di proses menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi komposisi massa 1:6 dan 1:12 dengan penahanan waktu kalsinasi 3 jam pada temperatur suhu  $800^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$  dan  $1000^\circ\text{C}$ . Untuk mengetahui karakterisasi sintesis kalsium ferrit menggunakan Difraktogram Sinar-X (XRD) dan Variasi komposisi suhu massa 1:6 dan 1:12 dengan penahanan kalsinasi 3 jam pada temperature  $900^\circ\text{C}$ . untuk mengetahui butiran partikel kalsium ferit menggunakan pengujian Scanning Electron Microscope (SEM) .

**Kata kunci:** Kalsium ferrit , pasir besi , batu kapur, SEM

### **ABSTRACT**

Research on the synthesis of mixed calcium ferrite from the synthesis of  $\text{CaCO}_3$  which is made from Tuban limestone and the synthesis of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  which is based on iron sand of Lumajang. In this study, variations in mass ratio and calcination resistance temperature were used to characterize the formation of calcium ferrite. The formation of calcium ferrite synthesis from mixing the synthesis of  $\text{CaCO}_3$  which is processed from limestone using the method of carbonation and synthesis of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Furthermore, it was processed using the coprecipitation method with a mass composition variation of 1:6 and 1:12 with a holding time of 3 hours of calcination at temperatures of  $800^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$  and  $1000^\circ\text{C}$ . To determine the characterization of the synthesis of calcium ferrite using X-Ray Diffractogram (XRD) and Variation of the mass temperature composition of 1:6 and 1:12 with 3 hours of calcination detention at a temperature of  $900^\circ\text{C}$ . to determine the grains of calcium ferrite particles using Scanning Electron Microscope (SEM) testing.

**Keywords:** Calcium ferrite, iron sand, limestone, SEM

## PENDAHULUAN

Di era globalisasi ini perkembangan ilmu pengetahuan dalam bidang material sangatlah berkembang pesat. Dengan di dukung SDA (Sumber Daya Alam) Indonesia yang menjadi perhatian para ilmuwan karena sifat-sifatnya yang unik. Salah satunya adalah pasir besi yang sangat melimpah ruah di beberapa lereng gunung di Indonesia. Di daerah Kabupaten Lumajang adalah daerah penghasil pasir yang memiliki kandungan besi tinggi. Selain melimpah ruahnya pasir besi, Indonesia juga memiliki banyak hasil bumi. Diantaranya adalah batu kapur yang dikenal sebagai kalsium karbonat atau  $\text{CaCO}_3$ . Salah satunya daerah di Indonesia penghasil batu kapur adalah Kabupaten Tuban. Tapi, pemanfaatan kurang maksimal. Karena batu kapur di daerah Kabupaten Tuban masih di digunakan sebagai bahan baku bangunan pengganti batu bata dan beberapa batu kapur digunakan sebagai tanah urug. Padahal batu kapur mengandung  $\text{CaCO}_3$ . Seharusnya dengan melimpahnya pasir besi dan batu kapur di Indonesia dapat di optimalkan. Karna dapat menjadi peluang sebagai bahan industri dengan harga yang murah dan melimpahnya bahan-bahan tersebut. Dari latar belakang diatas tentang pasir besi yang memiliki mineral kemagnetan dan batu kapur yang memiliki kandungan kalsium karbonat yang masih satu unsur dengan barium. Scanning Electron Microscope (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menggambarkan sampel oleh memindai elektron dalam pola pemindaian raster. Elektron yang berinteraksi dengan pembentukan sampel atom menghasilkan sinyal yang memberikan informasi tentang topografi sampel, komposisi, dan lainnya properti. SEM dikombinasikan dengan EDX menginformasikan elemen dan distribusinya dari sampel. Pengujian SEM-EDX dilakukan pada sampel Kalsium Ferit yang memiliki fasa Kalsium Ferit lebih banyak komposisi data uji XRD (Mastuki, 2016)

## PROSEDUR EKSPERIMEN

### Proses Kalsium Ferit

Kalsium Ferit adalah proses pencampuran antara  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{CaCO}_3$  dengan menggunakan dengan perbandingan variabel 1 gram  $\text{CaCO}_3$  dicampur dengan 6 gram serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan 1 gram  $\text{CaCO}_3$  dicampur dengan 12 gram serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Pencampuran dari kedua serbuk menggunakan metode pencampuran basah, dimana masing-masing serbuk dilarutkan terlebih dahulu dengan cairan HCL 37%. Setelah pencampuran menjadi homogen, cairan tersebut di tetesi  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% hingga terdapat endapan berwarna merah ke coklat-coklatan. Setelah itu di uci dengan aquades agar tebebas dari kotoran.

### Pengujian

Pengujian yang dilakukan yaitu masing-masing pencampuran selanjutnya di lakukan *furnace* dengan temperatur  $800^\circ\text{C}$  ;  $900^\circ\text{C}$  ;  $1000^\circ\text{C}$  dengan masing-masing tahan waktu 3 jam. Dari proses diatas menghasilkan 6 sampel, dilakukan pengujian XRD dari masing-masing sampel. Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui karakteristik dari sampel uji tersebut dan pengujian SEM-EDX dari sampel 1:6  $900^\circ\text{C}$  dan 1:12  $900^\circ\text{C}$  untuk mengetahui susunan butir-butir dari sampel kalsium ferit tersebut.

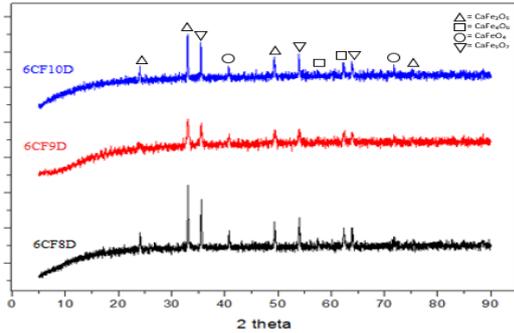
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil Uji X-ray Diffraction

Data penelitian berikut didapat dari sampel kalsium ferit yang di uji menggunakan XRD (X-Ray Diffraction) dengan presentase sintesis sampel sebagai berikut:

Suhu ( $^\circ\text{C}$ )	Waktu tahan (jam)	Fraksi Volume (%)			
		$\text{CaFeO}_4$	$\text{CaFe}_2\text{O}_5$	$\text{CaFe}_3\text{O}_6$	$\text{CaFe}_5\text{O}_7$
800	3	26,4%	29,1%	27,1%	21,0%
900	3	28,3%	25,1%	22,1%	24,5%
1000	3	20,3%	32,5%	22,1%	25,1%

Tabel 4. 1 Hasil Fraksi Volume Kalsium Ferit dengan perbandingan massa 1:6

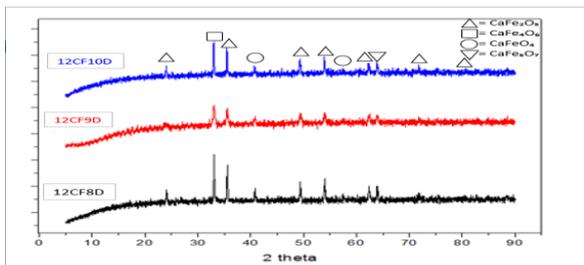


Gambar 4. 1 Pola xrd kalsium ferit dengan massa 1:6 pada sintering 800°C, 900°C, dan 1000°C selama masing-masing tahan waktu 3jam.

Seiring dengan penambahan waktu tahan sintering pada sudut yang sama puncak Ca-Fe-O yang muncul semakin tinggi hal ini mengidentifikasi bahwa terjadi pertumbuhan kristal pada setiap kenaikan suhu. Persentase fraksi volume terbesar adalah 32.5% yang terdapat pada fase  $CaFe_2O_5$  pada waktu tahan sintering 3 jam. Seperti yang terlihat pada gambar grafik diatas.

Suhu (°C)	Waktu tahan (jam)	Fraksi Volume (%)			
		$CaFeO_4$	$CaFe_2O_5$	$CaFe_3O_7$	$CaFe_2O_4$
800	3	20,1%	22,1%	29,2%	28,6%
900	3	23,9%	34%	18,8%	23,3%
1000	3	14,4%	38,8%	26,4%	20,2%

Tabel 4. 2 Hasil Fraksi Volume Kalsium ferit dengan perbandingan massa 1:12



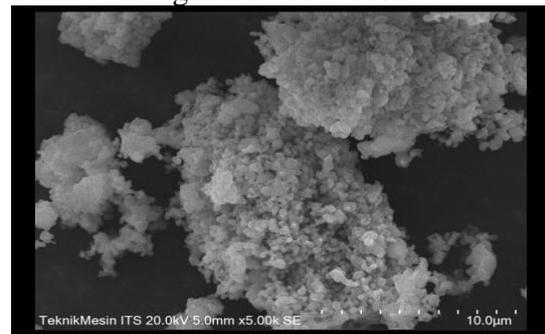
Gambar 4. 2 Pola xrd kalsium ferit dengan perbandingan massa 1:12 pada sintering 800°C, 900°C, dan 1000°C selama masing-masing tahan waktu 3jam.

Pola difraksi pada perbandingan 1:12 ini lebih banyak puncak tertinggi di bandingkan

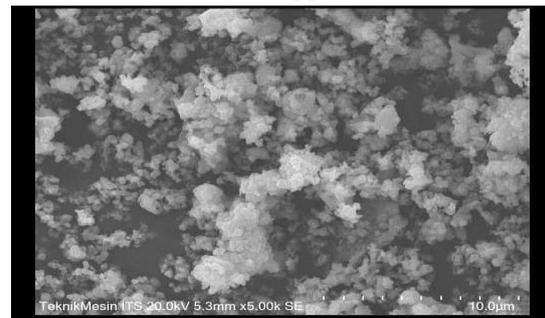
dengan pola difraksi 1:6.  $CaFe_2O_5$  semakin memperkokoh tingkat puncaknya dibandingkan dengan fase dari Ca-Fe-O ( $CaFe_3O_7$ ), yang semakin menurun di pola difraksi pada perbandingan 1:12 yang dimana presentase fase nya berada di 20,2% dengan temperatur 1000°C dengan tahan waktu 3jam.

Hasil Uji SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk serbuk sintesis kalsium ferit pada skala micro. Keuntungan uji SEM dibandingkan dengan mikroskop optik biasa adalah hasil gambar lebih besar.

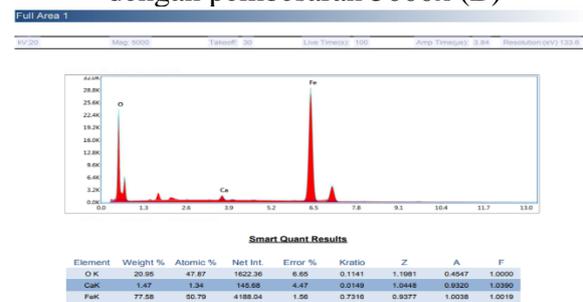


A



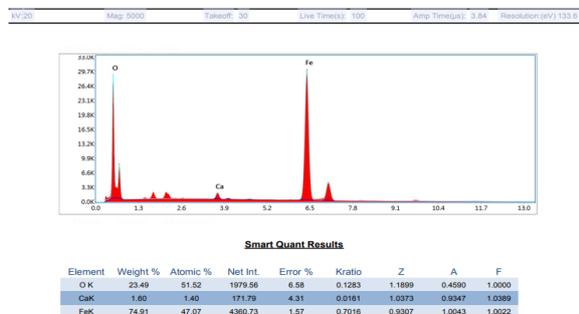
B

Gambar Hasil Uji SEM serbuk kalsium ferit 1:6 temperature 900°C dengan pembesaran 5000x (A) dan 1:12 temperature 900°C dengan pembesaran 5000x (B)



Gambar 4. 4 Pola SEM kalsium ferit dengan massa 1:6 pada sintering 900°C selama tahan waktu 3jam.

Hasil dari SEM menunjukkan bahwa kadar Fe di dalam kalsium ferit massa 1:6 pada sintering 900°C berada di posisi yang paling tinggi di antara kadar O dan Ca. Dengan tinggi Fe 77.58% dan di ikuti oleh O dengan hasil 20.95% dan Ca dengan hasil 1.47%. Bahwa butiran partikel Fe dalam sampel 1:6 dengan sintering 900°C lebih mendominasi dan di dapatkan puncak sudut-sudut tertentu dari setiap kadar Fe, Ca dan O.



Gambar 4.5 Pola SEM kalsium ferit dengan massa 1:12 pada sintering 900°C selama tahan waktu 3jam.

Hasil dari SEM menunjukkan bahwa kadar Fe di dalam kalsium ferit massa 1:12 pada sintering 900°C mengalami penurunan yang sangat signifikan. Hal tersebut dikarenakan perbandingan masa Fe lebih besar sehingga mempengaruhi pada nilai persentase. Berkurangnya nilai fase ini diakibatkan karena butiran fase tersebut membesar pada 1:12 dengan temperatur 900°C dengan waktu sinter 3 jam. Butiran fase yang membesar mengakibatkan nilai persentase menjadi kecil. Berbanding terbalik dengan massa Ca dan O yang titik puncaknya lebih tinggi di bandingkan dengan massa 1:6 temperatur 900°C. Dengan presentase Ca 1.60% dan O 23.49%.

## KESIMPULAN DAN SARAN

1. Proses sintesis dalam penelitian ini telah berhasil mendapatkan beberapa fase kalsium ferit yang diantaranya  $\text{CaFeO}_4$ ,  $\text{CaFe}_2\text{O}_5$ ,  $\text{CaFe}_4\text{O}_6$ ,  $\text{CaFe}_5\text{O}_7$ .
2. Pada variasi komposisi  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan perbandingan komposisi 1:12 memiliki fraksi volume kalsium ferit lebih besar dibandingkan variasi perbandingan komposisi 1:6. Hal ini disebabkan karena fase CaC lebih mengikat atau lebih dominan pada komposisi 1:6. Karena di komposisi 1:12 terlalu banyak ferit yang diberikan.
3. Pengaruh kenaikan temperatur pada proses kalsinasi mengakibatkan kenaikan presentase fraksi volume. Kenaikan fraksi volume tersebut diakibatkan karena puncak fase pada data hasil pengujian XRD mengecil seiring dengan semakin besar temperature suhu yang diberikan.
4. Hasil pengujian SEM menunjukkan indikasi dan ukuran partikel berukuran nano partikel terlihat diaglomerasi yang menunjukkan sifat magnetik partikel tersebut. EDAX Hasil penelitian menunjukkan bahwa unsur-unsur penyusun fasa adalah Fe, Ca, O dan terdapat sedikit pengotor Al, Si, Cu. Itu Hasil EDAX mengkonfirmasi atau menjelaskan tingkat kekasaran latar belakang dari hasil pengujian XRD.

Saran kedepannya untuk penelitian selanjutnya adalah :

1. Peneliti selanjutnya harap memperhatikan variabel dan juga temperature suhu kalsinasi untuk memaksimalkan pembentukan fase kalsium ferit dengan sempurna.
2. Harap diperhatikan setiap hasil analisa data pengujian setiap puncak fase kalsium ferit, agar lebih bisa untuk meminimalkan kesalahan pada perhitungan persentase fase.

### REFERENSI

- Mastuki, Malik A Baqiya, dan Darminto. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Ferrite menggunakan pasir besi dan batu kapur. Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh November. 2012.
- Tiwow,A, Rampe,J dan Arsyad,M 2018. Kajian Suseptibilitas Magnetik Bergantung Frekuensi terhadap Pasir Besi Kabupaten Takalar.
- Nenden Mulyaningsih, 2016 “Karakterisasi dan Analisis Struktur Kristal Material Barium Heksaferit dengan Variasi Suhu Annealing”.
- Helmi Syukriani, Arif Budiman, Dwi Puryanti “Pengaruh Temperatur Sintering Suseptibilitas Magnetik dan Struktur Stronsium Ferrit.
- Yashinta, Maria 2011. Jurnal Fisika UNDP, Analisis Struktur Kristalin Hematite yang disubstitusi Ion Manganes dan Ion Titanium.
- Zanur H, Putra , Astuti. Jurnal Fisika Unand Vol. 6, No. 2, April 2017.
- Sridianti, 2018. Pengertian Difusi dan Faktor yang Mempengaruhinya. <http://www.sridianti.com/pengertian-difusi-dan-faktor-yang-mempengaruhinya.html>
- Anwardah, 2017. Pengertian Difusi. <https://sainskimia.com/pengertian-difusi/>
- Mastuki, 2016. Characterization of Calcium Ferrite Phase from Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and CaCO<sub>3</sub> Based on Iron Sand and Limestone Using XRD and SEM-EDX Analysis.

