

EKSTRAKSI ZIRKON (ZrO_2) DARI PASIR ZIRKON KATINGAN SEBAGAI PREKURSOR SINTESIS OKSIDA PIROVSKIT $SrZrO_3$

Zircon Extraction (ZrO_2) from Sand Zircon Katingan as a Precursor of Synthesis of Oxide Pirovskit $SrZrO_3$

Edi Mikrianto *, Rahmat Yunus, Grafina Wahyuliani, Nurul Qomariah, Rahmat Amin, Mufti
Wardani

Program Studi Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat Jl. A. Yani Km. 36 Banjarbaru, Indonesia

*Surel: mikrianto@yahoo.co.uk

Abstract

The purpose of this research is to extraction of local zircon sand originating from Katingan district of Central Kalimantan for use as precursor of $SrZrO_3$ perovskite oxide synthesis using coprecipitation synthesis method. Zircon extraction was done using base method NaOH obtained 93,001% from 88,00% sample source. zircon sand extract and Sr (OH) 2 Stockiometric were reacted using coprecipitation synthesis method of variation of pH 10, pH 11 and pH 12 with 7 mL PEG volume. High purity synthesis results at pH 11 and high crystallinity at pH 10 with FWHM value of 0.1693. The result of rietveld analysis showed that the perovskite metal oxide structure $SrZrO_3$ has monoclined geometry with cell parameter $a = 5,46234 \text{ \AA}$; $b = 11,14568 \text{ \AA}$; and $c = 5,09930 \text{ \AA}$; $\alpha = \gamma = 90^\circ$ and $\beta = 94,578^\circ$ group space $I12 / c1$. Calculation of crystal size using Debye Scherrer equation obtained the smallest crystal size at pH 11 of 30,79 nm

Keywords: Katingan zircon sand, extraction, perovskite, crystallinity, Debye Scherrer

1. PENDAHULUAN

Indonesia memiliki sumberdaya pasir zirkon yang cukup besar yang hingga kini belum dimanfaatkan secara maksimal. Deposit pasir zirkon yang berpotensi untuk dilakukan proses eksplorasi dan produksi terdapat di daerah kepulauan Riau, Bangka Belitung, dan pulau Kalimantan. Pulau Kalimantan merupakan salah satu wilayah deposit pasir zirkon yang cukup besar dengan cadangan pasir zirkon terutama di propinsi Kalimantan Tengah yaitu sekitar 5.410.484.720 ton (Sudarto *et al.* 2008), sedangkan yang terukur disekitar daerah aliran sungai (DAS) Kalimantan Tengah yaitu 6,556 juta ton dengan kandungan zirkonium silikat ($ZrSiO_4$) sekitar 2,615 juta ton (Herman 2007).

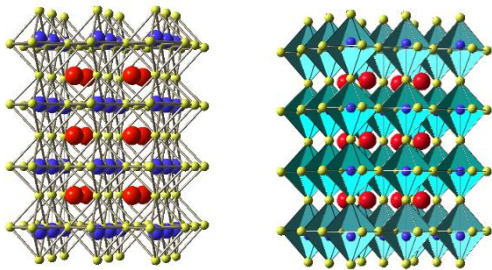
Pasir mineral zirkon di Kalimantan Tengah biasanya dihasilkan dari sisa penambangan emas ataupun dari hasil penambangan pasir zirkon (*pasir puya*). Konsentrat zirkon yang dihasilkan dari proses tersebut biasanya masih cukup rendah dan selanjutnya akan di ekspor ke luar negeri dengan harga yang rendah pula. Kegiatan ekspor konsentrat zirkon tersebut dinilai kurang efektif, mengingat pasir zirkon mempunyai banyak aplikasi dalam berbagai bidang salah satunya sebagai prekursor sintesis oksida logam perovskit untuk material feroelektrik kapasitor.

Sementara itu perkembangan industri dalam bidang elektronika yang semakin pesat dan didukung oleh perkembangan teknologi material khususnya material feroelektrik kapasitor maka pengolahan pasir zirkon untuk dijadikan prekursor menjadi hal yang menarik untuk dilakukan penelitian sintesis oksida logam. Salah satu material oksida logam yang dapat berfungsi sebagai material feroelektrik kapasitor adalah oksida logam perovskit karena mempunyai sifat feroelektrik potensial yang unggul sebagai keramik permitivitas tinggi, kapasitansi tinggi.

Sintesis oksida logam perovskit ditentukan oleh ukuran jari-jari kation A dan B penyusun oksida perovskit. Hal ini dikarenakan pada umumnya yang menentukan struktur dari padatan ionik adalah besarnya ukuran, perbandingan stoikiometri dan sifat kimia ion-ion penyusunnya (Mikrianto & Mujiyanti, 2011). Berbagai metode sintesis dapat dilakukan untuk mensintesis oksida logam perovskit salah satunya metode sintesis kopresipitasi seperti yang pada sintesis oksida perovskit $ZnTiO_3$ (Mikrianto *et al.* 2015)

Metode kopresipitasi merupakan metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. Lu *et al.* (2007) menyatakan sintesis oksida logam dengan metode kopresipitasi mempunyai beberapa

keunggulan diantaranya dapat menghasilkan distribusi ukuran butir yang relatif sempit, dapat menumbuhkan film tipis dielektrik dengan kualitas yang baik dan dapat disintesis pada kondisi lingkungan yang normal. Sintesis oksida logam perovskit dengan metode kopresipitasi oleh Mikrianto *et al.* (2015) menghasilkan oksida perovskit $ZnTiO_3$ dengan ukuran partikel 53,47 nm pada pH 11. Berdasarkan penelitian tersebut, maka pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan prekursor $Zr(OH)_4$ hasil ekstraksi dan $Sr(NO_3)_2$ akan disintesis hingga menghasilkan senyawa target $SrZrO_3$ dengan variasi pH 10, 11, dan 12.



Gambar 1. Struktur Perovskite (Mikrianto *et al.* 2016)

Oksida logam perovskit hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan metode difraksi sinar-X (XRD) untuk mengidentifikasi kristal yang terbentuk. Analisis dilengkapi dengan metode *Rietveld* untuk menentukan struktur ideal dari oksida perovskit. Produk oksida perovskit juga akan di karakterisasi menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur morfologi kristal.

2. METODE

2.1 Sampling dan Preparasi Sampel

Lokasi pengambilan sampel pasir mineral zirkon adalah pertambangan pasir puya (zirkon) desa Bangkuang, Kecamatan Tewang Sangalang Garing, Kabupaten Katingan, Kalimantan Tengah. Pasir mineral dikumpulkan, lalu dilakukan pemisahan antara pasir mineral zirkon (berwarna hitam kemerahan) dengan pasir kuarsa (berwarna putih) melalui proses pendulangan. Pasir mineral zirkon yang dihasilkan dicuci menggunakan air panas lalu dikeringkan. Pasir zirkon yang telah kering ditambahkan dengan aquades hingga berbentuk pasta. Sampel dimasukkan ke wadah plastik, kemudian di sentrifugasi dengan kecepatan 1000 rpm selama 1 jam. Lapisan mineral zirkon diambil dan dipanaskan dengan oven pada suhu 200°C hingga diperoleh massa konstan. Pasir zirkon sebanyak 5 gram dianalisis dengan X-ray

Fluorescence (XRF) untuk mengetahui kandungan mineralnya.

2.2 Ekstraksi Pasir Zirkon

Serbuk zirkon sebanyak 20 gram dan 22 gram NaOH dicampurkan dalam cawan porselin. Campuran didestruksi pada suhu 700°C selama 3 jam dalam *furnace*. Hasil destruksi didinginkan dalam suhu ruang kemudian dilindi dengan aquades sebanyak 3 kali. Tiap kali pelindian digunakan air suling sebanyak 300 ml untuk setiap 10 g hasil leburan. Pelindian dilakukan dengan memasukkan hasil leburan dalam erlenmeyer kemudian digojok dengan kecepatan pengadukan sebesar 180 rpm dalam waktu 1 jam. Residu hasil pelindian dari tiap-tiap tingkat dikeringkan, kemudian dilindi dengan HCl. Pelindian dengan HCl dilakukan dengan cara dan alat yang sama dengan pelindian dengan air. Kondisi operasi yang digunakan adalah HCl 10% sebanyak 300 ml untuk tiap 10 g residu hasil pelindian dengan air, kecepatan pengaduk 180 rpm dan waktu 1 jam. Hasil pelindian dipisahkan dengan penyaringan, filtrat yang diperoleh kemudian diendapkan dengan NH_4OH 12,5 % hingga terbentuk endapan putih $Zr(OH)_4$. Endapan $Zr(OH)_4$ dipanaskan pada suhu 110°C hingga diperoleh massa konstan. Hasil ekstraksi sebanyak 5 gram dianalisis dengan XRF untuk mengetahui persentase kemurniannya.

2.3 Sintesis Oksida Perovskit $SrZrO_3$

Larutan $Zr(OH)_4$ dibuat dengan melarutkan 2,2601 g $Zr(OH)_4$ dengan aquademineral hingga jenuh. Larutan $Sr(NO_3)_2$ dibuat dengan melarutkan 2,827 g $Sr(NO_3)_2$ dengan aquademineral, hingga jenuh. Masing-masing dilarutkan dengan pengadukan konstan menggunakan pengaduk magnetik pada suhu 60°C dengan kecepatan 400 rpm hingga serbuk logam terlarut dan menjadi jenuh. Larutan $Zr(OH)_4$ dan $Sr(OH)_2$ yang telah disiapkan kemudian dicampurkan. Pada larutan yang terbentuk kemudian ditambahkan larutan KOH 1,5 M dengan variasi pH 10, 11, dan 12. Larutan ditambahkan dengan PEG sebanyak 7 ml kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik selama 1 jam hingga terbentuk endapan. Endapan disaring dengan kertas saring *Whatman* No.42 menggunakan corong *Buchner*. Endapan tersebut dicuci dengan metanol 99,8 % dan aquademineral hingga didapat filtrat dengan pH netral. Selanjutnya endapan dikeringkan dengan oven pada suhu 200°C selama 4 jam hingga diperoleh endapan kering. Endapan kering

yang diperoleh kemudian dikalsinasi pada suhu 750°C selama 4 jam hingga terbentuk kristal oksida perovskit.

2.4 Karakterisasi XRD

Sampel hasil sintesis dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) dari sumber sinar logam Cu. Produk senyawa target yang terbentuk dilakukan analisa produk dengan membandingkan database PDF (*Powder Diffraction File*) dan untuk menentukan kepastian struktur oksida aurivillius yang terbentuk dilakukan refinemen menggunakan metoda pengindeksan dengan metode *rietveld* analisis *Le Bail* untuk menentukan parameter sel satuan, grup ruang, bentuk geometri dan indeks Miller. Data difraksi sinar-x diambil dari sudut (2θ) 10° sampai dengan 90° dengan selang 0,05°. Difraktogram yang diperoleh berupa grafik hubungan antara intensitas puncak dan sudut difraksi (2θ).

3 HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Ekstraksi Logam Zirkonium Pasir Zirkon

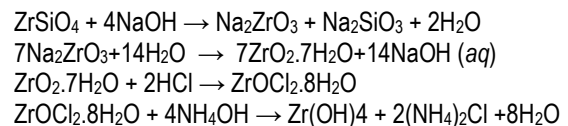
Daerah Katingan memiliki sumberdaya pasir zirkon sebesar 8.855.120 ton. Endapan pasir zirkon asal Katingan memiliki warna konsentrat hitam, terendapkan bersama endapan aluvial dan sedimen lainnya sehingga perlu diolah lebih lanjut untuk menggasilkan senyawa yang lebih murni (Yusuf *et al.*, 2006). Pasir Zirkon asal Katingan sebelumnya diidentifikasi menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan unsur didalamnya. Hasil XRF menunjukkan kandungan Zr yang tinggi sehingga layak untuk dilakukan proses ekstraksi. Hasil data XRF ditampilkan pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil uji kandungan pasir zirkon katingan menggunakan XRF

| Unsur | Persentase (%) |
|-------|----------------|
| Zr | 88.0% |
| Si | 1.8% |
| Ti | 6.17% |
| Fe | 1.59% |
| Hf | 1.27% |

Pasir zirkon diekstraksi dengan cara mendestruksi pasir zirkon dengan alkali NaOH perbandingan 1 : 1,1 pada temperatur 700 °C selama 3 jam (Sudjoko & Triyono 2008). Residu hasil destruksi dicuci dengan aquades untuk memisahkan natrium zirkonat dengan natrium silikat. Natrium silikat pada sampel akan larut dalam

aquades sedangkan natrium zirkonat dalam sampel tidak larut aquades. Pencucian sampel dilakukan dengan proses pengojokan selama 1 jam pada kecepatan 180 rpm. Pengojokan dilakukan sebanyak 3 kali dengan perlakuan yang sama (Sudjoko & Triyono, 2008). Selama proses pencucian sampel akan terjadi reaksi hidrolisis, yakni pemecahan senyawa dengan bantuan reaksi dalam H₂O. Sampel hasil pengojokan kemudian ditambahkan dengan larutan asam klorida. Penambahan asam klorida bertujuan untuk mengkonversi zirkonat hidrous yang masih ada mengandung natrium zirkonat menjadi zirkonoksi klorida. Zirkonoksi klorida yang terbentuk (berwarna kuning) diendapkan dengan ammonium hidroksida membentuk zirkonium hidroksida. Endapan zirkonium hidroksida kemudian disaring untuk memisahkan antara endapan dan filtrat yang masih tersisa. Penyaringan endapan dilakukan menggunakan alat *buchner*. Hasil pada tabel 2 endapan dikeringkan pada oven temperatur 200 °C (Senyan 2013), reaksi yang terjadi :



Selanjutnya serbuk Zr(OH)₄ yang telah diperoleh dari ekstraksi disintesis untuk membentuk senyawa oksida logam perovskit SrZrO₃ dan dianalisis struktur kristalnya menggunakan XRD dan analisis morfologi permukaan oksida logam perovskit SrZrO₃ dengan alat SEM.

Tabel 2. Hasil uji kandungan pasir zirkon Katingan hasil ekstraksi menggunakan XRF

| Unsur | Persentase (%) |
|-------|----------------|
| Zr | 93.001 % |
| Si | 0.492 % |
| Ti | 2.152 % |
| Fe | 2.072 % |
| Hf | 1.132 % |

3.2 Sintesis Oksida Logam Perovskit SrZrO₃ Menggunakan Metode Kopesipitasi

Senyawa oksida logam perovskit dengan struktur ABO₃ yaitu SrZrO₃ telah disintesis menggunakan metode kopesipitasi. Metode sintesis ini relatif mudah dan tidak memerlukan biaya yang tinggi. Penelitian yang telah dilakukan oleh Mikrianto *et al.* (2015) telah berhasil mensintesis oksida logam perovskit ZnTiO₃ dengan menggunakan metode

kopresipitasi. Senyawa oksida perovskit yang telah disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi diharapkan dapat memiliki kristalinitas tinggi dan memiliki ukuran partikel kecil.

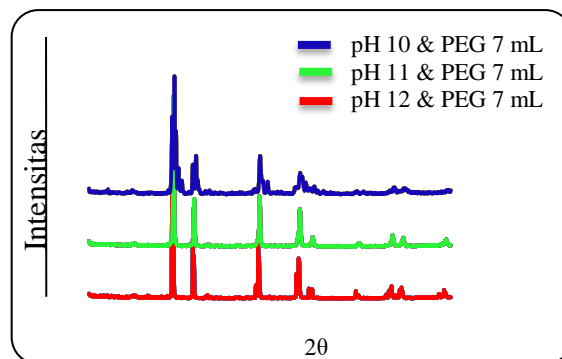
Tahap awal yang dilakukan adalah menghitung oksida-oksida penyusunnya secara stoikiometri. Hasil perhitungan untuk memperoleh 3 gram SrZrO_3 digunakan antara lain senyawa Zr(OH)_4 sebanyak 2,2558 gram dan senyawa $\text{Sr(NO}_3)_2$ sebanyak 2,8216 gram. Proses selanjutnya yaitu pembuatan larutan Zr(OH)_4 dan $\text{Sr(NO}_3)_2$. Serbuk Zr(OH)_4 2,2558 gram dilarutkan dalam 5 mL akuademineral dan serbuk $\text{Sr(NO}_3)_2$ sebanyak 2,8216 gram dalam 5 mL akuademineral. Larutan Zr(OH)_4 merupakan sumber ion Zr^{4+} untuk oksida perovskit, sedangkan larutan $\text{Sr(NO}_3)_2$ merupakan sumber ion Sr^{2+} untuk oksida perovskit. Proses pelarutan Zr(OH)_4 dan $\text{Sr(NO}_3)_2$ dilakukan dengan pengadukan magnetik pada suhu 60°C dengan kecepatan 400 rpm.

Larutan Zr(OH)_4 dan $\text{Sr(NO}_3)_2$ yang telah disiapkan selanjutnya dicampurkan. Larutan yang terbentuk ditambahkan larutan KOH 1,5 M dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 1 jam untuk memastikan pengendapan ion logam terjadi sempurna dan homogen (Berchmans *et al.*, 2008). Larutan KOH 1,5 M kemudian ditambahkan ke dalam campuran larutan tersebut sampai didapat larutan pH 10, 11 dan 12. Penambahan larutan KOH bertujuan sebagai bahan pengendap campuran kation-kation logam oksida perovskit (Jadhav *et al.*, 2008). Proses dilanjutkan dengan menambahkan 7 mL larutan PEG 200 ke dalam larutan.

Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring *Whatman* dengan corong *buchner*. Endapan yang dihasilkan kemudian dinetralkan dengan akuademineral dan metanol hingga pH 7. Endapan yang telah dinetralkan kemudian dikeringkan di dalam oven suhu 100°C selama 4 jam untuk menghilangkan kandungan air sehingga diperoleh endapan kering. Metanol digunakan sebagai pahan pencuci pada endapan yang terbentuk karena kelarutan KOH yang tinggi dalam metanol, selain itu bahan metanol juga mudah menguap (titik didih $64,5^\circ\text{C}$) sehingga endapan lebih cepat kering. Endapan kering yang didapat selanjutnya dikalsinasi menggunakan *furnace* hingga suhu 750°C yang bertujuan agar hasil sintesis memiliki struktur kristal yang murni.

3.3 Karakterisasi Oksida Logam Perovskit SrZrO_3 dengan X-ray Diffraction (XRD)

Hasil sampel oksida logam perovskit SrZrO_3 dikarakterisasi dengan XRD, menggunakan panjang gelombang (λ) radiasi $\text{CuK}\alpha$ sebesar $1,54056 \text{ \AA}$, pada rentang 2θ yaitu 10° sampai 90° . Hasil karakterisasi XRD dengan variasi pH 10, 11 dan 12 disajikan pada Gambar 2, menunjukkan adanya puncak-puncak sempit dan tajam yang mengindikasikan bahwa material berbentuk kristal. Difraktogram hasil karakterisasi senyawa oksida logam perovskit SrZrO_3 semua variasi ditampilkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Difraktogram senyawa oksida logam SrZrO_3 variasi pH 10, 11, dan 12

Pada Gambar 2 hasil karakterisasi oksida logam perovskit SrZrO_3 dengan variasi pH 10, 11 dan 12. Hasil sintesis pada pH 10, pH 11 dan pH 12 menunjukkan keberadaan fasa oksida perovskit SrZrO_3 . Keberadaan puncak fasa perovskit tersebut mempunyai kemiripan dengan puncak difraksi oksida perovskit induk ZnTiO_3 dengan data JCPDS FOM 0,030/1/10 Card 21-1197. Intensitas puncak tertinggi untuk variasi pH 10 terdapat pada $2\theta = 28,6334^\circ$ dengan nilai 1609,4; pH 11 terdapat pada $2\theta = 28,7065^\circ$ dengan nilai 1870,4; dan pH 12 terdapat pada $2\theta = 28,4151^\circ$ dengan nilai 988,2.

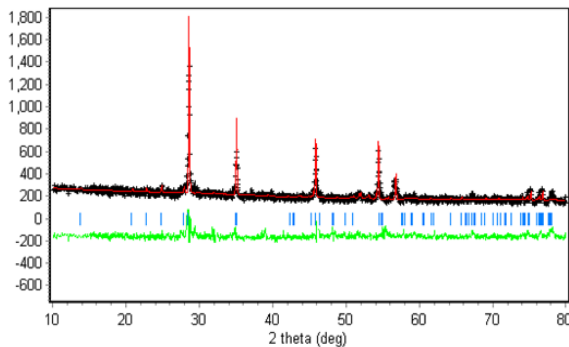
Kualitas kristal juga dapat dilihat dengan menggunakan metode FWHM (*Full Width at Half Maximum*). Semakin kecil nilai FWHM dan luas area maka akan menunjukkan kecenderungan bahwa bahan tersebut mempunyai kualitas kristal yang tinggi (Suryanarayana & Norton, 1998). Nilai kristalinitas suatu kristal ini sangatlah penting dalam berbagai aplikasinya seperti pengaplikasian pada bahan kapasitor.

Hasil sintesis menggunakan metode kopresipitasi pada variasi pH 10 dan volume PEG 7 mL adalah nilai FWHM dan luas area yang paling kecil dibandingkan dengan variasi pH 11 dan pH 12 (Tabel 3). Nilai FWHM dan luas area yang lebih kecil pada variasi pH 10 dan volume PEG 7 mL menunjukkan bahwa hasil sintesis memiliki

kristalinitas tinggi. Intensitas tertinggi dihasilkan pada variasi pH 11 yang menunjukkan bahwa pada hasil sintesis variasi tersebut produk yang dihasilkan lebih banyak. Penggunaan KOH sebagai *mineralizer* menghasilkan nilai kristalinitas tinggi. Pada pH yang lebih tinggi membentuk produk lain. Penambahan PEG untuk mengontrol pembentukan kristal pada sampel oksida logam perovskit SrZrO₃ sehingga ukuran kristal relatif kecil.

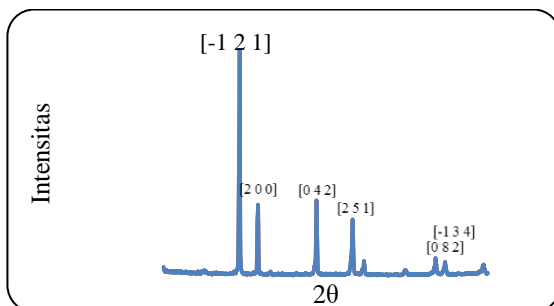
Tabel 3. Hasil sintesis oksida logam perovskit SrZrO₃ variasi pH 10, 11 dan 12

| Sampel | Faktor Perbandingan | | | luas area |
|--------|---------------------|------------|--------|-----------|
| | 2θ | intensitas | FWHM | |
| pH 10 | 28,6334° | 1609,4 | 0,1693 | 0,11 |
| pH 11 | 28,7065° | 1870,4 | 0,2665 | 0,17 |
| pH 12 | 28,4151° | 988,2 | 0,3193 | 0,20 |



Gambar 3. Rietveld oksida logam perovskit SrZrO₃ hasil sintesis kopresipitasi pH 11

Hasil difraksi oksida logam perovskit SrZrO₃ kemudian diolah dengan metode *Rietveld* menggunakan program *Rietica*. Metode ini berfungsi untuk mencocokkan/menghaluskan pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur. Dari metode ini dihasilkan nilai indeks Miller, parameter sel, grup ruang, dan bentuk geometri dari oksida logam perovskit SrZrO₃.



Gambar 4. Difraktogram oksida logam perovskit SrZrO₃ hasil sintesis menggunakan metode kopresipitasi variasi pH 11

Tabel 4. Sistem kristal, grup ruang dan parameter sel senyawa oksida perovskit SrZrO₃ variasi pH 11 hasil indeks analisis rietveld

| Parameter | Metode Kopresipitasi |
|-------------------|--|
| Sistem kristal | Monoklin |
| Grup ruang | I 1 2/c 1 |
| Parameter sel [Å] | a : 5,46234 Å b : 11,14568 Å c : 5,09930 Å |
| Sudut | α = γ = 90° β = 94,578° |

3.4 Ukuran Kristal Oksida Logam Perovskit SrZrO₃

Penentuan ukuran kristal dengan persamaan Debye Scherrer dapat digunakan dengan dengan cara mengambil puncak tertinggi yang paling jelas pada pola difraktogram. Nilai yang digunakan adalah panjang gelombang λ = 0,15406, K = 0,89, 2θ dan FWHM dari hasil uji XRD. Berikut hasil perhitungan ukuran kristal dengan persamaan Debye Scherrer di bawah ini :

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

$$\ln \beta = \ln \frac{K \lambda}{D \cos \theta} \quad (2)$$

$$\ln \beta = \ln \frac{K \lambda}{D} + \ln \frac{1}{\cos \theta} \quad (3)$$

$$\ln = \frac{K \lambda}{D} = \text{intersep...} \quad (4)$$

$$D = \frac{K \lambda}{\text{intersep}} \quad (5)$$

dimana D adalah ukuran kristal, K adalah faktor bentuk kristal (0.89), λ adalah panjang gelombang sinar x (0,154056 nm), β adalah *FullWidth at Half Maximum* (FWHM) (rad) dan θ adalah sudut difraksi dari puncak tertinggi. Untuk partikel berukuran nanometer, biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristalinitas. Dengan demikian, ukuran kristalinitas yang diprediksi dengan metode Debye Scherrer juga merupakan ukuran partikel (Abdullah & Khairurrijal 2009).

Tabel 5. Ukuran kristal (Crystallite Size) oksida perovskit SrZrO₃

| Sampel | Faktor Perbandingan | | | Ukuran Kristal (nm) |
|--------|---------------------|--------|--------------|---------------------|
| | 2θ | FWHM | FWHM rad (β) | |
| pH 10 | 28,6334° | 0,1693 | 0,0030 | 74,41 |
| pH 11 | 28,7065° | 0,2665 | 0,0047 | 30,79 |
| pH 12 | 28,4151° | 0,3193 | 0,0056 | 33,45 |

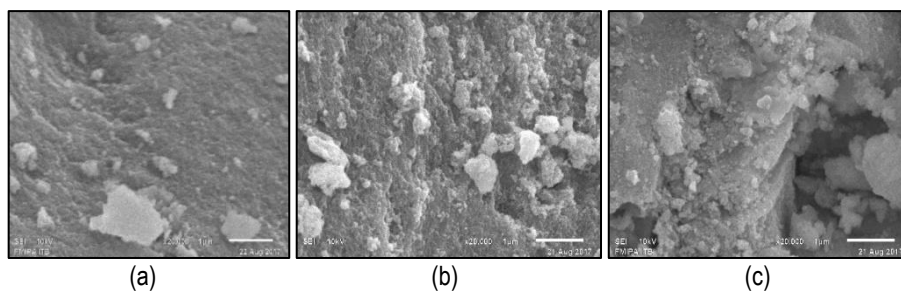
Tabel 5 memperlihatkan ukuran kristal senyawa oksida logam perovskit SrZrO_3 yang disintesis pada pH yang bervariasi menghasilkan ukuran kristal yang berbeda-beda. Hal ini menunjukkan bahwa pH larutan sintesis berpengaruh terhadap ukuran kristal. Faktor yang berpengaruh terhadap ukuran kristal yang dihasilkan yaitu laju pembentukan inti dan laju pertumbuhan kristal. Laju pembentukan inti dan laju pertumbuhan kristal dipengaruhi oleh kelarutan dan supersaturasi. Kondisi kelarutan dan supersaturasi ini dipengaruhi nilai pH pada sampel.

Berdasarkan tabel 4 hasil sintesis pada kondisi pH 11 memiliki ukuran kristal yang paling kecil sebesar 30,79 nm. Ukuran kristal pada kondisi pH 10 dan pH 12 sebesar 74,41 nm dan 33,45 nm. Kondisi pH 11 menunjukkan ion OH^- lebih sedikit dibandingkan dengan kondisi pH 10 dan pH 12. Keberadaan ion OH^- yang sedikit mengarahkan ke

sifat kelarutan semakin tinggi dan pada kondisi ini terjadi supersaturasi cukup tinggi. Kondisi supersaturasi yang cukup tinggi akan mendorong adanya laju pembentukan inti baru. Jika laju pembentukan inti tinggi, banyak sekali kristal yang akan terbentuk tetapi dengan ukuran yang kecil sehingga hasil sintesis pH 11 memiliki ukuran kristal yang kecil.

3.5 Karakterisasi SEM Oksida Logam Perovskit SrZrO_3

Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk mempelajari morfologi permukaan suatu sampel. Sampel yang dianalisis adalah oksida logam perovskit SrZrO_3 dengan variasi pH 10, 11, 12 dan penambahan volume PEG sebanyak 7 mL. Karakterisasi dan analisis hasil sintesis menggunakan SEM dilakukan dengan perbesaran 20.000x.



Gambar 5. Hasil sintesis karakterisasi SEM (1) pH 10 (a), (2) pH 11 (b) dan (3) pH 12 (c) perbesaran 20.000 x

Karakterisasi dan analisis hasil sintesis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel padatan. Nilai pH mempunyai dampak pada morfologi dan ukuran partikel karena nilai pH dapat mempengaruhi daya larut pereaksi dan rasio konfigurasi ion yang dapat larut dan mengendap (Qingzhu *et al.* 2011). Morfologi dan ukuran partikel dapat dihubungkan dengan pengaruh prekursor serta laju pembentukan inti (nukleasi) dan laju pertumbuhan inti butiran. Penyebab dari terjadinya pembentukan inti dimungkinkan karena proses khelasi KOH dengan Sr^{2+} dan Zr^{4+} menghambat pertumbuhan kristal sehingga ukuran partikel yang dihasilkan berukuran kecil.

4. SIMPULAN

Simpulan penelitian adalah sebagai berikut.

1. Ekstraksi pasir zirkon asal Katingan menggunakan metode basa NaOH diperoleh 93,001% dari 88,00%.

2. Hasil ekstraksi pasir zirkon sebagai prekursor sintesis oksida logam perovskit SrZrO_3 menggunakan kopresipitasi diperoleh kemurnian yang lebih tinggi pada pH 11 dan volume PEG 7 mL.
3. Struktur Oksida logam perovskit SrZrO_3 hasil sintesis bergeometri monoklin dengan parameter sel $a = 5,46234 \text{ \AA}$; $b = 11,14568 \text{ \AA}$; dan $c = 5,09930 \text{ \AA}$ dengan grup ruang dan sistem kristal $I 1 2/c 1$ $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 94,578^\circ$.
4. Ukuran kristal terkecil diperoleh pada pH 11 sebesar 30,79 nm.

Disarankan bahwa perlu ditentukan struktur secara detail dengan analisis difraksi-x resolusi tinggi dan pengolahan data *rietveld*.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan kepada Kemenristekdikti yang telah mendanai penelitian ini dan mahasiswa Program Studi Kimia FMIPA ULM yang membantu dalam penelitian ini.

6. DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah M, Khairurrijal. 2009. Karakterisasi nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi* 2, 1-9.
- Berchmans LJ, Sindhu R, Angappan S, Augustin CO. 2008. Effect of antimony substitution on structural and electrical properties of LaFeO₃. *Journal of Materials Processing Technology*. 207, 301-306.
- Jadhav AD, Gaikwad AB, Samuel V, Ravi V. 2007. A low temperature route to prepare LaFeO₃ and LaCoO₃. *Materials Letters*. 61, 2030-2032.
- Herman DZ. 2007. Kemungkinan sebaran zirkon pada endapan *placer* di Pulau Kalimantan. *Jurnal Geologi Indonesia*, 2(2), 87-96.
- Lu AH, Salabas EL, Schüth F. 2007. Magnetic nanoparticles: synthesis, protection, functionalization and application. *Angewandte Chemie International Edition*. 46, 1222-1244.
- Mikrianto E, Mujiyanti DR. 2011. Sintesis dan penentuan struktur senyawa oksida logam piroklor tipe Sr₂Nb₂O₇ dan Ba₂Nb₂N₇. *Sains dan Terapan Kimia*, 5(1), 57-60.
- Mikrianto E, Ariyani D, Mujiyanti DR, Simanungkalit DH. 2015. Ukuran partikel hasil sintesis oksida perovskit ZnTiO₃ dengan Metode Kopesipitasi. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*: 158-161.
- Morita T. 2010. Piezoelectric materials synthesized by the Hydrothermal Method and their applications. *Materials*. 3, 5236-5245.
- Rahayu S, Astuti, Mardiyanto. 2013. Sintesis bahan piezoelektrik BNT-BT dengan penambahan Ta₂O₅ menggunakan Metode *Solid State Reaction*. *Jurnal Fisika Unand* 2(4), 1-8.
- Sudarto, Kallista D, Hermawan D. 2008. Kajian teknis aspek pengawasan bahan nuklir dalam pasir zirkon. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi, Pusat Pengkajian Sistem Teknologi dan Pengawasan Instalasi Bahan Nuklir. 2* : 30-38.
- Sudjoko D, Triyono. 2007. Peningkatan kualitas zirkonia hasil olah pasir zirkon. *Ganendra*. 11(1), 11-17.
- Suryanarayana C, Norton MG. 1998. *X-Ray Diffraction A Partical Approach*. Plenum Publishing Corporation, New York.
- Zanetti SM, Silva SA. 2007. Synthesis and characterization of bismuth zinc niobate pyrochlore nanopowders. *Material Research* 10(3), 261-262.

