



Studi Pengaruh Waktu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan Kristalinitas Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$

Vita Amalia, Edi Mikrianto^{*)}, Rahmat Yunus

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat

^{*)}Email korespodensi : edimikrianto@ulm.ac.id

Submitted: 30 April 2025; Accepted: 24 Mei 2025

ABSTRACT– Kalimantan has the potential for abundant mineral resources, one of which is iron (Fe) ore which can be utilized as a precursor in the synthesis of pyrochlore metal oxides. The magnetic properties in iron sand provide great opportunities for applications in various fields, including electronics and catalysts. This study aims to examine the crystallinity of $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ -type pyrochlore oxide synthesized and determine its crystal particle size using the *Debye-Scherrer* calculation method. The research stages include the extraction of iron precursors from iron ore and the synthesis of pyrochlore oxide using the hydrothermal method. The results showed that at a reaction time of 5 hours with a temperature of 180 °C, the FWHM and area values produced were 0.03 and 0.02, which were the smallest values compared to other conditions. In contrast, at a reaction time of 10 hours with the same temperature, the FWHM and area values reached 0.19 and 0.12, which were the largest values. The particle size of $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ pyrochlore oxide was measured based on the intensity of the highest 2 θ peak. The results show that in the 5-hour reaction at 180 °C, the crystal particle size is 394.66 nm, while in the 10-hour reaction at the same temperature, the crystal size is reduced to 52.02 nm. It can be concluded that $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ -type pyrochlore oxide synthesized at 5 hours with a temperature of 180 °C produces crystals with the smallest FWHM value (0.03), smallest area (0.02), and largest crystal size (394.66 nm). In contrast, synthesizing for 10 hours produced a larger FWHM value (0.19), larger area (0.12), and smaller crystal size (52.02 nm).

KEYWORD: Feroelectric-catalyst; Hydrothermal; Iron hematite (Fe_2O_3); Pyrochloric metal oxide; Zirconium oxide.

PENDAHULUAN

Inovasi di sektor industri elektronik telah menjadi sorotan di tingkat global. Salah satu faktor yang mendorong inovasi tersebut adalah fenomena feroelektrik, yang telah diaplikasikan secara luas di berbagai bidang, termasuk industri dan energi terbarukan (Adnan et al., 2024). Menurut Adnan *et al.*, (2022), sifat material feroelektrik terus diteliti dan dikembangkan karena potensinya untuk diterapkan pada berbagai aplikasi, terutama dalam industri elektronik. Salah satu contoh penerapannya adalah pada produksi kapasitor, komponen elektronik yang mampu menyimpan muatan dan energi (Shahab *et al.*, 2020). Selain perkembangan di sektor elektronik, kemajuan dalam industri katalisis juga didukung oleh pengembangan teknologi material. Katalis memainkan peran penting dalam mempercepat reaksi kimia, terutama dalam produksi bahan kimia dasar yang digunakan di berbagai produk industri (Ramadhanti, 2024).

Oksida piroklor merupakan salah satu jenis oksida logam dengan rumus umum ($A_2B_2O_7$) dan struktur kubik dengan grup ruang $Fd3m$. Dalam struktur ini, semua atom menempati posisi tertentu secara spesifik (Mikrianto *et al.*, 2011). Berdasarkan penelitian Mikrianto *et al.*, (2014), senyawa piroklor memiliki beragam fungsi sehingga memerlukan eksplorasi lebih lanjut. Penentuan struktur piroklor dipengaruhi oleh ukuran kation A dan B, di mana kation A biasanya berupa logam dengan valensi +3 atau +2 (seperti besi), sedangkan kation B adalah logam dengan valensi +4 atau +5 (seperti zirkon). Oksida piroklor dikenal memiliki sifat katalitik yang bermanfaat untuk berbagai reaksi kimia, termasuk oksidasi dan sintesis senyawa tertentu (Anantharaman & Dasari, 2021).

Kalimantan, sebagai salah satu wilayah di Indonesia, memiliki sumber daya mineral yang kaya, termasuk bijih besi (Fe). Mineral-mineral seperti magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha-Fe_2O_3$), dan maghemit ($\gamma-Fe_2O_3$) merupakan bentuk senyawa besi yang banyak ditemukan di alam (Sirait *et al.*, 2022). Namun, potensi ini belum dimanfaatkan secara optimal. Pasir besi, yang memiliki sifat magnetik, dapat digunakan dalam berbagai aplikasi seperti elektronika dan katalisis. Salah satu pemanfaatannya adalah konversi pasir besi menjadi nanopartikel oksida besi melalui proses ekstraksi untuk menghasilkan prekursor besi hematit (Fe_2O_3). Selain itu, zirkonium juga digunakan sebagai prekursor dalam sintesis oksida piroklor. Zirkonium dioksida (ZrO_2) merupakan material semikonduktor yang sangat cocok untuk aplikasi fotokatalisis karena memiliki luas permukaan yang besar, sifat inert, stabilitas termal tinggi, serta kemampuan oksidasi dan reduksi yang baik. ZrO_2 juga dikenal sebagai material yang tidak beracun dan sangat aktif dalam katalisis kimia ((Renuka *et al.*, 2016; Aflaki & Davar, 2016).

Metode ekstraksi ini mengacu pada penelitian Fatmaliana *et al.*, (2016) dan Wulandari, (2019) yang menggunakan metode presipitasi dalam mengekstrak sampel besi. Pada penelitian Fatmaliana *et al.*, (2016) bijih besi dilarutkan dalam HCl 37% sambil diaduk dengan pengaduk. Metode ekstraksi besi dalam penelitian ini mengacu pada studi Fatmaliana *et al.*, (2016) dan Wulandari, (2019), yang menggunakan metode presipitasi. Bijih besi dilarutkan dalam HCl 37% sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet dengan kecepatan 600 rpm. Larutan kemudian diendapkan dengan penambahan amonium hidroksida (NH_4OH). Proses sintesis oksida piroklor dilakukan berdasarkan metode hidrotermal seperti pada penelitian Abhilash *et al.*, (2019) Variasi waktu reaksi digunakan, yaitu 5 jam dan 10 jam, keduanya pada suhu $180\text{ }^{\circ}C$. Prekursor Fe_2O_3 dan ZrO_2 ditimbang sesuai stoikiometri, dimasukkan ke dalam reaktor hidrotermal, dan ditambahkan larutan NaOH 3 M. Setelah proses hidrotermal selesai, sampel disaring, dicuci dengan air demineral, dan dikeringkan dalam oven pada suhu $50\text{ }^{\circ}C$ selama 5 jam. Hasil sintesis dianalisis menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi pembentukan senyawa piroklor.

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini bertujuan untuk mengkarakterisasi struktur kristal oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ hasil sintesis menggunakan XRD. Data yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan basis data *Powder Diffraction File* (PDF) dari JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) untuk mengonfirmasi pembentukan senyawa piroklor. Analisis ini dilengkapi dengan perhitungan kuantitatif menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* untuk menentukan ukuran partikel kristal.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas laboratorium, kertas saring, *hot plate*, oven, magnet batang, batang pengaduk, *magnetic stirrer*, neraca analitik merk OHAUSS, cawan alumina, mortar dan alu, *magnetic separator*, sudip, pipet tetes, pipet volume, corong kaca, perangkat XRD PANALYTICAL tipe E'Xpert Pro, komputer, serta perangkat lunak *Phasax*.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah ZrO_2 (zirkonium oksida), sampel (besi) Fe dari Pemalangan, aquademineral p.a, HCl (asam klorida) 37% p.a, larutan NH_4OH (ammonium hidroksida) 25% p.a, NaOH (natrium hidroksida) 3 M p.a.

Preparasi Sampel

Sampel pasir bijih besi diambil dari Desa Pemalongan, Kecamatan Bajuin, Kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Setelah itu, sampel dicuci menggunakan aquademineral dan dikeringkan di bawah sinar matahari. Proses penghancuran sampel dilakukan dengan alat *crusher*, kemudian dilanjutkan dengan penghalusan menggunakan mesin penggilingan *tor mill* di Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Banjarbaru. Selanjutnya, pemisahan bijih besi dilakukan secara manual menggunakan magnet batang melalui metode pemisahan magnetik (*magnetic separation*). Sampel yang telah diproses kemudian disaring menggunakan ayakan berukuran 100 mesh.

Ekstraksi Besi dari Sampel Bijih Besi

Prosedur dilakukan berdasarkan metode presipitasi (pengendapan) yang merujuk pada penelitian Fatmaliana *et al.*, (2016) dan Wulandari, (2019). Sampel besi yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 8 gram, kemudian dilarutkan dalam 20 mL larutan HCl 37% menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm sambil dipanaskan pada suhu 55 °C selama 1 jam. Larutan tersebut kemudian disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan ditambahkan dengan 20 mL larutan NH₄OH 25% hingga terbentuk endapan, kemudian campuran tersebut diaduk selama 15 menit dan didiamkan selama 1 jam. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci menggunakan aquademineral. Selanjutnya, endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 2,5 jam.

Sintesis Oksida Piroklor Tipe Fe₂Zr₂O₇

Setiap sampel ZrO₂ dan Fe₂O₃ ditimbang secara stoikiometris dengan berat masing-masing 1,2449 gram dan 0,8010 gram. Sampel-sampel tersebut kemudian dimasukkan ke dalam wadah hidrotermal, lalu ditambahkan 15 mL larutan NaOH 3 M. Setelah proses hidrotermal selesai, sampel disaring dan dicuci menggunakan aquademineral sebanyak tiga kali. Selanjutnya, sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 5 jam. Penelitian ini dilakukan dengan dua variasi waktu perlakuan, yaitu selama 5 jam pada suhu 180 °C dan 10 jam pada suhu yang sama (Abhilash *et al.*, 2019). Hasil sintesis kemudian dianalisis menggunakan XRD untuk mengidentifikasi pembentukan senyawa piroklor.

Analisis Data

Padatan oksida piroklor Fe₂Zr₂O₇ yang dihasilkan kemudian dianalisis menggunakan XRD dengan sumber sinar logam Cu-Kα₁ yang memiliki panjang gelombang 1,54056 Å. Proses karakterisasi senyawa piroklor Fe₂Zr₂O₇ dilakukan menggunakan difraktometer sinar-X Powder dalam rentang sudut 2θ: 10°–90°. Data difraktogram hasil pengukuran dibandingkan dengan basis data PDF yang disediakan oleh JCPDS untuk memastikan keberhasilan pembentukan senyawa oksida logam piroklor Fe₂Zr₂O₇. Selanjutnya, perhitungan ukuran partikel dilakukan menggunakan persamaan *Debye Scherrer*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

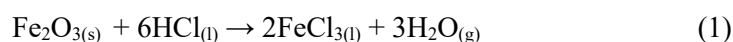
Preparasi Sampel

Sampel bijih besi diperoleh dari lokasi pertambangan milik CV. Tala Utama Circle Mining yang terletak di Desa Pemalongan, Kecamatan Bajuin, Kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Proses pemisahan bijih besi dilakukan melalui metode ekstraksi menggunakan teknik pemisahan magnetik, diawali dengan pencucian untuk menghilangkan kotoran berupa tanah yang melekat pada bijih besi. Sampel bijih besi dicuci menggunakan aquademineral dan dikeringkan di bawah sinar matahari. Selanjutnya, sampel dihancurkan menggunakan alat *crusher* untuk mengecilkan ukurannya, kemudian digiling hingga halus menggunakan mesin *tor mill* di Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Banjarbaru. Pemisahan manual dilakukan dengan teknik *magnetic separation* menggunakan magnet batang. Setelah itu, sampel diayak menggunakan saringan berukuran 100 mesh untuk memperoleh partikel dengan ukuran yang lebih halus.

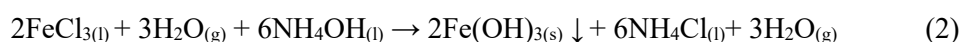
Ekstraksi Oksida Besi Hematit (Fe₂O₃) dari Bijih Besi

Sampel bijih besi yang akan diekstraksi terlebih dahulu dikarakterisasi untuk menentukan komposisi logam serta kandungan mineral yang terdapat di dalamnya. Hasil analisis XRF disajikan dalam bentuk data analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif bertujuan untuk mengidentifikasi jenis unsur yang terdapat dalam bijih besi, sedangkan analisis kuantitatif digunakan untuk mengetahui jumlah atau konsentrasi unsur tersebut yang dinyatakan dalam persentase (%) (Aminah & Aji, 2022). Data ini memberikan gambaran mengenai perbandingan komposisi logam dalam bijih besi sebelum dan sesudah proses ekstraksi, sebagaimana disajikan pada Tabel 1.

Setelah dianalisis, bijih besi diekstraksi menggunakan metode pemisahan kimia, yaitu metode presipitasi (Fatmaliana *et al.*, 2016). Sebanyak 8 gram sampel bijih besi dilarutkan ke dalam 20 mL HCl 37% sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama satu jam. Selama proses ini, larutan diaduk secara manual menggunakan batang pengaduk kaca dan dipanaskan hingga mencapai suhu 55 °C selama 60 menit menggunakan *hot plate*. Reaksi yang terjadi selama proses tersebut seperti Persamaan 1 (Fatmaliana *et al.*, 2016).



Penambahan HCl 37% pada bijih besi bertujuan untuk melarutkan seluruh komponen bijih besi. Setelah itu, larutan disaring dan filtrat yang dihasilkan diambil. Filtrat tersebut kemudian ditambahkan dengan 20 mL larutan NH₄OH 25%. Proses pengendapan dilakukan dengan menambahkan ammonium hidroksida (NH₄OH) 25% secara bertahap ke dalam larutan sampai terbentuk endapan. Larutan kemudian diaduk selama 15 menit dan dibiarkan selama 60 menit. Reaksi yang terjadi dapat terlihat pada Persamaan 2 (Fatmaliana *et al.*, 2016).



Endapan Fe(OH)₃ yang terbentuk kemudian disaring menggunakan kertas saring. Proses filtrasi berlangsung selama 5 jam untuk memisahkan endapan dari filtrat. Setelah proses pemisahan, endapan dicuci dengan aquademineral untuk menghilangkan sisa-sisa larutan. Aquademineral dipilih karena tidak mengandung mineral lain yang bisa mencemari kemurnian hasil sintesis. Setelah dicuci, endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 2,5 jam. Reaksi yang terjadi dapat dijelaskan menurut Persamaan 3.



Serbuk Fe₂O₃ yang dihasilkan selanjutnya dianalisis menggunakan XRF untuk menentukan persentase kandungan unsur magnetik yang ada dalam bijih besi (Sirua *et al.*, 2022). Berdasarkan penelitian sebelumnya, hasil analisis XRF pada bijih besi, baik sebelum maupun setelah melalui proses ekstraksi, dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Hasil karakterisasi XRF sampel bijih besi sebelum dan sesudah proses ekstraksi

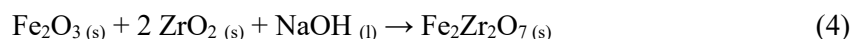
No	Jenis Logam	Persentase (%) Sebelum Ekstraksi	Persentase (%) Sesudah Ekstraksi
1	Fe	97,56	97,69
2	Si	0,88	1,7
3	Ca	0,33	0,32
4	Cr	0,094	0,086
5	Mn	0,21	0,14
6	La	0,1	0,1
7	P	0,2	0,00
8	Cu	0,13	0,00
9	Br	0,53	0,00

(Sumber : Wulandari, 2019).

Tabel 1 menyajikan hasil karakterisasi menggunakan XRF yang dilakukan sebelum dan setelah proses ekstraksi. Berdasarkan analisis XRF, bijih besi Pemalongan mengandung berbagai jenis logam, seperti Si, P, Ca, Cr, Mn, Cu, Br, La, serta logam utama dengan persentase tertinggi, yaitu Fe sebesar 97,56%. Setelah dilakukan ekstraksi, terjadi penurunan persentase unsur logam lainnya, dan beberapa jenis logam seperti P, Cu, dan Br bahkan berhasil dihilangkan. Penurunan kandungan unsur lainnya ini berkontribusi pada peningkatan persentase Fe, yang menandakan efektivitas proses ekstraksi dalam membersihkan bijih besi dari kontaminan logam lain. Sebagai hasilnya, proses ekstraksi ini berhasil meningkatkan persentase Fe menjadi 97,69%.

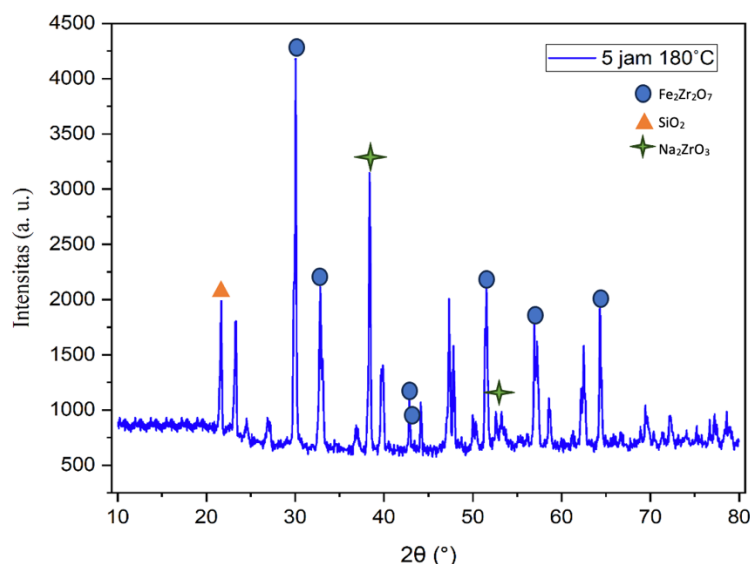
Sintesis Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$

Sintesis oksida logam piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dimulai dengan penimbangan ZrO_2 sebanyak 1,2449 gram dan Fe_2O_3 sebanyak 0,8010 gram menggunakan neraca analitik. Kedua bahan tersebut kemudian dicampurkan hingga merata. Campuran dimasukkan ke dalam autoklaf, lalu ditambahkan 15 mL larutan NaOH 3 M, yang berfungsi sebagai *mineralizer* untuk meningkatkan kelarutan dan mempercepat proses pembentukan kristal. Autoklaf tersebut dipanaskan dalam oven pada suhu 180°C selama 5 jam dan 10 jam, untuk mendukung kelancaran reaksi antara ZrO_2 dan Fe_2O_3 yang telah dimulai sejak pencampuran. Setelah proses pemanasan selesai, serbuk yang terbentuk dicuci dengan aquademineral sebanyak tiga kali untuk menghilangkan ion Na^+ , lalu dikeringkan pada suhu 50°C . Reaksi yang terjadi selama proses tersebut seperti Persamaan 4.



Hasil Karakterisasi XRD Oksida Logam Piroklor Waktu 5 jam Suhu 180°C

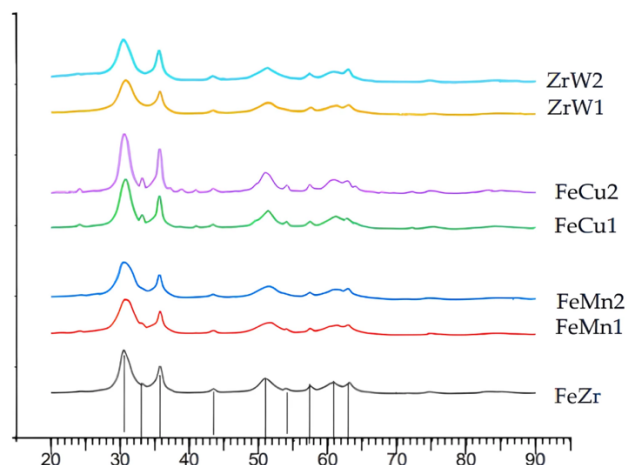
Hasil difraktogram sintesis oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dengan waktu 5 jam dan suhu 180°C ditunjukkan pada Gambar 2.



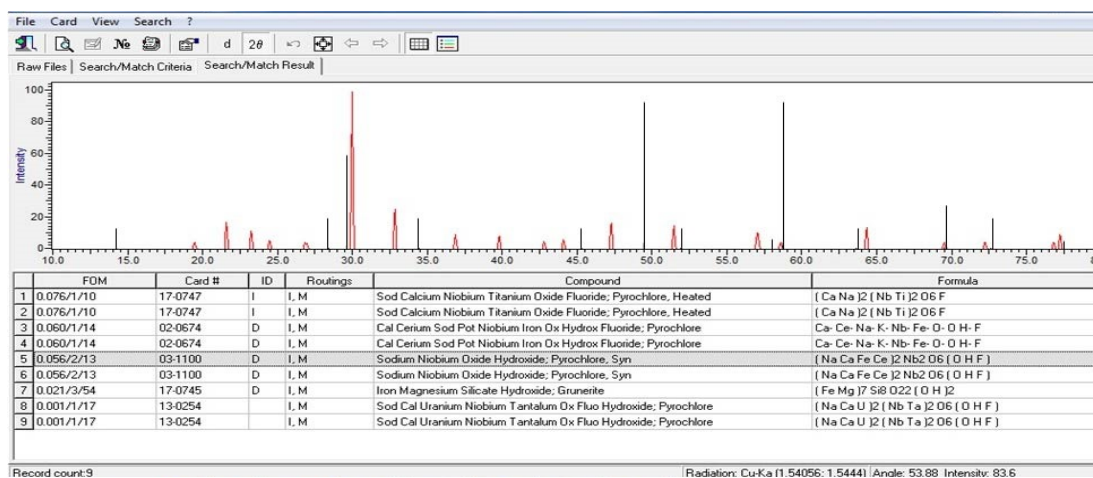
Gambar 1 Difraktogram oksida piroklor waktu 5 jam dengan suhu 180°C

Hasil analisis menggunakan XRD menghasilkan pola difraksi dengan puncak intensitas pada sudut 2θ yang memiliki panjang gelombang $1,54056 \text{ \AA}$. Pada Gambar 1, ditampilkan difraktogram oksida piroklor yang dihasilkan setelah perlakuan selama 5 jam pada suhu 180°C . Puncak difraksi yang terdeteksi berada pada sudut 2θ masing-masing $30,01^\circ$; $32,87^\circ$; $36,92^\circ$; $44,12^\circ$; $51,49^\circ$; $57,04^\circ$; dan $64,35^\circ$. Hasil XRD ini kemudian dibandingkan dengan difraktogram yang diperoleh dalam penelitian Al-Bawab *et al.*, (2022) yang ditampilkan pada Gambar 2. Pada Gambar 2, puncak-puncak difraksi yang teridentifikasi berada pada sudut 2θ sekitar $30,00^\circ$;

33,50°; 36,00°; 43,50°; 51,00°; 54,00°; 57,50°; 61,00°; dan 63,00°. Hasil ini menunjukkan bahwa pembentukan oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ terjadi selama waktu 5 jam. Kedua difraktogram ini menunjukkan kemiripan yang signifikan, yang mengindikasikan pembentukan fasa oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ pada sampel yang diuji, yang selaras dengan temuan dalam penelitian Al-Bawab *et al.*, (2022).



Gambar 2 Data XRD difraktogram FeZr (sumber : Al- Bawab *et al.*, 2022).



Gambar 3 Perbandingan hasil sintesis oksida piroklor waktu 5 jam dan suhu 180°C dengan database JCPDS.

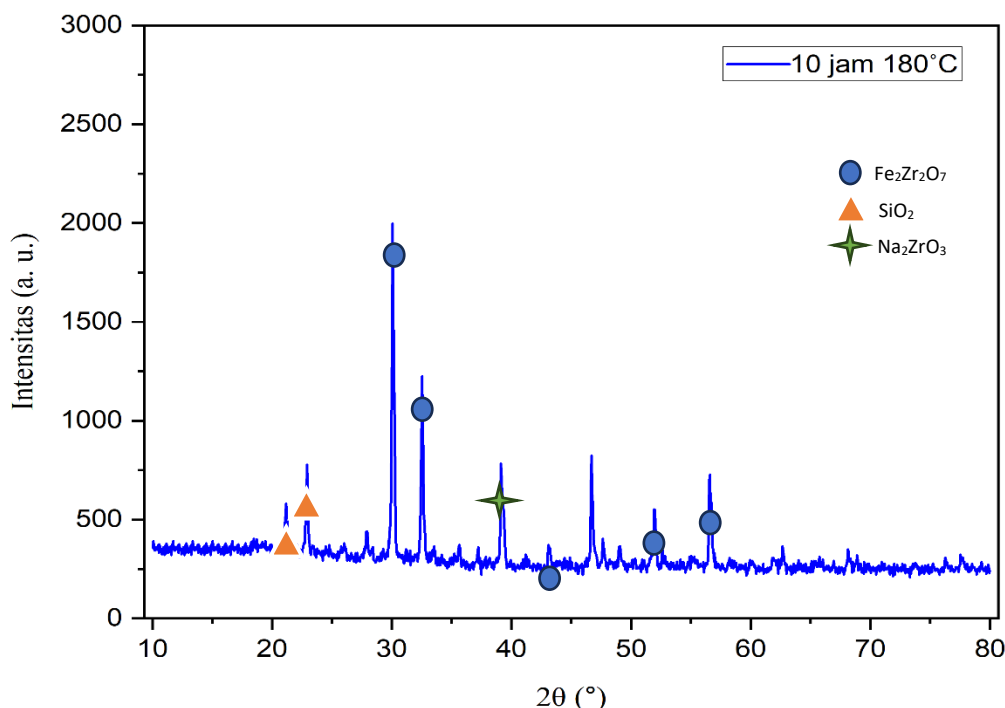
Berdasarkan analisis difraktogram pada Gambar 1 terlihat bahwa intensitas maksimum yang tercatat pada oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ cukup tinggi, yaitu 7205,3, pada sudut 2θ 30,01°, menandakan bahwa jumlah produk oksida piroklor yang terbentuk cukup banyak. Namun, terdapat pula tanda-tanda pengotor, yang terlihat dari kemunculan puncak-puncak lain dalam difraktogram, seperti puncak yang berasal dari Si dan sisa ZrO_2 . Beberapa pengotor ini kemungkinan besar berasal dari sisa-sisa hasil ekstraksi yang belum sepenuhnya terhilangkan, yang dapat memengaruhi keberhasilan pembentukan senyawa target. Perbandingan hasil sintesis dengan database JCPDS dapat dilihat pada Gambar 3.

Karena terbatasnya database senyawa piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$, puncak-puncak yang dihasilkan tidak dapat dianalisis secara langsung menggunakan JCPDS. Oleh karena itu, puncak-puncak tersebut kemudian dibandingkan dengan standar difraksi sinar-X yang terdapat dalam

database JCPDS. Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa senyawa piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ menunjukkan beberapa puncak difraksi yang memiliki kemiripan dengan puncak-puncak fasa oksida piroklor tipe $(\text{Na Ca Fe})_2\text{Nb}_2\text{O}_6$ (OHF), yang tercatat dalam data standar JCPDS dengan nomor Card #03-1100, pada referensi 0,056/2/13/.

Hasil Karakterisasi XRD Oksida Logam Piroklor Waktu 10 jam Suhu 180°C

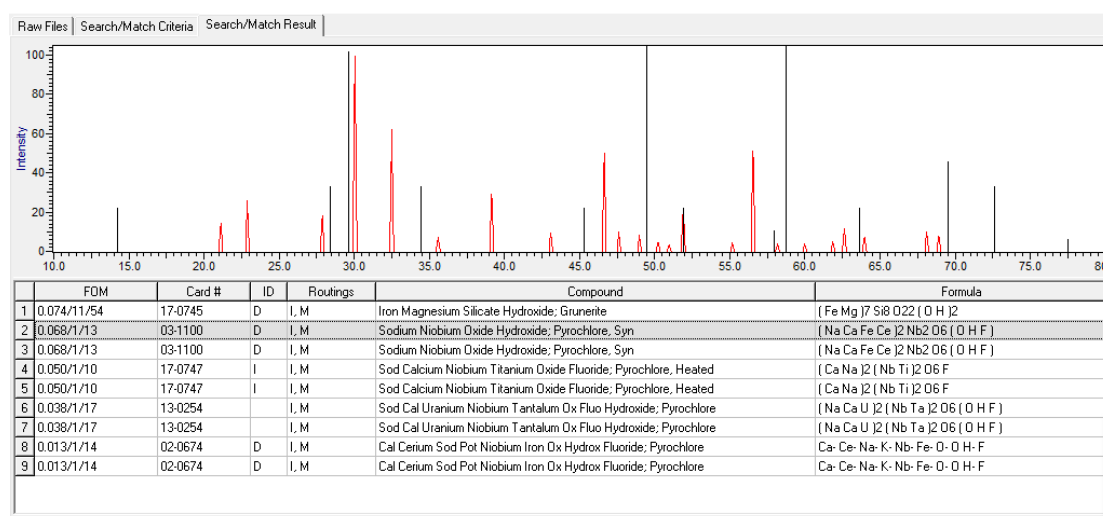
Hasil difraktogram hasil sintesis oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dengan waktu 10 jam dan suhu 180°C, ditunjukkan pada Gambar 4. Hasil analisis XRD pada Gambar 4 menunjukkan pola difraksi oksida piroklor setelah 10 jam pemanasan pada suhu 180 °C, dengan panjang gelombang 1,54056 Å. Puncak yang teramati pada difraktogram memiliki nilai sudut 2θ yang meliputi 30,01°, 32,52°, 43,12°, 51,92°, dan 56,56°. Difraktogram pada Gambar 4 ini dibandingkan dengan difraktogram yang diperoleh dari penelitian Al- Bawab *et al.*, (2022), yang dapat dilihat pada Gambar 3. Pada Gambar 3 puncak-puncak yang dihasilkan memiliki nilai sudut 2θ sekitar 30,00°, 33,50°, 36,00°, 43,50°, 51,00°, 54,00°, 57,50°, 61,00°, dan 63,00°. Hasil ini menunjukkan bahwa produk oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ terbentuk setelah pemanasan selama 10 jam, dengan kemiripan yang jelas pada pola difraksi antara gambar tersebut dan hasil yang diperoleh oleh Al-Bawab *et al.*, (2022).



Gambar 4 Difraktogram oksida piroklor waktu 10 jam dengan suhu 180 °C

Berdasarkan Gambar 4 dapat dilihat bahwa intensitas maksimum yang dihasilkan oleh oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ cukup rendah, yaitu 1054,2, pada sudut 2θ 30,08°, yang menunjukkan bahwa pembentukan oksida piroklor pada waktu 10 jam belum optimal. Berdasarkan perbandingan dengan *database* JCPDS, masih terlihat adanya pengotor, yang tercermin dari puncak-puncak tambahan pada difraktogram, seperti Si dan sisa ZrO_2 . Pengotor ini kemungkinan berasal dari sisa-sisa ekstraksi yang belum sepenuhnya dihilangkan, yang dapat mengganggu pembentukan senyawa yang diinginkan. Perbandingan lebih lanjut dengan *database* JCPDS dapat dilihat pada Gambar 5.

Analisis puncak fasa oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ menggunakan database JCPDS mengalami keterbatasan karena minimnya data mengenai senyawa piroklor tipe tersebut. Oleh karena itu, puncak-puncak difraksi yang teramati kemudian dibandingkan dengan standar difraksi sinar-X dari JCPDS. Berdasarkan Gambar 5 senyawa piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ menunjukkan puncak yang serupa dengan puncak fasa oksida piroklor tipe $(\text{Na Ca Fe})_2\text{Nb}_2\text{O}_6$ (OHF) yang tercantum dalam data standar JCPDS 0,068/1/13/ Card #03,1100, meskipun terdapat pergeseran posisi puncak. Pergeseran ini kemungkinan disebabkan oleh penurunan *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dan luas area puncak akibat peningkatan durasi reaksi. Selain itu, waktu reaksi yang lebih lama dapat memicu pembentukan fasa baru atau perubahan struktur kristal, yang akhirnya menggeser posisi puncak difraksi (Christianto & Purwaningsih, 2013).

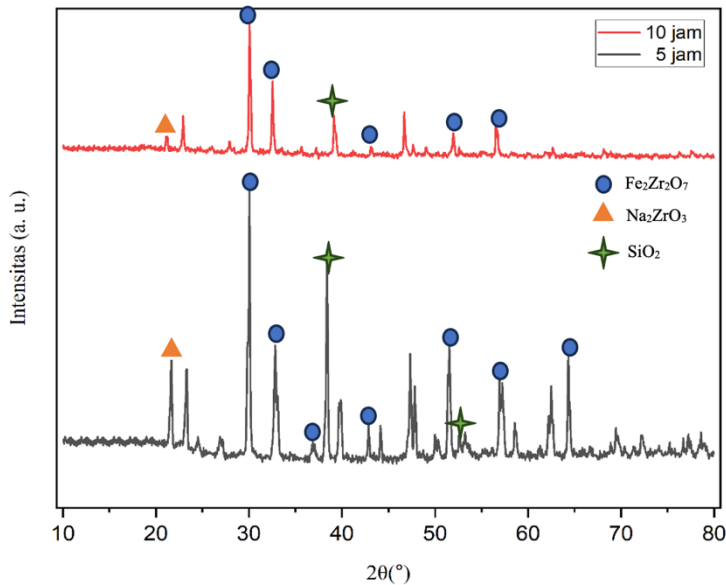


Gambar 5 Perbandingan hasil sintesis oksida piroklor waktu 10 jam dan suhu 180 °C.

Perbandingan Hasil Karakterisasi Oksida Logam piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dengan XRD

Karakterisasi oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ pada variasi waktu sintesis dianalisis menggunakan XRD dengan sumber radiasi logam tembaga (Cu) yang memiliki panjang gelombang (λ) sebesar 1,54056 Å dalam rentang sudut 2θ antara 10°– 90°. Pada penelitian ini, sampel yang dianalisis adalah hasil sintesis dengan waktu 5 jam dan 10 jam pada suhu 180 °C.

Gambar 6 menunjukkan perubahan pola difraktogram hasil sintesis. Identifikasi kristal yang terbentuk dilakukan melalui analisis pola-pola difraksi berupa puncak dan intensitas pada berbagai sudut 2θ . Perbandingan difraktogram oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ pada berbagai waktu sintesis terlihat pada Gambar 6. Berdasarkan analisis, intensitas puncak tertinggi mengalami penurunan pada kedua difraktogram dengan variasi waktu sintesis. Selain itu, dengan bertambahnya waktu sintesis, fasa-fasa lain yang tidak diinginkan dalam senyawa target berkurang. Hal ini menunjukkan peningkatan kemurnian senyawa yang dihasilkan. Dengan demikian, waktu sintesis yang lebih baik untuk menghasilkan oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ adalah 10 jam, karena adanya pengurangan signifikan pada puncak-puncak fasa lain dalam difraktogram. Puncak-puncak dari fasa lainnya diidentifikasi menggunakan perangkat lunak *Phasax*.



Gambar 6 Perbandingan difraktogram oksida piroklor waktu 5 jam 180 °C dan 10 jam 180 °C

Semakin tajam puncak difraksi dan semakin kecil luas area yang dihasilkan, maka kualitas kristal atau kristalinitas produk sintesis akan semakin baik. Pada sintesis selama 5 jam dengan suhu 180 °C, intensitas puncak tertinggi mencapai 7.205,3 pada sudut 2θ sebesar 30,01°, dengan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) sebesar 0,03 dan luas area 0,02. Sementara itu, sintesis selama 10 jam pada suhu yang sama menghasilkan intensitas puncak tertinggi sebesar 1054,2 pada sudut 2θ sebesar 30,08°, dengan FWHM 0,19 dan luas area 0,12. Perbedaan nilai intensitas pada kedua waktu sintesis menunjukkan jumlah kristal oksida piroklor yang terbentuk. Kristalinitas material dapat ditentukan dari nilai FWHM, di mana nilai FWHM yang lebih kecil menunjukkan kristalinitas yang lebih tinggi.

Tabel 2. Perbandingan hasil sintesis oksida piroklor dengan waktu 5 jam dan 10 jam suhu 180 °C

No	Faktor Pembanding	Waktu : Suhu	
		5:180 °C	10:180 °C
1	Posisi Puncak (2θ)	30,01	30,08
2	Intensitas	7205,3	1054,2
3	FWHM	0,03	0,19
4	Area	0,02	0,12

Berdasarkan Tabel 2 terlihat bahwa sintesis oksida piroklor pada waktu 5 jam dan 10 jam pada suhu 180 °C menghasilkan tingkat kristalinitas yang berbeda. Hal ini dapat diamati melalui perbedaan nilai FWHM dan luas area berdasarkan hasil analisis XRD. Berdasarkan hasil tersebut, semakin kecil nilai FWHM dan luas area, semakin tinggi tingkat kristalinitas yang terbentuk. Pada waktu sintesis 5 jam dengan suhu 180 °C, nilai FWHM dan luas area masing-masing adalah 0,03 dan 0,02, yang menunjukkan tingkat kristalinitas lebih tinggi serta produk sintesis yang lebih banyak. Sebaliknya, pada sintesis dengan waktu 10 jam pada suhu yang sama, nilai FWHM sebesar 0,19 dan luas area sebesar 0,12, mengindikasikan tingkat kristalinitas yang lebih rendah dibandingkan sintesis dengan durasi 5 jam. Dengan demikian, berdasarkan nilai FWHM, luas area, dan intensitas puncak tertinggi yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa sintesis oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dengan tingkat kristalinitas tertinggi diperoleh pada durasi 5 jam pada suhu 180 °C.

Ukuran Kristal Oksida Logam Piroklor $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$

Analisis ukuran kristal (*crystallite size*) pada fase tertentu dilakukan menggunakan metode difraksi sinar-X. Penentuan ukuran kristal didasarkan pada puncak-puncak utama dalam pola difraktogram dengan pendekatan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*. Ukuran kristal dihitung berdasarkan persamaan tersebut, yang melibatkan parameter seperti panjang gelombang, intensitas, sudut 2θ , dan nilai FWHM yang diperoleh dari hasil analisis XRD. Data hasil perhitungan ini akan memberikan informasi tentang ukuran kristal secara rinci.

Tabel 5 Ukuran kristal (*Crystallite Size*) oksida logam piroklor $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$.

variasi waktu (jam)	2θ (degree)	FWHM	Ukuran Kristal (nm)
5 jam	30,01	0,03	394,66 nm
10 jam	30,08	0,19	52,02 nm

Tabel 5 menunjukkan ukuran kristal (*crystallite size*) oksida logam piroklor $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ yang disintesis pada waktu sintesis yang berbeda, menghasilkan variasi ukuran kristal. Pada waktu sintesis 5 jam dengan suhu 180°C , ukuran kristal yang dihasilkan mencapai 394,66 nm, dengan intensitas puncak 2θ tertinggi. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin besar ukuran kristal, semakin tinggi pula intensitas puncak difraksi pada sudut 2θ , yang selanjutnya berdampak pada peningkatan kristalinitas material. Selain itu, terdapat hubungan antara waktu sintesis dan ukuran kristal. Dalam hal ini, waktu sintesis 10 jam pada suhu 180°C menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil, yaitu 52,02 nm, dibandingkan dengan waktu sintesis 5 jam. Perbedaan ini menunjukkan bahwa waktu sintesis memengaruhi pertumbuhan ukuran kristal oksida logam piroklor $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$, di mana waktu yang lebih pendek cenderung menghasilkan kristal dengan ukuran yang lebih besar.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ hasil sintesis yang didapatkan dengan waktu 5 jam 180°C memiliki nilai FWHM sebesar 0,03 dan luas area sebesar 0,02, sedangkan oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ hasil sintesis waktu 10 jam 180°C memiliki nilai FWHM sebesar 0,19 dan luas area 0,12. Penelitian ini menunjukkan bahwa sintesis hidrotermal dengan waktu 5 jam 180°C dapat meningkatkan kristalinitas oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$, sehingga berpotensi digunakan dalam pembentukan material feroelektrik.
2. Oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ hasil sintesis yang dihitung dengan persamaan *Debye Scherrer* mempunyai ukuran kristal yaitu pada waktu 5 jam 180°C sebesar 394,66 nm dan waktu 10 jam 180°C sebesar 52,02 nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Universitas Lambung Mangkurat atas fasilitas dan dukungan yang diberikan selama proses penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- Abhilash, M.R., A. Gangadhar, J. Krishnegowda, M. Chikkamadaiah, & S. Srikantaswamy. 2019. Hydrothermal synthesis, characterization and enhanced photocatalytic activity and toxicity studies of a rhombohedral Fe_2O_3 nanomaterial. *RSC Advances*. 9(43): 25158–25169. <https://doi.org/10.1039/c9ra04978a>.
- Adnan, S. R. 2022. Model Dinamis Non Ideal Ferroelectric Capacitor pada Sifat Feroelektrik Material Zinc Oxide (ZNO) dengan Doping Li 1%. *Jurnal Ilmiah Teknik Mesin*. 8(2): 86–90. <http://ejournal.uika-bogor.ac.id/index.php/ame/index>.
- Adnan, S. R., B. Kurniawan, B. Soegijono, N. Erni, & T. Rachman. 2024. Sintesis Dan Analisis Interaksi Senyawa Material Komposit $\text{BaTiO}_3/\text{Hap}$ Dan Komposit Pvd/ $\text{BaTiO}_3/\text{Hap}$ Dengan Metode Solution Mixing. *Ame (Aplikasi Mekanika dan Energi): Jurnal Ilmiah Teknik Mesin*. 10(2): 67-73. DOI: <https://doi.org/10.32832/ame.v10i2.761>.

- Aflaki, M., & F. Davar. 2016. Synthesis, Luminescence and Photocatalyst :Properties of Zirconia Nanosheets By Modified Pechini Method. *Journal of Molecular Liquids* 221. 1071-1079. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2016.06.067>.
- Aminah, S., & D.S.F. Aji. 2022. Preparation and Analysis of Elemental Content in Gold Ore Rocks. In *Jurnal Teknologi Sumberdaya Mineral*. 3(1): 25-32. <https://doi.org/10.19184/jeneral.v3i1.31352>.
- Anantharaman, A.P., & H.P. Dasari. 2021. Potential of Pyrochlore Structure Materials In Solid Oxide Fuel Cell Applications. In *Ceramics International*. 47(4) : 4367–4388. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.10.012>.
- Al-Bawab, A., M. Abu-Dalo, A. Khalaf, & D. Abu-Dalo. 2022. Olive Mill Wastewater (OMW) Treatment Using Photocatalyst Media. *Catalysts*. 12(5): 2-16. <https://doi.org/10.3390/catal12050539>.
- Christianto, P., & H. Purwaningsih. 2013. Analisa Rietveld Terhadap Transformasi Fasa ($\alpha \rightarrow \beta$) pada Solid Solution Ti-3 at.% Al pada Proses Mechanical Alloying dengan Variasi Milling Time. *Jurnal Teknik ITS*. 2(1): 78-83. DOI: 10.12962/j23373539.v2i1.2284.
- Fatmaliana, A., A. Rahwanto, & D. Z. Jalil. 2016. Synthesis And Characterization Of Hematite (Fe_2O_3) Extracted From Iron Ore By Precipitation Method. *Jurnal Natural*. 16(1):11–12. DOI: 10.24815/jn.v16i1.4361.
- Mikrianto, E., & D.R. Mujiyanti. 2011. Sintesis dan Penentuan Struktur Senyawa Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ and $\text{Ba}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$. *Jurnal Sain dan Terapan Kimia*. 5(1): 56-63.
- Shahab, T. S. H., Y. Hamzah, Z. Krisman, A.S. Rini, & R. Dewi. 2020. Analysis of The Effect of Annealing Rate on The Thinness Film of $\text{BaZr}_{0.4}\text{Ti}_{0.6}\text{O}_3$ at 800 °C for 2 Hours. *Journal of Aceh Physics Society*. 10(1): 7–11. <https://doi.org/10.24815/jacps.v10i1.17819>.
- Saputra, I. W., L. Destiarti, & Nurlina. 2016. Zeolit Sintetis Berbahan Dasar Batu Padas Desa Sukaharja Kecamatan Singkup. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 6(2): 96–100. <https://jurnal.untan.ac.id/index.php/jkkmipa/article/view/22513>.
- Sirait, R. A., S. Salomo, J. Muhammad, & E. Taer. 2022. Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Oksida Besi Menggunakan Metode Ball Milling Dan Kopresipitasi. *Komunikasi Fisika Indonesia*. 19(2): 91-98. <https://doi.org/10.31258/jkfi.19.2>.
- Sirua, N., S. Suaedi, & A. Nurfalaq. 2022. Karakterisasi Kandungan Mineral Bijih Besi (Fe) Sungai Maosu Desa Sangtandung Kecamatan Walenrang Kabupaten Luwu. *Applied Physics of Cokroaminoto Palopo*. 3(2): 48-52. DOI: <https://doi.org/10.30605/apcp.v3i2.148>.
- Rahma, C. 2017. Sintesis Dan Karakterisasi Material Fotokatalis $\text{Na}_2\text{Ti}_6\text{O}_{13}$ Menggunakan Metode Hidrotermal. *Jurnal Optimalisasi*. 3(4): 28-38. DOI: <https://doi.org/10.35308/jopt.v3i4.263>.
- Ramadhanti, Y. 2024. Peran Katalis Dalam Reaksi Kimia: Mekanisme Dan Aplikasi. *Jurnal Ilmiah Teknik*. 2(2): 74-78. <https://jurnal.arkainstitute.co.id/index.php/hexatech/index>.
- Renuka, L., K. S. Anantharaju, S. C. Sharma, H. P. Nagaswarupa, S. C. Prashantha, H. Nagabhushana, & Y. S. Vidya. 2016. Hollow Microspheres Mg-doped ZrO_2 Nanoparticles: Green Assisted Synthesis and Applications in Photocatalysis and Photoluminescence. *Journal of Alloys and Compounds*. 672: 609–622. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.02.124>.
- Wulandari, R. 2019. *Penambahan Variasi Rasio Volume Polietilena Glikol (PEG) Pada Ekstraksi Dan Sintesis Senyawa Hematit (Fe_2O_3) Dari Bijih Besi Desa Pemalongan Menggunakan Metode Presipitasi*. Skripsi Sarjana, Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru.