Terbit online pada laman web jurnal : https://ppjp.ulm.ac.id/journals/index.php/jns/index

JNS JURNAL Natural Scientiae

Vol. 5 No. 25 Mei 2025

Halaman : 01 – 12

e-ISSN : 2809 - 9796

Studi Pengaruh Suhu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan Kristalinitas Oksida Logam Piroklor $Fe_2Zr_2O_7$

Rihadatul 'Aisy, Edi Mikrianto*), Rahmat Yunus

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat

*Email korespodensi : edimikrianto@ulm.ac.id
Submited: 10 Mei 2025; *Accepted*: 24 Mei 2025

ABSTRACT– Rapid industrial development is accompanied by the development of electronic devices and high energy consumption. One material that is ferroelectric and can be used as a catalyst to reduce energy use is pyrochlor metal oxide. Pyrochlore metal oxide attracts the attention of researchers due to its unique physical properties. This study aims to synthesize pyrochlore metal oxide ($Fe_2Zr_2O_7$) using Fe_2O_3 precursor derived from natural iron ore and ZrO_2 compound. Characterization was carried out using X-ray Diffraction (XRD) to determine crystallinity and the Debye Scherrer equation to determine the crystal size of the $Fe_2Zr_2O_7$ structure. This synthesis was carried out with a variety of heating temperatures, namely 150 °C, 180 °C and 200 °C for 5 hours. The results showed that the three diffractograms of the synthesized structure had similarities with the $Fe_2Zr_2O_7$ diffractogram. The $Fe_2Zr_2O_7$ pyrochlore oxide synthesized at 150°C has intensity, FWHM, and area values of 661.40; 0.26; and 0.17, respectively. $Fe_2Zr_2O_7$ pyrochlore oxide synthesized at 180°C has intensity, FWHM, and area values of 4174; 0.03, and 0.02, respectively. The synthesized $Fe_2Zr_2O_7$ pyrochlore oxide with a temperature variation of 200 °C has an intensity value, FWHM, and area of 652.40; 0.22; and 0.14, respectively. The crystal size of the synthesized $Fe_2Zr_2O_7$ pyrochlore oxide of 180 °C temperature variation is 394.66 nm, while the crystal size of the synthesized $Fe_2Zr_2O_7$ pyrochlore oxide of 150 °C and 200 °C temperature variations are 32.78 nm and 34.33 nm, respectively.

KEYWORD: pyrochlore metal oxide; $Fe_2Zr_2O_7$; ferroelectric; catalyst; hydrothermal

PENDAHULUAN

Di Indonesia, konsumsi energi terus meningkat seiring pertumbuhan populasi, kemajuan ekonomi dan industri, serta perkembangan teknologi (Nazif *et al*., 2016). Salah satu upaya untuk menekan penggunaan energi adalah dengan memanfaatkan katalis dalam proses produksi. Katalis berperan penting dalam industri, khususnya industri kimia, karena mampu mengarahkan reaksi kimia dengan lebih selektif, sehingga meningkatkan efisiensi produksi. Meski katalis dapat digunakan ulang dan diregenerasi, efektivitasnya akan menurun seiring waktu hingga regenerasi tidak lagi ekonomis (Yuliusman, 2016). Perkembangan industri juga diiringi dengan perkembangan teknologi. Kemajuan teknologi mendorong kebutuhan akan media penyimpanan data berkapasitas besar untuk mendukung perangkat seperti smartphone dan komputer modern. Material feroelektrik, sebagai salah satu komponen penyimpanan data, memiliki sifat dielektrik nonlinier yang memungkinkan penyimpanan energi melalui polarisasi ionik. Dibandingkan dengan baterai dan kapasitor elektrokimia, bahan ini menawarkan masa penyimpanan hingga

empat kali lebih lama dan dapat menghasilkan kepadatan muatan listrik tinggi di bawah kompresi adiabatik (Wibowo *et al*., 2019; Shkuratov & Lynch, 2022).

Material yang bersifat feroelektrik (Mikrianto *et al*., 2014) dan juga dapat digunakan sebagai katalis (Shang *et al*., 2018) salah satunya adalah oksida logam piroklor. Material ini memiliki struktur kristal ideal dengan kelompok ruang $Fd\bar{3}m$ (227) dan stoikiometri $A_2B_2O_6O'$, di mana A dan B adalah kation, sedangkan O dan O' adalah atom oksigen yang berbeda (Fuentes *et al*., 2018). Sebagai katalis, piroklor menunjukkan efisiensi tinggi, seperti pada aktivitas katalitik Pr2Ir2O7 untuk oksidasi air asam (Shang *et al*., 2018). Selain itu, material ini unggul dalam konduktivitas ionik, mendekati Yttria-stabilized zirconia (YSZ), sehingga cocok untuk aplikasi elektrokimia, bahkan pada suhu tinggi (Anantharaman & Dasari, 2021).

Oksida logam piroklor dapat disintesis dari senyawa ZrO_2 dan Fe_2O_3 yang akan menghasilkan oksida logam piroklor dengan rumus $Fe_2Zr_2O_7$. Penelitian sebelumnya membuktikan bahwa ZrO_2 dan Fe_2O_3 efektif dalam sintesis piroklor, seperti pada $Pr_2Zr_2O_7$ (Veiga *et al*., 2022), Nd_2Zr_2O7 (Kong *et al*., 2015), dan Bi_2FeNbO_7 (Lufaso *et al*., 2006). Zirkonia (ZrO_2) dikenal sebagai material keramik refraktori dengan sifat polimorf, kerapatan dan kekerasan tinggi, serta konduktivitas panas yang rendah. Namun, ZrO_2 jarang ditemukan dalam bentuk murni karena ketidakstabilan kristalnya, lebih umum ditemukan sebagai senyawa zirkon ($ZrSiO_4$) dalam pasir zirkon (Aldila, 2015). Prekursor lainnya, besi hematit (Fe_2O_3), diekstraksi dari bijih besi yang tidak ditemukan secara murni di alam, melainkan sebagai mineral seperti hematit, magnetit, dan pyrit. Besi memiliki sifat konduktivitas termal yang tinggi (3,37 cal s^{-1} cm^{-1} K^{-1}) dan kapasitas panas molar 25,1 J mol^{-1} K^{-1}, menjadikannya unsur penting dengan kelimpahan keempat tertinggi di bumi setelah oksigen, silikon, dan aluminium (Gelyaman, 2018).

Bijih besi merupakan salah satu sumber daya alam yang melimpah di Pulau Kalimantan, khususnya di Kalimantan Selatan, yang dikenal sebagai daerah penghasil bijih besi terbesar di Indonesia. Potensi bijih besi tersebar di empat kawasan utama, yaitu Tanah Laut, Tanah Bumbu, Kota Baru, dan Balangan, dengan Tanah Bumbu memiliki cadangan terbesar mencapai 100 juta ton dan kadar Fe sekitar 47% (Gunara, 2017). Bijih besi di Indonesia umumnya terdiri dari pasir besi dan bijih besi laterit, dengan hanya sebagian kecil memenuhi standar konvensional yang memerlukan kadar Fe di atas 60% dan kadar pengotor rendah. Untuk memanfaatkan potensi ini, dilakukan penelitian sintesis oksida logam piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ dengan memadukan Fe_2O_3 hasil ekstraksi bijih besi dan ZrO_2. Material ini memiliki sifat feroelektrik sehingga berpotensi digunakan dalam berbagai aplikasi, seperti katalis, sekaligus mendorong inovasi teknologi material dan pemanfaatan sumber daya lokal. Sintesis dilakukan menggunakan metode hidrotermal yang memanfaatkan panas air, suhu, dan tekanan untuk efisiensi waktu, solvasi tinggi, transpor massa optimal, suhu rendah, serta menghasilkan produk homogen dan murni dengan biaya terjangkau (Mikrianto *et al*., 2014; Thoif *et al*., 2020). Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan X-ray Diffraction (XRD), sementara ukuran partikel dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer (Juniansyah *et al*., 2017).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas, kaca arloji, mortar, alu, kertas saring, pipet tetes, pipet volume, corong kaca, sudip *hot plate*, batang pengaduk, cawan alumina, oven, *magnetic stirrer*, magnet batang, neraca analitik OHAUSS, *torr mill*, XRD PANALYTICAL Type: E'xpert Pro, komputer, dan *software* Phasanx.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah zirkonia, sampel bijih besi yang berasal dari Desa Pemalongan, Kecamatan Bajuin, Kalimantan Selatan, aquademineral, HCl 37% p.a, larutan NH_4OH 25% p.a, dan NaOH 3M p.a.

Preparasi Sampel Bijih Besi

Bongkahan bijih besi dicuci menggunakan aquademineral kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Bongkahan bijih besi kemudian dihaluskan menggunakan *torr mill* sampai berukuran 100 mesh. Sampel yang sudah halus kemudian diseparasi secara manual menggunakan

magnet batang.

Ekstraksi Fe_2O_3 dari Sampel Bijih Besi

Metode yang digunakan yaitu metode presipitasi atau pengendapan. Sampel besi yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 8 g kemudian dilarutkan dengan 20 mL HCl 37% menggunakan *magnetic stirrer* kecepatan 600 rpm sambil dipanaskan pada suhu 55 °C selama 1 jam. Setelah itu dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring. Filtrat hasil penyaringan kemudian ditambahkan dengan NH_4OH 25% sampai terbentuk endapan, kemudian diaduk selama 15 menit dan didiamkan selama 1 jam. Endapan tersebut selanjutnya dicuci dengan aquademineral lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 100 °C selama 2,5 jam.

Sintesis Oksida Piroklor $Fe_2Zr_2O_7$

Sampel ZrO_2 dan Fe_2O_3 ditimbang masing-masing sebanyak 1,2449 g dan 0,8010 g, lalu dimasukkan ke dalam autoklaf hidrotermal dan ditambahkan 15 mL NaOH 3M. Autoklaf hidrotermal kemudian dimasukkan ke dalam oven. Penelitian ini dilakukan dengan variasi suhu pemanasan, yaitu 150 °C, 180 °C, dan 200 °C dengan waktu yang sama selama 5 jam. Setelah itu sampel disaring kemudian dicuci dengan aquademineral sebanyak tiga kali dan dikeringkan dengan oven pada suhu 50 °C selama 5 jam.

Analisis Data

Hasil padatan oksida piroklor kemudian dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) dari sumber sinar logam Cu-Kα dengan panjang gelombang 1,54056 Å. Karakterisasi senyawa oksida Piroklor Fe2Zr2O7 dilakukan dengan XRD dengan jangkauan pengukuran sudut 2θ: 10°–90°. Data hasil X-ray Diffraction (difraktogram) yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan data base Powder Difraction File (PDF) yang dikeluarkan oleh JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standard) menggunakan software Phasanya agar struktur senyawa oksida piroklor Fe2Zr2O7 yang telah terbentuk dapat diketahui. Kemudian untuk menentukan ukuran partikel dapat menggunakan persamaan Debye Scherrer.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Sampel Bijih Besi

Sampel bijih besi diperoleh dari Desa Pemalongan, Kecamatan Bajuin, Kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan, di area CV. Tala Hutama Circle Mining, setelah dicuci dengan aquademineral untuk menghilangkan pengotor, sampel dikeringkan dan dihaluskan menggunakan torr mill hingga berukuran 100 mesh guna memperbesar luas permukaan untuk analisis dan ekstraksi optimal (Mardiyah *et al*., 2014). Selanjutnya, sampel halus dipisahkan secara manual menggunakan magnet batang berdasarkan sifat kemagnetan mineralnya (Sudaryadi & Purwita, 2020). Kandungan mineral dalam sampel dianalisis menggunakan X-ray Fluorescence (XRF). Hasilnya disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1 Hasil Karakterisasi Sampel Bijih Besi

No.	Jenis Logam	Presentase (%)
1.	Fe	97,56
2.	Si	0,88
3.	Ca	0,33
4.	Cr	0,094
5.	Mn	0,21
6.	La	0,1
7.	P	0,2
8.	Cu	0,13
9.	Br	0,53

(sumber: Wulandari, 2019).

Ekstraksi Oksida Besi Hematit (Fe_2O_3) dari Bijih Besi

Sampel bijih besi sebanyak 8 gram dilarutkan dalam HCl 37% sebanyak 20 mL menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 55 °C selama 1 jam, kemudian disaring menggunakan kertas saring dan diambil filtratnya. HCl digunakan untuk melarutkan Fe_2O_3 karena HCl merupakan pelarut yang dapat melarutkan logam (Ulfindrayani *et al*., 2019). Reaksi yang terjadi seperti Persamaan 1.

$$Fe_2O_{3(s)} + 6HCl_{(l)} \rightarrow 2FeCl_{3(l)} + 3H_2O_{(g)} \quad (1)$$

Filtrat tersebut kemudian ditambahkan NH_4OH 25% hingga terbentuk endapan, lalu diaduk selama 15 menit kemudian didiamkan selama 1 jam. Setelah itu disaring menggunakan kertas saring dan diambil endapannya. Reaksi yang terjadi sesuai Persamaan 2.

$$2FeCl_{3(l)} + 3H_2O_{(g)} + 6NH_4OH_{(l)} \rightarrow 2Fe(OH)_{3(s)} \downarrow + 6NH_4Cl_{(l)} + 3H_2O_{(g)} \quad (2)$$

Endapan yang didapat kemudian dicuci menggunakan aquadmineral sebanyak 6 kali untuk menghilangkan pengotor yang ada lalu dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 100 °C selama 2,5 jam. Reaksi yang terjadi seperti Persamaan 3 (Fatmaliana *et al*., 2016).

$$2Fe(OH_3)_{(s)} \rightarrow Fe_2O_{3(s)} + 3H_2O\uparrow \quad (3)$$

Analisis hasil ektraksi Fe_2O_3 menggunakan instrumen XRF diperoleh data hasil analisis yang dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Hasil Karakterisasi Sampel Bijih Besi Setelah Ekstraksi

No.	Jenis Logam	Presentase (%)
1.	Fe	97,69
2.	Si	1,7
3.	Ca	0,32
4.	Cr	0,086
5.	Mn	0,14
6.	La	0,1
7.	P	0,00
8.	Cu	0,00
9.	Br	0,00

(sumber: Wulandari, 2019).

Sintesis Oksida Piroklor $Fe_2Zr_2O_7$

Sebanyak 1,2449 g ZrO_2 dan 0,8010 g Fe_2O_3 ditimbang secara stoikiometri, dimasukkan ke dalam autoklaf hidrotermal, dan ditambahkan 15 mL NaOH 3M sesuai prosedur Rizal & Ismunandar (2007). NaOH berfungsi sebagai mineralizer untuk meningkatkan kelarutan selama pertumbuhan kristal, terutama karena banyak senyawa memiliki kelarutan rendah di air murni (Yang & Park, 2019). Proses pemanasan dilakukan pada suhu 150 °C, 180 °C, dan 200 °C selama 5 jam. Setelah itu, padatan hasil pemanasan dicuci tiga kali dengan aquademineral untuk menghilangkan pengotor, lalu dikeringkan pada suhu 50 °C selama 5 jam untuk analisis selanjutnya. Reaksi yang terjadi mengikuti Persamaan 4.

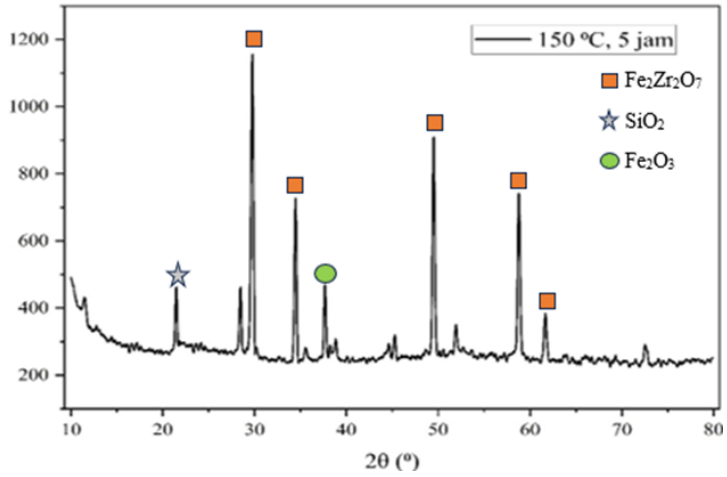
$$Fe_2O_{3\,(s)} + 2\ ZrO_{2\,(s)} + NaOH_{\,(l)} \rightarrow Fe_2Zr_2O_{7\,(s)} \quad (4)$$

Hasil Karakterisasi XRD Oksida Logam Piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ Variasi Suhu 150 °C

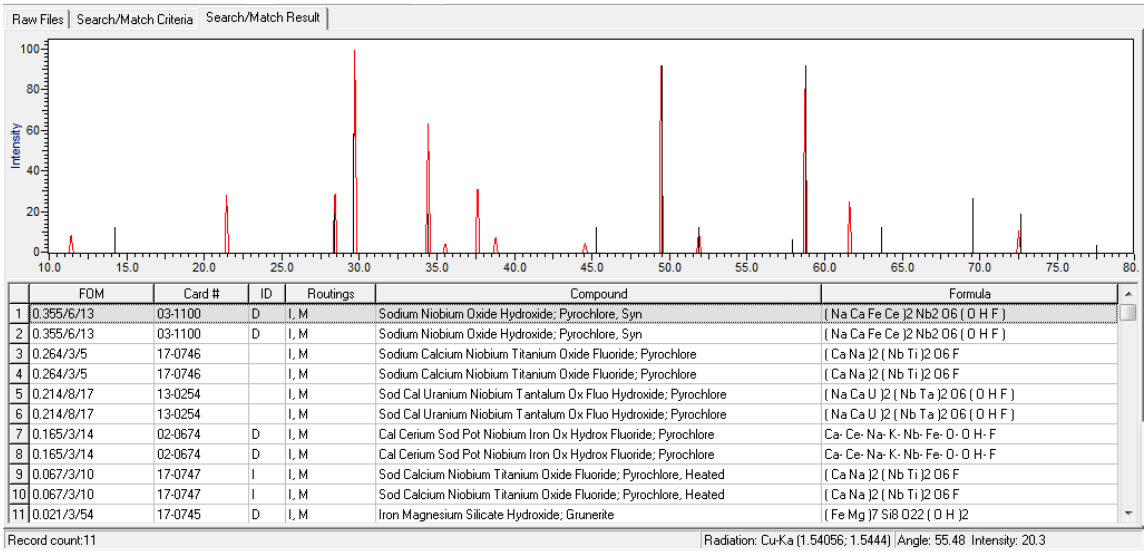
Difraktogram hasil sintesis oksida logam pirokor dengan variasi suhu 150°C selama 5 jam dapat dilihat pada Gambar 1. Pada Gambar 1 terlihat adanya puncak-puncak difraktogram yang tajam. Puncak-puncak yang muncul kemudian dicocokkan dengan data standar difraksi sinar-X

dari JCPDS. Perbandingan hasil sintesis dengan data JCPDS ditunjukkan pada Gambar 2. Hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ pada suhu 150 °C ditunjukkan oleh garis merah, sementara data standar JCPDS oleh garis hitam. Pencocokan menunjukkan kemiripan struktur dengan oksida piroklor (Na Ca Fe Ce)$_2$Nb$_2$O$_6$(O H F) FOM 0,355/6/13 Card # 03-1100, dengan intensitas tertinggi 661,40 pada sudut 2θ sebesar 29,71°. Namun, hasil ini tidak sesuai dengan tujuan sintesis $Fe_2Zr_2O_7$, kemungkinan karena difraktogramnya belum tercatat dalam database JCPDS.

Oleh karena itu, struktur juga dibandingkan dengan penelitian Al-Bawab *et al*., (2022) tentang fotokatalis $Fe_2Zr_2O_7$. Berdasarkan difraktogram pada Gambar 3, dapat dilihat bahwa difraktogram hasil analisis memiliki kemiripan dengan difraktogram $Fe_2Zr_2O_7$ di beberapa puncaknya seperti pada sudut 2θ 29,71°; 34,44°; 37,63°; 51,90°; 58,74°; dan 61,62° dimana puncak-puncak struktur $Fe_2Zr_2O_7$ berada pada sudut 2θ sekitar 30,00°; 33,50°; 36,00°; 43,50°; 51,00°; 54,00°; 57,50°; 61,00°; dan 64,00°.



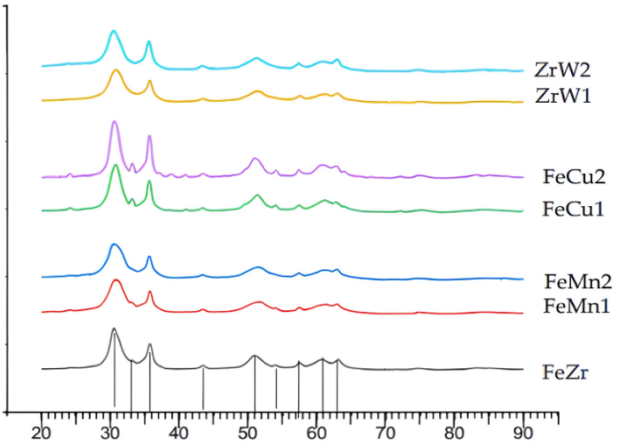
Gambar 1 Difraktogram hasil sintesis dengan variasi suhu 150 °C



	FOM	Card #	ID	Routings	Compound	Formula
1	0.355/6/13	03-1100	D	I, M	Sodium Niobium Oxide Hydroxide; Pyrochlore, Syn	(Na Ca Fe Ce)2 Nb2 O6 (O H F)
2	0.355/6/13	03-1100	D	I, M	Sodium Niobium Oxide Hydroxide; Pyrochlore, Syn	(Na Ca Fe Ce)2 Nb2 O6 (O H F)
3	0.264/3/5	17-0746		I, M	Sodium Calcium Niobium Titanium Oxide Fluoride; Pyrochlore	(Ca Na)2 (Nb Ti)2 O6 F
4	0.264/3/5	17-0746		I, M	Sodium Calcium Niobium Titanium Oxide Fluoride; Pyrochlore	(Ca Na)2 (Nb Ti)2 O6 F
5	0.214/8/17	13-0254		I, M	Sod Cal Uranium Niobium Tantalum Ox Fluo Hydroxide; Pyrochlore	(Na Ca U)2 (Nb Ta)2 O6 (O H F)
6	0.214/8/17	13-0254		I, M	Sod Cal Uranium Niobium Tantalum Ox Fluo Hydroxide; Pyrochlore	(Na Ca U)2 (Nb Ta)2 O6 (O H F)
7	0.165/3/14	02-0674	D	I, M	Cal Cerium Sod Pot Niobium Iron Ox Hydrox Fluoride; Pyrochlore	Ca- Ce- Na- K- Nb- Fe- O- O H- F
8	0.165/3/14	02-0674	D	I, M	Cal Cerium Sod Pot Niobium Iron Ox Hydrox Fluoride; Pyrochlore	Ca- Ce- Na- K- Nb- Fe- O- O H- F
9	0.067/3/10	17-0747	I	I, M	Sod Calcium Niobium Titanium Oxide Fluoride; Pyrochlore, Heated	(Ca Na)2 (Nb Ti)2 O6 F
10	0.067/3/10	17-0747	I	I, M	Sod Calcium Niobium Titanium Oxide Fluoride; Pyrochlore, Heated	(Ca Na)2 (Nb Ti)2 O6 F
11	0.021/3/54	17-0745	D	I, M	Iron Magnesium Silicate Hydroxide; Grunerite	(Fe Mg)7 Si8 O22 (O H)2

Record count:11 Radiation: Cu-Ka (1.54056; 1.5444) Angle: 55.48 Intensity: 20.3

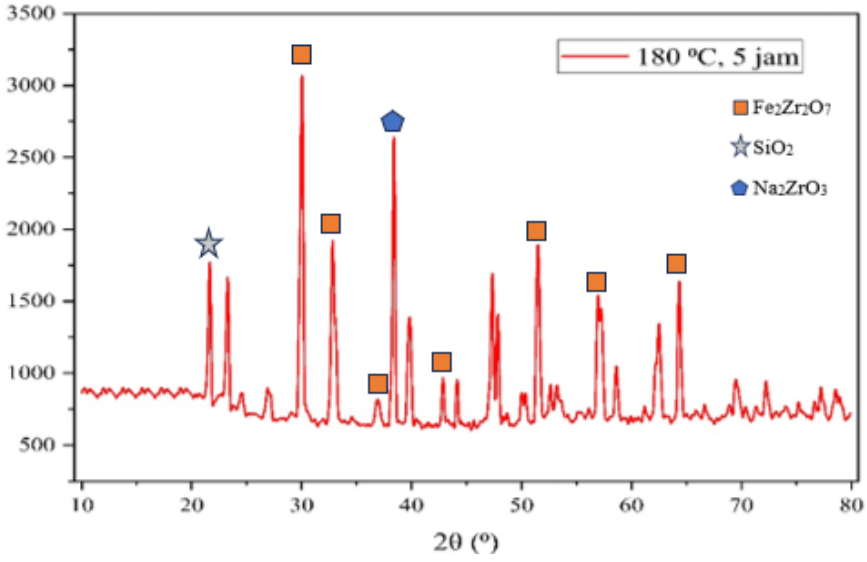
Gambar 2 Perbandingan hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ variasi suhu 150°C dengan JCPDS FOM 0,355/6/13 Card # 03-1100



Gambar 3 Difraktogram $Fe_2Zr_2O_7$ (Al-Bawab *et al*., 2022).

Hasil Karakterisasi XRD Oksida Logam Piroklor $Fe_2Zr_2O_7$Variasi Suhu 180 °C

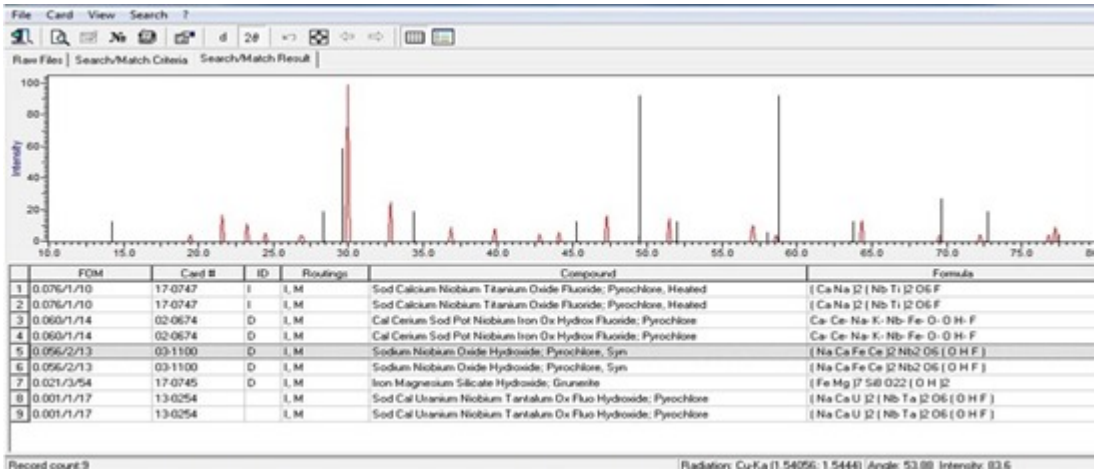
Difraktogram hasil sintesis oksida logam pirokor dengan variasi suhu 180 °C selama 5 jam dapat dilihat pada Gambar 4. Gambar 4 menunjukkan adanya puncak-puncak difraktogram yang tajam. Puncak-puncak yang muncul kemudian dicocokkan dengan data standar fraksi sinar-X dari JCPDS. Perbandingan hasil sintesis dengan data JCPDS ditunjukkan pada Gambar 5. Struktur hasil sintesis mirip dengn oksida piroklor $(Na\ Ca\ Fe\ Ce)_2Nb_2O_6(O\ H\ F)$ FOM 0,355/6/13 Card # 03-1100, dengan intensitas 4174 pada sudut 2θ sebesar 30,01°, menunjukkan keteraturan kristal yang baik (Andani & Puryanti, 2015). Beberapa puncak juga cocok dengan penelitian Al-Bawab *et al*. (2022) pada sudut 30,01°; 32,87°; 36,92°; 44,13°; 51,49°; 57,04°; dan 64,35°.



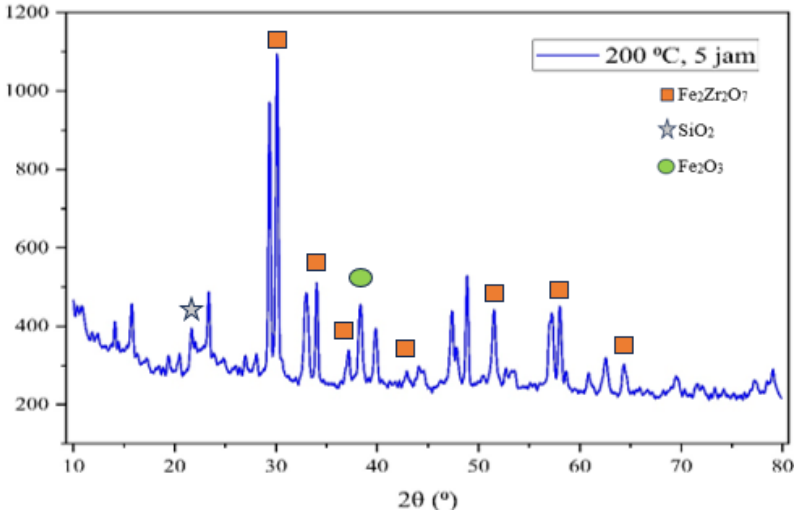
Gambar 4 Difraktogram hasil sintesis dengan variasi suhu 180 °C

Hasil Karakterisasi XRD Oksida Logam Piroklor $Fe_2Zr_2O_7$Variasi Suhu 200 °C

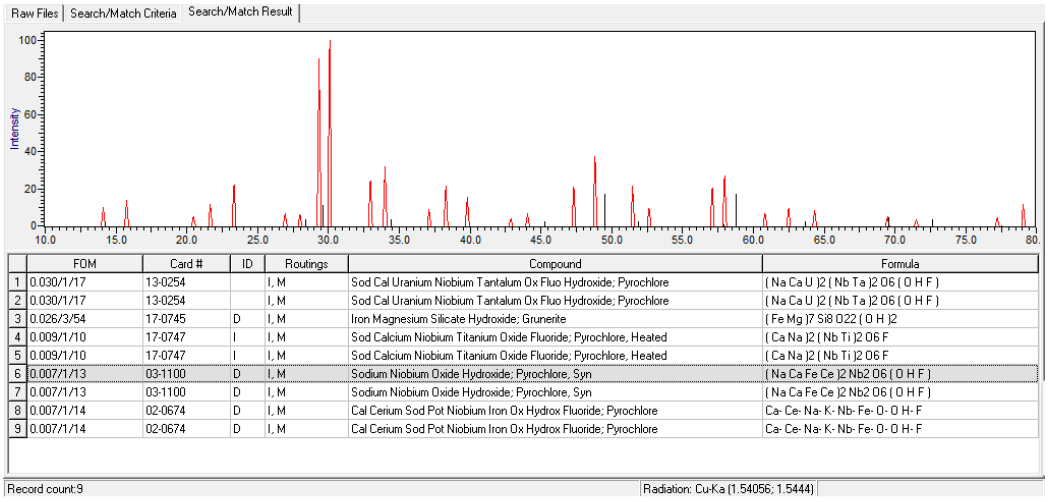
Difraktogram hasil sintesis oksida logam pirokor dengan variasi suhu 200 °C selama 5 jam dapat dilihat pada Gambar 6. Gambar 6 menunjukkan adanya beberapa puncak difraktogram yang tajam, dan juga terdapat banyak pengotor. Puncak-puncak yang muncul kemudian dicocokkan dengan data standar fraksi sinar-X dari JCPDS. Berikut perbandingan hasil sintesis dengan data JCPDS ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 5 Perbandingan hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ variasi suhu 180°C dengan JCPDS FOM 0,355/6/13 Card # 03-1100



Gambar 6 Difraktogram hasil sintesis dengan variasi suhu 200 °C

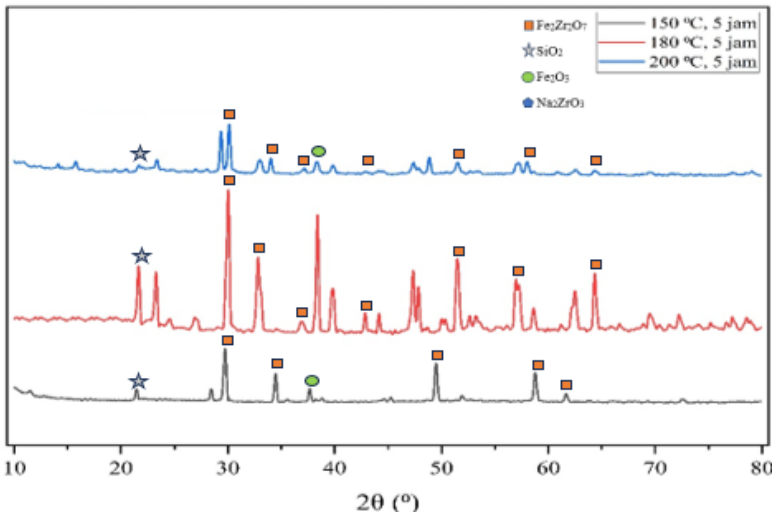


Gambar 7 Perbandingan hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ variasi suhu 200°C dengan JCPDS FOM 0,355/6/13 Card # 03-1100

Hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ pada suhu 200 °C menunjukkan kemiripan dengan struktur standar JCPDS dan oksida piroklor (Na Ca Fe Ce)$_2Nb_2O_6$(O H F) FOM 0,355/6/13 Card # 03-1100, dengan intensitas 652,40 dan sudut 2θ 30,09°. Analisis ini juga konsisten dengan difraktogram Al-Bawab *et al*., (2022), yang menunjukkan kemiripan pada beberapa puncak, seperti 30,09°; 34,00°; 37,11°; 51,48°; 57,98°; 60,62°; dan 64,33°.

Perbandingan Hasil Karakterisasi XRD

Hasil karakterisasi oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ menggunakan difraksi sinar-X dengan variasi suhu 150 °C, 180 °C, dan 200 °C selama 5 jam terlihat pada Gambar 8. Dari hasil sintesis tersebut masing-masing dilakukan perbandingan difraktogram satu puncak yang tertinggi.



Gambar 8 Perbandingan difraktogram oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ variasi suhu 150 °C, 180 °C dan 200 °C selama 5 jam

Gambar 8 menunjukkan bahwa sintesis piroklor memiliki kemiripan puncak dengan difraktogram $Fe_2Zr_2O_7$. Pada suhu 150 °C, terdapat 5 puncak mirip di sudut 29,71°; 34,44°; 37,63°; 51,90°; 58,74°; dan 61,62°. Suhu 180 °C memiliki 7 puncak mirip di sudut 30,01°; 32,87°; 36,92°; 44,13°; 51,49°; 57,04°; dan 64,35°. Suhu 200 °C juga memiliki 7 puncak mirip, meski intensitasnya lebih rendah, di sudut 30,09°; 34,00°; 37,11°; 51,48°; 57,98°; 60,62°; dan 64,33°. Puncak-puncak ini menunjukkan kemiripan struktur dengan $Fe_2Zr_2O_7$, meskipun ada puncak pengotor akibat kontrol reaksi yang kurang optimal.

Tabel 3 Perbandingan hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ dengan variasi suhu 150 °C, 180 °C dan 200 °C selama 5 jam

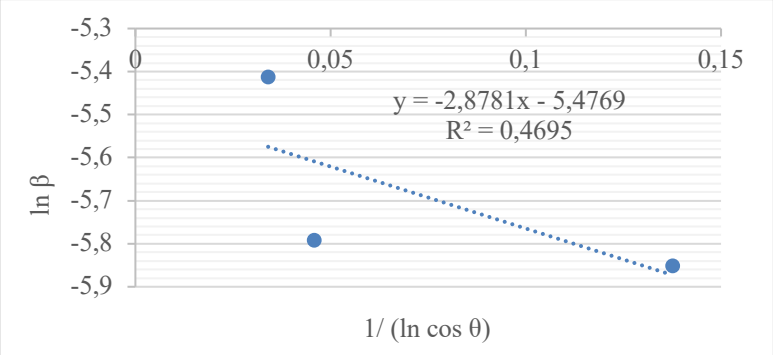
No.	Faktor Pembanding	Variasi Suhu		
		150 °C	180 °C	200 °C
1.	Posisi Puncak (2θ)	29,71	30,01	30,09
2.	Intensitas	661,40	4174	652,40
3.	FWHM	0,26	0,03	0,22
4.	Area	0,17	0,02	0,14

Berdasarkan Tabel 3 dapat dilihat bahwa hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ pada suhu 180 °C memiliki intensitas tertinggi sebesar 4174, dengan nilai FWHM terkecil 0,03 dan luas area 0,02, menunjukkan kristalinitas yang tinggi dan keteraturan susunan atom yang baik (Handani, 2017; Hamonangan *et al*., 2015). Sebaliknya, suhu 150 °C menghasilkan intensitas lebih rendah sebesar 661,40 dengan FWHM 0,26 dan luas area 0,17, akibat energi yang belum cukup untuk meningkatkan kristalinitas. Pada suhu 200 °C, intensitas menurun menjadi 652,40 dengan FWHM 0,22 dan luas area 0,14, karena vibrasi termal yang meningkat pada suhu tinggi

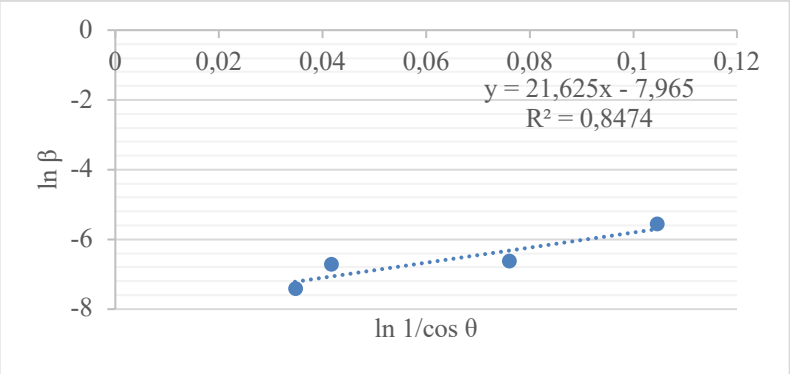
menyebabkan pergeseran atom dari posisi keseimbangan, pelebaran puncak, dan penurunan ukuran kristal (Shofwati *et al*., 2019).

Ukuran Kristal Hasil XRD

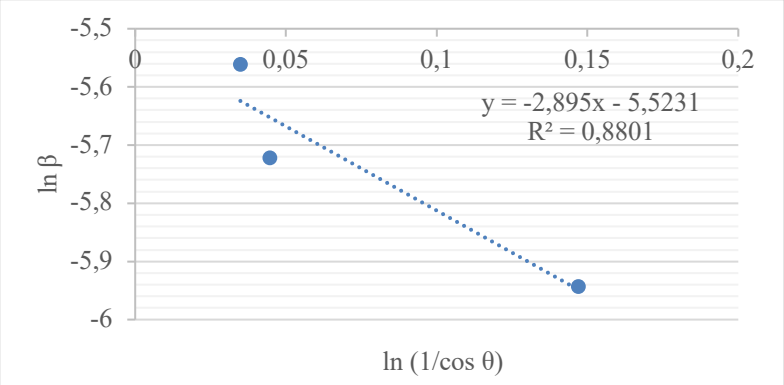
Ukuran kristal ditentukan menggunakan difraksi sinar-X melalui persamaan Debye Scherrer, berdasarkan nilai 2θ, panjang gelombang, intensitas, dan FWHM. Grafik hubungan ln(1/cos θ) (sumbu x) dan ln β (sumbu y) menghasilkan garis lurus dengan slope mendekati satu dan intersep setara dengan ln(Kλ/D). Grafik hasil perhitungan untuk sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ pada suhu 150 °C, 180 °C, dan 200 °C selama 5 jam ditampilkan pada Gambar 9, 10, dan 11.



Gambar 9 Grafik hubungan ln (1/cos θ) dan ln β variasi suhu 150 °C



Gambar 10 Grafik hubungan ln (1/cos θ) dan ln β variasi suhu 180 °C



Gambar 11 Grafik hubungan ln (1/cos θ) dan ln β variasi suhu 200 °C

Nilai R^2 mencerminkan homogenitas ukuran kristal, dengan nilai mendekati 1 menunjukkan homogenitas tinggi. Berdasarkan Gambar 9, 10, dan 11, sintesis pada suhu 150 °C memiliki homogenitas terendah (R^2 = 0,4695), sedangkan suhu 180 °C dan 200 °C menunjukkan homogenitas lebih tinggi dengan nilai R^2 masing-masing 0,8474 dan 0,8801.

Berdasarkan Tabel 4, ukuran kristal terbesar dihasilkan pada suhu 180 °C sebesar 394,66 nm, hal ini dikarenakan suhu tinggi atau energi termal meningkatkan difusi atom dan pertumbuhan kristal (Zuhdi, 2018). Pada suhu 200 °C, ukuran kristal lebih kecil akibat vibrasi atom yang mengubah orientasi kristal, memperlebar jarak antar bidang, dan menyebabkan pelebaran puncak (Shofwati *et al*., 2019).

Tabel 4 Perbandingan ukuran kristal hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ dengan variasi suhu 150 °C, 180 °C, dan 200 °C selama 5 jam

No.	Variasi Suhu (°C)	Ukuran Kristal (nm)
1.	150	32,78
2.	180	394,66
3.	200	34,33

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Sintesis oksida piroklor Fe2Zr2O7 pada suhu 180 °C memiliki intensitas tertinggi sebesar 4174, FWHM terkecil sebesar 0,03, dan luas area terkecil sebesar 0,02. Sebagai perbandingan, suhu 150 °C menghasilkan intensitas 661,40; FWHM 0,26; dan luas area 0,17, sementara suhu 200 °C menghasilkan intensitas 652,40, FWHM 0,22, dan luas area 0,14.
2. Ukuran kristal yang paling besar dimiliki oleh hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ variasi suhu 180 °C yaitu sebesar 394,66 nm, sedangkan ukuran kristal hasil sintesis oksida piroklor $Fe_2Zr_2O_7$ variasi suhu 150 °C dan 200 °C berturut-turut sebesar 32,78 nm dan 34,33 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

Al-Bawab, A., M. Abu-Dalo, A. Khalaf, & D. Abu-Dalo. 2022. Olive Mill Wastewater (OMW) Treatment Using Photocatalyst Media. *Catalysts, 12*(5), pp. 1-16. https://doi.org/10.3390/catal12050539

Aldila, H. 2015. *Sintesis dan Karakterisasi Zirkonia dari Pasir Zirkon Alam dengan Variasi pH Pengendapan Menggunakan Metode Alkali Fusion-Kopresipitasi*. Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Anantharaman, A. P., & H. P. Dasari. 2021. Potential of Pyrochlore Structure Materials In Solid Oxide Fuel Cell Applications. *In Ceramics International, 47*(4), pp. 4367-4388. https://doi.Org/10.1016/J.Ceramint.2020.10.012

Andani, D., & D. Puryanti. 2015. Pengaruh Peg-2000 Terhadap Ukuran Partikel Fe_3O_4 yang Disintesis dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand, 4*(2), pp 193-199.

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), pp. 11–12.

Fuentes, A. F., S. M. Montemayor, M. Maczka, M. Lang, R. C. Ewing, & U. Amador. 2018. A Critical Review of Existing Criteria For The Prediction of Pyrochlore Formation and Stability. *Inorganic Chemistry*, *57*(19), pp. 12093–12105. https://doi.org/10.1021/Acs.Inorgchem.8b01665

Gelyaman, G. D. 2018. Faktor – Faktor Yang Mempengaruhi Bioavailabilitas Besi Bagi Tumbuhan. *Jurnal Saintek Lahan Kering*, *1*(1), pp. 17–19. https://doi.org/10.32938/Slk.V1i1.439

Gunara, M. 2017. Potensi Batubara Sebagai Sumber Energi Alternatif Untuk Pengembangan Industri Logam. *Seminar Nasional TEKNOKA*, pp. 22–27.

Hamonangan, S. D., E. Mikrianto, & D. Ariyani. 2015. Pengaruh pH Pada Sintesis Oksida Perovskit $ZnTiO_3$ dengan Metode Kopresipitasi. *Sains dan Terapan Kimia*, *9*(2), pp. 88–100.

Handani, S. 2017. Pengaruh Temperatur dan Waktu Putar Terhadap Sifat Optik Lapisan Tipis ZnO yang Dibuat dengan Metode Sol-Gel Spin Coating. *Jurnal Fisika Unand*, *6*(2), pp. 156-161.

Juniansyah, R., D. Suhendar, & P.H. Eko. 2017. Studi Transformasi Zeolit Alam Asal Sukabumi dengan Menggunakan Air Zamzam sebagai Sumber Akuades. *Al-Kimiya*, *4*(1), pp. 23–30.

Kong, L., I. Karatchevtseva, R. D. Aughterson, J. Davis, Y. Zhang, G. R. Lumpkin, & G. Triani. 2015. New Pathway For The Preparation of Pyrochlore $Nd_2Zr_2O_7$ Nanoparticles. *Ceramics International*, *41*(6), pp. 7618-7625

Lufaso, M. W., T. A. Vanderah, I. M. Pazos, I. Levin, R. S. Roth, J. C. Nino, V. Provenzano, & P. K. Schenck. 2006. Phase Formation, Crystal Chemistry, and Properties In The System Bi_2O_3-Fe_2O_3-Nb_2O_5. *Journal of Solid State Chemistry*, *179*(12), pp. 3900–3910. https://doi.org/10.1016/J.Jssc.2006.08.036

Mardiyah, U., A. G. Fasya, B. Fauziyah, & S. Amalia. 2014. Ekstraksi, Uji Aktivitas Antioksidan dan Identifikasi Golongan Senyawa Aktif Alga Merah Eucheuma Spinosum dari Perairan Banyuwangi. *Alchemy*, *3*(1), pp. 39–46.

Mikrianto, E., R. Kurniawan, D. R. Mujiyanti, & U. Irawati. 2014. Sintesis Oksida Logam Aurivillius $Srbi_4ti_4o_{15}$ Menggunakan Metode Hidrotermal dan Penentuan Sifat Feroelektriknya. *Sains dan Terapan Kimia*, *8*(1), pp. 27–36.

Nazif, R., W. Erlangga, & Halimatuddahliana. 2016. Pengaruh Suhu Pirolisis dan Jumlah Katalis Karbon Aktif Terhadap Yield dan Kualitas Bahan Bakar Cair dari Limbah Plastik Jenis Polipropilena. *Jurnal Teknik Kimia USU*, *5*(3), pp. 49–55.

Rizal, M., & K. Ismunandar. 2007. Sintesis dengan Metode Hidrotermal dan Karakterisasi Senyawa Berstruktur Aurivillius $Bi_4Ti_3O_{12}$. *Jurnal Matematika dan Sains*, *12*(1), pp. 44–48.

Shang, C., C. Cao, D. Yu, Y. Yan, Y. Lin, H. Li, T. Zheng, X. Yan, W. Yu, S. Zhou, & J. Zeng. 2018. Electron Correlations Engineer Catalytic Activity of Pyrochlore Iridates For Acidic Water Oxidation. *Advanced Materials*, *31*(6), pp. 1-6. https://doi.org/10.1002/Adma.201805104

Shkuratov, S. I., & C. S. Lynch. 2022. A Review of Ferroelectric Materials For High Power Devices. *Journal Of Materiomics*, *8*(4), pp. 739–752. https://doi.org/10.1016/J.Jmat.2022.04.002

Shofwati, M. A., F. Nurosyid, & Y. Iriani. 2019. Pengaruh Suhu Annealing Elektroda Kerja dan Scattering Layer terhadap Efisinesi Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC). *Jurnal Fisika Flux, 16*(2), pp. 92-96. https://doi.org/10.20527/flux.v16i2.4914

Sudaryadi, S., & E. Purwita. 2020. Pemisahan Zirkon dari Tailing Tambang Timah Menggunakan Magnetic Separator. *Indonesian Journal of Chemical Science*, *9*(3), pp. 174–175. http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs

Thoif, M., A. Prasetyo, & N. Aini. 2020. Sintesis Material Fotokatalis Strontium titanat ($SrTiO_3$) dengan Metode Hidrotermal pada Variasi Suhu. *JC-T (Journal Cis-Trans): Jurnal Kimia dan Terapannya*, *4*(1), pp. 8-13.

Ulfindrayani, I. F., N. Fanani, Q. A'yuni, N. Ikhlas, B. L. Gaol, & D. Lestari. 2019. Pengaruh Perbedaan Preparasi Lumpur Lapindo Terhadap Kandungan Senyawanya. *Prosiding Seminar Nasional Teknologi dan Sains (Snasteks)*, pp. 235–239.

Veiga, E. L. D. S., M. Fortuno-Morte, H. Beltran-Mir, & E. Cordoncillo. 2022. Effect of The Oxidation States on The Electrical Properties of Fe-doped $Pr_2Zr_2O_7$ Pyrochlore. *Journal of*

Materials Research and Technology, *16*(1), pp. 201-205.

Wibowo, G. R., E. Emriadi, & Z. Zulhadjri. 2019. Sintesis Senyawa Aurivillius Lapis Empat $PbBi_4Ti_4O_{15}$ dan $PbBi_3NdTi_4O_{15}$ dengan Metode Lelehan Campuran Garam Nacl-Kcl Dan Karakterisasi Struktur. *Jurnal Riset Kimia*, *10*(2), pp. 85–92. https://doi.org/10.25077/Jrk.V10i2.307

Wulandari, R. 2018. *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, Universitas Lambung Mangkurat.

Yang, & S. J. Park. 2019. Conventional and Microwave Hydrothermal Synthesis and Application of Functional Materials: A Review. *Materials*, *12*(7), pp. 1-18. https://doi.org/10.3390/Ma12071177

Yuliusman. 2016. Recovery Logam Nikel dari Spent Katalis Nio/Al_2O_3 dengan Teknologi Leaching Menggunakan Amonia-Amonium Karbonat. *Jurnal MIPA*, *39*(2), pp. 143–149. http://journal.unnes.ac.id/nju/index.php/JM

Zuhdi, I. P. 2018. *Analisis Struktur Mikro Kristal Pada Serbuk dan Lapisan NiCrAl dengan Elemen Reaktif (Si dan Y) Menggunakan Metode Scherrer*. Skripsi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.