

Sintesis CaCO_3 dari Dolomit Bangkalan dengan Metode Leaching

Synthesis of CaCO_3 from Bangkalan Dolomite by Leaching Method

Angelina O. Vironika*, Lydia Rohmawati

Jurusan Fisika Fakultas Matematika Ilmu dan Pengetahuan Alam Universitas Negeri Surabaya
Jln. Ketintang, Surabaya 60231

ABSTRAK

Kalsium karbonat (CaCO_3) merupakan biomaterial inorganik yang dapat diaplikasikan untuk pengobatan dan antibakteri. Material ini dapat diekstrak dari batuan dolomit, dimana diketahui kandungan CaO dari dolomit Bangkalan adalah 63,42%. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi fasa dari sampel CaCO_3 beserta gugus fungsinya. Metode leaching digunakan dalam sintesis CaCO_3 yaitu serbuk dolomit dilarutkan dengan HCl dan aquades, lalu diaduk dalam waktu 45 menit pada suhu 75°C. Setelah itu, larutan disaring dan filtratnya ditambahkan amoniak hingga pH larutan 12, kemudian dialiri gas CO_2 2,8 liter/menit dan hasilnya dipanaskan pada suhu 60°C dalam waktu 24 jam. Selanjutnya sampel dikarakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui fasa kristal dan gugus fungsi dari CaCO_3 . Hasil analisis XRD menunjukkan material CaCO_3 memiliki fasa kalsit (87,31%) dan vaterit (12,69%). Hal ini sesuai dengan *pdf cards database* kalsit (96-900-0966) dan vaterite (96-900-7476). Hasil FTIR menunjukkan material CaCO_3 memiliki gugus fungsi Ca-O, C-H, C-O, O-H dan carboxyl pada puncak serapan 4000-400 cm^{-1} . Dengan demikian, terbentuknya material CaCO_3 dengan metode leaching ini dapat dikembangkan dalam skala besar dikarenakan biaya murah, peralatan sederhana dan diperoleh dari sumber daya alam yang melimpah.

Kata Kunci: CaCO_3 , dolomit, sintesis, leaching

ABSTRACT

Calcium carbonate (CaCO_3) is an inorganic biomaterial that can be applied for treatment and antibacterial. This material can be extracted from dolomite rock, where it is known that the CaCO_3 content of Bangkalan dolomite is 54.3%. This research aims to determine the phase and functional groups formed by the CaCO_3 sample. The sample of CaCO_3 was synthesized using a leaching method, namely dolomite powder dissolved in HCl and distilled water, and then stirred at 75°C for 45 minutes. The filtrate resulted from filtering dropped with ammonia until pH 12 solution, and then it flowed CO_2 gas of 2.8 liters/minute, and the last it dried at 60°C for 24 hours. The synthesized white powder was characterized by *X-Ray Diffraction* (XRD) and *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) to determine the crystal phase and functional group of CaCO_3 . The research results indicated that the CaCO_3 material had calcite (92%) and vaterite (8%) phases, which corresponds to the calcite (96-900-0966) and vaterite (96-900-7476) pdf card databases. The FTIR results show that CaCO_3 material has the functional groups Ca-O, C-H, C-O, O-H and carboxyl in wave numbers 4000-400 cm^{-1} . Thus, CaCO_3 material formed by this leaching method can be developed mainly because of low cost, simple equipment, and abundant natural resources.

Key Words: CaCO_3 , dolomite, synthesis, leaching

PENDAHULUAN

Kalsium karbonat (CaCO_3) adalah biomaterial anorganik alami berupa padatan putih seperti kapur, marmer, dan kalsit. Terbentuknya kalsium karbonat ini dari ikatan ion yang kuat antara atom kalsium dan oksigen (Hariharan et al., 2014). Kalsium karbonat menarik untuk dikaji terutama dalam bidang medis karena memiliki karakteristik unik seperti toksisitas rendah, biokompatibel, biodegradabel, sensitivitas pH, dan osteokonduktif. Dengan adanya sifat tersebut, menjadikan CaCO_3 sebagai kandidat untuk aplikasi terapeutik (penghantaran obat, agen mikroba, dan pembawa nano penghantaran gen) dan penyakit yang

berhubungan dengan tulang seperti defek tulang (Dizaj et al., 2015). Kalsium karbonat ini memiliki tiga polimorf yakni kalsit, aragonite dan vaterite. Dari ketiga polimorf tersebut, kalsit stabil secara termodinamika dan menjadikan fase kristal yang paling mudah terbentuk. Bila dibandingkan dengan vaterite yang memiliki morfologi sferoid berpori dan merupakan fasa metastabil pada suhu ruang. Begitupula dengan fasa aragonite yang merupakan fasa metastabil yang dapat berubah menjadi kalsit pada suhu 470°C

CaCO_3 dapat diperoleh dari batuan dolomit Bangkalan Madura. Dolomit ini mengandung magnesium dan kalsium dengan rumus kimia

*Alamat korespondensi:
Angelina.18060.mhs@unesa.ac.id

$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$. Sholicha et al., (2019) melaporkan dolomit mengandung CaO dan MgO paling tinggi dibandingkan dengan senyawa lainnya, yakni 63,42% CaO dan 26,39% MgO. Besarnya kandungan CaO pada batuan dolomit tersebut, menjadikan dolomit di daerah Bangkalan sebagai tempat penambangan yang hasilnya masih digunakan sebagai bahan bangunan, dan pakan ternak, bahkan dijual dalam bentuk bahan mentah dengan harga jual yang rendah.

Rohmawati et al., (2019) melaporkan material CaCO_3/MgO didapatkan dari dolomit Bangkalan dengan metode kalsinasi. Namun material tersebut menjadi satu kesatuan dan tidak terpisah antara CaCO_3 dan MgO pada dolomit. Pemisahan MgO dari dolomit ini berhasil di sintesis menggunakan metode leaching (Saputri & Rohmawati, 2021). Metode leaching ini lebih efektif untuk memisahkan CaCO_3 dan MgO dibandingkan metode presipitasi yang menghabiskan biaya cukup mahal (Li et al., 2013). Untuk memperoleh fasa optimum pada CaCO_3 maka terlebih dahulu serbuk dolomit dikalsinasi pada suhu 800°C selama 8 jam (Wulandari et al., n.d.)

Berdasarkan dari beberapa penelitian di atas, maka perlu dilakukan sintesis CaCO_3 dari dolomit menggunakan metode leaching, dimana hasilnya dikarakterisasi XRD dan FTIR untuk diketahui fasa dan gugus fungsi dari CaCO_3 . Material CaCO_3 yang telah teridentifikasi tersebut dapat dikembangkan untuk aplikasi bidang medis maupun industri.

METODE PENELITIAN

Bahan dan alat yang perlu disiapkan sebelum dilakukan sintesis CaCO_3 antara lain: batuan dolomit Bangkalan, HCl 37%, NH_3 25%, dan aquades, kertas saring, gas CO_2 , pH meter, gelas kimia, *crucible* alumina, pengaduk magnetic, neraca digital, mortal dan alu, ayakan 200 mesh, *dry oven*, dan *furnace*.

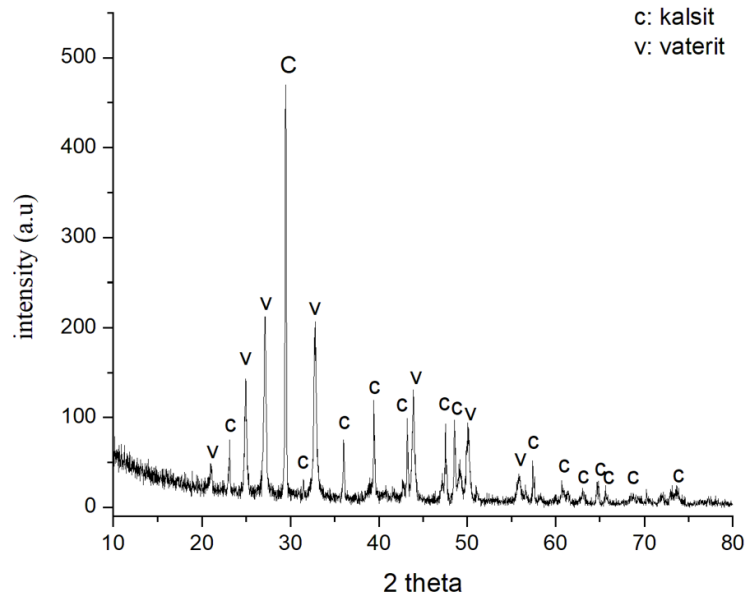
Tahapan untuk mensintesis CaCO_3 menggunakan metode leaching antara lain bongkahan dolomit yang sudah dalam proses pembakaran dihaluskan menggunakan mortal alu hingga menjadi serbuk putih halus dan diayak dengan ayakan 200 mesh. Serbuk tersebut ditimbang pada neraca digital sebesar 50gr, lalu dikalsinasi selama 8 jam suhu 800°C , dan didinginkan secara bertahap hingga suhu ruang. Selanjutnya hasil kalsinasi dolomit dilarutkan dengan aquades dan

5M HCL 37% sebanyak 210 ml kemudian di aduk pada suhu 75°C selama 45 menit dengan kecepatan 300 rpm hingga terbentuk larutan bening berwarna kuning. Larutan tersebut disaring dan diambil filtratnya. Setelah itu ditambahkan NH_3 25% pada filtrat hasil penyaringan, hingga pH larutan 12 dan terbentuk endapan. Endapan putih dialiri gas CO_2 sebesar 2,8 liter/menit dan hasilnya dikeringkan ke dalam *dry oven* dalam waktu 24 jam pada suhu 60°C . Selanjutnya serbuk putih tersebut dilakukan karakterisasi XRD dan FTIR untuk mengetahui fasa dan ikatan kimia pada sampel CaCO_3 .

Pengambilan data pada sampel menggunakan alat karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) tipe XPert MPD dengan sumber radiasi Cu 35 mA, 40 kV, panjang gelombang 1.54060 \AA dan sudut 2θ $0^\circ - 80^\circ$. Alat karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) yang digunakan merupakan tipe Shimadzu IR Prestige 21 dengan puncak serapan $4000-400 \text{ cm}^{-1}$. Karakterisasi XRD menghasilkan puncak difraksi yang selanjutnya dianalisis menggunakan software QualX untuk mengidentifikasi fasa dari sampel. Data hasil karakterisasi FTIR berupa grafik bilangan gelombang dan transmisi cahaya, dimana setiap puncak serapan menunjukkan ikatan kimia atom dari suatu sampel, yang hasilnya dicocokkan dengan referensi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

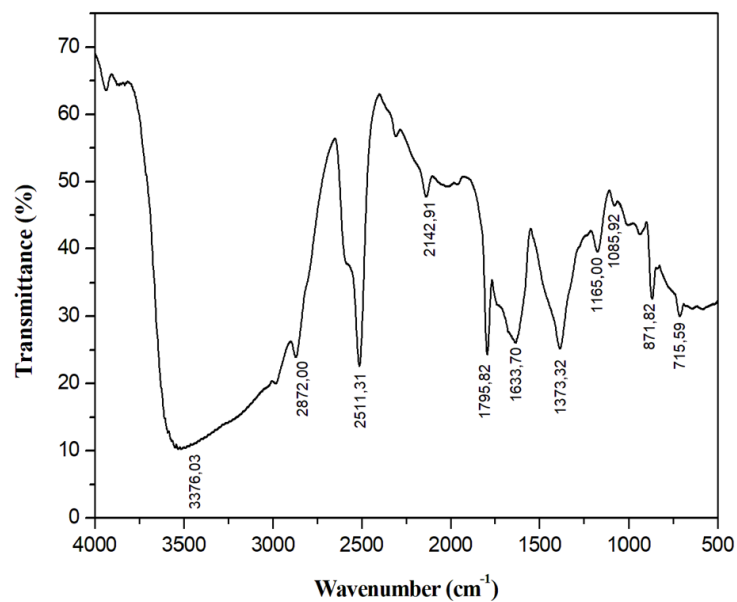
Hasil karakterisasi XRD untuk sampel CaCO_3 diidentifikasi fasanya menggunakan software QualX. Pada Gambar 1, tampak bahwa sampel hasil sintesis merupakan CaCO_3 dengan fasa kalsit dan vaterite. Fasa kalsit terbentuk pada sudut difraksi 2θ sebesar $29,38^\circ$ dengan indeks miller [104]. Hasil penelitian dari Luo et al., (2020), fasa kalsit berada pada sudut $2\theta=29,4^\circ$, yang memiliki intensitas maksimum. Pada penelitian ini, fasa kalsit juga ditunjukkan pada puncak difraksi dengan sudut 2θ sebagai berikut $23,04^\circ; 32,72^\circ; 35,96^\circ; 39,38^\circ; 43,84^\circ; 47,46^\circ; 48,48^\circ; 57,38^\circ; 60,64^\circ; 64,62^\circ$ dengan indeks miller [012], [006], [110], [113], [202], [018], [116], [122], [214], [300] yang sesuai dengan data *pdf cards* nomor 96-900-0966. Sebaliknya puncak difraksi yang menunjukkan fasa vaterite berada pada sudut 2θ sebagai berikut: $21^\circ; 24,82^\circ; 27,08^\circ; 43,86^\circ; 50,10^\circ; 55,86^\circ$ dengan indeks miller [002], [100], [101], [110], [014], [202]. Pencocokan data difraksi pada sampel hasil sintesis untuk fasa vaterite ini sesuai dengan data *pdf cards* nomor 96-900-7476.



Gambar 1. Hasil karakterisasi XRD untuk sampel CaCO₃

Pada Gambar 1 fasa kalsit paling dominan bila dibandingkan dengan fasa vaterite yakni 87,31% kalsit dan 12,69% vaterite. Keberadaan dua fasa dalam satu sampel tersebut dikarenakan adanya kecepatan pengadukan yang tinggi sehingga menciptakan kondisi hidrodinamika ion dan

molekul yang tinggi, akibatnya terjadi peningkatan tumbukan kristal vaterite dengan larutan sehingga sebagian fase vaterite diubah menjadi kalsit (Febrida et al., 2021). Selain itu factor laju aliran gas CO₂ juga mempengaruhi keberadaan dua fase dalam satu sampel (Lailiyah et al., 2012).



Gambar 2. Hasil karakterisasi FTIR untuk sampel CaCO₃

Spektrum FTIR pada sampel CaCO₃ hasil sintesis berupa data adsorbansi pada puncak serapan 4000 hingga 400 cm⁻¹, sesuai Gambar 2. Terdapat puncak serapan CO₃²⁻ pada 715,59 (*v*₄), 871,82 (*v*₂), 1085,92 (*v*₁), 1165 (*v*₁), 1373,32 (*v*₃), 1633,70 dan 1795,82 cm⁻¹. Puncak serapan ini merupakan karakteristik umum dari ion karbonat dalam kalsium karbonat dan merupakan moda dasar getaran molekul (Ramasamy et al, 2018).

Puncak serapan vibrasi Ca-O pada 715,59 (*v*₄) dan vibrasi C-H pada 871,82 (*v*₂) cm⁻¹ mengindikasikan karakteristik dari fasa kalsit (Luo et al, 2020), sedangkan fasa vaterite terdapat pada 1085,92 (*v*₁) cm⁻¹ (Mahadevan et al, 2021), dimana ion CO₃²⁻ tidak aktif di daerah inframerah (Ramasamy et al, 2018). Penyerapan inframerah dari 2872 dan 2511,31 cm⁻¹ dapat ditandai dengan ikatan C-H *asymmetric* dan *symmetric stretching*, sesuai dengan

penelitian Matei et al (2020) dimana puncak serapan terjadi pada bilangan gelombang 2982 dan 2876 cm^{-1} . Puncak serapan pada 3376,03 cm^{-1} merupakan O-H stretching vibration dimana H_2O teradsorpsi lemah pada permukaan karbonat. Carboxyl group terdapat pada puncak serapan 1373,32 cm^{-1} (Matei et al, 2020) dan gugus fungsi C-O terdapat pada 1165 dan 1795,82 cm^{-1} .

SIMPULAN

Hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa sampel CaCO_3 berhasil disintesis dengan metode leaching, dimana pada hasil karakterisasi XRD terdapat 87,31% fasa kalsit dan 12,69% vaterite. Data ini sesuai dengan pdf cards database kalsit (96-900-0966) dan vaterite (96-900-7476). Sampel CaCO_3 memiliki gugus fungsi Ca-O, C-H, C-O, O-H dan carboxyl pada puncak serapan 4000-400 cm^{-1} .

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Laboratorium Material Jurusan Fisika dan Laboratorium Terpadu Fakultas MIPA Universitas Negeri Surabaya atas fasilitas aktivitas penelitian ini, mulai dari sintesis hingga karakterisasi sampel.

DAFTAR PUSTAKA

- Dizaj, S. M., Barzegar, J. M., Hossein, Z. M., Adibkia, K., & Lotfipour, F 2015, 'Calcium carbonate nanoparticles; Potential in bone and tooth disorders', *Pharmaceutical Sciences*, vol. 20, no.4, hh. 175-182.
- Febriada, R., Cahyanto, A., Herda, E., Muthukanan, V., Djustiana, N., Faizal, F., Panatarani, C., & Joni, I. M 2021, 'Synthesis and characterization of porous CaCO_3 vaterite particles by simple solution method', *Materials*, vol. 14, no. 16, hh. 4425
- Hariharan, M., Varghese, N., Cherian, A. B., Sreenivasan, P. V, Paul, J., & Asmy, A. K. A 2014, 'Synthesis and Characterisation of CaCO_3 (Calcite) Nano Particles from Cockle Shells Using Chitosan as Precursor', *International Journal of Scientific and Research Publications*, vol. 4 , no. 10, dilihat october 2014, <http://www.ijsrp.org/>.
- Lailiyah, Q., Baqiya, M. A., & Darminto, D 2012, 'Pengaruh Temperatur dan Laju Aliran Gas CO_2 pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat dengan Metode Bubbling', *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, vol. 1, no. 1, hh. B6-B10.
- Li, G., Li, Z., & Ma, H 2013, 'Applied Clay Science Comprehensive use of dolomite-talc ore to prepare talc , nano-MgO and lightweight CaCO_3 using an acid leaching method', vol. 86, hh. 145-152.
- Luo, X., Song, X., Cao, Y., Song, L., & Bu, X 2020, 'Investigation of calcium carbonate synthesized by steamed ammonia liquid waste without use of additives', *RSC Advances*, vol. 10 , no. 13, hh. 7976-7986.
- Mahadevan, G., Ruifan, Q., Hian Jane, Y. H., & Valiyaveetil, S 2021, 'Effect of Polymer Nano- And Microparticles on Calcium Carbonate Crystallization', *ACS Omega*, vol. 6, no. 31, hh. 20522-20529.
- Matei, C., Berger, D., Dumbrava, A., Radu, M. D., & Gheorghe, E 2020, 'Calcium carbonate as silver carrier in composite materials obtained in green seaweed extract with topical applications', *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, vol. 93 , no. 2, hh. 315-323.
- Ramasamy, V., Anand, P., & Suresh, G 2018, 'Synthesis and characterization of polymer-mediated CaCO_3 nanoparticles using limestone: A novel approach', *Advanced Powder Technology*, vol. 29 , no. 3, hh. 818-834.
- Rohmawati, L., Sholicha, S. P., S Holisa, S. P., & Setyarsih, W 2019, 'Identification of Phase CaCO_3/MgO in Bangkalan Dolomite Sand as An Antibacterial Substance', *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 1417, no. 1, hh. 1742-6596.
- Saputri, D., & Rohmawati, L 2021, 'Sintesis Magnesium Oksida (MgO) dari Dolomit Bangkalan dengan Metode Leaching', vol. 09, no. 02, hh. 203-210.
- Sholicha, S. P., Setyarsih, W., Sabrina, G. J., & Rohmawati, L 2019, 'Preparation of CaCO_3/MgO from Bangkalan's dolomite for raw biomaterial', *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 1171, no. 1.
- Wang, C. Q., Gong, M. Q., Wu, J. L., Zhuo, R. X., & Cheng, S. X 2014, 'Dual-functionalized calcium carbonate based gene delivery system for efficient gene delivery', *RSC Advances*, vol. 4 , no. 73, hh. 38623-38629.
- Wulandari, W., Rio, A., & Pratama, I ., dan. (n.d.) 2018 'Karakterisasi dan Kinetika Kalsinasi Dolomit Characterization and Kinetics Of Dolomite Calcination', *Jurnal Teknologi Bahan dan Barang Teknik*, Vol. 8, No. 2, hh. 71-76.