

ANALISIS UKURAN KRISTALIN SERBUK CaCO_3/MgO HASIL KALSINASI DOLOMIT

¹⁾Entang Wulanchayani, ²⁾Lydia Rohmawati

¹⁾Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: : entangwulanchayani09@gmail.com

²⁾Dosen Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: lydiarohmawati@unesa.ac.id

Abstrak

Dolomit merupakan jenis batuan kapur yang tersedia melimpah di alam. Melalui proses kalsinasi sederhana dolomit dapat menghasilkan nanokristalin CaCO_3/MgO yang memiliki manfaat dalam menghambat terjadinya erosi gigi serta menghambat pertumbuhan bakteri. Untuk itu dalam penelitian ini dilakukan kalsinasi dolomit pada suhu 700°C dengan tujuan untuk menghasilkan material nanokristalin CaCO_3/MgO yang berpotensi sebagai material pencegah erosi gigi dan material antibakteri. Penelitian ini dilakukan dengan melakukan pembakaran pada batu kapur dolomit Bangkalan. Kemudian dihaluskan menggunakan mortar alu dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Setelah itu serbuk dikalsinasi pada suhu 700°C dengan *holding time* 1 jam. Selanjutnya dikarakterisasi XRD untuk mengetahui struktur kristal dari CaCO_3/MgO dari dolomit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kalsinasi dolomit pada suhu 700°C memiliki fasa optimum CaCO_3/MgO dengan persentase 44,8% CaCO_3 dan 38,1% MgO . Hasil analisis *rietveld* menunjukkan bahwa dolomit hasil kalsinasi memiliki ukuran kristal CaCO_3 sebesar 10,95 nm dan MgO sebesar 46,54 nm yang termasuk ke dalam material nanokristalin yang berpotensi sebagai material pencegah erosi gigi dan material antibakteri yang baik dan ramah lingkungan.

Kata Kunci: Dolomit, Nanokristalin, CaCO_3/MgO dan *Rietveld*.

Abstract

Dolomite is a variety of limestone that is available in abundance in nature. Through a simple calcination process dolomite can produce nanocrystalline CaCO_3/MgO which effective in preventing tooth erosion and suppressing bacterial growth. For this reason, dolomite calcination at 700°C was conducted in this study in order to obtain CaCO_3/MgO nanocrystalline material which potentially able to prevent tooth erosion and antibacterial material. This study was done by conducting incineration on Bangkalan dolomite limestone. Then the dolomite was mashed using pestle mortar and sieved with a 200 mesh sieve. After that, the powder was calcined at 700 degree celcius in an hour holding time. Next, XRD characterization was conducted to reveal the crystal structure of CaCO_3/MgO from the dolomite. The results show that dolomite calcination at the temperature of 700 degree celcius produce an optimum of CaCO_3/MgO phase with a percentage of 44.8% CaCO_3 and 38.1% MgO . The results of the Rietveld analysis showed that calcined dolomite contain CaCO_3 and MgO crystals with the dimension of 10.95 nm and 46.54 nm respectively which is a good and environmentally friendly nanocrystalline material that has the potential to prevent tooth erosion and antibacterial material.

Keywords: Dolomite, Nanocrystalline, CaCO_3/MgO and *Rietveld*.

PENDAHULUAN

Dolomit merupakan batuan kapur dengan rumus kimia $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ yang ketersediaannya telah tersebar di berbagai wilayah Indonesia (Royani dkk, 2016 dan Sulistiyono dkk, 2015). Salah satunya adalah daerah kabupaten Bangkalan. Kandungan dolomit Bangkalan yaitu 63,42% CaO , 26,39% MgO , 5,93% NaO , 1,20% SiO_2 , 0,86% Al_2O_3 dan 0,74% Fe_2O_3 (Sholihin dkk, 2013). Kandungan CaO dan MgO yang dominan menyebabkan dolomit memiliki banyak manfaat baik dalam bidang industri maupun dalam bidang kesehatan. Namun hal tersebut tidak banyak diketahui masyarakat luas. Dolomit selama ini hanya dimanfaatkan sebagai campuran industri semen maupun pupuk dengan nilai jual yang rendah (Sari dkk, 2013). Melalui proses kalsinasi sederhana dolomit

dapat membentuk nanokristalin CaCO_3/MgO yang memiliki nilai guna yang tinggi.

Material nanokristalin sangat baik digunakan dalam aplikasi kesehatan, seperti dalam sistem pengirim obat, teraupetik serta regenerasi tulang dan gigi (Dizaj *et al.*, 2015). Ukuran kristalin suatu material merupakan faktor penting dalam mempengaruhi aktivitas bakteri (Jannah dan Rohmawati., 2018). Material dengan ukuran nanokristalin dapat menaikkan pH hingga 11,0 (Ohira dan Yamamoto, 2012). Dengan kemampuan menaikkan pH tersebut, selain sebagai material antibakteri material nanokristalin juga dapat digunakan sebagai material pencegah erosi gigi.

Kalsium karbonat (CaCO_3) merupakan salah satu mineral karbonat yang ketersediaannya melimpah di alam.

Kalsium karbonat (CaCO_3) memiliki potensi yang besar dalam mengatasi gangguan pada tulang dan gigi karena kemampuan biokompabilitas dan kemampuan biodegradasi yang baik terhadap struktur tulang dan gigi alami (Dizaj *et al.*, 2015). Sedangkan MgO memiliki kemampuan sebagai material antibakteri, mengatasi nyeri ulu hati dan regenerasi tulang (Sholicha *et al.*, 2019 dan Khartik *et al.*, 2019).

Nanokristalin CaCO_3/MgO optimum dapat diperoleh dengan melakukan proses kalsinasi pada suhu 700°C selama 1 jam. Sholicha *et al.*, 2019 melakukan kalsinasi dolomit dengan variasi suhu 600°C - 800°C selama 1 jam menunjukkan bahwa fasa optimum CaCO_3/MgO diperoleh pada suhu 700°C dengan persentase 51,2 % CaCO_3 dan 36,2% MgO . Rohmawati *et al.*, 2019 melakukan kalsinasi dolomit pada suhu 700°C dengan variasi *holding time* 0,5 hingga 2,5 jam menunjukkan bahwa fasa optimum CaCO_3/MgO diperoleh pada *holding time* 1 jam dengan persentase 47,1% CaCO_3 dan 35,9% MgO .

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis ukuran kristalin CaCO_3/MgO dari hasil kalsinasi dolomit pada suhu 700°C dengan *holding time* 1 jam. Hasil penelitian ini diharapkan bahwa nanokristalin CaCO_3/MgO dapat diterapkan sebagai material pencegah erosi gigi dan antibakteri yang ramah lingkungan.

METODE

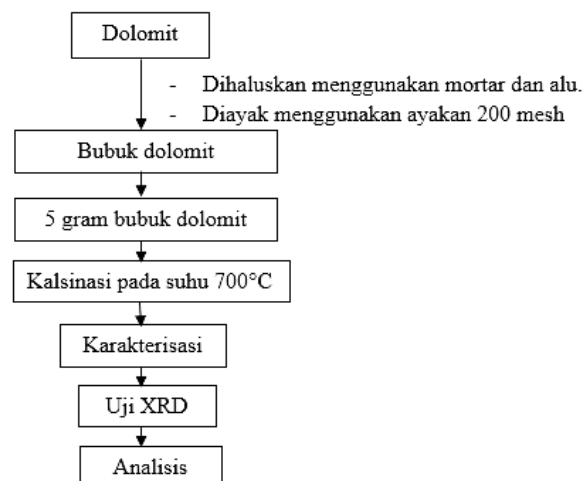
A. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah batu kapur dolomit Bangkalan Madura. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spatula, mortar alu, ayakan 200 *mesh* timbangan digital, *crussible*, *furnace* dan XRD merk Bruker.

B. Preparasi Sampe

Penelitian ini mengacu pada penelitian Sholicha *et al.*, (2019), yaitu dengan melakukan pembakaran pada batu kapur dolomit Bangkalan. Batu kapur hasil pembakaran dihaluskan menggunakan mortar alu, kemudian diayak menggunakan ayakan 200 *mesh*. Serbuk dolomit kemudian ditimbang menggunakan timbangan digital sebanyak 5 gram. Setelah itu serbuk dikalsinasi pada suhu 700°C dengan *holding time* 1 jam. Serbuk hasil kalsinasi dikarakterisasi XRD.

Untuk memudahkan memahami tahapan penelitian maka disajikan diagram alir sebagai berikut.



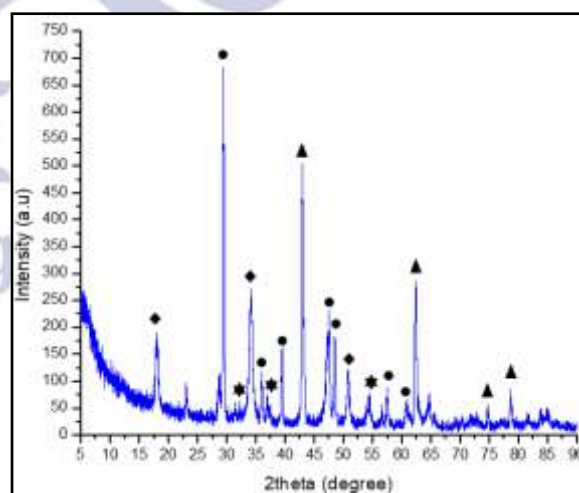
Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

C. Karakterisasi Sampel

Serbuk dolomit hasil kalsinasi dikarakterisasi XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel menggunakan alat *Bragg-Brentano Philips X'pert Diffractometer* dengan $\text{Cu-K}\alpha$ sebesar 1,54056 dan pada sudut 5° - 90° dengan laju $0,02^\circ/\text{menit}$ dan posisi *zero detector* 0,023. Selanjutnya sampel dianalisis menggunakan *software Match !* dan *Rietica* untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel serta ukuran kristalin dolomit hasil kalsinasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dolomit hasil kalsinasi dikarakterisasi XRD, kemudian dianalisis *Match !* untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel. Hasil analisis *Match !* memberikan informasi berupa posisi puncak fasa (2θ), intensitas difraksi fasa (I) dan indeks miller fasa. Gambar 2.

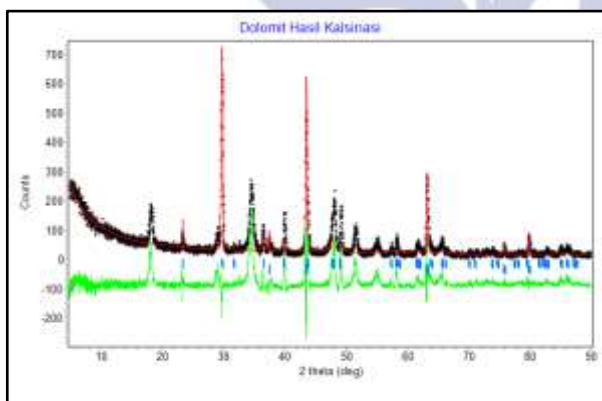


Gambar 2. Identifikasi fasa yang terbentuk dari kalsinasi dolomit suhu 700°C , (●) CaCO_3 , (▲) MgO , (◆) Ca(OH)_2 , dan (★) CaO .

Berdasarkan hasil analisis *Match !* teridentifikasi adanya empat fasa yang terbentuk dari hasil kalsinasi dolomit dengan persentase yang berbeda, yaitu 44,8% CaCO_3 , 38,1% MgO , 14,9% CaH_2O_2 , dan 2,2% CaO . Fasa

CaCO_3 dan MgO merupakan fasa optimum yang terbentuk dari hasil kalsinasi serbuk dolomit, sedangkan fasa CaH_2O_2 dan CaO merupakan fasa impuritas. Fasa CaCO_3 (*calcite*) dengan intensitas difraksi maksimum terbentuk pada sudut $2\theta=29,41^\circ$ dengan indeks miller [104]. Hal ini sesuai dengan penelitian Jannah dan Rohmawati (2018) yang menyatakan fasa CaCO_3 (*calcite*) terbentuk pada sudut $2\theta=29,69^\circ$ dengan indeks miller [104]. Fasa MgO dengan intensitas difraksi maksimum diperoleh pada sudut $2\theta=42,92^\circ$ dengan indeks miller [200]. Hal ini sesuai dengan penelitian Tamisilvi *et al.*, 2013 yang menyatakan bahwa puncak/intensitas difraksi maksimum MgO diperoleh pada sudut $2\theta=43,10^\circ$ dengan indeks miller [200]. Fasa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ terbentuk pada sudut $2\theta=18,22^\circ$ dengan indeks miller [001], $34,13^\circ$ dengan indeks miller [011], $50,90^\circ$ dengan indeks miller [110]. Sedangkan fasa CaO terdapat pada sudut $2\theta=32,20^\circ$ dengan indeks miller [111], $37,17^\circ$ dengan indeks miller [200], dan $53,94^\circ$ dengan indeks miller [202]. Berdasarkan pemaparan di atas dapat diketahui bahwa fasa CaCO_3/MgO merupakan fasa optimum yang terbentuk dari proses kalsinasi dolomit. Untuk itu dalam penelitian ini diharapkan dolomit hasil kalsinasi dapat berfungsi sebagai material pencegah erosi gigi dan antibakteri.

Material pencegah erosi dan antibakteri memiliki karakteristik berukuran nanokristalin. Maka untuk mengetahui ukuran kristalin dari dolomit hasil kalsinasi maka dilakukan analisis *Rietveld* menggunakan *software Rietica*. Hasil *Refinement Rietica* dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil *Refinement* Dolomit Hasil Kalsinasi (CaCO_3/MgO)

Gambar 3. Menunjukkan hasil *refinement* dolomit hasil kalsinasi (CaCO_3/MgO). Warna merah menunjukkan fasa model kristalografi pada sampel. Warna hitam menunjukkan fasa yang diperoleh dari hasil percobaan. Sedangkan warna merah menunjukkan selisih antara fasa model dengan fasa percobaan. Fasa model CaCO_3 (*calcite*) diperoleh dari *database* ICSD : 73446 dengan *space group* R-3C dan parameter unit sel $a=b=5,051\text{\AA}$ $c=17,3\text{\AA}$. Fasa model MgO (*periclase*) diperoleh dari *database* ICSD : 9863 dengan *space group* F M 3 M dan parameter unit sel $a=b=c=4,217$. Berdasarkan gambar 3 tampak bahwa fasa hasil percobaan sesuai dengan fasa model CaCO_3/MgO .

Hasil *refinement* menunjukkan bahwa fasa CaCO_3 (*calcite*) memiliki ukuran kristal 10,95 nm dan fasa MgO

(*periclase*) memiliki ukuran kristal 46,54 nm. Sehingga dapat dikatakan dolomit hasil kalsinasi merupakan material nanokristalin dengan ukuran kristal < 100 nm. Dengan ukuran nanokristalin pada dolomit hasil kalsinasi (CaCO_3/MgO) memungkinkan material memiliki kemampuan mencegah terjadinya erosi gigi serta menghambat aktivitas bakteri. Hal ini disebabkan material dolomit hasil kalsinasi (CaCO_3/MgO) dapat meningkatkan pH hingga 11,0. Hal ini sesuai dengan penelitian Khoozani *et al.*, (2014) yang menyatakan bahwa pencegahan erosi gigi dapat dilakukan dengan meningkatkan pH pada minuman asam serta Ohira dan Yamamoto., (2012) yang menyatakan bahwa material dengan ukuran nanokristalin dapat meningkatkan pH bakteri sehingga menghambat pertumbuhan bakteri.

PENUTUP

A. Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa kalsinasi dolomit pada suhu 700°C selama 1 jam menghasilkan fasa optimum CaCO_3/MgO dengan persentase 44,8% CaCO_3 dan 38,1% MgO . Hasil analisis *Rietveld* menunjukkan bahwa dolomit hasil kalsinasi (CaCO_3/MgO) memiliki ukuran kristal CaCO_3 sebesar 10,95 nm dan 46,54 nm yang termasuk ke dalam material nanokristalin sehingga berpotensi sebagai material pencegah erosi gigi dan material antibakteri yang baik dan ramah lingkungan.

B. Saran

Penelitian selanjutnya disarankan untuk melakukan pengujian terhadap erosi gigi dan bakteri untuk membuktikan bahwa material tersebut merupakan material yang baik dalam mencegah erosi gigi sekaligus menghambat pertumbuhan bakteri.

DAFTAR PUSTAKA

- Dizaj, Solmaz Maleki., Zarriantan, Mohammad Hosein., Adibkia, Khosro., and Lotfipour, Farzaneh. (2015). Calcium Carbonate Nanoparticles; Potential in Bone and Tooth Disorders. *Pharmaceutical Sciences Vol. 20*, 175-182.
- Jannah, Zahrotul dan Rohmawati, L. (2018). *Sintesis Nanokristalin CaCO_3/MgO Untuk Aplikasi Bahan Antibakteri*. 07(2010), 11-14.
- Karthik, K., Dhanuskodi, S., Gobinath, C., Prabukumar, S., & Sivaramakrishnan, S. (2019). Fabrication of MgO nanostructures and its efficient photocatalytic, antibacterial and anticancer performance. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 190, 8-20. <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2018.11.001>
- Khoozani N, Esmaili, ME, Bahrololoom., and R, Bagheri. (2014). Modification of a Soft Drink by Adding Calcium Carbonate Nanoparticles to Prevent Tooth Erosion. *Journal of Dental Biomaterials*, 38-44.
- Ohira, T., & Yamamoto, O. (2012). Correlation between antibacterial activity and crystallite size on ceramics. *Chemical Engineering Science*, 68(1),

355–361.

<https://doi.org/10.1016/j.ces.2011.09.043>

- Royani, A., Sulistiyono, E., dan Sufiandi, D. (2016). Pengaruh Suhu Kalsinasi pada Proses Dekomposisi Dolomit. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, LIPI: Tangerang.
- Sari, N., Jalil, Z., & Rahwanto, A. (2013). Identification of Oxide Compound in Dolomite Mineral from Aceh Tamiang Region. *Journal of Aceh Physics Society*, 0(0), 1–2.
- Sholicha, S.P., Setyarsih, W., Sabrina, G.J., dan Rohmawati, L. (2019). Preparation of CaCO_3/MgO from Bangkalan's dolomite for raw biomaterial. *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1171*, 012034.
- Sholihin., Arini, Tri., dan Febriana, Eni. (2013). Pengaruh Temperatur Nukleasi Terhadap Geometri Produk Magnesium Karbonat Dari Bahan Baku Dolomit Madura. *Majalah Metalurgi*, V, 83-88.
- Sulistiyono, E., Firdiyono, F., Natasha, N. C., & Sufiandi, D. (2015). *Pengaruh Ukuran Butiran Terhadap Struktur Kristal pada Proses Kalsinasi Parsial Dolomit*. 125–132.
- Tamilselvi, Ponnaiah., Yelilarasi, Arunagiri., Hema, Muthusamy., and Anbarasan, Ramasamy. (2013). Synthesis of hierarchical structured MgO by sol-gel Method. *Nano Bulletin*, Vol 2 No 1, 130106.

