

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI STRUKTUR KRISTAL $\text{CaF}_2$ DENGAN DIFRAKSI SINAR-X

Andi Dini Putri<sup>1</sup>, Muris, A. Irhamsyah

Jurusan Fisika Fakultas MIPA, Universitas Negeri Makassar, Jl. Daeng Tata Raya, Makassar 90223

<sup>1</sup>email: andidini0130@yahoo.co.id

**Abstract:** *The Synthesis and Characterization Crystal Structure of  $\text{CaF}_2$  by X-Ray Diffraction.* This research investigated the synthesis of fluorite ( $\text{CaF}_2$ ) from calcium chloride ( $\text{CaCl}_2$ ). The purpose of this research to determine effect of adding  $\text{CaF}_2$  with HF varying masses of the phase formed in  $\text{CaCl}_2$ , analysis and characterization the crystal of  $\text{CaF}_2$ . The fluorite ( $\text{CaF}_2$ ) made from  $\text{CaCl}_2$  synthesised by mixing with a aquades and stirring at the 30 minute to form the colour change be a white, then added HF with a varying masses, after that was allowed to stand obtain a precipitate. The precipitated heated at an temperature of  $100^\circ\text{C}$  to form the dry solids, then solids calcined of  $400^\circ\text{C}$  at four hours. The characterized sampel synthesis using X-Ray Diffraction (XRD) and crystal structure analysis with software MAUD. XRD characterization result showed the higher percontation of  $\text{CaF}_2$  at adding 10 ml is 92 wt%. The analysis crystal structure using with MAUD showed the crystal structure of  $\text{CaF}_2$  is a cubic with space group  $225 Fm-3m$ .

**Keywords:**  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{CaCl}_2$ , HF, MAUD, X-Ray Diffraction (XRD)

**Abstrak:** Sintesis dan Karakterisasi Struktur Kristal  $\text{CaF}_2$  dengan Difraksi Sinar-X. Penelitian ini mengkaji tentang sintesis fluorite ( $\text{CaF}_2$ ) yang berbahan dasar calcium chloride ( $\text{CaCl}_2$ ). Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh penambahan asam flourida (HF) dengan variasi massa yang berbeda terhadap fasa yang terbentuk pada  $\text{CaF}_2$ , hasil karakterisasi dan analisis struktur kristal dari  $\text{CaF}_2$ . Fluorite ( $\text{CaF}_2$ ) disintesis dengan cara melarutkan  $\text{CaCl}_2$  dalam aquades dan distirrer selama 30 menit hingga larutan berubah warna menjadi putih keruh, kemudian ditambahkan dengan HF dengan variasi massa yang berbeda hingga membentuk gel, setelah itu didiamkan hingga diperoleh endapan. Endapan dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga membentuk padatan kering dan dikalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan dianalisis struktur kristalnya dengan program MAUD. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa persentasi  $\text{CaF}_2$  yang paling tinggi diperoleh pada penambahan sebesar 10 ml yaitu sebanyak 92 wt%. Hasil analisis struktur kristal dengan menggunakan program MAUD menunjukkan bahwa struktur kristal dari  $\text{CaF}_2$  adalah cubic dengan space group  $225 Fm-3m$ .

**Kata Kunci:**  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{CaCl}_2$ , HF, MAUD, X-Ray Diffraction (XRD)

## PENDAHULUAN

Fluorite dengan rumus kimia  $\text{CaF}_2$ , merupakan salah satu jenis dari mineral halida yang dapat dijumpai di alam, baik sebagai hasil dari suatu endapan hidrotermal ataupun sebagai mineral ikutan dalam beberapa jenis batuan.  $\text{CaF}_2$  memiliki kestabilan yang tinggi dan tidak higroskopis sehingga sangat cocok untuk digunakan pada berbagai aplikasi optik seperti sebagai elemen dispersif pada inframerah, monokromator, elemen anti radiasi, elemen laser dan lapisan tipis antirefleksi pada lensa kaca (Pandurangappa et al., 2011, Bezuidenhout,

1991). Secara deskriptif,  $\text{CaF}_2$  memiliki warna yang sangat bervariasi, seperti warna biru kehijauan, putih, abu-abu, hijau (Gambar.1). Dalam penggunaannya,  $\text{CaF}_2$  dapat dimanfaatkan pada proses peleburan besi dan baja, pembuatan fiber-glass, pembuatan roket dan pesawat terbang. Selain itu,  $\text{CaF}_2$  juga banyak dimanfaatkan pada industri kimia.

Dengan semakin berkembangnya teknologi industri, maka kebutuhan akan  $\text{CaF}_2$  juga semakin meningkat. Akan tetapi, yang menjadi kendala saat ini adalah ketersediaan sumber daya  $\text{CaF}_2$  hanya sekitar 35% sampai 40% di alam

(Noor D., 2009). Oleh karena itu, perlu dilakukan pengolahan mineral secara efisien untuk menghasilkan  $\text{CaF}_2$ .

Ada beberapa metode yang dapat digunakan untuk mensintesis  $\text{CaF}_2$  antara lain metode sol-gel, metode hydrothermal, metode reaksi zat padat dan lain sebagainya. Dari beberapa metode tersebut, metode yang biasa digunakan adalah metode sol-gel. Alasan pemilihan metode ini adalah  $\text{CaF}_2$  yang dihasilkan berupa kristal tunggal (Primy et al., 2012), memiliki tingkat kemurnian yang tinggi, temperatur yang digunakan rendah serta fase pemisahan yang cepat (Ahmad, A L et al., 2005)

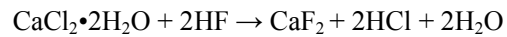
## METODE

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen murni dan bersifat *Laboratories* yang mengarah pada pengembangan  $\text{CaCl}_2$  dan HF sebagai bahan dasar dalam pembuatan HF. Sintesis  $\text{CaF}_2$  dilakukan dengan metode sol-gel dari bahan dasar  $\text{CaCl}_2$  dan HF serta menggunakan aquades sebagai pelarut. Pencampuran antara larutan  $\text{CaCl}_2$  dengan larutan HF dilakukan dalam keadaan stirring menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam pada temperatur kamar dengan kecepatan konstan. Pencampuran antara larutan  $\text{CaCl}_2$  dengan HF akan menghasilkan larutan berwarna putih keruh yang menandakan terbentuknya sol. Selanjutnya sampel didiamkan hingga diperoleh endapan. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam dan dikalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Sampel kemudian dikarakterisasi dengan XRD untuk fasa yang terbentuk dan tingkat kekeristalan pada sampel.

## HASIL DAN DISKUSI

Sintesis  $\text{CaF}_2$  dilakukan dengan metode sol-gel dari bahan dasar ( $\text{CaCl}_2$ ) yang ditambahkan aquades dan etanol sebagai pelarut. Campuran antara  $\text{CaCl}_2$  dan larutan HF akan membentuk

gel. Proses pembentukan  $\text{CaF}_2$  terjadi melalui reaksi kimia. Reaksi tersebut dapat dilihat pada persamaan reaksi di bawah ini:

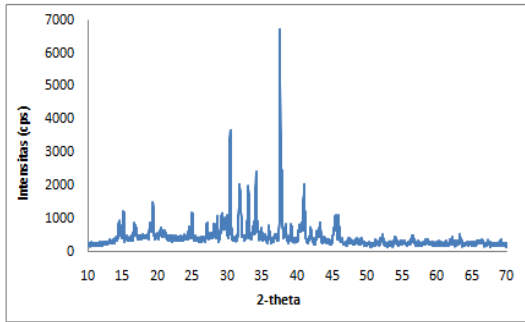


Dalam penelitian ini HF digunakan sebagai senyawa yang berfungsi untuk merontokkan ikatan antara struktur  $\text{CaCl}_2$ .  $\text{CaF}_2$  terbentuk dari dua unsur yaitu Ca (Calcium) dan F (Flour). Flour adalah unsur yang memiliki elektron valensi 7, sehingga masih membutuhkan 1 elektron valensi untuk stabil. Untuk membuat unsur tersebut stabil maka flour berikatan sevara kovalen dengan Ca sehingga diperoleh ikatan kovalen rangkap 1. Asam klorida (HCl) terbentuk karena terjadi ikatan ionik antara unsur H dan Cl. Gambar 3.1 menunjukkan hasil karakterisasi bahas dasar  $\text{CaCl}_2$ . Hasil karakterisasi tersebut menunjukkan bahwa  $\text{CaCl}_2$  mengandung calcium hydrate sebesar 95 wt% dan calcium chloride sebesar 5 wt%.

Dalam penelitian ini HF digunakan sebagai senyawa yang berfungsi untuk merontokkan ikatan antara struktur  $\text{CaCl}_2$ .  $\text{CaF}_2$  terbentuk dari dua unsur yaitu Ca (Calcium) dan F (Flour). Flour adalah unsur yang memiliki elektron valensi 7, sehingga masih membutuhkan 1 elektron valensi untuk stabil. Untuk membuat unsur tersebut stabil maka flour berikatan sevara kovalen dengan Ca sehingga diperoleh ikatan kovalen rangkap 1. Asam klorida (HCl) terbentuk karena terjadi ikatan ionik antara unsur H dan Cl.

Gambar 1 menunjukkan hasil karakterisasi bahas dasar  $\text{CaCl}_2$ . Hasil karakterisasi tersebut menunjukkan bahwa  $\text{CaCl}_2$  mengandung calcium hydrate sebesar 95 wt% dan calcium chloride sebesar 5 wt%.

Pada penelitian ini dibuat 5 sampel dengan komposisi yang bervariasi dan mempertahankan parameter lain. Komposisi dari masing-masing sampel diberikan pada tabel 1.

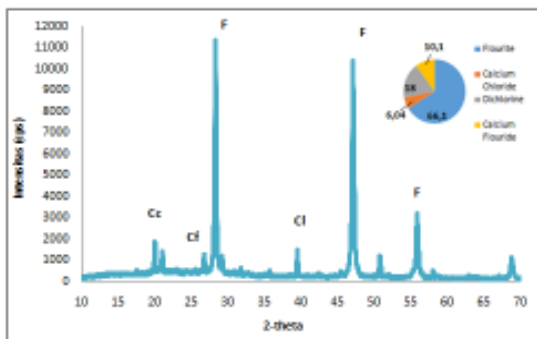


Gambar 1. Difraktogram CaCl<sub>2</sub>

Tabel 1. Perbandingan komposisi sampel CaF<sub>2</sub>

Nama Sampel	CaCl (g)	HF (g)	Etanol (g)	H <sub>2</sub> O (g)
CF_01	10	5	5	5
CF_02	10	10	5	5
CF_03	10	20	5	5
CF_04	10	30	5	5
CF_05	10	40	5	5

Pada tabel 1 tampak bahwa untuk setiap sampel CaF<sub>2</sub> yang divariasikan adalah bahan dasar asam flourida (HF). Parameter perbandingan komposisi CaCl<sub>2</sub> dan HF sangat mempengaruhi jenis dan karakter dari sampel hasil sintesis karena mempengaruhi jumlah komponen kalsium dan flour.

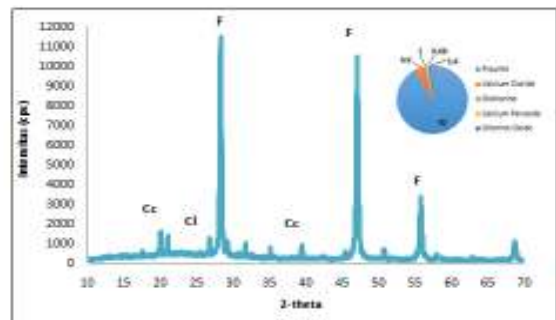


Gambar 2. Difraktogram sampel CF\_01

Gambar 2 menunjukkan hasil karakterisasi XRD sampel CF\_01. Pola difraksi tersebut menunjukkan bahwa setelah dilakukan proses *Search and Match*, diketahui bahwa sampel yang diuji mengandung fasa *flourite* sebesar 66,1 wt%,

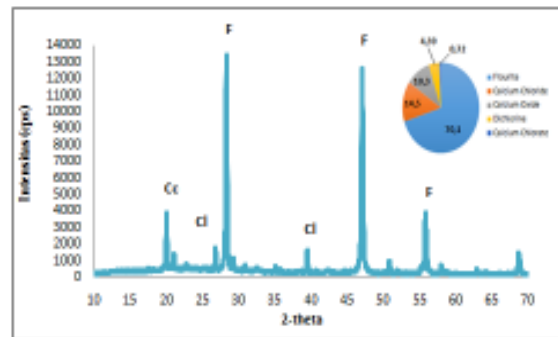
*calcium chloride* sebesar 6,04 wt%, *dichlorine* sebesar 18 wt% dan *calcium fluoride* sebesar 10,1 wt%.

Gambar 3 merupakan hasil karakterisasi XRD sampel CF\_02. Pola difraksi tersebut menunjukkan bahwa setelah dilakukan proses *Search and Match*, diketahui bahwa sampel yang diuji mengandung fasa *flourite* sebesar 92 wt%, *calcium chloride* sebesar 4,9 wt%, *chlorine oxide* sebesar 1,6 wt%, *dichlorine* 1 wt% dan *calcium peroxide* sebesar 0,68 wt%.



Gambar 3. Difraktogram sampel CF\_02

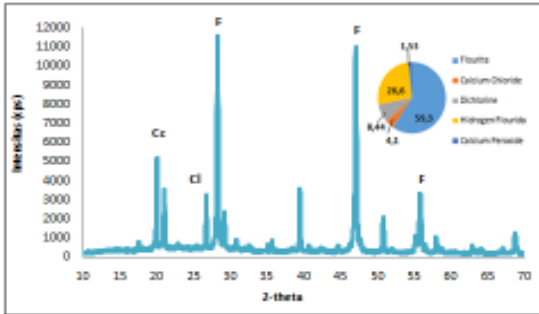
Gambar 4 merupakan hasil karakterisasi XRD sampel CF\_03. Pola difraksi tersebut menunjukkan bahwa setelah dilakukan proses *Search and Match*, diketahui bahwa sampel yang diuji mengandung fasa *flourite* sebesar 70,1 wt%, *calcium chloride* sebesar 14,5 wt%, *calcium oxide* 10,3 wt%, *dichlorine* sebesar 4,39 wt% dan *calcium chlorate (III)* sebesar 0,72 wt%.



Gambar 4. Difraktogram sampel CF\_03

Hasil karakterisasi XRD sampel CF\_04 ditunjukkan dalam gambar 5. Pola difraksi

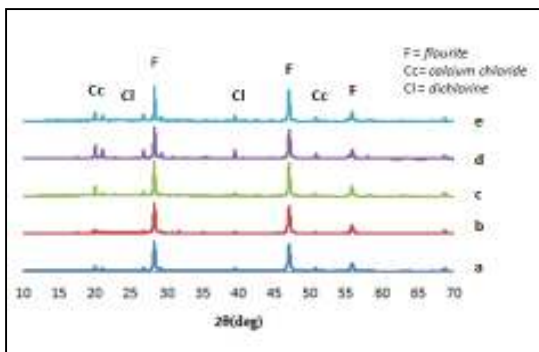
tersebut menunjukkan bahwa setelah dilakukan proses *Search and Match*, tampak bahwa sampel yang diuji mengandung fasa *flourite* sebesar 59,3 wt%, *hidrogen flouride* sebesar 26,6 wt%, *calcium chloride* sebesar 4,1 wt%, *calcium peroxide* 1,53 wt%, *dichlorine* sebesar 8,44 wt%



**Gambar 5.** Difraktogram sampel CF\_04

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD kelima sampel, diketahui bahwa sampel CF\_02 memiliki kandungan *flourite* yang paling banyak yaitu sebesar 92 %.

Pada Gambar 6 ini menunjukkan bahwa untuk seluruh variasi penambahan HF menghasilkan tiga fasa utama yaitu F= *flourite*, Cc= *calcium chloride*, Cl= *dichlorine*. Dimana tampak bahwa semakin tinggi penambahan HF maka wt% fasa Cl semakin meningkat. Selain itu, pada gambar yang ditunjukkan terlihat puncak-puncak difraksi terukur tidak bergeser seiring penambahan HF, hal ini mengindikasikan bahwa penambahan HF tidak menyebabkan pergeseran kisi kristal.



**Gambar 6.** Difraktogram kelima sampel  $\text{CaF}_2$  dengan penambahan HF sebanyak (a) 5 ml (b) 10 ml (c) 20 ml (d) 30 ml dan (e) 40 ml

Informasi tentang ukuran kristal dari kelima sampel ditunjukkan dalam tabel 2. Hubungan antara ukuran kristal dengan lebar puncak difraksi sinar-X dapat diproksimasi dengan persamaan Scherrer.

**Tabel 2** Ukuran kristal sampel hasil sintesis

Kode Sampel	FWHM	Ukuran Partikel (nm)
CF_01	0,2807	28,86
CF_02	0,3465	23,36
CF_03	0,1174	69,02
CF_04	0,1305	62,04
CF_05	0,0781	103,79

Perbandingan antara ukuran kristal berdasarkan rumus Scherrer dan program MAUD ditunjukkan dalam tabel . Dimana tampak perbedaan yang sangat jauh antara hasil yang diperoleh dari persamaan Scherrer dan program MAUD. Data yang diperoleh dari pengukuran difraksi sinar-X dengan metode serbuk dapat digunakan untuk mengestimasi ukuran kristal suatu sampel. Umumnya, metode yang digunakan untuk estimasi ukuran kristal adalah dengan menggunakan persamaan Scherrer. Akan tetapi, untuk memperoleh hasil estimasi ukuran kristal yang lebih akurat, nilai FWHM pada persamaan *Scherrer* harus dikoreksi oleh efek instrumen. Metode lain yang umum digunakan adalah dengan menggunakan bantuan perangkat MAUD. Perangkat lunak MAUD merupakan perangkat lunak yang dapat digunakan untuk menganalisis perilaku material dengan menggunakan informasi pola difraksi XRD. Keluaran software MAUD ini digunakan untuk mengestimasi ukuran kristal sampel dan diyakini lebih presisi jika dibandingkan dengan menggunakan persamaan Scherer dan perangkat lunak Rietica ( Indra., 2015) (Nurhayati., 2014) (Pratapa., 2010).

**Tabel 3.** Ukuran kristal sampel hasil sintesis dengan rumus Scherrer dan program MAUD

Kode Sampel	Ukuran kristal (nm) Scherrer	MAUD
CF_01	28,86	79
CF_02	23,36	92
CF_03	69,02	114
CF_04	62,04	136
CF_05	103,79	145

### SIMPULAN

Material flourite telah berhasil disintesis dari campuran CaCl<sub>2</sub> dan aquades yang ditambahkan dengan variasi penambahan HF dan menghasilkan fasa CaF<sub>2</sub> dengan persentase 92 wt% pada penambahan HF sebanyak 10 ml. Dari hasil yang diperoleh diketahui bahwa keluaran software MAUD dapat digunakan untuk mengestimasi ukuran kristal sampel dan diyakini lebih presisi jika dibandingkan dengan menggunakan persamaan Scherer dan perangkat lunak Rietica.

### DAFTAR RUJUKAN

- Ahmad, A. L., Idrus N. F dan S.R Abd Shukor. (2005). *Surface Fractal Dimension of Perovskite-Doped Alumina Membrane: Influence of Calcining Temperature.*, Journal of the American Ceramic Society Vol.89.No.5 1694-1698.
- Bezuidenhout. (1991). *Handbook Of Optical Constants Of Solids II.*, Academic Press: Republic of South Africa.
- Hunter and Howard., (1997). *Analysis of X-Ray Diffraction and Neutron Powder Diffraction Patterns.* Australian Institute of Nuclear Science: CSidney.
- Indra, A. Wulan Sari Ramadhani., Suminar Pratapa. (2015). *Line Broadening in X-Ray Diffraction Analysis for Nanomaterials Characterization using Calcined Yttrium Oxide Powder as a Standard Material.* The 2nd International Conference Reseach Implementation and Education of Mathematics and Science. Prosiding: Yogyakarta.
- Indyana, M dan Murwani. (2013). *Sintesis dan Karakterisasi Struktur Kristal Padatan Ca<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub> dengan Difraksi Sinar-X.*, Jurnal Sains dan Seni POMITS Vol.2 No.2 Hal: 44-46.
- Nurhayati, A., Pratapa, S., 2008. *Development of Ytria and Corronдум for line Broadening Standard in X-Ray Diffraction Data Analysis* 43, 256-259.
- Pandurangappa C and Lakshminarasappa B.N. (2011). *Optical absorption and Photoluminescence studies in Gamma-irradiated nanocrystalline CaF<sub>2</sub>.* Journal nanomedic nanotechnol Vol.2 No.2
- Pratapa, S., Susanti, L., Insany, Y. A. S., Alfiaty, Z., Hartono, B., Mashuri, Taufiq, A., Fuad, A., Triwihantoro., Baqiya, M. A., Purwaningsih, S., Yahya, E., Darminto. (2010). *XRD line-broadening characteristic of M-Oxides (M=Mg, Mg-Al, Y, Fe) nanoparticles produced by coprecipitation method.* Am. Inst. Phys.1285, 125-128.
- Primy,R,N dan Murwani. (2012). *Sintesis dan Karakterisasi Padatan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CaF<sub>2</sub>.*, Jurnal Sains dan Seni ITS Vol.1 No.1 Hal: 26-28.
- Wathoni,A.Z., dan Murwani. (2012). *Sintesis dan Karakterisasi Struktur Padatan NiO/ CaF<sub>2</sub> dengan Difraksi Sinar-X.*, Jurnal Sains dan Seni ITS Vol.1 No.1 Hal: 14-16.