

IDENTIFIKASI SIFAT TERMAL DAN IKATAN BATU KAPUR ALAM DENGAN MENGGUNAKAN DSC-TGA DAN FTIR

Zuffa Anisa*, Lailatul Mubarakah, Dyah Setyaningrum, Herta Novianto

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Bojonegoro

Jl. Lettu Suyitno No. 2, Glendeng, Kalirejo, Bojonegoro, Jawa Timur 62119.

*Email: zuffa@unigoro.ac.id

Abstrak

Batu kapur alam banyak sekali dijumpai di Bojonegoro, apalagi Bojonegoro merupakan daerah yang dikenal memiliki banyak gunung kapur. Salah satu jenis batu kapur alam ialah kalsium karbonat, yang memiliki banyak manfaat di berbagai bidang, baik industri, kesehatan, maupun industri pengolahan baja. Batu kapur alam termasuk ke dalam jenis kalsit CaCO_3 dengan kandungan lebih dari 99% merupakan unsur Ca. Analisis termal diperlukan untuk mendeteksi perubahan-perubahan fase yang teramati, serta jenis-jenis senyawa yang terbentuk akibat penerapan temperatur. Selain itu juga dianalisis jenis ikatan batu kapur alam tersebut melalui FTIR. Persiapan sampel dilakukan dengan membentuk sampel menjadi bulk powder dengan menggunakan high energy ball milling. Hasil analisis FTIR menunjukkan adanya transmisi FTIR dari sampel CaCO_3 yang disebabkan oleh penyerapan infrared oleh sampel. Sedangkan hasil analisis dari DSC-TGA pada puncak 389,84 °C menunjukkan adanya kehilangan massa sebesar 2,91 mW.

Kata kunci: Batu kapur alam, Kalsit CaCO_3 , ikatan_senyawa, DSC-TGA, FTIR

1. PENDAHULUAN

Batu kapur merupakan bahan alam yang banyak terdapat di Indonesia. Batu kapur adalah bagian dari batuan sedimen, yaitu non-klastik, batuan sedimen yang terbentuk dari proses kimia atau proses biologis. Seperti yang diketahui bahwa batu kapur mengandung sebagian besar mineral kalsium karbonat yaitu sekitar 95% (Noviyanti dkk, 2015). Kalsit di alam dapat ditemukan dalam keadaan murni dan tidak murni. Kalsit tidak murni karena adanya pengotor akibat penggantian unsur kalsium (Ca) dari unsur lain berupa logam seperti Fe, Mg dan Mn.

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Lailiyah dkk (2012), batu kapur merupakan batuan yang banyak mengandung kalsium karbonat. Batuan ini memiliki warna kuning, abu-abu kuning tua, abu-abu kebiruan, jingga dan hitam. Batu kapur dalam keadaan murni mempunyai bentuk kristal kalsit yang terdiri dari kalsium karbonat (CaCO_3) serta memiliki berat jenis 2,6 – 2,8 gr/cm^3 . Batu kapur merupakan satu-satunya bahan untuk memproduksi kalsium karbonat terendapkan (PCC).

Keberadaan batu kapur yang melimpah belum dimanfaatkan secara optimal. Pemanfaatan batu kapur hanya digunakan sebagai bahan bangunan, pengaspal jalan, dan ubin teraso (Pudjiastuti dkk, 2022). Batu kapur tersebut dihasilkan dari aktivitas penambangan.

Perlu juga disadari bahwa aktivitas penambangan batu kapur banyak menimbulkan dampak negatif, utamanya menyangkut kelestarian lingkungan (Algunadi dkk, 2016). Penggunaan batu kapur saat ini hanya terbatas sebagai kapur tohor, yaitu perekat dalam adukan semen atau pemutih pada tembok, sehingga jika dilihat dari kegunaan dan nilai ekonomis batu kapur masih rendah (Garinas, 2019). Padahal, batu kapur memiliki potensi nilai jual yang lebih tinggi.

Belum banyak penelitian yang mengarah pada peningkatan *valuable benefits* pada batu kapur. Terdapat beberapa penelitian terkait dengan batu kapur yang membutuhkan persiapan *pre-treatment* rumit, waktu lama, serta pengeluaran biaya yang relatif mahal. Kurangnya pengetahuan dan teknologi serta sumber daya manusia akan manfaat dari batu kapur tersebut, menjadi salah satu faktor penyebab keberadaan batu kapur tidak dimanfaatkan secara optimal.

Berdasarkan hasil penelitian Chan & Zhang (2023) diketahui bahwa kandungan materi senyawa batu kapur alam memiliki penampakan fisik yang bagus dan bersih. Selain itu dari hasil pengujian *X-Ray Fluorescence* (XRF) batu kapur alam memiliki tingkat kemurnian yang sangat tinggi yakni dengan kadar Ca lebih dari 99%. Sedangkan kurang dari 1% sisanya adalah unsur lain. Hal ini menunjukkan bahwa sampel tersebut memiliki tingkat kemurnian yang

sangat tinggi sehingga hampir bisa disebut dengan bahan proanalisis, dengan tingkat impuritas kurang dari 1%.

Selain itu, berdasarkan hasil *X-Ray Diffraction* (XRD) yang dilakukan oleh Zhang et al, (2017), sampel batu kapur alam memiliki puncak XRD yang cukup split dan puncak yang signifikan. Dari hasil analisis XRD sampel batu kapur alam tersebut didapatkan bahwa sampel batu kapur alam memiliki satu buah fase yakni CaCO_3 , berjenis kalsit dengan Space Group R-3-C (167) yang termasuk ke dalam jenis kristal trigonal, hexagonal axis dalam system kristal.

Analisis DSC-TGA perlu dilakukan untuk mengetahui pengaruh temperature terhadap perubahan fase dan wujud. Serta mengetahui pengaruh termal pada setiap kenaikan suhu terhadap perubahan massa serta perubahan fase dari material batu kapur alam CaCO_3 (Cai et al., 2010). Analisis DSC-TGA berkaitan dengan suhu. Menurut Revanth et al (2019) analisis TGA dapat memberikan informasi tambahan dan pelengkap mengenai analisis DSC. Dalam analisis DSC-TGA dibuat berdasarkan perubahan suhu (teknik termo analitik) yaitu perbedaan nilai kalor yang digunakan untuk meningkatkan suhu sampel dan referensi akan diukur dalam hal fungsi tergantung pada suhu.

Pada umumnya, analisis TGA digunakan untuk menentukan karakteristik material yang dibuktikan dengan kehilangan atau penambahan massa yang disebabkan oleh dekomposisi, oksidasi, atau hilangnya volatil. Pada suatu percobaan analisis TGA, perubahan suhu yang telah ditentukan tidak mengalami perubahan massa jika stabil secara termal dan kehilangan massanya dapat diabaikan sesuai dengan sedikit atau tidak adanya kenaikan dalam percobaan TGA (Kök et al, 2021).

Selain itu juga dilakukan pengujian FTIR untuk mengetahui jenis ikatan (Legodi et al., 2001). Karena dengan FTIR akan diketahui jenis ikatan gugus batu kapur tersebut, sehingga bisa diketahui jenis senyawa batu kapur alam tersebut, serta menguatkan dan menambahkan khasanah ilmu pengetahuan dari penelitian tentang analisis DSC-TGA dan FTIR.

2. METODOLOGI

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan yaitu beakerglass, gelas ukur, mortar dan alu, spatula, neraca elektrik, alat pemanas, plastic, ayakan 100 mesh, FTIR, dan DSC-TGA. Bahan yang digunakan yaitu batu kapur.

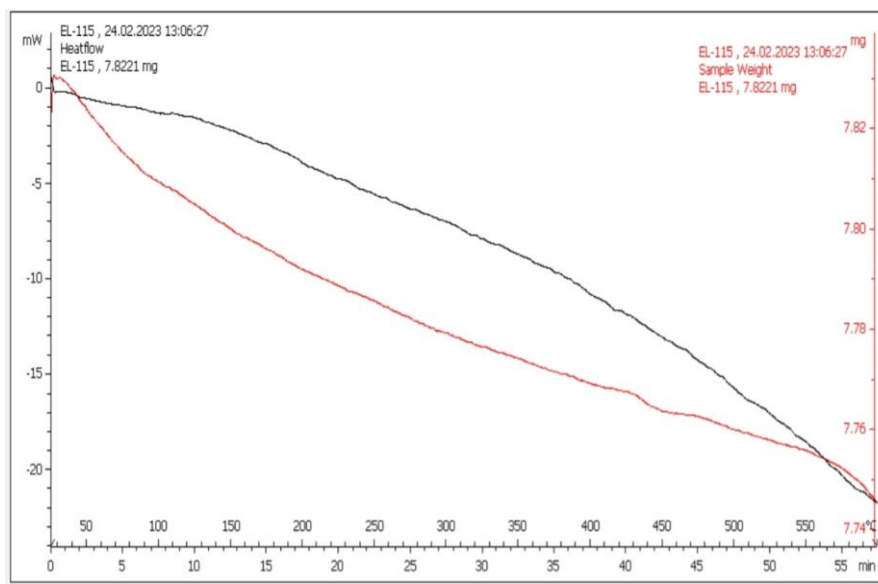
2.2 Prosedur Penelitian

Persiapan sampel dilakukan dengan menyiapkan prekursor terlebih dahulu dengan cara menumbuk batu kapur alam menjadi ukuran yang lebih kecil, kemudian diayak dengan ayakan mesh. Setelah didapat ukuran yang kecil-kecil kemudian dihaluskan kembali dengan menggunakan mortar hingga menjadi *powder* dengan ukuran 100 mesh. Setelah itu dilakukan pengeringan terhadap *powder* tersebut dengan temperatur 120°C untuk menghilangkan kandungan air serta kandungan bahan-bahan lainnya. Kemudian dilakukan penghalusan lagi dengan mortal dalam hal ini dapat diasumsikan sebagai *high energy ball milling* dalam pembuatan *powder* teknologi. Serbuk kapur alam yang cukup halus ini dapat mempermudah saat analisis hasil pengujian. Serbuk kapur yang sudah halus selanjutnya dilakukan karakterisasi DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry-Analysis Termogravimetri*) dan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) untuk mengetahui pengaruh temperature terhadap perubahan fase dan wujud serta untuk mengetahui jenis ikatan yang terkandung dalam batu kapur tersebut.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisis DSC-TGA

Sifat termal dari CaCO_3 seberat 5 gram dianalisis menggunakan DSC-TGA pada temperatur ruang hingga 605°C . Data analisa stabilitas termal direkam pada tiap $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ laju pemanasan. Diagram temperatur pada **Gambar 1** menunjukkan adanya fenomena termal pada suhu 104°C hingga 605°C . Ini menunjukkan, bahwa dalam temperatur ini, terjadi transformasi fasa. Hal ini ditunjukkan dengan kenaikan panas yang menurunkan massa sampel. Pada suhu 389°C , penurunan berat-massa teramati secara tajam. Namun, pada suhu di atas 400°C , tidak terlihat penurunan massa yang signifikan. Dalam kisaran suhu ini, panas yang diterapkan tidak dapat mengurangi sampel massa lebih jauh. Dapat diperkirakan bahwa panas yang dipancarkan sampel diserap untuk transformasi fasa. Warna merah pada gambar 1 menunjukkan massa sampel sedangkan warna hitam adalah heatflow atau perpindahan panas yang diakibatkan oleh suhu.



Gambar 1. Hasil analisis DSC-TGA

Analisa termal merupakan pengukuran sifat cuplikan polimer sebagai fungsi temperatur. *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) adalah pengukuran fluks panas sehubungan dengan referensi sebagai fungsi temperatur. Sedangkan Analisis

Termogravimetri (TGA) melibatkan penentuan perubahan massa sampel sebagai fungsi suhu dan/atau waktu pemanasan. Pada penelitian ini digunakan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) dan Analisis Termogravimetri (TGA) (DSC-TGA) untuk uji sifat termal (Revanth, 2020).

TGA dan DSC banyak digunakan dalam analisis termal karena kemampuannya untuk memberikan karakterisasi sifat material yang mendetail. Ini termasuk sifat-sifat seperti perubahan massa, stabilitas termal, suhu leleh dan entalpi transisi (Revanth, 2020).

Rincian kehilangan massa CaCO_3 dari analisis DSC-TGA menunjukkan sifat fisik bahan ini. Penurunan yang terjadi pada puncak 389,84 °C dengan kehilangan massa sebesar 2,91 mW. Diprediksi terurainya senyawa-senyawa volatil, seperti air, alkohol serta amoniak. Sisa suhu menunjukkan garis yang stabil dan diperkirakan akan terbentuk senyawa-senyawa dengan komposisi yang stabil (Anisa & Zainuri, 2020).

Dalam kebanyakan kasus, *surface adsorbed water* permukaan air yang terserap dapat dibedakan dari air di dalam kisi kristal dan juga dari pelarut yang tidak berair. Banyak jenis sampel mengalami dekomposisi termal sebagai fungsi suhu dan lebih jauh lagi, tidak

jarang sampel terurai dalam beberapa tahap (Sand et al, 2012).

Meskipun sebagian besar analisis yang dilakukan pada instrumen DSC melibatkan pengukuran titik lebur atau suhu transisi glass, keserbagunaan teknik ini cocok untuk analisis tambahan yang luas. Misalnya, plasticizer sering ditambahkan ke plastik untuk menurunkan suhu transisi gelasnya. Dengan demikian, efek dari berbagai plasticizer dan konsentrasinya pada transisi kaca dari sistem tertentu dapat dipelajari.

Seperti halnya pada TGA, salah satu komponen vital adalah komposisi gas di dalam kalorimeter. Paling umum, analisis dilakukan di lingkungan nitrogen inert atau bisa juga di lingkungan oksidatif udara (terantung jenis sampel dan tujuannya).

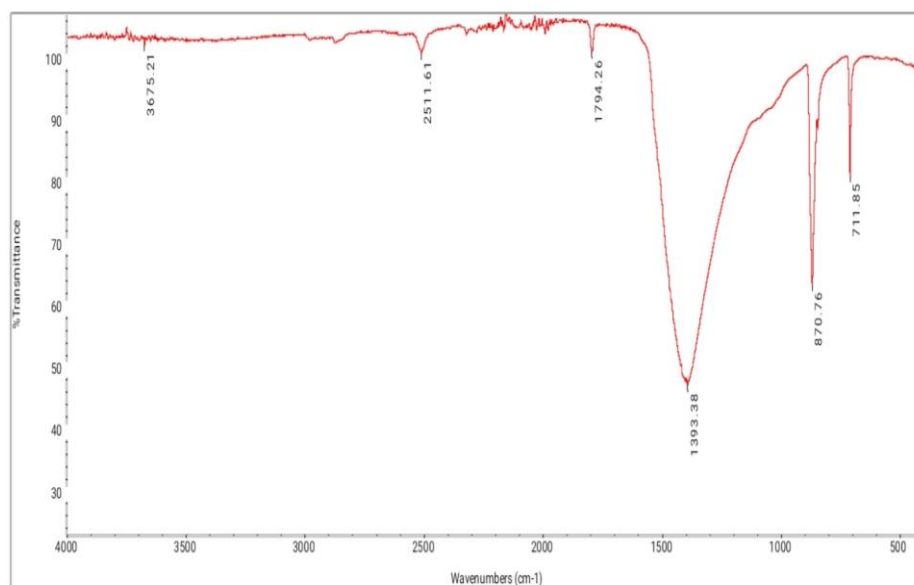
3.2 Analisis FTIR

Spektrometer FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) adalah suatu instrumen yang bertujuan untuk mendeteksi dan menganalisis frekuensi serta mengidentifikasi gugus fungsi pada molekul-molekul organik yang didasarkan pada interaksi radiasi dengan getaran molekul (Farah et al, 2022). Proses identifikasi gugus fungsi dilakukan dengan mencocokkan nilai puncak serapan bilangan gelombang tertentu dari sampel yang telah diperoleh dengan beberapa referensi sebelumnya.

Prinsip kerja FTIR adalah interaksi antara energi dan materi. Infrared yang melewati celah ke sampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi yang disampaikan

kepada sampel. Kemudian beberapa infrared diserap oleh sampel dan yang lainnya di transmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar infrared lolos ke detektor dan

sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer dan direkam dalam bentuk puncak-puncak (Legodi et al., 2001). Hasil pengujian dari FTIR ditunjukkan pada **Gambar 2**.



Gambar 2. Hasil analisis FTIR

Gambar 2 menunjukkan spektrum transmisi FTIR dari sampel CaCO_3 yang telah dipanaskan pada suhu 120°C selama 4 jam. Hasil sintesis berupa data adsorbansi pada puncak serapan 4000 hingga 400 cm^{-1} . Pada penelitian ini terdapat serapan pada bilangan gelombang $3675,21\text{ cm}^{-1}$; $2511,61\text{ cm}^{-1}$; $1794,26\text{ cm}^{-1}$; $1393,38\text{ cm}^{-1}$; $870,76\text{ cm}^{-1}$; dan $711,85\text{ cm}^{-1}$.

Pada bilangan gelombang $3675,21\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi asimetri gugus fungsi alkohol ($-\text{OH}$). Kehadiran H_2O teradsorpsi lemah pada permukaan karbonat. Pada bilangan gelombang $2511,61\text{ cm}^{-1}$ dapat ditandai dengan ikatan C-H asymmetric dan symmetric stretching. Penyerapan inframerah dari $1794,26\text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus fungsi C-O, yang mengidentifikasi adanya CaCO_3 . Pada bilangan gelombang $1393,38\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi dari gugus *Carboxyl group*. Puncak serapan ini adalah karakteristik umum dari ion karbonat yang terkandung dalam kalsium karbonat dan merupakan dasar getaran molekul CaCO_3 (Ramasamy et al, 2018). Puncak serapan di daerah $870,76\text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus fungsi C-H yang mengindikasikan karakteristik dari fasa kalsit. Serapan pada daerah $711,85\text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus fungsi Ca-O yang mengidentifikasi puncak dari CaCO_3 (Vironika & Rohmawati, 2022).

Analisis gugus fungsi suatu sampel dilakukan dengan membandingkan pita absorpsi yang terbentuk pada spektrum infra merah menggunakan spektrum senyawa pembanding (yang sudah diketahui). Inframerah sangat berguna untuk analisis kualitatif (identifikasi) dari senyawa organik karena spektrum yang unik yang dihasilkan oleh setiap organik zat dengan puncak struktural yang sesuai dengan fitur yang berbeda. Selain itu, masing-masing kelompok fungsional menyerap sinar inframerah pada frekuensi yang unik.

4. KESIMPULAN

Hasil analisis DSC-TGA pada puncak $389,84^\circ\text{C}$ menunjukkan adanya kehilangan massa sebesar 2,91 mW. Sedangkan hasil analisis FTIR menunjukkan adanya transmisi FTIR dari sampel CaCO_3 . Pada bilangan gelombang $3675,21\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi asimetri gugus fungsi alkohol ($-\text{OH}$). Pada bilangan gelombang $2511,61\text{ cm}^{-1}$ adanya ikatan C-H asymmetric dan symmetric stretching. Pada bilangan gelombang $1794,26\text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus fungsi C-O, yang mengidentifikasi adanya CaCO_3 . Pada bilangan gelombang $1393,38\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi dari gugus *Carboxyl group*. Puncak serapan di daerah $870,76\text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus fungsi C-H

yang mengindikasikan karakteristik dari fasa kalsit. Serapan pada daerah $711,85 \text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus fungsi Ca-O yang mengidentifikasi puncak dari CaCO_3 .

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan banyak terimakasih kepada LPPM Universitas Bojonegoro, yang telah memberikan kesempatan serta dana sehingga penelitian ini bisa dilaksanakan.

DAFTAR PUSTAKA

- Algunadi, I.G. Astawa, I.B.M. & Sutarjo, S. 2016. Analisis Dampak Penambangan Batu Kapur terhadap Lingkungan di Kecamatan Nusa Penida. *Jurnal Pendidikan Geografi Undiksha*, 4 (1):1-13.
- Anisa, Z., & Zainuri, M. 2020. Synthesis and characterization of lithium iron phosphate carbon composite (LFP/C) using magnetite sand Fe_3O_4 . *Journal Pure App.Chem.Res*, 9, 16-22.
- Cai, G. Bin, Chen, S. F., Liu, L., Jiang, J., Yao, H. Bin, Xu, A. W., & Yu, S. H. 2010. 1,3-Diamino-2-hydroxypropane N,N,N',N'-tetraacetic acid stabilized amorphous calcium carbonate: Nucleation, transformation and crystal growth. *CrystEngComm*, 12(1), 234–241.
- Chan, C. L., & Zhang, M. 2023. Effect of limestone on engineering properties of alkali-activated concretate: A review. *Construction and Building Materials*, 1-24.
- Farah, R. D., Amanda, N. F., Sembiring, S., & Junaidi. 2022. Studi pendahuluan pembentukan gugus fungsi dari komposit perak silika (Ag/SiO_2) berbasis sekam padi. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, 31-35.
- Garinas, W. 2019. Karakteristik batu kapur dalam negeri untuk bahan baku pendukung pengolahan bijih besi/baja. *Prosiding Temu Profesi Tahunan PERHAPI*. 2019, Tangerang Selatan, Indonesia. pp. 33-38.
- Kok, M. V., Varfolomeev, M. A., & Nurgaliev, D. K. 2021. TGA and DSC investigation of different clay mineral effects on the combustion behavior and kinetics of crude oil from Kazan region, Rusia. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 1-7.
- 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*, 1 (1):B6-B10.
- Legodi, M. A., De Waal, D., & Potgieter, J. H. 2001. Quantitative determination of CaCO_3 in cement blends by FT-IR. *Applied Spectroscopy*, 55(3), 361–365.
- Noviyanti, N. Jasruddin, J. & Sujiono, E.H. 2015. Karakterisasi kalsium karbonat ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$) dari batu kapur kelurahan Tellu Limpoe kecamatan Suppa. *Jurnal Sains dan Pendidikan Fisika*. 11 (2):169-172.
- Pudjiastuti, C., Anggoro, A. R. V., Arianti, R. D. R., Sumada, K., & Muljani, S. 2022. Pengaruh derajat keasaman terhadap hasil cao dari batuan kapur dengan metode presipitasi. *Seminar Nasional Soebardjo Brotohardjono*. 10 Agustus 2022, Surabaya, Indonesia. pp. 127-131.
- 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.
- Revanth, J.S. Madhav, V.S. Sai, Y.K. Krishna, D.V. Srividya, K. & Sumanth, C.M. 2020. TGA and DSC analysis of vinyl ester reinforced by Vetiveria zizanioides, jute and glass fiber. *Materials Today: Proceedings*, 26:460-465.
- Sand, K.K., Rodriguez-Blanco, J.D., Makovicky, E., Benning, L.G. and Stipp, S. 2012. Crystallization of CaCO_3 in water-ethanol mixtures: spherulitic growth, polymorph stabilization and morphology change. *Crystal Growth and Design*, 12, 842-853.
- Vironika, A. O., & Rohmawati, L. 2022. Sintesis CaCO_3 dari dolomit bangkalan dengan metode leaching. *Sains dan Matematika*, 7, 39-42.
- Zhang, Y., Sun, Q., & Geng, J. 2017. Microstructural characterization of limestone exposed to heat with XRD, SEM and TG-DSC. *Materials Characterization*, 285-295.