

Sintesis Fe_2O_3 dari Pasir Besi dengan Metode Logam Terlarut Asam Klorida

Dewi Linda Kartika dan Suminar Pratapa
Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
E-mail: suminar_pratapa@physics.its.ac.id

Abstrak—Telah dilakukan pemurnian besi oksida dilanjutkan dengan sintesis besi oksida menggunakan metode logam terlarut asam klorida. Pasir besi lokal dari daerah Lumajang digunakan sebagai bahan dasar. Kemudian, pasir besi diuji XRF dan XRD dari setiap proses pemurnian pasir besi. Pasir besi diproses lebih lanjut dengan cara dilarutkan dalam HCl (37%) pada temperatur 70 °C selama 15 menit. Selanjutnya, hasil pelarutan disaring sebanyak 2 kali dan larutan lolos saring dikeringkan selama 8 jam pada temperatur 100 °C. Serbuk hasil pengeringan ini lalu dikalsinasi pada temperatur 600-800 °C. Serbuk-serbuk hasil kalsinasi dikarakterisasi XRD dan dianalisis menggunakan metode *Rietveld* melalui perangkat lunak *Rietica* untuk menentukan volume sel dan faktor skala. Data hasil pemurnian dan sintesis menunjukkan besi oksida dengan prosentase kandungan magnetit (Fe_3O_4) murni setelah proses awal dan hematit (Fe_2O_3) murni setelah pelarutan asam dan kalsinasi dengan rentang temperatur 600-800°C.

Kata Kunci—Metode logam terlarut asam klorida, pemurnian pasir besi, hematit, XRD.

I. PENDAHULUAN

Pasir besi merupakan sumber salah satu material magnetik yang banyak digunakan dalam berbagai bidang seperti elektronika, energi, kimia, ferrofluida, katalis, dan diagnosa medik. Aplikasi pasir besi ternyata tidak terlepas dari perkembangan kajian nanomaterial yang menuntut agar berada dalam orde nanometer (Taufiq, 2008)[1]. Berbagai aplikasi mengenai pasir besi saat ini masih terus dilakukan para peneliti di seluruh dunia dengan produk dan metode yang berbeda-beda, sehingga memiliki ukuran nanometer. Oleh karena itu, pasir besi kemudian diolah dengan berbagai metode untuk mendapatkan produk nanomaterial.

Berbagai metode yang telah dilakukan dalam pembuatan serbuk Fe_3O_4 dari pasir besi berukuran nanometer adalah *spray pyrolysis*, *forced hydrolysis*, reaksi oksidasi reduksi besi hidroksida, irradiasi *microwave* besi hidroksida, teknik preparasi hidrotermal, teknik *sonochemical*, *hydrothermal*, sol gel dan metode kopresipitasi kimia (Taufiq, 2008)[1].

Dari berbagai metode tersebut terdapat kelemahan-kelemahan, seperti metode sol gel membutuhkan bahan dasar yang relatif mahal, pembentukan gelnya membutuhkan waktu

yang lama. Kemudian, metode kopresipitasi membutuhkan waktu yang lama untuk menghasilkan fasa murni Fe_3O_4 dengan penambahan larutan basa NH_4OH . Setiap metode memiliki kelebihan dan kelemahan tersendiri, namun semuanya dapat digunakan untuk pembuatan nanopartikel magnetik. Sebagai pembanding metode-metode di atas, dalam penelitian ini metode yang akan digunakan adalah metode pasir besi terlarut asam klorida. Metode ini dianggap lebih efisien, karena proses sintesis yang sederhana dan menghasilkan serbuk Fe_3O_4 dari pasir besi. Salah satu nanopartikel magnetik yang banyak dipelajari baru-baru ini adalah Fe_3O_4 (*magnetite*) (Baqiya, 2007; Darminto, 2007) yang dihasilkan dengan metode kopresipitasi.

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis dan karakterisasi besi oksida dari pasir besi dengan metode pasir besi terlarut asam klorida. Penelitian ini dilakukan untuk mengkarakterisasi fasa hematit (Fe_2O_3) pada produk sintesis metode pasir besi terlarut asam klorida.

II. METODE PENELITIAN

A. Pemurnian Pasir Besi

Bahan dasar yang digunakan adalah pasir besi lokal dengan massa awal sebesar 50 gram. Pemurnian pertama dimulai dengan mengekstrak pasir besi dengan magnet permanen sebanyak 35 kali. Kemudian digiling dengan perbandingan pada proses penggilingan, yaitu massa bahan (gram): massa bola (gram): volume aquades (ml) adalah 30: 150: 50. Selanjutnya, sampel tersebut digiling menggunakan penggilingan selama 10 jam dengan kecepatan 150 rpm. Larutan hasil berwarna hitam pekat, lalu dikeringkan menggunakan *microwave* selama 4 menit dengan temperatur 100 °C. Setelah itu, ekstraksi kedua menggunakan magnet permanen sebanyak 15 kali dengan massa hasil ekstraksi sebesar 25,79 gram. Kemudian, hasil dari setiap proses pemurnian pasir besi diuji menggunakan XRF dan XRD.

B. Sintesis Besi Oksida dengan Metode Pelarutan Pasir Besi dalam HCl

Bahan yang digunakan besi oksida dengan perhitungan massa sebesar 3 gram. Sintesis dimulai dengan melarutkan besi oksida dalam larutan HCl 37% sebanyak 23 ml, kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 15 menit

dengan kecepatan 600 rpm pada temperatur 70 °C. Selanjutnya, disaring menggunakan kertas saring sebanyak 2 kali. Setelah itu, larutan hasil lolos penyaringan dikeringkan menggunakan *hot plate* selama 8 jam pada temperatur 100 °C sampai mengering. Kemudian dihaluskan menggunakan mortar sampai halus. Serbuk yang sudah halus dikalsinasi pada rentang temperatur 600-800 °C selama 1 jam.

Sampel hasil pemurnian diuji menggunakan XRF dengan tipe *Philips Minipal4 PANalytical*. Dari hasil uji XRF tersebut diperoleh komposisi unsur-unsur dalam material uji. Sampel sebelum sintesis dan hasil sintesis diuji menggunakan XRD tipe *Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer)*. Pengukuran ini dilakukan pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA dengan menggunakan target Cu ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$). Kemudian dari hasil XRD ini dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk mengidentifikasi fasa dengan perangkat lunak *High Score Plus (HSP)* dan analisis kuantitatif dilakukan dengan *Rietica* menggunakan metode *Rietveld*. Parameter keluaran hasil *refinement* dimanfaatkan untuk mengetahui kekristalan dan parameter kisi dari sampel yang diuji.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil uji XRF, sampel awal pasir besi memiliki kandungan unsur Fe sebesar 85%. Setelah ekstraksi pertama memiliki kandungan unsur Fe sebesar 86%. Kemudian digiling dan dilakukan ekstraksi kedua, didapatkan kandungan sebesar 87%. Proses ekstraksi digunakan karena untuk meningkatkan kandungan unsur Fe dan mengurangi komposisi pengotor-pengotor.

Berdasarkan hasil uji XRD dilakukan identifikasi fasa dan didapatkan sampel sebelum pemurnian didominasi oleh fasa magnetit Fe₃O₄ dan hematit (Fe₂O₃). Pada hasil difraksi sinar-X sampel setelah proses penggilingan dan ekstraksi didapatkan fasa magnetit (Fe₃O₄). Kemudian dilakukan kalsinasi pada temperatur 600-800°C, dan didapatkan pola difraksi fasa hematit Fe₂O₃ (no PDF 33-664).

Analisis kuantitatif dilakukan menggunakan perangkat lunak *Rietica* dengan metode *Rietveld*. Untuk melakukan analisis dengan *Rietica* perlu dibuat model pola terhitung untuk tiap fasa berdasarkan data kristalografi yang sesuai. Serta dilakukan penghalusan *Rietveld* menggunakan perangkat *Rietica* yang dilakukan setelah model dibuat (Hariyani, 2014) [2]. Dalam penelitian ini model dibuat berdasarkan data ICSD untuk hematit (no. 4014). Penghalusan *Rietveld* dilakukan setelah model selesai dibuat. Parameter-parameter yang dihaluskan adalah *background* (B0, B1, B2), *sample displacement*, parameter kisi, *phase scale*, komponen *Asymetri*, komponen Gaussian (U), dan komponen Gamma (gamma 0). Contoh hasil penghalusan dengan metode *Rietveld* ditunjukkan pada Gambar 1.

Gambar 1 menunjukkan pencocokan data terukur dan terhitung dengan metode *Rietveld* dapat dinyatakan selesai dan diterima, karena mengikuti syarat utama yaitu plot selisih antara pola terhitung dan pola terukur memiliki fluktuasi yang relatif kecil (dapat diamati secara visual).

Dari hasil penghalusan *Rietveld* pada sampel-sampel yang telah dikalsinasi, didapatkan nilai *FoM* seperti pada Tabel 1. Penghalusan parameter-parameter ini dapat diterima karena besar nilai total error semua fasa atau *GoF (Goodness-of-fit)* < 4%, *R_p* (faktor Profil), *R_{wp}* (faktor profil terbobot), *R_{exp}* (faktor harapan) < 20%, dan *R_b* atau error masing-masing fassa < 10%. Hasil keluaran penghalusan *Rietveld* pada masing-masing sampel tersebut, menunjukkan nilai-nilai parameter kisi, volume kisi, dan faktor skala seperti pada Tabel 2. Dari hasil tersebut, dapat diamati bahwa semakin besar nilai faktor skala maka kristalinitasnya juga besar dan jika nilai parameter kisi besar maka nilai ukuran kristal dan volume sel juga akan besar.

Tabel 1. Nilai *FoM* hasil penghalusan *Rietveld* dari sampel hasil kalsinasi (T = 600-800°C).

Sampel	Figure of Merit (FoM) (%)				
	<i>GoF</i>	<i>R_p</i>	<i>R_{wp}</i>	<i>R_{exp}</i>	<i>R_b</i>
600 °C	1,0	22,5	32,6	32,7	4,9
650 °C	1,2	19,6	28,8	25,9	4,9
700 °C	1,1	18,8	27,5	25,7	3,9
750 °C	1,3	18,2	28,2	24,1	3,8
800 °C	1,4	20,7	31,7	26,3	4,5

Tabel 2. Hasil keluaran penghalusan *Rietveld* pada sampel hasil kalsinasi (T = 600-800°C).

Sampel	Parameter Kisi			Volume Kisi (A ³)	Faktor Skala (×10 ⁻⁵)
	a	b	c		
600 °C	5,0367	5,0367	13,7518	302,12	1,80
650 °C	5,0384	5,0384	13,7565	302,44	2,75
700 °C	5,0373	5,0373	13,7494	302,14	2,47
750 °C	5,0357	5,0357	13,7413	301,78	3,61
800 °C	5,0369	5,0369	13,7414	301,91	2,51

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Bahwa pasir besi yang disintesis dengan metode logam terlarut asam klorida dihasilkan fasa tunggal, yaitu hematit (Fe₂O₃) 100% pada sampel pemanasan T = 600-800 °C.
2. Ukuran kristal sampel hasil kalsinasi dalam rentang temperatur 600-800 °C diperoleh sekitar 100 nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D selaku dosen pembimbing dan semua pihak yang terlibat dalam penelitian tugas akhir ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Taufiq, Ahmad. (2008). *Sintesis Partikel Nano Fe₃-xMnxO₄ Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya*. Surabaya: Tugas Akhir, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [2] Hariyani, Yufi. (2014). *Sintesis MgTiO₃ Menggunakan Metode Pencampuran Logam Terlarut dengan PEG 400, 1000 dan Karakterisasi Sifat Absorbansi Lapisan Tebalnya*. Surabaya: Tugas Akhir, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.