

SINTESIS NANO PARTIKEL MAGNETIT, MAGHEMIT DAN HEMATIT DARI BAHAN LOKAL

Mahardika Prasetya Aji^{1,2}, Agus Yulianto¹ dan Satria Bijaksana²

¹Jurusan Fisika, FMIPA-Universitas Negeri Semarang

Jl. Raya Sekaran, Gunungpati Semarang 50229

²KK Fisika Sistem Kompleks, FMIPA-ITB

Jl. Ganesha No. 10, Bandung 40132

ABSTRAK

SINTESIS NANO PARTIKEL MAGNETIT, MAGHEMIT DAN HEMATIT DARI BAHAN LOKAL.

Mineral oksida besi ditemukan pada beberapa bahan lokal, di antaranya *mill scale* sebagai produk sisa pembuatan baja serta bahan alam pasir besi. Kedua bahan tersebut keberadaannya sangat melimpah dan hingga kini belum dimanfaatkan secara optimal. Dalam penelitian ini dikaji sintesis nano partikel bahan oksida besi berupa magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Proses sintesis dilakukan dengan metode presipitasi basa. Untuk pembuatan *precursor* digunakan asam klorida (HCl), sedangkan untuk presipitasi digunakan larutan amoniak (NH_4OH). Serbuk endapan hasil presipitasi diidentifikasi dengan metode XRD dan ukurannya dikarakterisasi melalui pengukuran magnetik. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa endapan tersebut teridentifikasi sebagai magnetit dengan bulir-bulir magnetik berdomain tunggal (berukuran orde nano). Maghemit diperoleh melalui oksidasi serbuk endapan tersebut pada suhu 300 °C dan hematit diperoleh melalui oksidasi pada suhu 800 °C.

Kata kunci : Nano partikel, *Mill scale*, Pasir besi

ABSTRACT

SYNTHESIS OF MAGNETIT, MAGHEMITE AND HEMATITE NANO PARTICLES FROM

DOMESTIC MATERIALS. Iron oxide minerals found as domestic or local materials in Indonesia, such as mill scale (waste of steel industries) and iron sand. The both them are abundance, but they haven't used optimally. This research concern about synthesis of nano particles of magnetite (Fe_3O_4), maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) and hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) using domestic materials. Synthesis process was conducted by base precipitation method. The precursor was made using chloride acid (HCl), meanwhile ammonium (NH_4OH) was used to precipitation. The powder as result of synthesis was identified by XRD method, and their grain size characterized by magnetic measurement. The results show that the powder is magnetite, with grains size less than 100 nm. Nanoparticles of maghemite and hematite were found by oxidation magnetite at 300 °C and 800 °C.

Key words : Nano particles, *Mill scale*, Iron sand

PENDAHULUAN

Hingga saat ini bahan-bahan oksida besi masih menjadi salah satu fokus kajian penting dalam kegiatan riset. Secara alamiah bahan-bahan tersebut ditemukan dalam bentuk mineral oksida besi berupa magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) [1]. Berdasarkan keunggulan sifat kemagnetannya, bahan oksida besi telah dimanfaatkan secara luas untuk berbagai produk seperti sensor, tinta, katalis, film tipis dan beberapa produk berteknologi nano partikel [2-5]. Perkembangan teknologi nanopartikel didasarkan pada beberapa sifat optimum yang diperoleh melalui reduksi ukuran menjadi skala nanometer. Hal demikian tidak dijumpai pada material dalam ukuran yang lebih besar (makro ataupun mikro).

Di Indonesia mineral oksida besi dapat ditemukan pada beberapa bahan lokal diantaranya pada sisa produk pembuatan besi baja, atau yang dikenal sebagai *mill scale*, serta pada bahan alam pasir besi [6-7]. Senyawa oksida besi pada *mill scale* terbentuk dari proses oksidasi yang terjadi selama proses pembentukan lembaran baja. Sedangkan pada pasir besi, senyawa tersebut terbentuk secara alamiah pada saat proses pembentukan batuan.

Meskipun kedua bahan lokal tersebut mengandung senyawa dominan dengan jenis dan persentase yang berbeda, namun pada keduanya terdapat ketiga jenis oksida besi yaitu magnetit, maghemit dan hematit [8-9]. Keberadaan oksida besi pada *mill scale* dan pasir besi menjadikannya sangat potensial untuk

dikembangkan lebih lanjut menjadi produk-produk lebih berdaya guna dan bernilai ekonomi tinggi. Selain itu ketersediannya yang melimpah menjadi salah satu faktor pendorong untuk dikembangkannya bahan-bahan lokal.

Dalam tulisan ini dilaporkan sintesis serbuk magnetit, maghemit dan hematit berukuran nanometer dari bahan-bahan lokal dengan teknik presipitasi larutan. Serbuk yang dihasilkan ini prospektif untuk dikembangkan lebih lanjut menjadi produk magnet keras, magnet lunak, fluida magnet, magnet komposit dan *thin film magnet*.

METODE PERCOBAAN

Penyediaan oksida besi dari bahan lokal *mill scale* dan pasir besi dilakukan melalui proses ekstraksi. Proses tersebut dilakukan melalui tahapan pencucian, pengeringan dan pemurnian yang dilakukan secara manual dengan menggunakan magnet permanen serta menggunakan alat separator bahan magnetik. Hasil ekstraksi digunakan sebagai bahan pembuatan larutan awal (*precursor*). Larutan *precursor* tersebut terdiri dari ion alkali *ferric* dan *ferrous*.

Proses pembuatan *precursor* dilakukan pada suhu ruang dengan mereaksikan 100 g bahan hasil pemurnian dan 200 mL asam klorida (HCl) dengan konsentrasi 35%. Setelah reaksi berlangsung lengkap, larutan besi klorida dipisahkan dari endapan pasir besi sisa. Larutan *precursor* yang telah diperoleh tersebut selanjutnya diencerkan menggunakan air (H_2O) dengan perbandingan volume *precursor* terhadap air adalah 1 : 10.

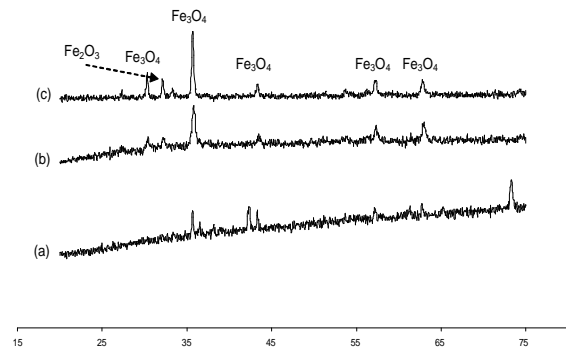
Pada larutan encer tersebut selanjutnya ditambahkan secara perlahan larutan basa kuat berupa larutan amoniak (NH_4OH) dengan konsentrasi 21 %. Penambahan larutan basa tersebut menghasilkan endapan magnetit. Untuk menghilangkan beberapa pengotor saat proses presipitasi, magnetit yang terbentuk diekstraksi melalui proses pencucian dan pemanasan pada suhu 80 °C.

Setelah dikeringkan serbuk magnetit hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractometry (XRD)*. Penentuan ukuran serbuk dilakukan dengan pendekatan metode pengukuran magnetik, yaitu melalui pengukuran *Anhyseritic Remanent Magnetization (ARM)*. Untuk memperoleh maghemit dan hematit, serbuk magnetit hasil sintesis dioksidasi pada suhu yang cocok. Suhu 300 °C cocok untuk menghasilkan maghemit, sedangkan suhu 800 °C cocok untuk menghasilkan hematit [10].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi menggunakan *XRD* menunjukkan bahwa serbuk hasil sintesis dengan menggunakan bahan lokal berupa *mill scale* dan pasir besi dengan menggunakan metode precipitasi larutan

didominasi oleh bahan magnetit, seperti ditunjukkan pada Gambar 1.

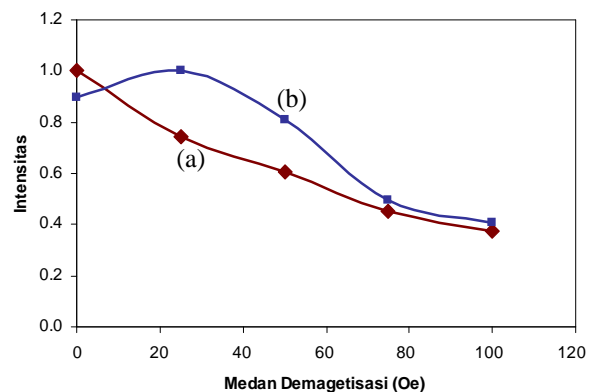


Gambar 1. Difraktogram sinar-X besi oksida hasil sintesis dari bahan lokal berupa limbah produksi baja dan pasir besi. Pola (a) adalah difraktogram *mill scale* dalam bentuk *raw materials*. Pola (b) adalah difraktogram serbuk hasil sintesis dari *mill scale*, sedangkan pola (c) menunjukkan pola difraksi serbuk hasil sintesis dari pasir besi. Serbuk hasil sintesis dari kedua bahan lokal tersebut didominasi oleh magnetit

Pada Gambar 1, tampak bahwa senyawa oksida besi hematit ($\alpha-Fe_2O_3$) masih terdapat pada magnetit hasil sintesis. Munculnya hematite tersebut dipengaruhi oleh perbandingan ion *ferrous* Fe^{2+} dan *ferric* Fe^{3+} pada larutan *precursor*. Penambahan larutan basa amoniak yang berlebih, memicu terbentuknya hematit pada suhu di bawah 100 °C [11].

Grafik peluruhan *ARM* pasir besi dan magnetit hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 2. Kurva peluruhan *ARM* untuk pasir besi cenderung melengkung ke bawah (kurva (a)). Bentuk kurva seperti itu menunjukkan bahwa bahan magnetik yang diukur tersusun oleh butiran-butiran yang memiliki domain magnetik jamak (*multidomain*). Momen-momen dipol magnetik pada bahan tersebut dapat berubah dengan pemberian medan magnet luar yang cukup rendah.

Berbeda dari pasir besi, kurva untuk magnetit hasil sintesis cenderung melengkung ke atas dengan bentuk kurva yang lazim dimiliki oleh butiran-butiran bahan magnetik *berdomain tunggal (single domain)*. Untuk mengubah orientasi momen dipol magnetik



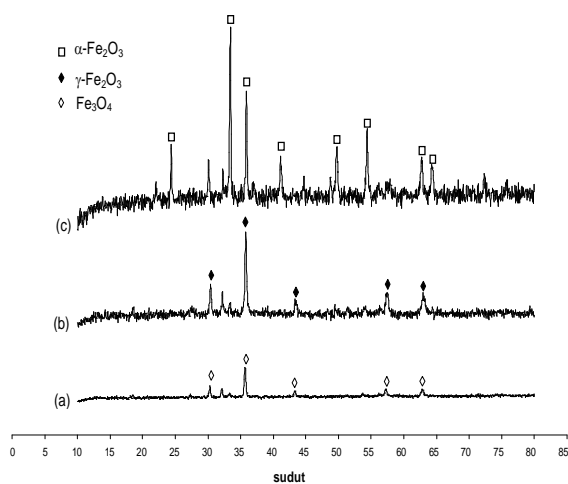
Gambar 2. Peluruhan peluruhan *ARM* untuk pasir besi (a) dan magnetit hasil sintesis (b).

bahan tersebut diperlukan medan dengan energi yang lebih besar.

Meskipun bahan magnetik yang ada pada pasir besi juga berupa magnetit, tetapi proses sintesis telah mereduksi ukuran magnetit menjadi jauh lebih kecil, sehingga mengubah bahan tersebut dari domain jamak menjadi domain tunggal. Sifat domain tunggal pada bahan magnetit akan diperoleh pada bahan dengan ukuran lebih kecil dari 100 nm [12]. Sehingga serbuk magnetit hasil sintesis yang diperoleh dengan presipitasi larutan diperkirakan telah berukuran lebih kecil dari 100 nm.

Hasil oksidasi pada suhu 300 °C mengubah fasa magnetit menjadi maghemit. Perubahan tersebut teridentifikasi melalui perubahan warna. Magnetit dan maghemit memiliki struktur yang sama yaitu kubus, sehingga keduanya tidak dapat dibedakan melalui analisis strukturnya secara sederhana.

Oksidasi pada suhu 800 °C dapat mengubah magnetit hasil sintesis menjadi hematit. Perubahan tersebut teridentifikasi melalui perubahan warna dan struktur. Hematit yang diperoleh dari dari proses sintesis ini berwarna ungu (*purple*) dan memiliki struktur heksagonal.



Gambar 3. Difraktogram sinar-X untuk magnetit hasil sintesis (a), bahan hasil oksidasi pada 300 °C (b) dan pada 800 °C (c).

KESIMPULAN

Serbuk nano partikel magnetit dapat diperoleh secara efektif melalui metode presipitasi larutan dengan menggunakan bahan lokal *mill scale* dan pasir besi. Oksidasi magnetit pada suhu 300 °C dan 800 °C mengubah fasa magnetit menjadi maghemit dan hematit. Serbuk oksida besi berukuran nano yang diperoleh tersebut sangat potensial untuk digunakan pada berbagai produk industri khususnya yang berbasis teknologi maju.

DAFTARACUAN

- [1] A. PUTNIS, *Introduction to Mineral Sciences*, Cambridge University Press, (1992)
- [2] A. HASSAN MAIM.H. MANSOUR, and STEVEN C. KAZMIERCZAK, *Chemistry*, **52** (7) (2006) 1238-1246
- [3] R.R. ANDERSON, M.H. KHAN, and J.P. FASSE. U.S. Patent WO 2005/046576, PCT/US2004/025585, (2006)
- [4] I. NEDKOV, T. KOUTZAROVA, S. KOLEV, T. MERODIISKA, T. BENEVA, CH. GHELEV, L. SLAVOV., *Magnetic Nanocomposites For Microwave Applications*, Projects Based on External Funds, (2005) 75-81
- [5] M.MICHEL, A New Innovative Synthesis Catalyst Provides more Value for your Ammonia Plant, *Proceedings of AFA 18th International Annual Technical Conference and Exhibition*.
- [6] RIDWAN, G Tj. SULUNGBUDI dan MUJAMILAH, *Indonesian Journal of Materials Science*, **5** (1) (2003) 29
- [7] A. YULIANTO, S. BIJAKSANA, W. LOEKSMANTO dan D. KURNIA, *Jurnal Fisika*, **A5** (0527)
- [8] A. FIANDIMAS dan A. MANAF., *Indonesian Journal of Materials Science*, **5**(1) (2003) 45
- [9] A. YULIANTO, S. BIJAKSANA, W. LOEKSMANTO dan D. KURNIA, Extraction and Purification of Magnetite (Fe₃O₄) from Iron Sand. *Proceedings of the Annual Physics Seminar*, (2003) 102
- [10] A. YULIANTO, S. BIJAKSANA, W. LOEKSMANTO dan D. KURNIA, Perubahan Struktur dan Transformasi Fasa Bahan Hasil Proses Oksidasi Magnetite (Fe₃O₄) Pasir Besi, *Proceeding Seminar Nasional*, MIPA UNNES, (2005)
- [11] G. S. ALVAREZ, Synthesis, Characterisation and Application of Iron Oxide Nanoparticles. *Doctoral Thesis*, KTH Materials and Engineering, Stockholm Sweden, (2004)
- [12] D. DUNLOP dan O. OZDEMIR, *Rock Magnetism : Fundamentals and Frontiers*, Cambridge University Press, (1997)