## Komunikasi Fisika Indonesia

Edisi Juli 2020 | Vol. 17 | No. 2

Web: http://ejournal.unri.ac.id./index.php/JKFI Email: kfi@ejournal.unri.ac.id

Jurusan Fisika FMIPA Univ. Riau Pekanbaru p-ISSN.1412-2960 | e-2579-521X

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DARI PASIR ALAM DESA LOGAS KABUPATEN KUANTAN SINGINGI

## Meilan Sihombing\*, Erwin Amiruddin

Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau

\*E-mail korespondensi: meilansihombing7@gmail.com

### **ABSTRACT**

Determination of magnetic and structural properties of natural sand from Logas Village, Kuantan Singingi have been carried out using a magnetic Probe Pasco PS-2162 and X-Ray Diffraction (XRD) methode. Samples were synthesized using multi step ball milling methode for 90 and 90+30 hours. Results show that the magnetic suceptibility increased with increasing of ball milling time, from 90 hours to 90+30 hours. This magnetic suceptibility within the interval (46-80000)  $\times$  10<sup>-8</sup> m<sup>3</sup>/kg which is the interval of mineral Ilminite (FeTiO<sub>3</sub>:Antiferromagnetic). X-Ray Fluorescence (XRF) result showed that the composition of Fe and Ti increased after milled for 90+30 hours, while other element like Si decreased. The XRD result confirmed that the phase of the sample structure is Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). However, some other phases including Silicon Dioxide (SiO<sub>2</sub>) and FeTiO<sub>3</sub> are observed in diffraction pattern. This indicates that the sample is not purely  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Keywords: Natural sand, Ball milling, Magnetic suceptibility

#### **ABSTRAK**

Penelitian tentang sifat magnetik dan struktur partikel magnetik pasir alam Desa Logas Kabupaten Kuantan Singingi telah dilakukan menggunakan Probe Pasco PS-2162 dan metode Difraksi Sinar-X (XRD). Sampel disintesis menggunakan ball milling multi step selama 90 jam dan 90+30 jam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai suseptibilitas magnetik mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya waktu ball milling yaitu dari 90 jam meningkat ke 90+30 jam. Nilai suseptibilitas magnetik ini berada dalam interval Ilminite (FeTiO3: Antiferromagnetic) dengan rentang nilai (46-80000 x  $10^{-8}$ )  $m^3/kg$ . Hasil uji X-Ray Fluorescence (XRF) menunjukkan bahwa komposisi dari Fe dan Ti meningkat setelah di ball milling selama 90+30 jam, sementara elemen lainnya seperti Si mengalami penurunan. Hasil XRD mengkonfirmasi bahwa fasa sampel adalah Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Bagaimanapun, fasa lain seperti Silicon Dioxide (SiO<sub>2</sub>) dan FeTiO<sub>3</sub> terdeteksi pada pola difraksi.Hasil ini menandakan bahwa sampel tidak begitu murni dalam fasa  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Kata kunci: Pasir alam, Ball milling, Suseptibilitas magnetik

Diterima 13-03-2020 | Disetujui 07-05-2020 | Dipublikasi 30-07-2020

### **PENDAHULUAN**

Pasir alam merupakan bahan mineral yang tersebar luas dan melimpah di Indonesia terutama di pulau besar seperti Sumatera, Jawa, Kalimantan, Sulawesi dan Irian Jaya. Pasir alam mengandung berbagai mineral magnetik seperti α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeTiO<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, *Magnetite* (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), *Maghemite* (γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), *Alumina* (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), dan *Rutil* (TiO<sub>2</sub>) [1]. Senyawa α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> merupakan oksida besi paling stabil di bawah kondisi sekitarnya

sehingga biasa digunakan dalam katalis, sensor gas, dan bahan elektroda [2].  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> juga biasa dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan magnet permanen [3]. Metode yang telah diperkenalkan untuk sintesis nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diantaranya sol gel, hidrotermal, hidrolisis, microwave, mikro emulsi dan penggilingan menggunakan *ball milling* [4].

Sintesis nanopartikel α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada penelitian ini dilakukan menggunakan metode

ball milling. Ball milling adalah suatu metode yang dapat mengurangi ukuran partikel. Selama proses ball milling, partikel sampel berupa oksida besi α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>yang berasal dari pasir alam Desa Logas, Kabupaten Kuantan Singingi saling bertumbukan dan mengalami deformasi [5].

Pengukuran nilai induksi magnetik dilakukan menggunakan Probe Pasco PS-2162 dan penentuan struktur kristal partikel menggunakan XRD, serta uji XRF digunakan untuk analisis kandungan elemen yang terdapat dalam sampel.

## METODE PENELITIAN

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini diambil dari pasir alam Desa Logas, Kabupaten Kuantan Singing, Provinsi Riau. Sampel dari 5 titik lokasi, yaitu A, B, C, D dan E diambil secara acak dengan menggunakan metode *zig-zag* pada masing-masing titik lokasi tersebut.

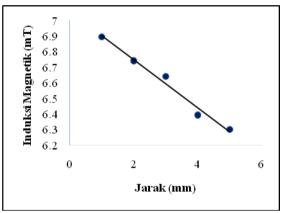
Massa sampel diambil sebanyak 40 kilogram disetiap titik lokasi. Sampel dikeringkan di bawah sinar matahari dengan tujuan untuk menghilangkan kandungan air yang ada pada pasir agar mempermudah proses pemisahan partikel magnetik dan non magnetiknya. Sampel yang sudah kering selanjutnya dipisahkan menggunakan Iron Sand Separator (ISS). Sampel yang sudah terpisah selanjutnya dihancurkan menggunakan alat ball milling selama 90 jam dengan bola besi berukuran 1,5 cm.

Hasil produk *ball milling* selanjutnya dipisahkan menggunakan magnet batang *Neodymium Iron Boron* (NdFeB) dan diberi nama Konsentrat I. Hasil pemisahan tersebut selanjutnya di *ball milling* tahap lanjutan dalam *multi step ball milling* selama 30 jam dengan menggabungkan tiga ukuran diameter bola yang berbeda, yaitu 1,5, 0,7 dan 0,5 cm. Hasil produk *ball milling* tersebut (Konsentrat II) akan dilakukan pengukuran nilai induksi magnetik dan suseptibilitas magnetiknya serta dilakukan karakterisasi sampel menggunakan XRF dan XRD.

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

## Pengukuran Induksi Magnetik

Pengukuran induksi magnetik solenoid tanpa inti terbagi dua, yaitu berdasarkan fungsi jarak dengan arus tetap dan fungsi arus dengan jarak tetap. Pengukuran induksi magnetik solenoid tanpa inti dengan arus tetap 0,8A sebagai fungsi jarak yang diberikan bervariasi yaitu 1, 2, 3, 4 dan 5 mm dan Pengukuran induki magnetik solenoid tanpa inti dengan jarak tetap 1 mm sebagai fungsi arus yang diberikan, yaitu 0,1A, 0,2A, 0,4A, 0,6A dan 0.8A.

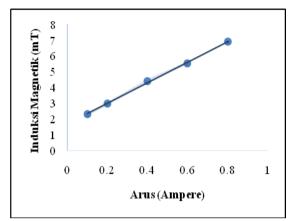


**Gambar 1.** Grafik hubungan induksi magnetik solenoid tanpa inti sebagai fungsi jarak dengan arus tetap 0,8A.

Gambar 1 menampilkan nilai induksi magnetik solenoid tanpa inti yang menurun seiring bertambahnya jarak antara ujung tengah solenoid terhadap probe magnetik. Penurunan nilai induksi magnetik ini terjadi karena berkurangnya jumlah fluks magnetik akibat bertambahnya jarak antara probe magnetik dengan ujung solenoid. Hal ini berarti semakin besar jarak yang diberikan antara kutub magnet yang terletak diujung solenoid terhadap sensor probe magnetik maka nilai induksi solenoid akan semakin kecil.

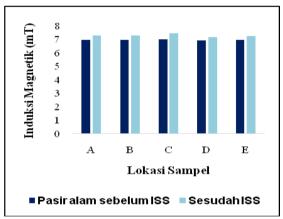
Gambar 2 menampilkan nilai induksi magnetik solenoid tanpa inti yang meningkat seiring bertambahnya arus. Peningkatan nilai induksi magnetik disebabkan karena semakin besarnya fluks magnetik yang timbul sesuai dengan peningkatan arus sehingga semakin

besar jumlah elektron bebas yang mengalir pada kawat dan menyebabkan terjadinya super posisi medan magnet antara satu elektron bebas dengan elektron bebas lainnya.



**Gambar 2.** Grafik hubungan induksi magnetik solenoid tanpa inti sebagai fungsi arus dengan jarak tetap 1 mm.

Pengukuran induksi magnetik solenoid dengan inti pasir alamsebelum dan sesudah dilakukan pemisahan menggunakan ISS pada arus 0,8A dan jarak 1 mm dari ujung tengah solenoid diberikan melalui grafik pada Gambar 3 berikut ini.

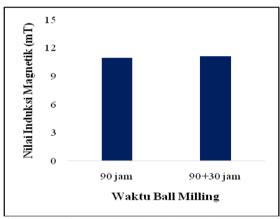


Gambar 3. Grafik induksi magnetik rata-rata pasir alam sebelum dan sesudah pemisahan menggunakan ISS dengan jarak 1 mm untuk arus 0,8A.

Gambar 3 menunjukkan bahwa nilai induksi magnetiksampelpasiralam untuk setiap titiklokasitidak jauh berbeda, hal ini dikarenakan inti solenoid yang dimasukkan masih berupa pasir alam murni yang belum melalui proses pemisahan. Gambar 3 juga menjelaskan bahwa nilai induksi magnetik

sesudah pemisahan menggunakan ISS mengalami kenaikan. Kenaikan ini disebabkan karena setiap sampel yang sudah dipisahkan menggunakan ISS lebih banyak mengandung partikel magnetik dibandingkan partikel nonmagnetik, yang mana partikel nonmagnetiknya terpisah saat dilakukan proses pemisahan.

Sampel A, B, C, D dan E selanjutnya digabungkan untuk dihaluskan menggunakan ball milling selama 90 jam menggunakan bola dengan diameter 1,5 cm. Hasil ball milling tersebut selanjutnya dipisahkan menggunakan magnet batang NdFeB. Produk ball milling tersebut selanjutnya dihancurkan kembali dalam multi step ball milling. Proses milling dilakukan selama 30 jam dengan gabungan 3 diameter bola yang berbeda – beda yaitu 1,5; 0,7 dan 0,5 cm. Nilai induksi magnetik untuk masing-masing sampel berdasarkan waktu ball milling diberikan pada Gambar 4.

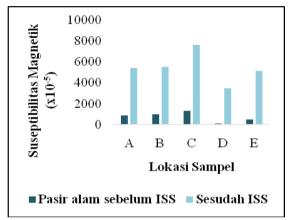


**Gambar 4.** Grafik nilai induksi magnetik solenoid dengan inti produk *ball milling* pada arus 0,8A.

Grafik pada Gambar 4 diatas menunjukkan bahwa nilai induksi magnetik solenoid dengan inti produk *ball milling* selama 90 dan 90+30 jam mengalami peningkatan. Peningkatan nilai induksi magnetik tersebut terjadi karena penambahan waktu pada proses *milling*. Peningkatan waktu *milling* akan menghasilkan reduksi ukuran partikel dan menghasilkan distribusi ukuran partikel yang semakin kecil [6]. Dengan kata lain, semakin lama waktu yang digunakan dalam proses *milling*, maka ukuran konsentrat akan semakin halus.

## Suseptibilitas Magnetik dan Massa

Nilai suseptibilitas magnetik dihitung berdasarkan nilai induksi magnetik solenoid tanpa inti  $(B_0)$  dan dengan inti  $(B_T)$ . Grafik nilai suseptibilitas magnetik sebelum dan sesudah pemisahan menggunakan ISS diberikan pada Gambar 5.

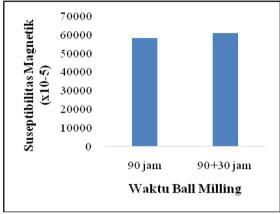


**Gambar 5.** Grafik nilai suseptibilitas magnetik pasir alam sebelum dan sesudah pemisahan menggunakan ISS dengan jarak 1 mm untuk arus 0.8A.

Gambar 5 menjelaskan bahwa nilai suseptibilitas magnetik dari pasir alam sebelum pemisahan berada dalam rentang  $116 \times 10^{-5}$ sampai  $1334.6 \times 10^{-5}$ nilai suseptibilitas sedangkan magnetik sesudah pemisahan menggunakan ISS berada dalam rentang  $3467,2 \times 10^{-5}$  sampai dengan  $7645.4 \times 10^{-5}$ . Nilai suseptibilitas magnetik pasir alam sesudah pemisahan menggunakan ISS mengalami peningkatan dibandingkan suseptibilitas magnetik nilai pemisahan, hal ini disebabkan karena mineral magnetik dan nonmagnetik telah terpisah menggunakan mesin ISS, sehingga tersisa adalah mineral magnetik [7].

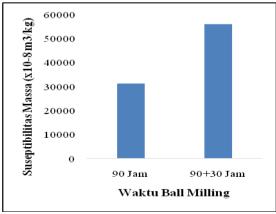
Nilai suseptibilitas magnetik produk *ball milling* mengalami peningkatan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6, dimana produk *ball milling* selama 90 dan 90+30 jam memiliki nilai suseptibilitas magnetik masing – masing sebesar 58058,9× 10<sup>-5</sup> dan 60568,7 × 10<sup>-5</sup>. Peningkatan nilai suseptibilitas magnetik tersebut terjadi akibat perbedaan

waktu *milling*, dimana produk *ball milling multi step* (90+30 jam) memiliki waktu penghancuran yang lebih lama sehingga menyebabkan konsentrasi mineral magnetiknya lebih tinggi. Berdasarkan nilai suseptibilitas magnetiknya, kedua produk *ball milling* tersebut memiliki sifat FeTiO<sub>3</sub> (Anti ferromagnetik) dengan rentang nilai  $(220-380000)10^{-5}$  [8].



**Gambar 6.** Grafik nilai suseptibilitas magnetikproduk *ball milling* pada arus 0,8A.

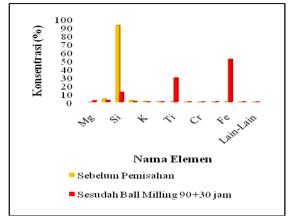
Gambar 7 menampilkan bahwa nilai suseptibilitas massa dari produk *ball milling* selama 90 dan 90+30 jam mengalami peningkatan dengan nilai suseptibilitas massa masing-masing senilai 31366,234 × 10<sup>-8</sup> m³/kg dan 56082,129 × 10<sup>-8</sup> m³/kg. Kedua nilai suseptibilitas massa ini berada dalam interval FeTiO3 (Antiferromagnetik) yang memiliki rentang nilai (46 – 80000) × 10<sup>-8</sup> m³/kg [8].



**Gambar 7.** Grafik nilai suseptibilitas massa produk *ball milling* pada arus 0,8A.

## Karakterisasi Menggunakan XRF

Analisis sampel berupa pasir alam sebelum pemisahan menggunakan ISS dan konsentrat hasil *ball milling multi step* dilakukan menggunakan XRF.



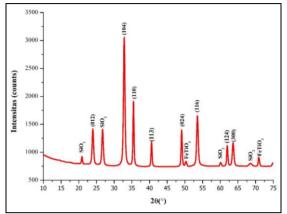
**Gambar 8.** Grafik perbandingan kandungan elemen yang terdapat dalam pasir alam Desa Logas sebelum pemisahan dan sesudah *ball milling multi step* (90+30 jam).

Sebelum dilakukanpemisahan, elemen Si memiliki konsentrasi sebesar 92,264%, sedangkan setelah dilakukan proses penghancuran menggunakan ball milling multi step, konsentrasinya menurun dan tersisa sebanyak 11,854%. Elemen Ti dan Fe mengalami peningkatan, dimana sebelum pemisahan, konsentrasi Ti dan Fe masing masing adalah 0,423% dan 0,371%, sedangkan sesudah dilakukan ball milling multi step selama 90 + 30 jam konsentrasinya meningkat dan harganya masing- masing adalah 29,141% dan 51,533%. Elemen Ti dan Fe mengalami kenaikan nilai konsentrasi setelah proses ball milling multi step yang kemudian tampil dalam bentuk aglomerasi, yaitu FeTiO3. Hasil uji XRF ini membuktikan bahwa pasir alam yang sudah mengalami penghancuran dalam ball milling multi step selama 90 + 30 jam merupakan mineral FeTiO<sub>3</sub> yang mengandung elemen Ti.

## Karakterisasi Menggunakan XRD

Karakterisasi dilakukan menggunakan alat XRD yang dilengkapi dengan tabung anoda

berbahan Cu (tembaga) yang mampu menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang 1,5406Å. Mesin XRD ini bekerja dalam tegangan dan arus yang tinggi yaitu 40kV dan 30mA. Pola difraksi yang terbentuk diberikan dalam Gambar 9 berikut.



**Gambar 9.** Pola difraksi sinar-X pasir alam Logas hasil *ball milling multi step* 90+30 jam.

Berdasarkan hasil XRD, diperoleh 8 buah puncak dominan, yaitu pada sudut 23,950°, 32,782°, 35,426°, 40,537°, 49,034°, 53,460°, 61,936° dan 63, 604°. Sudut – sudut tersebut memiliki bidang kristal masing - masing (012), (104), (110), (113), (024), (116), (124) dan (300). Puncak – puncak dan bidang kristal yang dominan tersebut dilakukan search match dengan data ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) dan diperoleh data berupa senyawa yang terkandung didalam produk ball milling multi step selama 90+30 jam berupa α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan SiO<sub>2</sub>. Hal ini membuktikan bahwa produk multi step ball milling memiliki fasa α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Kemunculan puncak SiO<sub>2</sub> dan FeTiO<sub>3</sub> menunjukkan bahwa konsentrat tersebut tidak begitu murni.

## **KESIMPULAN**

Nilai suseptibilitas magnetik menunjukkan bahwa pasir alam yang berasal dari Desa Logas, Kabupaten Kuantan Singingi yang telah diproses dengan *ball milling* selama 90 jam dan *multi step* (90 + 30 jam) berada dalam interval mineral FeTiO3 (Antiferromagnetik) dengan rentang nilai  $(220 - 380000) \times 10^{-5}$ . Berdasarkan hasil

perbedaan waktu ball milling, konsentrat yang telah diproses melalui multi step ball milling (90+30 jam) memiliki nilai induksi magnetik, suseptibilitas magnetik dan suseptibilitas massa yang lebih tinggi dibandingkan 90 jam, hal ini membuktikan bahwa lamanya waktu ball milling akan mempengaruhi magnetik sampel. Hasil XRD juga menunjukkan bahwa puncak-puncak difraksi produk ball milling 90+30 jam sesuai dengan puncak difraksi sinar-X pada fasa α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Munculnya puncak lain seperti SiO2 dan FeTiO<sub>3</sub> menyebabkan konsentrat tersebut tidak murni.

### **REFERENSI**

- Gubin, S. P., Koksharov, Yu. A., Khomutov, G. B., & Yurko, G. Yu. (2005). Magnetic nano particles: Preparation, structure and properties. Russian Academy of Science and Turpion Ltd, 74(6), 489-520.
- 2. Gandha, K., Mohapatra, J., Poudyal, N., Elkins, K., & Liu, J. P. (2017). Enhanced coercivity in Co-doped α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cubic nanocrystal assemblies prepared via a magnetic field-assisted hydrothermal synthesis. *AIP Advances*, **7**(5), 1-5.
- 3. Mufit, F., Fadhillah, & Amir, H. (2006).

- Kajian tentang sifat magnetik pasir besi dari pantai Sunur, Pariaman, Sumatera Barat. *Jurnal Geofisika*, **4**(1), 2-5.
- 4. Wang, L. L. & Jiang, J. S. (2007). Preparation of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles by high-energy ball milling. *Science Direct*, **390**, 23-27.
- 5. Yadav, T. P. & Singh, D. P. (2012). Mechanical milling: A top down approach for the synthesis of nanomaterials and nanocomposites. *Nanoscience and Nanotechnology*, **2**(3), 22-48.
- Anggraini, M. S., Ramli, & Hidayat. (2017). Pengaruh waktu milling terhadap struktur kristal magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) berbahan mineral vulkanik dari gunung Merapi Sumatra Barat. *Pillar of Physics*, 10, 47-54.
- 7. Salomo, Erwin, Malik, U., & Putra, S. U. (2018). Sifat magnetik dan ukuran partikel magnetik serta komposisi material pasir besi pantai Kota Pariaman Sumatera Barat di sintesis dengan *iron sand separator* dan *ball milling. Journal Online of Physics*, **3**(2), 11-14.
- 8. Hunt, C. P., Moskowitz, B. M., & Banerjee, S. K. (1995). *Magnetic properties of rokes and minerals*. Washington: American Geophysical Union.