

PENGARUH DOPING MANGAN TERHADAP KOMPOSISI DAN SIFAT KRISTALINITAS PARTIKEL OKSIDA BESI PASIR ALAM SUNGAI ROKAN DIPREPARASI DENGAN METODE *BALL MILLING*

Rahman Kurniawan*, Salomo, Erwin, Defrianto

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Riau

*E-mail korespondensi: rahman.kurniawan3874@student.unri.ac.id

ABSTRACT

The composition, crystallinity and magnetic susceptibility of nanoparticles in natural sand of the Rokan River, Riau Province have been investigated. After the iron sand separator (ISS) process, the natural sand samples were separated using NdFeB magnets to separate iron oxide particles and other non-ferrous oxides. For 70 hours, the NdFeB product was prepared using the ball milling method to produce BM products. The BM products were ball milled for 30 hours with a manganese doping concentration of 0 wt.%; 5 wt.%, and 10 wt.% produced DM 0, DM 5 and DM 10 products. Magnetic susceptibility values increased based on the values of B_0 and B_T measured using Pasco Magnetic Probe PS-2162. The results of XRD analysis of DM products contain a hematite phase (α -Fe₂O₃) which has a hexagonal structure. The crystal size increased along with the increasing concentration of Manganese from 25.494 nm; 25,542 nm to 25.669 nm. The results of XRF analysis of DM products on Fe elements decreased in percentage with increasing Manganese concentration from 18.083%; 15.407% to 12.947%. Other chemical elements such as Si, Al, K, P, Ti, Ca, Ti, Cr, Zn, V and Pb also decreased.

Keywords: Natural Sand, Ball Milling, Doping, X-Ray Diffraction (XRD), X-Ray Fluorescence (XRF).

ABSTRAK

Penelitian mengenai komposisi, sifat kristalinitas serta suseptibilitas magnetik nanopartikel pada pasir alam Sungai Rokan, Provinsi Riau. Setelah dilakukan proses iron sand separator (ISS), sampel pasir alam dipisahkan kembali menggunakan magnet NdFeB untuk memisahkan partikel oksida besi dan non-oksida besi lainnya. Selama 70 jam produk NdFeB dilakukan proses preparasi dengan metode ball milling menghasilkan produk BM. Produk BM di ball milling kembali selama 30 jam dengan konsentrasi doping mangan yang diberikan 0 wt.%; 5 wt.%, dan 10 wt.% menghasilkan produk DM 0, DM 5 serta DM 10. Nilai suseptibilitas magnetik mengalami peningkatan berdasarkan nilai dari B_0 dan B_T yang diukur menggunakan Pasco Magnetik Probe PS-2162. Hasil analisis XRD produk DM mengandung fasa hematite (α -Fe₂O₃) yang memiliki struktur hexagonal. Ukuran kristal mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya konsentrasi Mangan dari 25,494 nm; 25,542 nm menjadi 25,669 nm. Hasil analisis XRF produk DM pada unsur Fe mengalami penurunan persentase dengan meningkatnya konsentrasi Mangan dari 18,083%; 15,407% menjadi 12,947%. Unsur lain seperti Si, Al, K, P, Ti, Ca, Ti, Cr, Zn, V dan Pb juga mengalami penurunan.

Kata kunci: Pasir Alam, Ball Milling, Doping, Difraksi Sinar-X (XRD), Fluoresensi Sinar-X (XRF).

Diterima 05-07-2022 | Disetujui 18-07-2022 | Dipublikasi 31-07-2022

PENDAHULUAN

Kekayaan alam Indonesia salah satunya yaitu mineral magnetik banyak terdapat dipasir alam. Pasir yang terdapat bahan mineral

magnetik ini disebut pasir besi yang dijumpai di daerah sungai, pantai dan gunung [1].

Saat ini dalam kehidupan sehari-hari, pasir besi banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku bangunan atau bahan campuran semen. Pemanfaatan tersebut kurang optimal, dimana

mineral magnetik yang terkandung pada pasir besi sangat berpotensi untuk diaplikasikan lebih luas [2]. Mineral magnetik pasir besi antara lain magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) yang dalam skala nanometer dapat dimanfaatkan lebih luas di berbagai bidang [3].

Penelitian ini menggunakan metode berupa ball milling untuk mensintesis nanopartikel $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, yaitu salah satu metode sederhana untuk menghancurkan dan mengurangi ukuran partikel dalam sebuah tabung yang berputar dengan menggunakan bola yang terbuat dari bahan keramik maupun besi. Adanya tumbukan antara konsentrat pasir alam dengan bola-bola besi dalam *ball milling* menyebabkan perpecahan konsentrat yang menjadi ukuran yang lebih kecil hingga mencapai ukuran nanometer (nm) [4].

Dalam ukuran nanometer, sifat magnetik dan struktur kristal hematit sangat dipengaruhi oleh ukuran partikel, tingkat kristalinitas dan doping. Doping ion logam terhadap $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dapat meningkatkan sifat magnetik dan akan memperbaiki kinerja aplikasi yang ada [5]. Metode doping bertujuan untuk memodifikasi sifat magnetik dari nanopartikel oksida dengan menggunakan logam transisi seperti cobalt, nikel, tembaga, mangan dan lain-lain [6].

Mangan (Mn) bersifat sebagai logam transisi pada doping dalam Fe_2O_3 . Doping Mn yang digunakan dalam pasir besi yaitu Mn^{2+} (127 pm) dengan jari-jari atomnya hampir sama dengan Fe (26 pm). Semakin tinggi konsentrasi Mn maka atom Fe akan tersubstitusi oleh atom Mn yang menyebabkan terjadinya kekerasan sehingga ukuran kristal meningkat [7].

Proses preparasi *ball milling* dimulai dari sampel dimasukkan kedalam sebuah tabung berisi beberapa bola yang terus bergerak dan berputar secara terus menerus. Terjadinya pertumbukan terhadap antar bola dan sampel menyebabkan partikel sampel tersebut akan pecah menjadi ukuran yang lebih kecil [8-10].

Penelitian ini menggunakan pasir alam Sungai Rokan Provinsi Riau. Sampel disintesis menggunakan metode *ball milling* dan dikarakterisasi menggunakan uji *X-ray*

fluorescence (XRF) untuk mengetahui pengaruh doping terhadap komposisi mineral magnetik serta uji difraksi *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui pengaruh doping terhadap sifat kristalinitas partikel magnetik.

METODE PENELITIAN

Sampel penelitian berasal dari Sungai Rokan Provinsi Riau berupa pasir alam dikeringkan dengan menggunakan sinar matahari. Pengeringan sampel ini bertujuan agar pasir tidak mengandung air sehingga mempermudah dalam proses pemisahan partikel magnetik dan nonmagnetik.

Sampel yang telah melalui proses pengeringan dan penimbangan tersebut dilakukan proses *iron sand separator* (ISS) untuk memisahkan oksida besi dengan non oksida besi dengan satu kali pemisahan menggunakan kecepatan belt sekitar 0.9 cm/s dan frekuensi penabur adalah 2 Hz. Proses ini dilakukan dengan cara memasukkan sampel sedikit demi sedikit ke dalam penabur ISS. Produk ISS dipisahkan kembali menggunakan magnet kuat NdFeB (*Neodymium Iron Boron*).

Produk NdFeB dipreparasi dengan metode *ball milling* dengan kecepatan 100 rpm selama 70 jam. Produk BM didapatkan dari hasil pemisahan lanjutan dengan menggunakan magnet NdFeB yang telah di *ball milling*.

Produk BM didoping unsur Mn dengan konsentrasi 0 wt.%; 5 wt.% dan 10 wt.%. Selanjutnya masing-masing produk di *ball milling* dengan waktu 30 jam menggunakan variasi bola besi berdiameter 2 cm (16 bola) dan 0,7 cm (40 bola). Kemudian hasil dari Doping ini dinamakan produk DM 0, DM 5 dan DM 10.

Nilai induksi magnetik didapatkan dengan menggunakan solenoid tanpa inti 2500 lilitan berdiameter 0,03 m dengan panjang 0,1 m dan sensor Probe Magnetik Pasco PS-2162. Sensor magnetik ini terhubung ke komputer yang kemudian direkam oleh *software* data studio. Jarak 1 mm dijaga konstan antara solenoid dengan sensor Probe Pasco PS-2162 dengan variasi arus diuji yaitu 0,2 A; 0,4 A; 0,6 A; 0,8

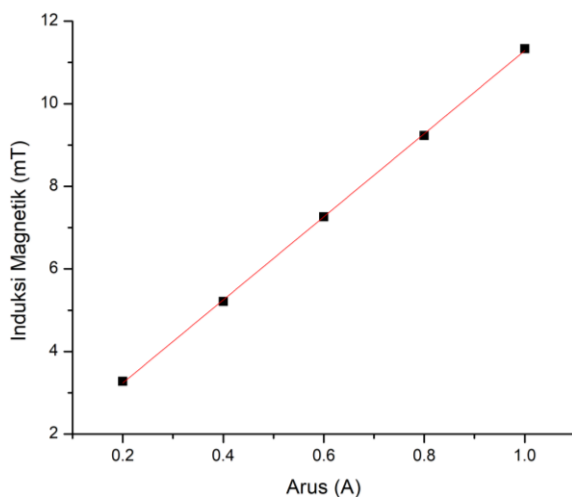
A; dan 1 A. Nilai suseptibilitas magnetik χ_m dapat ditentukan dari selisih nilai B_T dan B_0 , kemudian dibagi B_0 .

Selanjutnya produk DM 0, DM 5, dan DM 10 dianalisis sifat kiralinitas dan komposisi menggunakan XRD dan XRF.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Induksi Magnetik

Hasil pengukuran nilai induksi magnetik solenoid tanpa inti (B_0) dengan variasi arus listrik ditampilkan oleh Gambar 1.

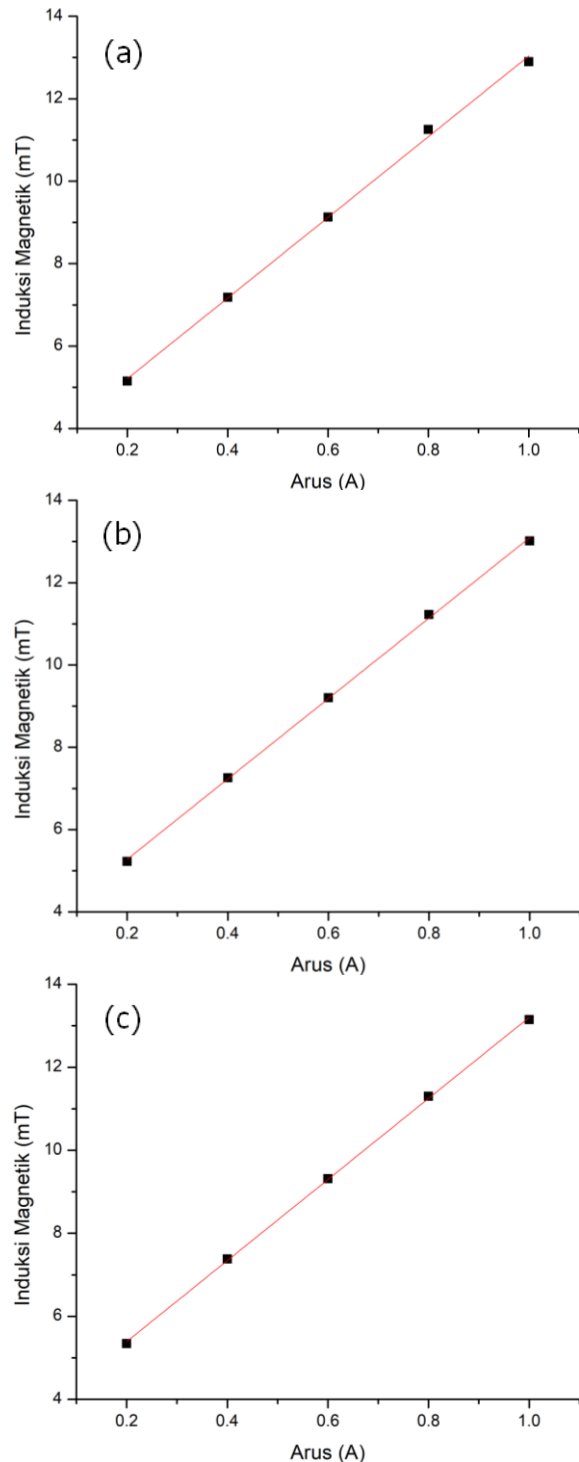


Gambar 1. Grafik induksi magnetik solenoid tanpa inti (B_0) dengan variasi arus listrik.

Pada Gambar 1 menunjukkan bahwa adanya peningkatan nilai induksi magnetik seiring dengan bertambahnya arus listrik yang diberikan. Pada arus listrik 0,2 A didapatkan nilai induksi magnetik tanpa inti sebesar 3,277 mT dan pada arus listrik 1 A mengalami peningkatan nilai induksi magnetik sebesar 11,332 mT. Hasil pengukuran B_t dengan inti produk doping mangan (DM 0, DM 5, dan DM 10) dengan variasi arus listrik seperti yang terlihat pada Gambar 2.

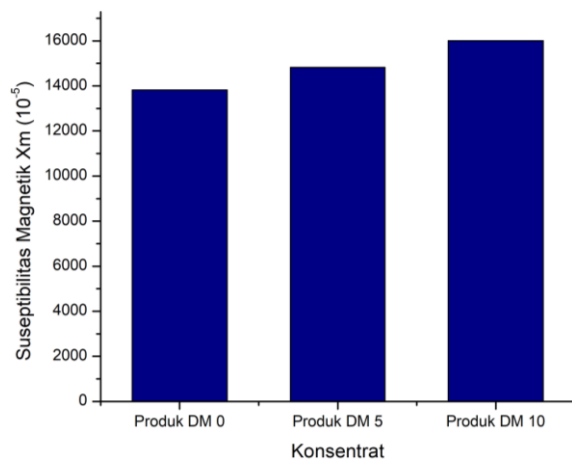
Berdasarkan Gambar 2 produk DM 0, DM 5, dan DM 10 nilai induksi magnetik meningkat disebabkan adanya pengaruh dari penambahan konsentrasi unsur Mangan pada proses *ball milling*. Konsentrasi unsur mangan pada produk DM 0 sebesar 0 wt.%; produk DM 5 sebesar 5 wt.% dan produk DM 10 sebesar 10 wt.%.

Semakin tinggi konsentrasi unsur mangan yang diberikan pada proses *ball milling* maka akan mempengaruhi sifat kemagnetan dan semakin tinggi juga nilai induksi magnetiknya karena mangan merupakan unsur yang memiliki sifat hampir mirip dengan ferromagnetik.



Gambar 2. Grafik induksi magnetik produk doping mangan dengan variasi arus listrik produk (a) DM 0, (b) DM 5, dan (c) DM 10.

Suseptibilitas Magnetik



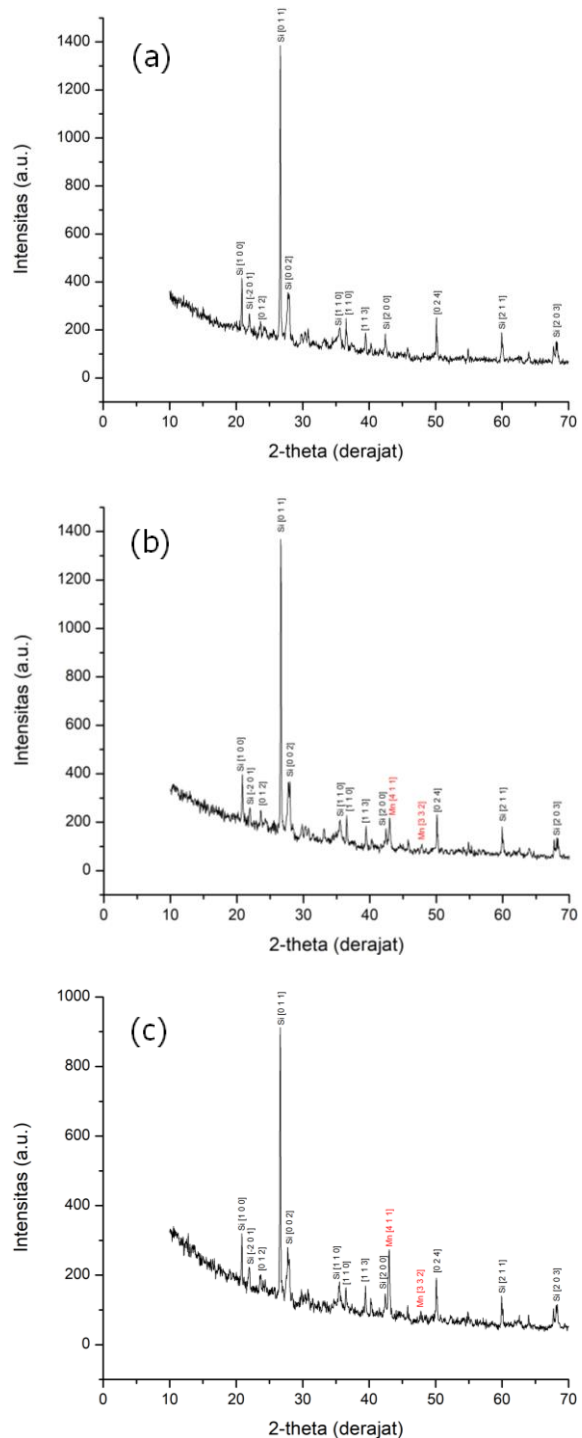
Gambar 3. Grafik nilai suseptibilitas magnetik χ_m pada produk DM 0, DM 5, dan DM 10.

Pada Gambar 3 menunjukkan produk DM 0, DM 5, dan DM 10 nilai suseptibilitas magnetik meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi mangan (Mn). Hal ini dikarenakan Mn merupakan bahan yang mendekati ferromagnetik dengan momen magnetiknya cukup besar sehingga terjadinya superposisi yang disebabkan karena meningkatnya nilai induksi magnetik solenoid yang dapat mempengaruhi nilai suseptibilitas magnetik pada partikel magnetik Mn dan Fe.

Analisis Data Hasil XRD

Analisis XRD dari produk DM 0, DM 5, dan DM 10 dilihat pada pola difraksi. Berdasarkan Gambar 4 didapatkan 12 puncak dominan pola difraksi dengan fasa magnetik yang sama berupa hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan struktur kristal hexagonal dan Silikon Dioksida (SiO_2) dengan struktur kristal hexagonal. Munculnya puncak-puncak kristal SiO_2 pada pola difraksi menunjukkan ketidakberhasilan proses *ball milling* dalam memisahkan partikel magnetik dengan senyawa pengotor lainnya, hal ini juga dikonfirmasi oleh data XRF.

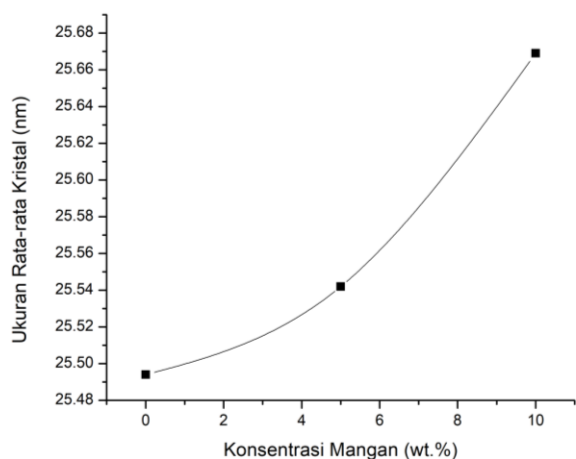
Pada pola difraksi DM 5 dan DM 10 muncul dua sudut pola difraksi. Sudut pola difraksi yang muncul pada DM 5 pada sudut $43,032^\circ$ dan $47,84^\circ$; sedangkan DM 10 pada sudut $43,016^\circ$ dan $47,882^\circ$ yang diidentifikasi sebagai puncak Mn dengan struktur kristal kubik.



Gambar 4. Pola difraksi sinar-X produk (a) DM 0, (b) DM 5, dan (c) DM 10.

Pergeseran sudut puncak dominan tertinggi produk DM 0 bergeser ke arah kiri pada produk DM 5 dari sudut $26,625^\circ$ menjadi $26,606^\circ$. Kemudian sudut puncak difraksi (2θ) produk DM 10 juga mengalami pergeseran ke arah kiri menjadi $26,601^\circ$. Pergeseran ini disebabkan adanya keberhasilan penggabungan nanopartikel Mn dengan magnetik Fe. Dengan

adanya pergeseran sudut (2θ) mengakibatkan terjadinya perubahan parameter kisi yang dipengaruhi oleh perubahan jarak antar bidang (d_{hkl}), hal ini sesuai dengan hukum *Bragg*.



Gambar 5. Ukuran rata-rata kristal sebagai fungsi konsentrasi Mangan (Mn).

Berdasarkan Gambar 5 ukuran rata-rata kristal terhadap penambahan konsentrasi doping Mn mengalami peningkatan. Dimana pada produk DM 0 (0 wt.%) ukuran rata-rata kristal sebesar 25,494 nm mengalami peningkatan pada produk DM 5 (5 wt.%) menjadi 25,542 nm dan pada produk DM 10 (10 wt.%) juga mengalami peningkatan ukuran rata-rata kristal sebesar 25,669 nm. Hal ini disebabkan karena sebagian doping Mn dapat mengaktifasi pertumbuhan ukuran kristal dan sisanya akan tersegregasi dibatas partikel. Tersubstitusinya Mn terhadap Fe dimana jari jari atom Mn yang lebih besar dari Fe dimana Mn menggantikan Fe yang menyebabkan meningkatnya parameter kisi kristal.

Analisis Data Hasil XRF

Identifikasi komposisi pasir alam Sungai Rokan menggunakan XRF yang bertujuan untuk mengetahui elemen dan persentase yang terkandung pada produk DM 0 (0 wt.%), DM 5 (5 wt.%) dan DM 10 (10 wt.%).

Pada Tabel 1 menampilkan beberapa elemen yang merupakan elemen oksida besi dan non oksida besi. Elemen yang tergolong kedalam elemenmagnetik antara lain Al, Ti, K, Mn, V, Ag, Fe, dan Ni. Sedangkan elemen yang

tergolong kedalam elemen non-magnetik antara lain Si, P, Ca, Cr, Zn, dan Pb. Pada Tabel tersebut juga menunjukkan perubahan persentase komposisi pada setiap elemen yang mengalami peningkatan dan penurunan pada produk doping Mn 0 wt.%; 5 wt.% dan 10 wt.%.

Tabel 1. Data Identifikasi produk doping Mn pasir alam Sungai Rokan.

Elemen	Konsentrasi Mn 0 wt.%	Konsentrasi Mn 5 wt.%	Konsentrasi Mn 10 wt.%
Al	13,304	12,438	12,048
Si	53,991	50,878	47,709
P	1,036	0,935	0,886
K	2,929	2,513	2,214
Ca	7,443	5,704	5,207
Ti	1,697	1,655	1,482
V	0,046	0,047	0,039
Cr	0,049	0,035	0,024
Mn	0,285	9,305	16,428
Fe	18,083	15,407	12,947
Ni	0,012	0,013	0,014
Zn	0,041	0,035	0,031
Ag	0,617	0,777	0,829
Pb	0,014	0,01	0,007
Elemen lain	0,453	0,238	0,135

Elemen Fe pada produk doping mengalami penurunan persentase dari 18,083%; 15,407% menjadi 12,947%. Elemen lainnya juga mengalami penurunan persentase yaitu Si, Al, K, P, Ti, Ca, Ti, Cr, Zn, V dan Pb. Sedangkan elemen Mn, Ni, dan Ag mengalami peningkatan persentase, dimana pada konsentrasi Mn 0 wt.% persentase elemen Mn sebesar 0,285%; sedangkan pada konsentrasi Mn 5 wt.% dan 10 wt.% persentase elemen Mn mengalami peningkatan berturut-turut 9,305% dan 16,428%. Hal ini disebabkan karena pendopingan Mn dapat meningkatkan persentase elemen Mn dalam sampel nanopartikel oksida besi.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil data XRD menunjukkan produk doping memiliki fasa magnetik berupa hematite (α -Fe₂O₃) dengan struktur kristal hexagonal dan fasa Silikon Dioksida (SiO₂) dengan struktur kristal hexagonal serta mangan (Mn) dengan struktur kristal kubik yang membuktikan ketidakmurnian produk serta

keberhasilan substitusi nanopartikel Mn terhadap partikel magnetik Fe. Ukuran rata-rata kristal mengalami peningkatan dari 25,494 nm; 25,542 nm menjadi 25,669 nm disebabkan karena mangan dapat mengaktifasi pertumbuhan ukuran kristal. Dan hasil data XRF menunjukkan adanya penurunan kandungan elemen Fe seiring meningkatnya konsentrasi doping mangan yang diberikan dari 18,083% menjadi 12,947%. Sedangkan elemen Mn mengalami peningkatan dari 0,285% menjadi 16,428% disebabkan karena pendopingan mangan dapat meningkatkan persentase elemen Mn dalam sampel nanopartikel oksida besi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih ditujukan kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan (Kemendikbud), Lembaga Pendidikan dan Pengabdian Masyarakat (LPPM), Universitas Riau dan Orang Tua Penulis yang telah memfasilitasi pelaksanaan penelitian ini.

REFERENSI

1. Shindharatna, S. D. (2015). *Analisis suseptibilitas magnetik sedimen Sungai Metro Kota Malang sebagai indikator pencemaran*. Doctoral dissertation, Universitas Negeri Malang.
2. Anggraini, M. S., Ramli, R., & Hidayati, H. (2017). Pengaruh waktu milling terhadap struktur kristal magnetit (Fe_3O_4) berbahan mineral vulkanik dari Gunung Marapi Sumatera Barat. *Pillar of Physics*, **10**(1), 47-54.
3. Teja, A. S., & Koh, P. Y. (2009). Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles. *Progress in crystal growth and characterization of materials*, **55**(1-2), 22-45.
4. Wang, Z., Liu, Y., & Zeng, X. (2006). One-step synthesis of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoparticles by laser ablation. *Powder technology*, **161**(1), 65-68.
5. Gandha, K., Mohapatra, J., Poudyal, N., Elkins, K., & Liu, J. P. (2017). Enhanced coercivity in Co-doped $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ cubic nanocrystal assemblies prepared via a magnetic field-assisted hydrothermal synthesis. *AIP Advances*, **7**(5), 056324.
6. Malviya, K. D., Dotan, H., Shlenkevich, D., Tsyganok, A., Mor, H., & Rothschild, A. (2016). Systematic comparison of different dopants in thin film hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) photoanodes for solar water splitting. *Journal of Materials Chemistry A*, **4**(8), 3091-3099.
7. Syafiudin, I. (2016). *Pengaruh Kadar Mangan (Mn) Terhadap Struktur Mikro Dan Kekerasan Baja Paduan Fe-17Cr-Xmn Melalui Metode Peleburan*. Doctoral dissertation, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
8. Djaprie, S., Hardani, H. W., Simarmata, S. L., Smallman, R. E., & Bishop, R. J. (2000). *Metalurgi Fisik Modern Dan Rekayasa Material Edisi Keenam*. Jakarta: Erlangga.
9. Sinuraya, S., Amiruddin, E., Nurrohman, D., & Wulandari, T. (2021). Analisa Perubahan Suseptibilitas Magnetik dan Komposisi Partikel Pasir Alam Sungai Rokan sebagai Fungsi Kecepatan Putar Tabung Ball Milling. *Komunikasi Fisika Indonesia*, **18**(3), 225-229.
10. Alisna, S., & Sinuraya, S. (2021). Pemetaan Suseptibilitas Magnetik dan Penentuan Kandungan Logam pada Air Gambut di Kelurahan Tuah Madani Kecamatan Tampan Pekanbaru. *Komunikasi Fisika Indonesia*, **18**(1), 12-17.



Artikel ini menggunakan lisensi
[Creative Commons Attribution
 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)