

PENGARUH DOPING *CHROMIUM* TERHADAP SIFAT KRISTALINITAS DARI NANOPARTIKEL α - Fe_2O_3 (*HEMATITE*)

Novia Magdalena Purba*, Erwin Amiruddin, Salomo Sinuraya, Krisman Sabar
Jurusan Fisika FMIPA Universitas Riau

*E-mail korespondensi: novia.magdalena1852@student.unri.ac.id

ABSTRACT

This study aims to determine the crystal structure and particle composition as well as the effect of iron oxide nanoparticles (α - Fe_2O_3) doped chromium for methylene blue degradation. Iron oxide nanoparticles were obtained by 3 stages of ball milling with the total time milling of 120 hours. Each stage of ball milling, the product was processed by strong NdFeB magnet in order to separate between iron oxide and non iron oxide phases. The last product of ball milling process is called BM 3. The BM 3 product was divided into 4 parts with the same amount of weight namely BM 3A, BM 3B, BM 3C, and BM 3D with variations in the concentration of 0 wt.% chromium; 5 wt.%; 10 wt.%; and 20 wt.% These samples were characterized using X-ray diffraction (XRD) method and X-ray fluorescence (XRF). The XRD measurements show that the BM 3 product has a Hematite (α - Fe_2O_3) phase with a Rhombohedral structure. The crystal size of the samples decreases with increasing chromium concentration. The amount of Fe decreases from 57.316% to 54.204% as chromium increases from 0 wt.% to 5 wt.% respectively. Meanwhile, the percentage of Cr increases before being doped with 0.08% chromium and then increases after being doped with 5 wt.% chromium to 7.758%.

Keywords: Iron Sand, Hematite (α - Fe_2O_3), Chromium, Crystal Properties, Crystal Composition.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dan komposisi partikel serta pengaruh nanopartikel oksida besi (α - Fe_2O_3) didoping chromium terhadap degradasi metilen biru. Nanopartikel oksida besi diperoleh dengan 3 tahap ball milling dalam waktu total 120 jam. Setelah tahap ball milling, produk diproses menggunakan magnet kuat Neodymium Iron Boron (NdFeB) untuk memisahkan antara fase oksida besi dan non oksida besi. Produk akhir pada proses ball milling disebut BM 3. Produk BM 3 terbagi dalam 4 bagian BM 3A, BM 3B, BM 3C, dan BM 3D dengan variasi konsentrasi chromium 0 wt.%; 5 wt.%; 10 wt.%; dan 20 wt.% Sampel tersebut dikarakterisasi menggunakan metode X-Ray diffraction (XRD) dan X-ray fluorescence (XRF). Pengukuran XRD menunjukkan bahwa produk BM 3 memiliki fase Hematite (α - Fe_2O_3) dengan struktur Rhombohedral. Pengukuran XRF ukuran kristal pada sampel berkurang dengan meningkatnya konsentrasi chromium seperti pada jumlah Fe menurun dari 57,316 % menjadi 54,204 % karena chromium meningkat dari 0 wt.% menjadi 5 wt.%. Sedangkan persentase Cr meningkat sebelum didoping chromium 0,08% lalu meningkat setelah didoping chromium 5 wt.% menjadi 7,758 %.

Kata kunci: Pasir Besi, Hematite (α - Fe_2O_3), Chromium, Sifat Kristal, Komposisi Kristal.

Diterima 06-02-2023 | Disetujui 22-04-2023 | Dipublikasi 18-06-2023

PENDAHULUAN

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi memiliki dampak negatif bagi kehidupan manusia seperti dalam bidang industri. Sebagai contoh pembuatan kain batik saat ini tidak lagi dibuat secara manual tetapi

telah menggunakan mesin. Dampak dari penggunaan mesin untuk pembuatan batik dalam skala besar mengakibatkan banyaknya zat warna yang tersisa yang akan dilepas ke badan perairan seperti danau atau sungai dengan volume sebesar 322.295 ton/tahun [1].

Limbah industri yang dibuang ke dalam

sungai menyebabkan terjadinya pencemaran apalagi limbah yang mengandung zat warna yang memiliki efek toksisitas. Tentu perusahaan industri tekstil harus memiliki saluran limbah pembuangan [2,3]. Pasir besi yang berada di alam memiliki susunan oksida besi dari *magnetite* (Fe_3O_4), *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Ketiga senyawa tersebut memiliki kegunaan dan karakteristik yang berbeda-beda dan sering diberi pengotor lainnya. *Magnetite* (Fe_3O_4) nanopartikel yang memiliki banyak aplikasi diantaranya sebagai penyimpanan informasi kepadatan tinggi, ferrofluida, katalisis, perangkat elektronik, biomedis dan pigmen [4-6]. *Hematite* semikonduktor tipe-n intrinsik yang memiliki nilai celah pita sekitar $\sim 2,2$ eV menimbulkan penyerapan cahaya matahari hingga 600 nm. Pada saat ini *hematite* menjadi bahan penelitian yang sangat populer karena memiliki stabilitas yang sangat tinggi, efisiensi biaya yang rendah, tidak memiliki efek toksisitas dan ketersediaan bahan yang mudah dicari [7,8]. Oksida besi yang berasal dari pasir alam dapat dipreparasi dengan metode seperti *high energy milling* (HEM), *top down* dan *ball milling*. *Ball milling* menjadi pilihan terbaik dalam preparasi nanopartikel karena sederhana, efisien dan tidak mahal [9-11].

Dalam penelitian ini dilakukan preparasi nanopartikel oksida besi dari pasir alam Logas menggunakan metode *ball milling*. Doping *chromium* diberikan pada nanopartikel hematite dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh dari variasi konsentrasi tembaga pada nanopartikel magnetik (Fe_2O_3) terhadap ukuran kristal oksida besi menggunakan *X-ray diffraction* (XRD) dan komposisi kristal menggunakan *X-ray fluorescence* (XRF) [12].

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang akan digunakan pada penelitian ini yaitu: magnet *neodymium iron boron* (NdFeB) sebagai pemisah partikel non

magnetik dan magnetik, *ball milling* sebagai penghancur sampel, *Chromium* sebagai doping sampel Pasir besi. XRD sebagai alat analisis sifat kristal sampel dan XRF sebagai alat analisis komposisi kristal sampel.

Pemisahan Partikel Oksida Besi dan Oksida Lainnya dengan Magnet Kuat NdFeB

Pengukuran induksi magnetik Pasir alam yang masih bercampur dengan oksida non magnetik ditaburkan di atas wadah kaca. Magnet NdFeB harus dilapisi dengan plastik bertujuan untuk melindungi magnet agar partikel dari produk tidak secara langsung menempel pada magnet. Magnet ditempelkan di bawah wadah kaca yang berisi oksida besi kemudian magnet digerakkan ke kanan dan ke kiri agar oksida besi dengan non oksida besi terpisah. Oksida besi mengikuti arah magnet bergerak sedangkan oksida non besi diam tidak bergerak mengikuti magnet. Non oksida besi dibuang dengan posisi magnet masih menempel pada bagian bawah kaca sehingga oksida besi tidak ikut terbuang.

Proses *Ball Milling*

Partikel pasir alam akan hancur oleh bola-bola *milling* saling bertubrukan sehingga ukuran dari produk *ball milling* menjadi lebih kecil. Pengerjaan *ball milling* dilakukan selama 100 jam dengan dua tahap masing-masing 50 jam. Setiap tahap *ball milling* maka partikel oksida besi dan non oksida besi dipisahkan dengan magnet kuat NdFeB, kemudian dilanjutkan dengan *ball milling* tahap kedua selama 50 jam. Produk dari *ball milling* tahap 2 ini dipisahkan kembali antara partikel oksida besi dan non oksida besi menggunakan magnet kuat NdFeB.

Proses Doping dengan *Chromium*

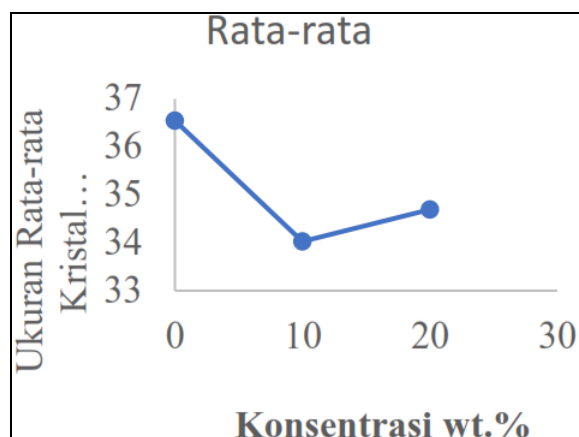
Proses pendopongan dilakukan dengan membagi terlebih dahulu produk BM 2 menjadi 4 bagian yang sama beratnya. Produk- produk ini dimasukkan dalam botol kaca yang

berukuran 5 ml dengan berat yang sama. Produk BM 2 ini masing-masing didoping dengan *chromium* dengan komposisi 0 wt.%, 5 wt.%, 10 wt.%, dan 20 wt.% menggunakan *ball milling* selama 20 jam. Produk akhir dari *ball milling* ini dinamakan dengan BM 3A, BM 3B, BM 3C, dan BM 3D, Produk BM 3A dengan *chromium* 0% atau tidak diberi pendopingan, BM 3B diberi doping *chromium* sebesar 5% (0,05), BM 3C dengan doping *chromium* sebanyak 10% (0,1). dan BM 3D dengan doping *chromium* sebanyak 20% (0,2). Dengan variasi pendopingan *chromium* bertujuan agar dapat mengetahui peningkatan aktifitas katalitik dari nanopartikel hematit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

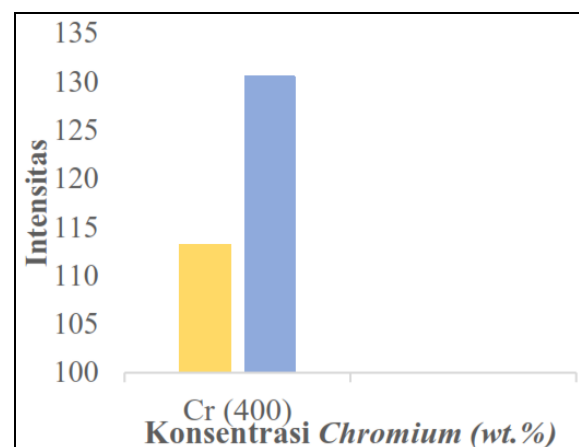
Analisis XRD dilakukan di Laboratorium UNP dengan detector LynxEye XE-T yang sumber radiasi adalah CuK- α dengan panjang gelombang 1,5406 Å. Prinsip kerja dari XRD yaitu dengan meletakkan sampel pada dudukan, lalu sampel akan terpapar sinar-X dengan panjang gelombang tertentu. Sinar-X yang dikenai sampel akan mengalami difraksi gelombang pada saat intensitas tertentu dengan bidang yang berjarak d dan sudut 2θ ($^{\circ}$) yang akan dihitung menggunakan hukum Bragg berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan.



Gambar 1. Grafik ukuran rata-rata kristal oksida besi sebagai fungsi konsentrasi *chromium*.

Pola difraksi nanopartikel oksida besi yang didoping dengan *chromium* 10 wt.% dan 20 wt.% menunjukkan adanya perubahan jika dibandingkan dengan pola XRD yang sebelum didoping *chromium* 0 wt.%. Intensitas yang dihasilkan dari pola XRD yang belum didoping lebih tinggi dibandingkan dengan intensitas yang sudah didoping artinya adalah bahwa ukuran kristal mengecil ketika persentase komposisi *chromium* meningkat.

Berdasarkan Gambar 1 disimpulkan bahwa ukuran rata-rata kristal sebelum didoping dan setelah didoping dengan konsentrasi 10 wt.% dan konsentrasi 20 wt.% menurun. Ukuran rata-rata pada setiap dopingnya memiliki nilai sebagai berikut 36.5464 nm pada *hematite* yang tidak didoping *chromium* lalu mengalami penurunan setelah didoping *chromium* 10 wt.% dan *chromium* 20% dengan nilai 34.0263 nm dan 34.9564 nm. Penurunan ukuran kristal terjadi karena proses *ball milling* lebih lama 20 jam pada *hematite* yang telah didoping berbeda dengan *hematite* yang belum didoping. Sehingga penghancuran partikel pada *hematite* yang telah didoping terpecah lebih kecil dan *chromium* yang didoping memiliki ukuran atom yang lebih kecil dibandingkan dengan Fe.



Gambar 2. Intensitas sinar-x Vs komposisi *chromium* 10 dan 20 wt.%.

Grafik pada Gambar 2 menjelaskan nilai dari Intensitas dengan konsentrasi *chromium* 20 % lebih besar dari konsentrasi *chromium* 10 wt.% pada indeks miller Cr (400). Indeks miller Cr (400) pada konsentrasi *chromium* 10 wt.% dengan sudut 44.3851° memiliki intensitas

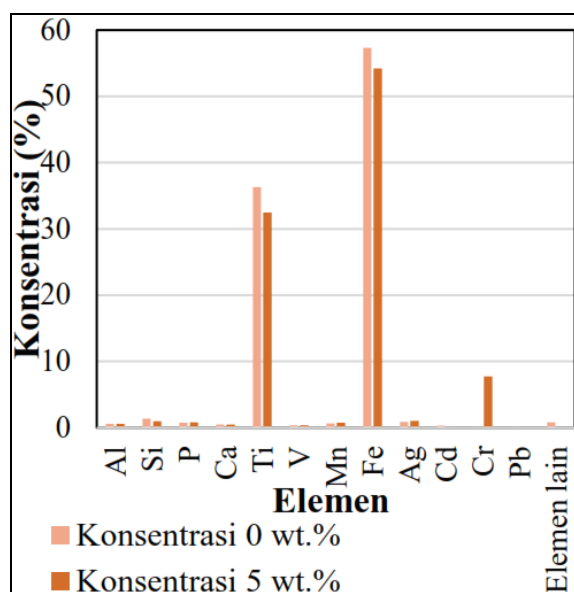
113,186 (arb.Units) lalu nilainya bertambah pada sudut 44.3591° dengan intensitas sebesar 130.571 (arb.Units) pada konsentrasi *chromium* 20 wt.%. Dilihat dari grafik dan nilai intensitas dapat disimpulkan bahwa bertambahnya konsentrasi doping *chromium* membuat nilai intensitas puncak menjadi tinggi. Hal ini terjadi karena pengaruh penambahan waktu *ball milling* pada saat doping *Chromium* sehingga semakin bertambah konsentrasi *chromium* maka semakin meningkat nilai intensitas namun nilai ukuran kristal akan menurun sesuai perhitungan dari persamaan scherrer yang didapatkan.

Data Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Uji analisis pada XRF dalam mengetahui komposisi dari pasir alam Desa Logas untuk mengetahui elemen-elemen yang terdapat dalam produk yang tidak didoping dengan *chromium* (BM 3A) dan produk yang didoping dengan *chromium* (BM 3B). Hasil analisis yang terdapat dalam komposisi seperti elemen, senyawa dan oksida pada produk diperoleh dari hasil pengukuran sampel.

Tabel 1. Data identifikasi elemen pasir alam Desa Logas dengan sampel yang tidak didoping *chromium* (BM 3A) dan yang didoping *chromium* (BM 3B).

Waktu (menit)	Absorbansi		
	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{Cr } 10\%$	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{Cr } 20\%$
20	0,351	0,131	0,145
40	0,165	0,044	0,053
60	0,108	0,028	0,027
80	0,042	0,018	0,023
100	0,073	0,021	0,017
120	0,033	0,025	0,029



Gambar 3. Grafik kandungan elemen pasir alam Desa Logas dengan sampel yang tidak didoping *chromium* (BM 3A) dan yang didoping *chromium* (BM 3B).

Elemen yang teridentifikasi pada XRF terdapat pada Tabel 1 yaitu Al, Ti, V, Mn, Fe dan Cd yang merupakan bagian dari kelompok elemen magnetik sementara elemen yang non

magnetik adalah Si, P, Ca, Cr, Ag, dan Pb. Diagram yang terdapat pada Gambar 3 menunjukkan perbedaan konsentrasi doping dalam elemen yang terkandung mengalami peningkatan dan penurunan. Tabel 1 tertera bahwa setiap kandungan elemen memiliki perbedaan selisih data persentase seperti elemen Ti pada konsentrasi 0 wt.% atau tidak didoping memiliki persentase sebesar 36,309% dengan lama waktu *ball milling* 100 jam, pada konsentrasi 5 wt.% atau telah didoping *chromium* mengalami penurunan dengan persentase 32,5% dengan waktu *ball milling* 120 jam begitu juga dengan elemen Fe mengalami penurunan persentase pada konsentrasi 5 wt.% atau setelah didoping *chromium* dengan persentase yang tidak didoping atau konsentrasi 0 wt.% sebesar 57,316% pada waktu *ball milling* 100 jam dan setelah didoping persentase menurun menjadi 54,204% pada konsentrasi 5 wt.% dengan waktu *ball milling* 120 jam berbeda dengan elemen Cr yang mengalami peningkatan pada konsentrasi 5 wt.% atau setelah didoping

chromium dengan persentase yang tidak didoping atau konsentrasi 0 wt.% sebesar 0,08% pada waktu *ball milling* 100 jam dan setelah didoping persentase menjadi 7,758% pada konsentrasi 5 wt.% dengan waktu *ball milling* 120 jam.

KESIMPULAN

Hasil analisis XRD membuktikan bahwa produk BM 3 adalah nanopartikel oksida besi dengan fasa *hematite* dengan sistem kristal rhombohedral. Penambahan doping *chromium* menyebabkan ukuran kristal dari produk BM 3 (A, C, dan D) mengalami penurunan 36,5464 nm, 34,0263 nm, dan 34,6943 nm. Hasil uji XRF menyatakan bahwa pada produk BM 3A menunjukkan bahwa beberapa elemen mengalami penurunan yang signifikan setelah didoping *chromium* yaitu elemen Ti dan Fe dengan persentase sebelum didoping 36,309 % dan 57,316 % lalu setelah didoping menjadi 32,5 % dan 54,204 %. Sedangkan beberapa elemen mengalami peningkatan salah satunya adalah elemen Cr dengan persentase sebelum didoping 0,08 % dan setelah didoping menjadi 7,758 %

REFERENSI

1. Asril, A., Murwindra, R., & Ningsih, J. R. (2021). Identifikasi Logam Berat Hg, Pb Dan Cd di Aliran Sungai Batang Kuantan, Kabupaten Kuantan Singingi. *JEDCHEM (Journal Education and Chemistry)*, 3(1), 1–3.
2. 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.
3. Rangga, A., Widyasari, Y. D. L., & Sahid, D. S. S. (2022). Integrated production facilities clustering and time-series forecasting derived from large dataset of multiple hydrocarbon flow measurement. *Science, Technology & Communication Journal*, 2(2), 32–45.
4. Widodo, R. D., Anis, S., Ichwani, A. A., Setiawan, B., Fitriyana, D. F., & Rochman, L. (2020). Synthesis and characterization of iron (III) oxide from natural iron sand of the south coastal area, Purworejo Central Java. *Journal of Physics: Conference Series*, 1444(1), 012043.
5. Wulandhari, A., & Erwin, E. (2020). Penentuan Sifat Magnetik dan Morfologi Partikel Magnetik Pasir Besi Pantai Arta Pariaman Sumatera Barat. *Komunikasi Fisika Indonesia*, 17(1), 14–18.
6. Hidayat, T., Dewi, R., & Hamzah, Y. (2021). Effect of holding time on optical structure properties of Ba (Zr_{0.5}Ti_{0.5}) O₃ thin film using sol-gel method. *Science, Technology & Communication Journal*, 1(2), 59–66.
7. Dewi, S. H., & Adi, W. A. (2018, September). Synthesis and characterization of high purity Fe₃O₄ and α-Fe₂O₃ from local iron sand. *Journal of Physics: Conference Series*, 1091(1), 012021.
8. Sihombing, M., & Amiruddin, E. (2020). Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe₂O₃ dari Pasir Alam Desa Logas Kabupaten Kuantan Singingi. *Komunikasi Fisika Indonesia*, 17(2), 68–73.
9. Erwin, A., Salomo, S., Adhy, P., Utari, N., Ayu, W., Wita, Y., & Nani, S. (2020, May). Magnetic iron oxide particles (Fe₃O₄) fabricated by ball milling for improving the environmental quality. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 845(1), 012051.
10. Royka, A., & Amiruddin, E. (2021). Penentuan Nilai Suseptibilitas dan Ukuran Partikel Magnetik Pasir Alam Logas Kabupaten Kuantan Singingi Menggunakan Variasi Ukuran Ball Milling. *Komunikasi Fisika Indonesia*, 18(1), 42–47.
11. Daviny, N., & Erwin, E. Pengaruh Ukuran Bola Milling terhadap Nilai Suseptibilitas Magnetik dan Distribusi Ukuran

Nanopartikel Magnetik Disintesis dari Pasir Pantai Sungai Suci Bengkulu. *Komunikasi Fisika Indonesia*, **18**(3), 204–207.

12. Amiruddin, E., & Prayitno, A. (2019). The

synthesis of magnetic nanoparticles from naturaliron sand of Kata beach Pariaman West Sumatera using ball milling method as environmental material. *MATEC Web of Conferences*, **276**, 06014.



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