

## Studi dan karakterisasi $\text{Fe}_3\text{O}_4$ yang disintesis dari pasir besi alam Sumatera Utara

### *Study and characterization of $\text{Fe}_3\text{O}_4$ synthesized from natural iron sand in Sumatera Utara*

Martha Rianna<sup>1\*</sup>, Muhamadin Hamid<sup>1</sup>, Fitri Handayani<sup>1</sup>, Achmad Maulana Soehada Sebayang<sup>2</sup>, Wina Rahmadani Rangkuti<sup>1</sup>, Marhaposan Situmorang<sup>1</sup>, Timbangen Sembiring<sup>1</sup>, Eko Arief Setiadi<sup>3</sup>, Anggitto P. Tetuko<sup>3</sup>, dan Perdamean Sebayang<sup>3</sup>

Received 19 November 2021

Accepted 24 February 2022

Published April 2022

<sup>1</sup>Universitas Sumatera Utara, Medan 20155, Indonesia

<sup>2</sup>Universitas Pamulang, Tangerang Selatan 15417, Indonesia

<sup>3</sup>Pusat Riset Fisika, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Tangerang Selatan, Banten 15314, Indonesia

**Abstrak.** Pasir besi alam adalah satu dari sumberdaya alam di Indonesia, khususnya Sumatera Utara, yang pemanfaatannya belum dilakukan secara optimal. Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis kandungan dan ukuran butir Fe yang terdapat di Provinsi Sumatera Utara. Pembuatan sampel pasir besi alam ini menggunakan metode milling basah yang dikeringkan pada suhu 100°C hingga sampel menjadi serbuk. Selanjutnya, proses ekstraksi menggunakan magnet permanen dilakukan pada sampel pasir untuk memisahkan material magnetik dan non magnetik didalamnya. Sampel magnetik yang diperoleh kemudian diuji menggunakan alat XRD, SEM-EDX dan VSM. Hasil XRD menunjukkan bahwa sampel pasir besi alam memiliki fasa tunggal yaitu fasa magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), dan struktur kristal kubik spinel yang mana  $a = b = c = 8.513 \text{ \AA}$ . Berdasarkan hasil SEM-EDX, terdapat kandungan unsur Fe dan O didalam pasir besi, yang berasal dari fase Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Hasil VSM menunjukkan bahwa parameter sifat magnetik saturasi (Ms) sebesar 30.52 emu.g<sup>-1</sup>, magnetik remanansi (Mr) sebesar 21.66 emu.g<sup>-1</sup> dan koersivitas sebesar 455.17 Oe. Hasil studi ini berpotensi dalam pengolahan material magnetik lainnya sehingga dapat ditindaklanjuti dalam pembuatan material berikutnya dalam aplikasi tertentu.

**Abstract.** Natural iron sand includes one of the natural resources in Indonesia, especially in Sumatera Utara which has not been used optimally. The study was done to investigate the content and grain size of Fe found in Sumatera Utara. The manufacture of this natural iron sand sample uses the wet milling method which is dried at 100°C until the sample becomes powder. Next, the extraction process using permanent magnet was performed on the sand sample to separate its magnetic and non-magnetic materials. The iron sand was tested via XRD, SEM-EDX and VSM. The XRD results reveal that the natural iron sand sample has a single phase of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) phase, and a spinel cubic crystal structure with  $a = b = c = 8.513 \text{ \AA}$ . SEM-EDX results show that the iron sand sample consists of Fe and O components, which come from Magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), Maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) and hematite ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) phases. The VSM results show that the saturation type (Ms) parameter is 30.52 emu.g<sup>-1</sup>, remanence type (Mr) is 21.66 emu.g<sup>-1</sup> and coercivity is 455.17 Oe. The study's results are potential in other making magnetic materials, so that they can be followed up in the manufacture of subsequent materials in certain applications, respectively.

**Keywords:** Natural iron sand, magnetic properties, magnetite

#### Pendahuluan

Salah satu bahan alam di Indonesia yang ketersediaanya sangat melimpah adalah pasir besi. Selama ini, pemanfaatan pasir hanya sebatas untuk bahan bangunan, padahal pasir mempunyai beragam kandungan mineral penting seperti besi, titanium dan unsur-unsur lainnya. Kandungan-kandungan tersebut sangat bermanfaat untuk industri. Selain itu, didalam pasir juga terdapat pasir besi yang digunakan sebagai material dasar pembuatan semen. Selain batu kapur dan tanah liat, yang masing-masing berisi senyawa kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) dan silika dioksida ( $\text{SiO}_2$ ), pasir besi yang terkandung unsur Fe didalamnya juga diperlukan untuk menghasilkan semen dengan kualitas yang tinggi. Selain itu, terdapat mineral-mineral magnetik didalam endapan pasir besi seperti magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), dan maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) [Toto et al, 2012; Bilalodin et al, 2013]. Mineral-mineral tersebut sangat bermanfaat, namun tidak semuanya dimanfaatkan (Sunaryo et al, 2010). Saat ini, pasir besi dengan ukuran nanopartikel sedang gencar dikembangkan (Kurnio, 2007). Hal ini dikarenakan, pasir besi yang berukuran nano mempunyai peluang lebih banyak diaplikasi di bidang industri, elektronik dan medis (Teja et al, 2009), studi kemagnetan bumi (Kasama et al, 2010; Kasama et al, 2013) dan pertahanan sebagai bahan anti radar (Mashuri et al, 2013). Hingga saat ini, penelitian tentang pasir besi banyak dilakukan dengan mengambil sampel pasir di pantai-pantai di Indonesia, seperti penelitian Mufit et al (2006) mengenai sifat magnetik pasir besi di Pantai Sanur, Pariaman, Sumatera Barat. Hasil kandungan Fe pasir besi alam di kota Mataram telah diidentifikasi oleh Susilawati et al, 2018 yang

Mineral-mineral tersebut sangat bermanfaat, namun tidak semuanya dimanfaatkan (Sunaryo et al, 2010). Saat ini, pasir besi dengan ukuran nanopartikel sedang gencar dikembangkan (Kurnio, 2007). Hal ini dikarenakan, pasir besi yang berukuran nano mempunyai peluang lebih banyak diaplikasi di bidang industri, elektronik dan medis (Teja et al, 2009), studi kemagnetan bumi (Kasama et al, 2010; Kasama et al, 2013) dan pertahanan sebagai bahan anti radar (Mashuri et al, 2013). Hingga saat ini, penelitian tentang pasir besi banyak dilakukan dengan mengambil sampel pasir di pantai-pantai di Indonesia, seperti penelitian Mufit et al (2006) mengenai sifat magnetik pasir besi di Pantai Sanur, Pariaman, Sumatera Barat. Hasil kandungan Fe pasir besi alam di kota Mataram telah diidentifikasi oleh Susilawati et al, 2018 yang

\*Corresponding author: martharianna@usu.ac.id

menghasilkan Fe sebesar 76,8%. Berdasarkan penelitian Afdal & Ramadhani (2012), pasir besi yang terkandung pada pasir di Pantai Air Tawar Padang, Sumatera Barat relatif tinggi sebesar 41,3%. Berdasarkan referensi-referensi tersebut, penelitian kali ini juga meneliti tentang pasir besi, yang mana pasir besi alam yang digunakan diambil dari salah satu pantai di Sumatera Utara. Lebih lanjut, penelitian ini juga dilakukan untuk mengetahui komposisi pasir besi terutama kandungan mineral dan ukuran butir Fe.

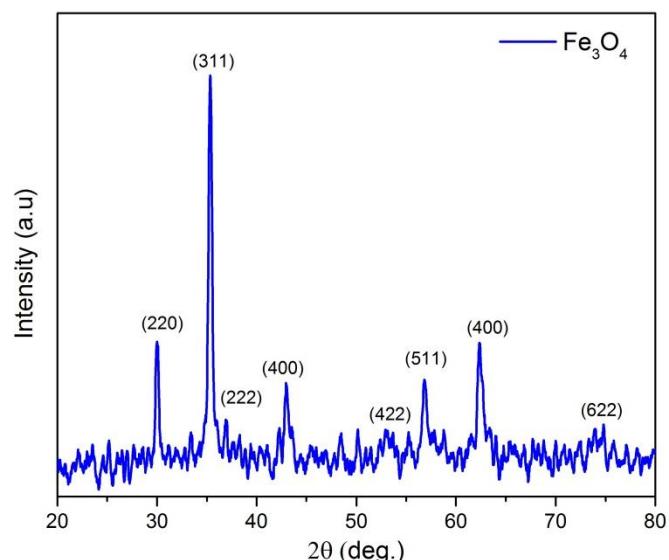
### Metodologi

Proses awal pada penelitian ini adalah ekstrasi pasir besi alam. Pertama, sampel pasir disaring dengan ayakan. Hal ini dilakukan untuk memisahkan pasir dari komponen-komponen pengotor dan kasar lainnya. Berikutnya, material magnetik dan non magnetik pasir dipisahkan menggunakan magnet permanen. Kemudian, sampel magnetik dicuci dengan aquades dan dikeringkan. Setelah itu, sampel dihaluskan dengan metode *High Energy Milling* (HEM) untuk menghasilkan ukuran sampel yang lebih halus. Metode ini dilakukan secara basah dalam larutan toluen selama 3 jam. Perbandingan bola milling dan pasir adalah 10 : 1 dalam % berat. Pengeringan serbuk hasil penggilingan dengan HEM dilakukan di dalam oven 100°C selama 24 jam. Akhirnya, sampel pasir besi diuji dengan alat XRD, SEM-EDX, dan VSM. Uji XRD dan SEM-ED dilakukan untuk menganalisa struktur morfologi pasir dan unsur-unsur yang terkandung didalamnya. Sedangkan uji VSM dilakukan untuk mengetahui sifat magnetik sampel.

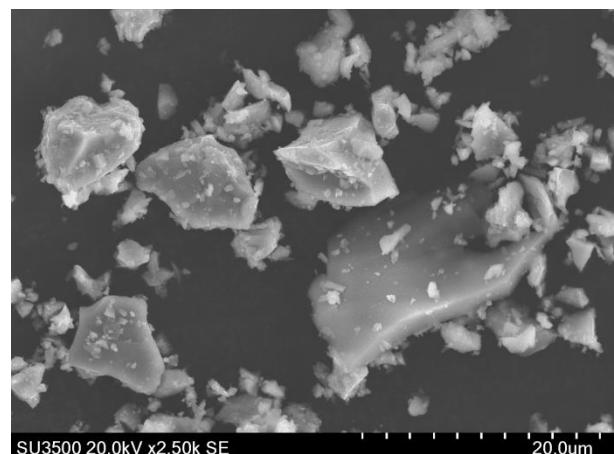
### Hasil Penelitian

Mikrostuktur dari pasir besi alam setelah dilakukan sintesis kemudian dilanjutkan dengan analisa menggunakan XRD (tipe Rigaku Smartlab), diperlihatkan pada Gambar 1. Data XRD yang diperoleh kemudian dianalisa menggunakan *software match* untuk mengetahui fasa dan struktur kristal yang terdapat dalam pasir besi tersebut. Hasil analisa menunjukkan bahwa hanya ada satu fasa tunggal yang diperoleh, yaitu fasa magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), dengan struktur kristal kubik spinel dan parameter kisinya 8.513 Å. Gambar 2 merupakan struktur morfologi sampel pasir besi yang diperoleh dari uji SEM-EDX.

Berdasarkan Gambar 2, ukuran butir sampel pasir besi tidak seragam. Pada sampel telah terjadi proses aglomerasi partikel dengan ukuran partikel berbeda-beda berkisar antar 4-6  $\mu\text{m}$ . Hasil ini serupa dengan penelitian sebelumnya oleh Rianna et al, 2017 dimana sampel terjadi aglomerasi pada pembuatan magnet permanen akibat proses pencampuran dengan metode *High Energy Milling* (HEM) yang dilakukan. Dari sampel pasir besi alam tersebut terdapat unsur – unsur penyusun C, Al, Si, Mn, dan Ca, Fe, dan O yang memiliki prosentase yang tinggi (ditunjukkan pada Tabel 1). Berdasarkan Tabel 1, Fe, Ca dan O adalah unsur utama pasir besi pada penelitian ini.



Gambar 1. Pola XRD dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang disintesis dari pasir besi alam



Gambar 2. Morfologi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang disintesis dari pasir besi alam

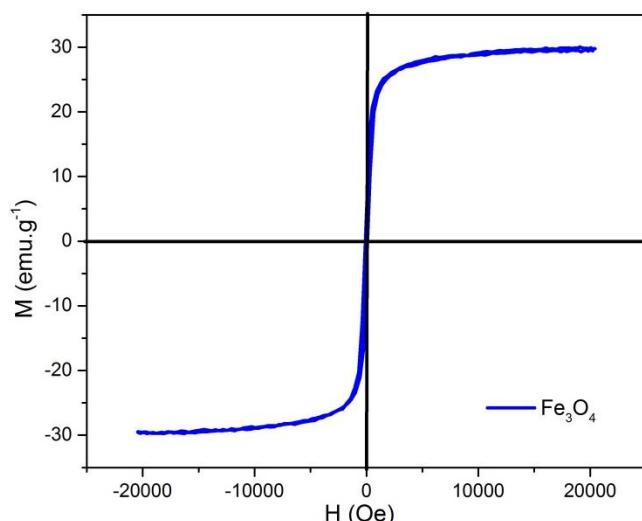
Tabel 1. Kandungan unsur-unsur pada sampel pasir besi alam

Elemen	Sampel (% wt)
C	3,31
O	22,53
Al	0,42
Si	7,50
Ca	9,64
Mn	1,45
Fe	55,15

Komponen Fe dan O merupakan komponen-komponen yang berasal dari fase Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), dan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Dimana, magnetit, maghemite, dan hematit adalah besi oksida yang umumnya terdapat dalam pasir besi (Kartika & Pratapa, 2014; Septiyana et al., 2013). Sedangkan komponen-komponen lain seperti K, C, Na, Mg, Al, Si, dan Ca

mempunyai prosentase < 10% didalam pasir besi. Ciri bijih besi jenis magnetit yaitu berwarna kehitam-hitaman, sukar direduksi, dan mempunyai sifat magnet sangat kuat (Juharni, 2016). Ciri fisik kandungan Fe, Al, Ca, dan Si yang berbeda didalam pasir dikaitkan dengan lokasi endapan yang berbeda pula. Pasir besi adalah satu dari bahan dasar utama yang digunakan di industri baja dan industri alat berat lainnya. Oleh karena itu, keberadaan pasir besi menjadi krusial di Indonesia, bahkan di dunia (Ahmad et al, 2009; Rahwanto, 2013).

Hasil uji sifat magnetik menggunakan alat *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) ditunjukkan dengan kurva histerisis pada Gambar 3. Melalui kurva histerisis tersebut, nilai koersivitas ( $H_c$ ), magnetisasi saturasi ( $M_s$ ), dan magnetisasi remanen ( $M_r$ ) pasir besi dapat diketahui. Koersivitas adalah nilai medan magnet yang diperlukan untuk menurunkan magnetisasi ke nol. Magnetisasi saturasi adalah nilai magnetisasi saat semua momen magnet mempunyai orientasi yang sama. Sedangkan magnetisasi remanen adalah magnetisasi sisanya setelah medan magnet diturunkan hingga nol.



Gambar 3. Sifat magnet  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang disintesis dari pasir besi alam

Sifat magnetik yang ditunjukkan dalam Gambar 3 adalah feromagnetik dengan magnetik saturasi ( $M_s$ ) sebesar 30.52 emu.g<sup>-1</sup>, magnetik remanansi ( $M_r$ ) sebesar 21.66 emu.g<sup>-1</sup> dan koersivitas sebesar 455.17 Oe. Hasil ini berpotensi dalam pengolahan material magnetik lainnya sehingga dapat ditindaklanjuti dalam pembuatan material berikutnya dalam aplikasi bidang tertentu.

## Kesimpulan

Studi dan karakterisasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang disintesis dari pasir besi alam Sumatera Utara telah berhasil dilakukan. Pembuatan sampel pasir besi alam ini menggunakan metode milling basah yang dikeringkan pada suhu 100°C hingga sampel menjadi serbuk. Berdasarkan hasil uji XRD, sampel pasir besi alam memiliki fasa tunggal yaitu fasa magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), dan terbentuk struktur kristal

kubik spinel dengan parameter kisi 8.513 Å. Selanjutnya, berdasarkan hasil uji SEM-EDX, terdapat kandungan unsur-unsur Fe dan O didalam pasir besi, yang berasal dari fase Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), Maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Lebih lanjut, hasil VSM menunjukkan bahwa parameter sifat magnetik saturasi ( $M_s$ ) sebesar 30.52 emu.g<sup>-1</sup>, magnetik remanansi ( $M_r$ ) sebesar 21.66 emu.g<sup>-1</sup> dan koersivitas sebesar 455.17 Oe.

## Ucapan Terima Kasih

Penulis berterimakasih kepada Universitas Sumatera Utara (USU) yang telah mendukung dan memberikan sumber dana melalui hibah Penelitian Talenta Skema Dosen Muda/Pemula 2021 dengan No Kontrak. 152/UN5.2.3.1/PPM/SPP-TALENTA USU/2021, Universitas Pamulang dan Pusat Riset Fisika, Badan Riset Inovasi dan Nasional (BRIN) Serpong untuk fasilitas karakterisasi material.

## Referensi

- Ahmad, T., Triwikantoro, T., Pratapa, S., & Darminto, D. (2009) Sintesis Partikel Nano  $\text{Fe}_3\text{-xMn}_x\text{O}_4$  Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. **1**(2): 67–73.
- Afdal, Ramadhani, G. (2012) Karakterisasi Sifat Magnetik Pasir Besi Pantai Padang, Sumatera Barat, Prosiding Seminar & Rapat Tahunan BKS-PTN B, FMIPA Universitas Negeri Medan, Medan.
- Bilalodin, Sunardi, Effendy M. (2013) Analisis Kandungan Senyawa Kimia dan Uji Sifat Magnetik Pasir Besi Pantai Amdal. *Jurnal Fisika Indonesia*. **17**(50): 29-31.
- Juharni. 2016. Karakteristik Pasir Besi di Pantai Marina Kabupaten Bantaeng.
- Kartika, D. L., & Pratapa, S. (2014) Sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari Pasir Besi dengan Metode Logam Terlarut Asam Klorida. *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*, **3**(2): 33–35.
- Kasama T., Church N.S., Feinberg J.M., Dunin Borkowski R.E., Harrison R. J. (2010) Direct Observation of Ferromagnetic/Ferroelastic Domain Interactions in Magnetite Below The Verwey Transition. *Earth and Planetary Science Letters*. **297**: 10-17.
- Kasama T., Harrison R.J., Church N.S., Na-gao M., Feinberg J.M. Dunin-Borkowski R.E. (2013) Ferrimagnetic/Ferroelastic Domain Interactions in Magnetite Below Verwey Transition. Part I: Electron Holography and Lorentz Microscopy. *Phase Transitions*. **86**(1): 67-87.
- Kurnio H. (2007). Review of Coastal Characteristics of Iron Sand Deposits in Cilacap Central Java. *Bulletin of the Marine Geology*. **22**(1): 35-50.
- Mashuri, Darminto, Triwikantoro, and W. Lestari. (2013) Preparation and Microwave-Absorbing Properties In X-band of Natural Ferrite from Iron Sands by High Energy Milling. *Mater. Res. Express*. **5**: 014003.
- Mufit F, Fadhillah, Bijaksana, S. (2006) Kajian Tentang Sifat Magnetik Pasir Besi dari Pantai Sunur, Pariaman, Sumatera Barat. *Jurnal Geofisika*. **6**: 1-5.
- Rahwanto, A. (2013) Kajian Awal Karakteristik Mineral Magnetik Bijih Besi. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*. **2013**: 203–206.

- Rianna, M., T. Sembiring, C. Kurniawan, *et al.* (2017) Microstructure and magnetic properties of BaFe<sub>12-2x</sub>Mg<sub>x</sub>Al<sub>x</sub>O<sub>19</sub> for microwave absorbing materials. *International of Applied Engineering Research.* **12**(17): 6586-6590.
- Septityana, K. D., Priyono, P., Rochman, N. T., Yuswono, Rahman, T. P., Nugroho, D. W., Maulana, N. N. (2013) Sintesis dan karakterisasi pigmen hematit (A-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari bijih besi alam melalui metode presipitasi. *Youngster Physics Journal.* **1**(4): 95–100.
- Sunaryo, & Sugihartono, I. (2010) Pemisahan Senyawa Titanomagnetite dari Pasir Alam Indramayu, Jawa Barat." Makara Teknologi. **14**(2): 106-110.
- Susilawati, *et al.* (2018) Identifikasi Kandungan Fe pada Pasir Besi Alam di Kota Mataram. *Jurnal Pendidikan Fisika dan Teknologi.* **4**(1): 1-5.
- Teja A.S., Koh P.Y. (2009) Synthesis , Properties, and Applications of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Char. Mat.* **55**: 22-45.
- Toto, R., Wildan M. W., Abraha and K., Kusmono. (2012) The Potential of Iron Sand from The Coast South of Bantul Yoyakarta as Raw Ceramic Magnet Materials. *Jurnal Teknologi.* **5**(1): 62-69.