



PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI α - Fe_2O_3 BERBASIS LIMBAH BAJA *MILL SCALE* DENGAN ADITIF FeMo

Eko Arief Setiadi¹, Santa Simanjuntak², Achmad M. Soehada³), Perdamean Sebayang⁴)

¹ Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI)
Kawasan Puspiptek Gd.440-44, Serpong, Tangerang, Banten, INDONESIA
¹eko.arief.setiadi1@lipi.go.id

²Jurusan Fisika, Universitas Sumatera Utara
Jalan Bioteknologi no.1, Padang Bulan, Medan, Sumatera Utara, INDONESIA

^{3,4}Program Studi Teknik Mesin, Universitas Pamulang
Jalan Surya Kencana no.1, Pamulang, Tangerang Selatan, Banten, INDONESIA

Abstrak - Pembuatan dan karakterisasi α - Fe_2O_3 berbasis mill scale limbah baja dengan penambahan 1,3,5,7 dan 9% wt FeMo berbasis bahan alam telah berhasil dilakukan. Proses mixing serbuk mill scale dan FeMo dilakukan menggunakan HEM. Kemudian campuran serbuk tersebut dikalsinasi pada suhu 900°C (2 jam). Karakterisasi XRD menunjukkan telah terbentuk fasa α - Fe_2O_3 (hematit). Bahan yang telah dikalsinasi tersebut dikompaksi (70kgf/cm²) dan disintering pada suhu 1250°C. Karakterisasi XRD menunjukkan fasa tunggal hematit (α - Fe_2O_3). Karakterisasi VSM menunjukkan penurunan dan peningkatan saturasi t seiring dengan peningkatan FeMo yang ditambahkan

Kata kunci : α - Fe_2O_3 , mill scale, FeMo

Abstract - Preparation and characterization of α - Fe_2O_3 -based on steel waste of mill scale with the addition of 1, 3, 5, 7 and wt%FeMo based on natural materials have been successfully carried out. The process of mixing the powder of mill scale and FeMo performed using HEM. Then the mix powder calcined at temperature of 900°C (2 hours). Characterization of XRD shows have been formed phase of α - Fe_2O_3 (hematite). The calcined material compacted (70 kgf / cm²) and sintered at temperature of 1250°C. Characterization XRD showed a single phase of hematite (α - Fe_2O_3). Characterization of VSM shows a decrease in coercivity and increase in saturation along with the increase FeMo are added.

Keywords : α - Fe_2O_3 , mill scale, FeMo

I. PENDAHULUAN

Hematit (α - Fe_2O_3) merupakan material oksida yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi. Di antaranya seperti pada sensor gas, agen katalis, baterai lithium ion [1], photoelectrochemical [2], perangkat biomedis, pigmen, [3] dan lainnya. Berbagai metode telah dikembangkan untuk mensintesis α - Fe_2O_3 diantaranya metode sol gel, force hydrolysis, mikroemulsi, presipitasi, direct oxidation, thermal decomposition, sonokimia, hidrotermal, solvotermal, elektrokimia dan sebagainya [4]. Dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan dan karakterisasi α - Fe_2O_3 dengan bahan dasar mill scale dengan metode metalurgi serbuk, yang kemudian dilanjutkan perlakuan termal. Metode ini dipilih karena mudah untuk dilakukan untuk skala besar.

Dalam penelitian ini juga akan dilakukan analisa pengaruh penambahan aditif. Aditif yang digunakan pada penelitian ini adalah Ferromolybdenum (FeMo) dengan kandungan molybdenum sebesar 60,3% yang berasal dari alam. Molybdenum dapat meningkatkan kekuatan, kekerasan, ketahanan terhadap temperatur tinggi, dan ketahanan terhadap korosi [5]. Pengaruh penambahan FeMo pada sifat kemagnetan dan densitas sampel juga akan diamati.

II. METODE PENELITIAN

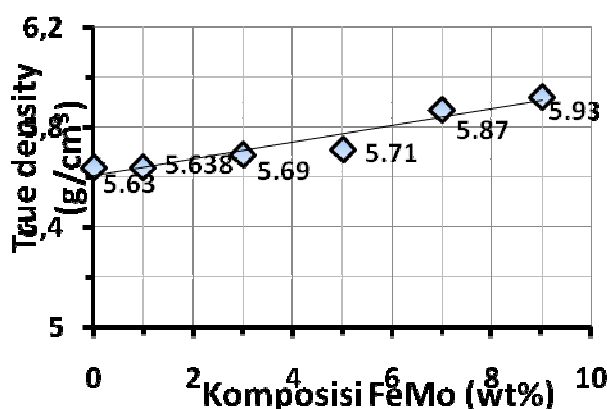
Mill scale yang diperoleh dari industri baja digerus sampai lolos ayakan 200 mesh dimilling menggunakan Planetary Ball Mill (PBM) selama 24 jam dan FeMo yang alam digerus sampai lolos ayakan 200 mesh dimilling menggunakan High Energi Milling (HEM) shaker mill PPF-UG selama 1 jam. Proses selanjutnya yaitu proses mixing dengan variabel aditif FeMo sebanyak 1, 3, 5, 7 dan



9%wt yang nantinya masing-masing akan disebut sebagai sampel F1, F3, F5, F7 dan F9. Hasil mixing tersebut dikarakterisasi true density dengan menggunakan piknometer. Selanjutnya kelima sampel tersebut dikalsinasi pada temperatur 900°C kemudian di karakterisasi menggunakan VSM dan XRD dengan panjang gelombang Cuka 1,5406. Hasil kalsinasi tersebut dikompaksi dengan metode anisotropi dengan memberikan kuat arus 10 A, Tegangan 100 Volt dan tekanan sebesar 70 KgF/cm². Dari hasil kompaksi diperoleh sampel berupa pellet. Kemudian pellet tersebut disintering pada temperatur 1250°C (2 jam). Kemudian diuji nilai bulk density serta dianalisa menggunakan XRD dan VSM.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

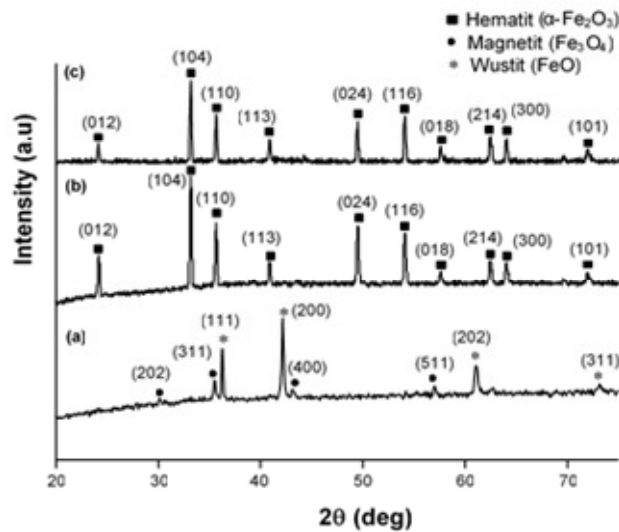
Hasil analisa X-Ray Fluoresence (XRF) dari serbuk limbah mill scale yang digunakan memiliki kandungan Fe = 98,7% dan unsur lain seperti: Mn, Si, Al, Cr, Nb, Cu sekitar 1,32% dan pada FeMo alam yang digunakan terdapat unsur Mo = 60,3%, Fe = 38,5% dan unsur lain seperti: Al, Si, Cu, Ni sekitar 1,19 %.



Gambar 1. Hubungan true density dengan Komposisi FeMo

Setelah serbuk mill scale dicampur dengan FeMo dengan menggunakan HEM, diperoleh nilai true density seperti pada gambar 1. Pada gambar 1 menunjukkan adanya hubungan yang linier antara penambahan komposisi FeMo terhadap nilai *true density*. Semakin banyak aditif yang ditambahkan terhadap serbuk *mill scale* maka nilai *true density* akan semakin besar. Hal ini dikarenakan FeMo memiliki true density yang relatif tinggi dibandingkan *true density* serbuk *mill scale*. Pada penambahan 1% FeMo belum menunjukkan adanya perubahan yang signifikan pada *true density* serbuk mill scale, sehingga nilai pengukuran dengan piknometer menunjukkan nilai yang sama.

Pada Gambar 2. (a), hasil analisa X-Ray Diffractometer (XRD) serbuk *mill scale* menunjukkan adanya dua fasa material oksida. Dari analisa puncak-puncak bidangnya terdapat 4 puncak wustit (FeO) dan 5 puncak magnetit (Fe₃O₄). Dari tabel Hanawalt diperoleh bahwa fasa wustit (FeO) dengan struktur kristal kubik, space group Fm-3m (225) dan parameter kisi a = b = c = 4,30 Å, sedangkan fasa Fe₃O₄ memiliki struktur kristal cubic dengan space group Fd-3m (227) dan parameter kisi a = b = c = 8,39 Å.

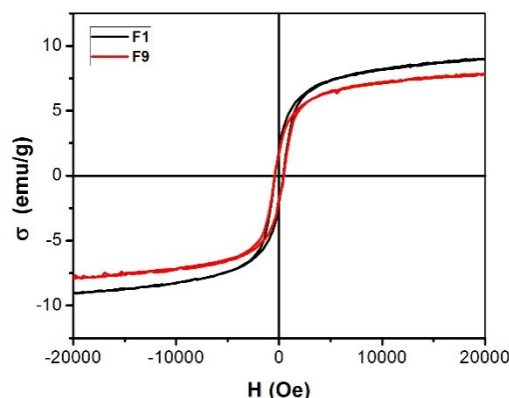


Gambar. 2 Pola XRD dari: (a). serbuk Mill scale (b). XRD setelah kalsinasi 900°C, 2 jam (c). XRD setelah sinteing 1250°C, 2 jam

Pada Gambar 2. (b) dan (c) hasil analisa XRD dari *mill scale* dengan penambahan FeMo dengan suhu kalsinasi 900°C dan sinteing 1250°C menunjukkan telah terbentuknya fasa hematit (α -Fe₂O₃) dengan puncak tertinggi berada pada bidang (104), (110), (024) dan (116). Fasa hematit tersebut mempunyai parameter kisi $a = 5.03 \text{ \AA}$ dan $c = 13.77 \text{ \AA}$. Terbentuknya α -Fe₂O₃ ini terjadi karena adanya pengaruh suhu dan reaksi oksidasi yang menyebabkan perubahan fasa dari FeO dan Fe₃O₄ menjadi α -Fe₂O₃. Oksidasi pada suhu 800°C telah mampu mengubah fasa Fe₃O₄ menjadi α -Fe₂O₃ [6].

Hasil pengujian sifat magnet menggunakan Vibrating Sample Magnetometer (VSM), seperti diperlihatkan pada Gambar 3 - 5. Dari kurva histeresis tersebut dapat diketahui nilai magnetisasi saturasi (σ_s), magnetisasi remanensi (σ_r) dan medan koersivitas (JH_c) sebagai akibat perubahan medan magnet luar.

Pengujian sifat magnet dari serbuk sampel setelah pencampuran dengan menggunakan HEM ditunjukkan pada Gambar 3 dan Tabel 1.



Gambar 3. Kurva Histeresis serbuk mill scale dengan penambahan FeMo

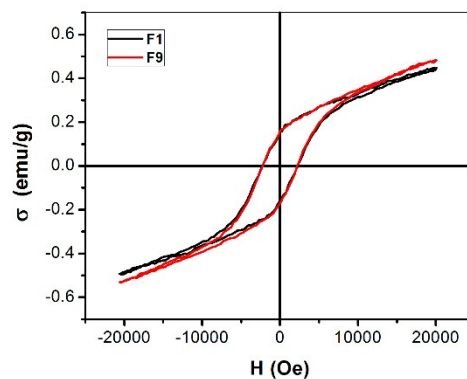


Tabel 2. Hasil uji VSM sampel setelah kalsinasi pada suhu 900°C

Sampel	Komposisi Femo (% wt)	σ_s (emu/g)	σ_r (emu/g)	jH_c (Oe)
F1	1	9,07	1,95	425,09
F9	9	7,91	1,72	442,13

Tabel 1. Menunjukkan bahwa sampel dengan penambahan FeMo1% memiliki magnetisasi saturasi (σ_s) dan magnetisasi remanen (σ_r) yang lebih besar dibanding pada 9%. Hal ini karena pada limbah *mill scale* memiliki kandungan Fe_3O_4 yang bersifat feromagnetik sedangkan Wustit cenderung antiferomagnetik dan FeMo cenderung paramagnetik. Sehingga penambahan FeMo yang semakin besar maka nilai magnetisasi saturasi dan magnetisasi remanennya semakin menurun.

Pengukuran sifat magnetik sampel setelah dikalsinasi pada suhu 900°C (2 jam) ditunjukkan pada Gambar 4 dan nilai - nilai hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 2. Dari hasil tersebut dilihat bahwa nilai koersivitas (jH_c) dari sampel setelah kalsinasi 900°C (2 jam) meningkat dan saturasi serta remanen menurun dibanding sebelum kalsinasi. Hal ini terjadi karena telah terjadinya perubahan fasa dari FeO dan Fe_3O_4 menjadi $\alpha-Fe_2O_3$. Fasa $\alpha-Fe_2O_3$ merupakan fasa dengan sifat antiferomagnetik [7]. Sehingga nilai magnetisasi saturasi dan magnetisasi remanen akan mengalami penurunan secara signifikan

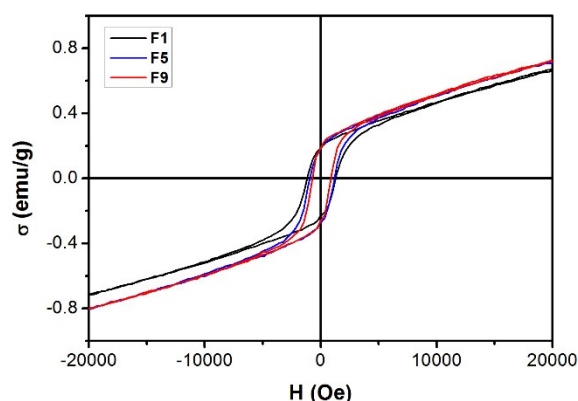


Gambar 4. Kurva Histerisis sampel setelah kalsinasi pada suhu 900°C

Tabel 2. Hasil uji VSM sampel setelah kalsinasi pada suhu 900°C

Sampel	Komposisi Femo (% wt)	σ_s (emu/g)	σ_r (emu/g)	jH_c (Oe)
F1	1	0,45	0,16	2291
F9	9	0,48	0,16	2230

Pengukuran sifat magnetik sampel setelah disintering pada suhu 1250°C (2 jam) ditunjukkan pada Gambar 5 dan Tabel 3.

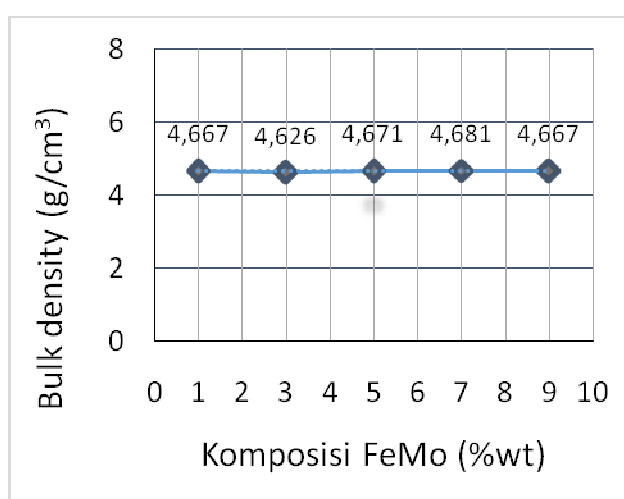


Gambar 5. Kurva Histerisis sampel setelah sintering pada suhu 1250⁰C

Tabel 3. Hasil uji VSM sampel setelah sintering pada suhu 1250⁰C

Sampel	Komposisi FeMo (%wt)	σ_s (emu/g)	σ_r (emu/g)	jHc (Oe)
F1	1	0,68	0,19	1234
F5	5	0,73	0,20	1056
F9	9	0,73	0,20	794

Dari Tabel 3 dapat dilihat nilai magnetisasi saturasi (σ_s) dari mill scale dengan penambahan 1, 5, dan 9% FeMo adalah berkisar 0,68 – 0,73 emu/g, nilai magnetisasi remanen berkisar 0,19 – 0,20 emu/g, dan nilai koersivitas berkisar 794 – 1234 Oe. Dilihat pola hasilnya, nilai magnetisasi saturasi dan remanen sampel cenderung mengalami kenaikan seiring dengan penambahan FeMo meski tidak signifikan. Hal ini dikarenakan kandungan utama FeMo adalah 60,3% molybdenum yang bersifat Paramagnetik. Bahan Paramagnetik adalah bahan-bahan yang memiliki susceptibilitas magnetik positif dan sangat kecil [8]. Sedangkan α -Fe₂O₃ bersifat antiferomagnetik yang memiliki sifat asli lebih tidak responsif terhadap medan magnet dibanding bahan paramagnetik. Sedangkan yang menarik adalah nilai koersivitas sampel yang cenderung turun secara signifikan. Hal ini disebabkan adanya paramagnetik Mo yang bersifat paramagnetik menyebabkan nilai koersivitas cenderung mengecil.



Gambar 6. Hubungan Bulk density dengan komposisi penambahan FeMo



Pengujian *bulk densitas* sampel diperlihatkan pada Gambar 6. Nilai *bulk density* yang diperoleh dari penambahan 1, 5 dan 9% wtFeMo berkisar 4,66 – 4,67 g/cm³ dapat dikatakan tidak terjadi perubahan yang signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa proses sintering berada pada suhu optimum sehingga kelima sampel memiliki *bulk density* yang hampir seragam. Besarnya *bulk density* sangat dipengaruhi oleh suhu sintering dan komposisi [9].

IV. KESIMPULAN

Telah berhasil dilakukan pengolahan limbah logam *Mill scale* dari fasa wustit dan magnetit menjadi hematit (α -Fe₂O₃). Penambahan FeMo sebagai aditif menyebabkan terjadinya peningkatan magnetisasi saturasi sampel dan memperkecil koersivitas sampel. Hal ini karena molybdenum bersifat paramagnetik sedangkan hematit sendiri bersifat anti feromagnetik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong yang telah memfasilitasi penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. X. Zhang, Y. Niu, Y. Li, X. Hou, Y. Wang, R. Bai, J. Zao, "Synthesis, optical and magnetic properties of α -Fe₂O₃ nanoparticles with various shapes", *Materials letters*, vol. 99, pp.111-114, 2013
- [2]. M. Chirita, T. Grozescu, "Fe₂O₃-nanoparticles, physical properties and their photochemical and photoelectrochemical application", *Chem. Bull. Politehnicauniv Timisoara*, vol 54, no. 68, pp.1-8, 2009
- [3]. I. A. Kadir, A.B. Aliyu, "Some wet routes for synthesis of hematit nanostructures", *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, vol. 7, no.3, pp.114-121, 2013.
- [4]. S. Bagheri, K.G. Candrappa, S. B. A. Hamid, "Generation of hematite nanoparticles via sol gel method", *Research Journal Chemical Sciences*, vol. 3, no. 7, pp. 62-68, 2013
- [5]. W. Wimbledon, Molybdenum. London, International Molybdenum Association, 1998.
- [6]. M. P. Aji, A. Yulianto, S. Bijaksana, "Sintesisnanopartikelmagnetit, magnhemitdanhematitdaribahanlokal", *JurnalSainsMateri Indonesia*, EdisikhususOktober 2007, pp. 106-108, 2007
- [7]. E. Suharyadi, E.A. Setiadi, N. Shabrina, T. Kato, and S. Iwata. "Magnetic Properties and Microstructures of PolyethyleneGlycol (PEG)-Coated Cobalt Ferrite (CoFe₂O₄) Nanoparticles Synthesized by Coprecipitatin Method." *Adv. Mater. Res.*Vol. 896, pp. 126-133, 2014
- [8]. P.A. Tipler, "FisikaUntukSainsdanTeknik", EdisiKetiga Jilid2, Jakarta: Erlangga, 1999
- [9]. E. A. Setiadi, F. P. Sari, A.Y. Sari, Ramlan, P. Sebayang, "Mikrostruktur dan sifat kemagnetan BaFe₁₂O₁₉ dengan aditif MgO-Al₂O₃", *Widyariset*, vol. 2, no. 1, pp.1-8, 2016