

SINTESIS DAN KARAKTERISASI PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI BIJIH BESI ALAM MELALUI METODE PRESIPITASI

Kukuh Dwi Septityana¹, Priyono¹, Nurul Taufiqu Rochman^{3,4}, Yuswono³, Tito Prastyo Rahman², Dwi Wahyu Nugroho², Radium Ikono^{4,5}, Nofrizal³ dan Nurwenda Novan Maulana^{4,5}

¹Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro

²Departemen Ilmu Material, Universitas Indonesia

³Pusat Penelitian Metalurgi, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI)

⁴Fakultas Teknik, Universitas Teknologi Sumbawa

⁵NanoCenter Indonesia

E-mail: kukuhphysics08@gmail.com

ABSTRACT

Indonesia has a lot of mining material of iron ore that could be used for various purposes in the steel industry or for pigment manufacturing. This research, has synthesized the Hematite (α -Fe₂O₃) pigment manufacture through a precipitation mechanism. The iron ore powder is mixed with HCl and NH₄OH, then it is dried at a temperature of 150°C and calcinated at a temperature of 500°C and 800°C for knowing the formation temperature of α -Fe₂O₃ crystal's structure. Next, the synthesis results are characterized with XRD at 2θ from 10° to 80° with a sampling pitch of 0,02°. Synthesis results show that the raw material has a lattice parameter values $a = b = 5,017 \text{ \AA}$ and $c = 13,652 \text{ \AA}$ after purifying, the values of lattice parameter become $a = b = 5,030 \text{ \AA}$ and $c = 13,739 \text{ \AA}$ which appropriate with standard of ICDD No. 33-0664. The crystallite size is at range of 40 nm while the lattice strain at $1,700 \times 10^{-4}$ to $3,500 \times 10^{-4}$. The results of the color test indicate calcination value $L^* a^* b^* = 28,36, 27,86, 30,24$ at temperature of 500°C where as at 800°C of the calcination temperature obtain values $L^* a^* b^* = 20,47, 22,42, 18,17$.

Keywords: iron ore, pigments, α -Fe₂O₃, precipitation

ABSTRAK

Indonesia memiliki bahan tambang bijih besi yang sangat besar yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai keperluan pada industri baja maupun untuk pembuatan pigmen warna. Pada penelitian ini berhasil mensintesis pembuatan pigmen hematit (α -Fe₂O₃) melalui mekanisme presipitasi. Serbuk bijih besi dipadukan dengan HCl dan NH₄OH selanjutnya dikeringkan pada temperatur 150°C dan dilakukan kalsinasi pada temperatur 500°C dan 800°C untuk mengetahui temperatur pembentukan struktur kristal α -Fe₂O₃. Selanjutnya hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD pada 2θ dari 10° sampai dengan 80° dengan sampling pitch 0,02°. Hasil sintesis menunjukkan bahwa pada raw material memiliki nilai parameter kisi $a=b=5,017 \text{ \AA}$ dan $c=13,652 \text{ \AA}$ setelah dilakukan pemurnian nilai parameter kisi menjadi $a=b=5,030 \text{ \AA}$ dan $c=13,739 \text{ \AA}$ yang sangat sesuai dengan standart ICDD no 33-0664. Ukuran kristalit pada kisaran 40 nm sedangkan regangan kisi pada $1,700 \times 10^{-4}$ sampai dengan $3,500 \times 10^{-4}$. Hasil uji warna menunjukkan pada temperatur kalsinasi 500°C nilai $L^* a^* b^* = 28,36, 27,86, 30,24$ sedangkan pada temperatur kalsinasi 800°C didapatkan nilai $L^* a^* b^* = 20,47, 22,42, 18,17$.

Kata kunci: bijih besi, pigmen, α -Fe₂O₃, presipitasi

PENDAHULUAN

Bijih besi merupakan hasil tambang yang besar di Indonesia, pada tahun 2006 tercatat 392.818.138,95 ton bijih besi yang

dihasilkan [14]. Bijih besi alam biasanya dalam bentuk magnetite (Fe₃O₄), hematite (α Fe₂O₃) atau maghemite (γ Fe₂O₃) yang mengandung silikon, titanium dan unsur-unsur lain dengan kadar sedikit. Produknya yang

dapat dibuat dari bijih besi adalah pigmen, baja, besi dan lain sebagainya. Seiring dengan kemajuan IPTEK dan dengan modal sumber daya alam yang melimpah mendorong pengolahan bijih besi menjadi pigmen supaya meningkatkan nilai tambah sehingga mendukung industri dalam negeri [7].

Pigmen menjadi salah satu komponen dasar dalam pembuatan cat yang fungsinya sebagai pewarna dan daya penutup (hiding power) pada cat. Penggunaan pigmen setiap tahunnya selalu meningkat sejalan dengan pertumbuhan industri – industri penyerapan pigmen seperti industri : cat, keramik, gelas, tekstil, plastik dan coating. Pigmen besi oksida salah satunya dalam bentuk hematit (α - Fe_2O_3) yang memiliki beberapa keunggulan diantaranya lebih ramah lingkungan *nontoxicity*, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan daya tahan baik [1,13]. Pada umumnya suplai pigmen di Indonesia kebanyakan masih impor.

Mengingat Indonesia memiliki sumber daya alam yang melimpah berupa bijih besi, maka perlu adanya penelitian lanjutan terkait pembuatan pigmen supaya mendorong industri dalam negeri dan tidak bergantung produk luar negeri.

Penelitian ini bertujuan untuk membuat dan mengkarakterisasi pigmen besi oksida Fe_2O_3 menggunakan bahan dasar bijih besi alam dengan menggunakan metode presipitasi [12,13].

DASAR TEORI

Bijih besi

Indonesia memiliki cadangan bijih besi cukup berlimpah yang tersebar di pulau Sumatera, Jawa, Kalimantan dan di beberapa kawasan timur Indonesia. Cadangan bijih besi di Indonesia banyak yang berkadar rendah <62% Fe dengan ukuran < 2 cm. Bijih besi alam biasanya dalam bentuk besi oksida Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 kandungan unsur yang ada dalam bijih. Pemanfaatan bijih besi dalam bentuk besi oksida adalah maghemit (Fe_3O_4) memiliki berbagai aplikasi seperti rekaman, perangkat memori, magnetik resonance imaging [9,4]

dan hematit ($\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$) menunjukkan resistensi yang tinggi terhadap korosi aplikasi seperti sensor gas, katalis, baterai *lithium ion* dan pigmen [5,6,12].

Besi oksida

Bijih besi secara umum memiliki komposisi utama besi oksida (Fe_2O_3 dan Fe_3O_4), silikon oksida (SiO_2), serta unsur-unsur lain seperti Ni, Mg, Ca, Si, Ti, Cr dan Zn dengan kadar rendah. Komposisi kandungan bijih besi dapat ketahui dengan pengujian, misalnya dengan XRF (X-Ray Fluorescence). Beberapa sifat-sifat oksida besi antara lain besi (II) oksida (FeO) atau oksida besi, bubuk oksida berwarna hitam, besi (III) oksida (Fe_2O_3) atau oksida besi juga dikenal sebagai bijih besi *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) atau *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dalam bentuk mineral. Berbagai senyawa besi oksida dapat terbentuk dari bentuk $\alpha\text{-FeOOH}$, *gheothite* ($\alpha\text{-FeOOH}$) merupakan struktur variasi dari besi oksida dengan struktur *ortorhombic unit cell* $a=0.9956$, $b=0.30215$, $c=0.4608$ nm [2,3].

Iron ore dengan kandungan Fe_2O_3 dapat didistribusikan secara luas dan merupakan sumber terpenting besi pada kondisi murni mengandung 70% besi dan sisanya senyawa lain. Dengan 64-68% besi dan sejumlah kecil kandungan silika dan alumina, serta untuk sulfur dan fosfor kandungannya sangat rendah. Ada juga endapan bijih besi kelas rendah dengan kandungan besi 20-40% dengan silika tinggi, beberapa di antaranya sekarang ditambang [7].

Metode Presipitasi

Pembuatan dengan proses presipitasi mempengaruhi beberapa sifat dari material dasar besi oksida seperti fase yang terbentuk, impuritas dan aglomerasi. Oleh karena itu, banyak penelitian mengenai sintesis besi oksida. Teknik presipitasi menjadi perhatian yang paling luas karena keuntungan dari proses yang sederhana, mudah dan murah [13]. Pada metode presipitasi, masing-masing material dasar diendapkan dengan suatu reaktan. Hasil pengendapan kemudian

digabungkan untuk membentuk senyawa yang diharapkan secara stoikiometris [11].

Pigmen

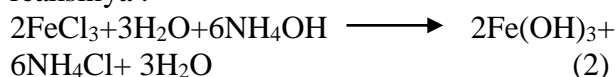
Pigmen warna berfungsi menambah warna dan memberikan daya tutup dan anti korosi [1]. Ada dua metode pengukuran warna yang banyak digunakan, yaitu metode pengukuran warna secara objektif maupun subjektif. *Colorimeter / Chromameter* prinsip alat ini adalah mengukur parameter atau tristimulus warna XYZ menggunakan tiga buah filter X (merah), Y (hijau), dan Z (biru). Pengukuran objektif dapat dilakukan dengan *Colorimeter* atau *Chromameter* sedangkan pengukuran subjektif dapat dilakukan dengan menggunakan diagram warna *Chromaticity* Data hasil pengukuran dapat berupa nilai $L^*a^*b^*$ CIE [2].

METODE PENELITIAN

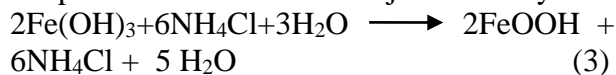
Pigmen hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) disintesis melalui metode presipitasi. Bijih Besi dilarutkan dalam HCl reaksinya :



Dengan perbandingan 100 gram bijih besi dan 371 milliliter HCl sambil di aduk dan dipanaskan 145°C . Presipitasi dilakukan dengan meneteskan ammonium hidroksida (NH_4OH) 25% kedalam larutan sampai mencapai pH 6 dan terbentuk endapan reaksinya :



Endapan dicuci dan dikeringkan pada temperature 150°C selama 19 jam reaksinya :



Selanjutnya dihaluskan dengan *disc mill* kemudian dilakukan kalsinasi pada temperature 500°C dan 800°C selama 2 jam. Struktur kristal pigmen hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) diuji menggunakan XRD. Ukuran kristalit dan regangan kisi Fe_2O_3 di analisis menggunakan persamaan scerrer dan persamaan Williamson-Hall dan warna di uji menggunakan Uji $L^*a^*b^*$.

HASIL DAN PEMBAHASAN

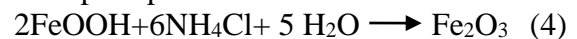
Pada penelitian ini berhasil dibuat pigmen hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari bijih besi alam melalui metode presipitasi dengan variasi suhu kalsinasi. Sebelum dilakukan penelitian terlebih dahulu dilakukan pengujian komposisi unsur dengan XRF dan pengujian struktur dengan XRD pada bijih besi alam.

Hasil komposisi bijih besi dikarakterisasi menggunakan XRF untuk 3 besar unsur diperlihatkan pada tabel 1 dengan unsur lain adalah Cu, Mn, Mg, Chlor, Sr, W, S, Cr, Zn, K, Na, Ba, Ti, Sc, Co, As, Cd, Hg. Kandungan yang dominan adalah besi diduga senyawa yang terbentuk merupakan besi oksida dalam bentuk Fe_2O_3 dengan perhitungan nilai fraksi dari Fe_2O_3 diperoleh untuk Fe 51% membutuhkan oksigen sebesar 22% sisa oksigen membentuk senyawa lain CaO, Fe_3O_4 , SiO_2 , FeOOH.

Tabel 1 komposisibijih besi alam

No	Element	% wt
1	Iron (Fe)	51,12
2	Calcium (Ca)	7,55
3	Silicon (Si)	1,01

Pembentukan Fe_2O_3 melalui mekanisme presipitasi melibatkan beberapa proses reaksi dengan HCl menghasilkan FeCl_3 [10]. Reaksi bijih besi dengan HCl dan presipitasi dengan menambahkan NH_4OH . Reaksi yang terjadi setelah dilakukan kalsinasi diduga 500°C dan 800°C seperti persamaan di bawah ini.



Analisis XRD pada gambar 1 terlihat bahwa untuk bijih besi raw terlihat fasa FeOOH, Fe_2O_3 , CaO dan SiO_2 setelah dilakukan pelarutan dan pengendapan hasilnya memperlihatkan adanya fasa NH_4Cl dan FeOOH dan kemudian dilakukan kalsinasi pada temperatur 500°C dan 800°C fase yang terbentuk adalah hematit (Fe_2O_3) terlihat bahwa fase lain sudah tidak muncul lagi ini menunjukkan semakin murni kristal yang terbentuk untuk pigmen hematit (Fe_2O_3) tidak ada impuriti lagi oleh fase lain melalui identifikasi data menggunakan program JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) nomor 33-0664 adalah senyawa Fe_2O_3 dengan parameter kisi

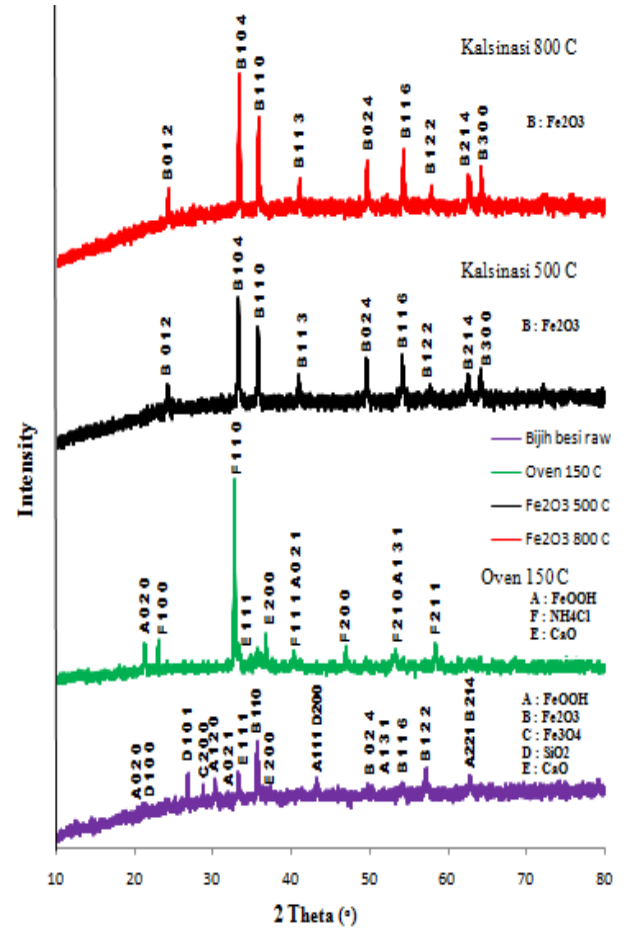
$a=b=5,038\text{\AA}$, $c=13,772\text{\AA}$ dengan space grup R-3c berstruktur heksagonal [3,8].

Dengan melakukan perhitungan pada Tabel 2 menunjukkan ukuran kristalit pigmen $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pada kalsinasi 500°C ukuran 40 nm dan 800°C ukuran 41 nm hal ini di karenakan pada temperatur 500°C sampai 800°C merupakan temperatur pembentukan Fe_2O_3 jadi tidak terjadi perbesaran ukuran kristalit. Hasil ini menunjukkan bahwa metode presipitasi telah mampu menghasilkan serbuk dengan ukuran kristalit yang mampu mencapai orde nanometer (nm) sedangkan regangan kisi pada $1,700 \times 10^{-4}$ sampai dengan $3,500 \times 10^{-4}$.

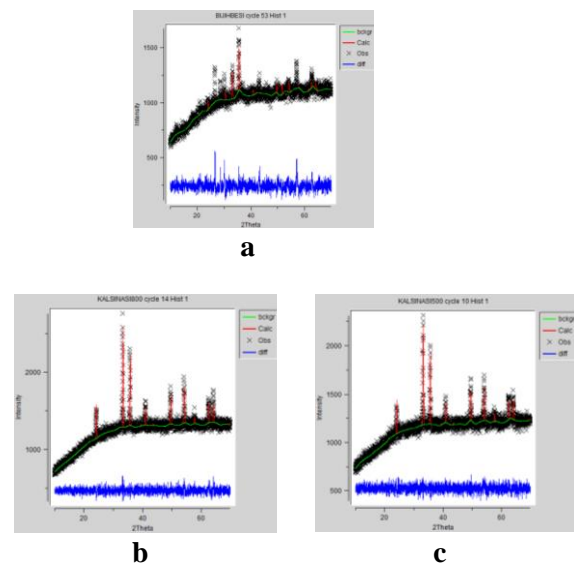
Tabel 2 Ukuran kristalit dan regangan kisi pigmen hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Material Fe_2O_3	Ukuran pada bidang kristal (104) (nm)	Kristal	Regangankisi
500°C	40		$3,5 \times 10^{-4}$
800°C	41		$1,7 \times 10^{-4}$

Hasil pengolahan dengan GSAS pada gambar 2 menunjukkan tingkat kesesuaian yang baik antara kurva observasi dengan kurva teoritis. hal ini dapat dilihat dengan berhimpitnya kedua kurva tersebut. secara umum menunjukkan bahwa puncak telah teridentifikasi. Pada tabel 3 diperoleh data difraksi dari COD parameter kisi kristal Fe_2O_3 adalah $a = b = 3,038 \text{\AA}$, $c = 13,772 \text{\AA}$ dari hasil pengolahan data XRD menggunakan GSAS pada Fe_2O_3 untuk hasil kalsinasi 500°C dan 800°C diperoleh nilai parameter kisi yang sesuai dengan nilai dari data ICDD No. 33-0664 dan mendekati nilai COD yang di usulkan ini memperlihatkan kristal Fe_2O_3 murni atau sedikit impuriti.



Gambar 1 Pola XRD bijih besi raw, pengeringan 150°C , kalsinasi 500°C dan 800°C .



Gambar 2 Hasil powplot (a) bijih besi alam raw, kalsinasi (b) 500°C dan (b) 800°C

Tabel 3 Hasil GSAS bijih besi awal dan hasil kalsinasi pada temperatur 500°C dan 800 °C

Sampel	χ^2	Parameter kisi
COD		a=b=5,038, c= 13,772
Bijih besi Raw	1,71	a=b=5,017, c= 13,652
α -Fe ₂ O ₃ 500°C	1,17	a=b=5,030, c= 13,739
α -Fe ₂ O ₃ 800°C	1,13	a=b=5,030, c= 13,732

Hasil uji warna terlihat pada tabel 4 hasilnya menunjukkan bahwa nilai $L^*a^*b^*$ dan nilai ΔE menurun seiring dengan penambahan temperatur kalsinasi. Nilai $L^*a^*b^*$ 28,36, 27,86, 30,24 $\Delta E = 30,24$ pada temperatur 500°C, nilai $L^*a^*b^*$ 20,47, 20,47, 20,47 $\Delta E = 18,17$ pada temperatur 800°C.

Tabel 4 nilai $L^*a^*b^*$ pigmen.

Sampel	Powder pigments			
	L^*	a^*	b^*	ΔE
α Fe ₂ O ₃ 500°C	28,36	27,86	30,24	49,94
α Fe ₂ O ₃ 800°C	20,47	22,42	18,17	35,38

KESIMPULAN

Serbuk pigmen hematit (α -Fe₂O₃) telah berhasil dibuat menggunakan metode presipitasi dari bijih besi alam pada temperatur kalsinasi 500°C dan 800°C.

Serbuk pigmen hematit (α -Fe₂O₃) fasa tunggal dengan ukuran kristalit pada temperatur kalsinasi 500°C adalah 40 dan kalsinasi 800°C adalah 41 nm dan regangan kisi temperatur kalsinasi 500°C dan kalsinasi 800°C dari $3,5 \times 10^{-4}$ menjadi $1,7 \times 10^{-4}$. Nilai $L^* a^* b^* = 28,36, 27,86, 30,24 \Delta E = 49,94$ untuk kalsinasi 800°C nilai $L^* a^* b^* = 20,47, 22,42, 18,17 \Delta E = 35,38$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih atas bantuan Laboratorium Pusat Penelitian Metalurgi LIPI Puspipstek Serpong Tangerang selatan dan Laboratorium Fisika material Jurusan Fisika Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro Semarang.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Buxbaum, G. and Pfaff, G., 2005, *Industrial inorganic pigments*, WILEY-

VCH Verlag GmbH & Co.KgaA, Germany, ISBN-13 078-3-527-30363-2.

- [2] Cornell, .R.M., and Scwertman. U., 2000. *iron Oxides in Laboratory*, WILEY-VCH GmbH&Co. KgaA, Weinheim, Germany, ISBN: 3-527-29669-7.
- [3] Cornell, .R.M., and Scwertman. U., 2003. *The iron Oxides:structure, Reaction, Occurences and uses*, WILEY-VCH GmbH&Co. KgaA, Weinheim, Germany, ISBN: 3-527-30274-3.
- [4] Daou, T.J., Greneche J.M., Lee S.J., Lee S., Lefevre C., Sylvie B.C., and Pourroy G., 2010, *Spin canting of maghemite studied by NMR and In-Field Mossbauer spectrometry*, *J. Phys. Chem, C* Vol. 114, No. 19, pp. 8794-8799.
- [5] Figuerola, A., Corato R.D., Manna L., and Pellegrino T., 2010, *From iron oxide nanoparticles towards advanced iron-based inorganic materials designed for biomedical applications*, *Pharmacological Research*, Vol. 62, No. 2, pp. 126-143.
- [6] Gupta, A.K. and Gupta M., 2005. *Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications*, *Biomaterials* Vol. 26, No. 18, pp. 3995-4021.
- [7] Harianto, Edi, 2008. *prosiding pertemuan ilmiah ilmu pengetahuan dan teknologi bahan, pusat penelitian metalurgi Studi Pemanfaatan Bijih Besi (Hematit dan Magnetit Low Grade dan Grade di Indonesia sebagai Bahan Baku Pembuatan Besi Co*, tangerang, 4 November 2008, ISSN 1411-2213.
- [8] Krehul, S., Stefanic, G., Zadro, K., Krehula, L.J., Marcius, M., Music, S., 2012, *Synthesis and properties of iridium-doped hematite (α -Fe₂O₃)*, *Zagreb Croatia, journal of Alloy and compounds*, 545. 200-209.
- [9] Laurent, S., D., Port M., Roch A., Robic C., Elst L. V., and Muller R.N., 2008, *Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, stabilization, vectorization,*

- physicochemical characterizations, and biological application, Chem. Rev. Vol. 108, No.6, pp. 2064-2110.*
- [10] Massart, R., 1981. *Preparation of aqueous magnetic liquids in alkaline and acidic media. IEEE Trans. Magn. Vol. 17, No. 2, pp. 1247-1248.*
- [11] Purwamargapratala, Y., Winatapura, D.S. and Sukirman, E., 2009, *Sintesis Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Secara Kopresipitasi untuk Aplikasi Industri Nuklir*, Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang, Vol. 15 No. 4, ISSN 0852-4777, 171 – 232.
- [12] Sahoo, S.K., Agarwal, K., Singh, A.K., Polke, B.G., Raha, K.C., 2010, *Characterization of γ - and α - Fe_2O_3 nano powders synthesized by emulsion precipitation-calcination route and rheological behaviour of α - Fe_2O_3* , Science and Technology High Energy Materials Research Laboratory, INDIA Vol. 2, No. 8, pp. 118-126.
- [13] Shen, L., Qiao, Y., Guo, Y., Tan, J., 2012, *Preparation and formation mechanism of nano-iron oxide black pigment from blast furnace flue dust*, school of chemistry and chemical engineering, Departement of chemical, Tianjin University 39 737-747.
- [14] Tim Neraca, 2006, Laporan penyusunan neraca sumber daya mineral, Pusat Sumber Daya Geologi.