

PENAMBAHAN VARIASI RASIO VOLUME POLIETILENA GLIKOL (PEG) PADA EKSTRAKSI DAN SINTESIS SENYAWA HEMATIT (Fe_2O_3) DARI BIJIH BESI DESA PEMALONGAN MENGGUNAKAN METODE PRESIPITASI

THE ADDITION OF VARIATIONS IN THE VOLUME RATIO OF POLYETHYLENE GLYCOL (PEG) AT THE EXTRACTION AND SYNTHESIS OF HEMATITE COMPOUND (Fe_2O_3) FROM IRON ORE ORIGINATED PEMALONGAN USING PRECIPITATION METHOD

Edi Mikrianto^{*}, Ratih Wulandari, Dahlena Ariyani dan Komsatun Fitriana

Program Studi S-1 Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat

Jl. Ahmad Yani Km. 35,8 Banjarbaru 70714 Kalimantan Selatan

E-mail: mikrianto@yahoo.co.uk

ABSTRAK

Sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang berasal dari Desa Pemalongan dilakukan menggunakan metode presipitasi. Bijih besi yang diolah dengan cara direaksikan dengan HCl 37% (W/W) dengan meneteskan NH_4OH 25% (V/V) sebagai agen pengendap dan ditambahkan PEG-200 dengan variasi rasio volume PEG-200:Besi 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g). Kemudian dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 2 jam. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui hasil ekstraksi, struktur kristal dan ukuran kristal dari senyawa hasil sintesis. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-ray diffraction* (XRD) dan *scanning electron microscope* (SEM). Hasil analisis XRD dengan variasi rasio volume PEG-200:Besi 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g) telah terbentuk fasa oksida besi hematit (Fe_2O_3). Hasil sintesis yang menunjukkan kemurnian tertinggi terdapat pada variasi rasio volume 1:5 (ml/g) yang memiliki geometri trigonal dengan parameter sel $a = 5,036340 \text{ \AA}$; $b = 5,036340 \text{ \AA}$; dan $c = 13,345420 \text{ \AA}$; $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 120,000^\circ$ grup ruang $R\bar{3}c$. Perhitungan ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer yang dihasilkan pada variasi rasio volume PEG-200:Besi 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g) berturut-turut yaitu 50,9912 nm; 43,08837 nm; dan 45,30663 nm. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil sintesis teraglomerasi dan membentuk butiran-butiran kecil tidak seragam.

Kata kunci: *Bijih besi, PEG-200, hematit (Fe_2O_3), sintesis, presipitasi*

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara dengan sumber daya mineral yang melimpah di alam, seperti bijih besi [19]. Bijih besi yang berlimpah tersebar di pulau Sumatera, Jawa, Kalimantan, dan di beberapa kawasan timur Indonesia [6]. Cadangan bijih besi di Kalimantan Selatan sebesar 7.472.600 ton. Khususnya di Kecamatan Bajuin, Desa Pemalongan, Kabupaten Tanah Laut memiliki sumber daya bijih besi yang cukup melimpah. Namun bijih besi yang terkandung masih memiliki zat pengotor [8].

Bijih besi alam umumnya berupa senyawa besi dengan oksigen yang mengandung sekitar 73% besi oksida seperti hematit (Fe_2O_3), magnetit (Fe_3O_4), limonit ($\text{FeO}(\text{OH})\cdot n\text{H}_2\text{O}$), atau siderit (Fe_2CO_3) [19][6]. Bijih besi adalah batuan yang mengandung mineral besi dan sejumlah mineral pengotor seperti silika, alumina, magnesia, dan

nikel [13]. Salah satu unsur logam yang paling banyak di bumi terbentuk sekitar 5% di kerak bumi [6]. Manfaat bijih besi (*iron ore*) yaitu sebagai bahan baku pembuatan besi dan baja [19]. Pada hematit (Fe_2O_3) dapat digunakan sebagai zat warna/pigmen [7]. Hematit (Fe_2O_3) yang diperoleh dapat diaplikasikan sebagai ferroelektrik yaitu dengan menggunakan hematit (Fe_2O_3) sebagai campuran pembuatan bahan ferroelektrik BiFeO_3 [4]. Pada material, ferroelektrik merupakan gejala terjadinya perubahan polarisasi listrik secara spontan tanpa adanya gangguan medan listrik dari luar. Ferroelektrik memiliki sifat yang lebih asimetris dengan keberadaan atom yang tidak simetris [5].

Penelitian ini mengacu pada penelitian [6], yaitu dengan menggunakan metode presipitasi karena metode tersebut memiliki kelebihan yakni paling sederhana, mudah, dan murah. Pada

penelitian[6], bijih besi awalnya diseparasi dengan cara manual (*magnetic separation*) yaitu menggunakan magnet batang. Selanjutnya hasil separasi ditimbang. Kemudian bijih besi dilarutkan dalam HCl, sambil diaduk dan dipanaskan di atas *hot plate magnetic stirrer* dengan kecepatan tertentu. Presipitasi (pengendapan) dilakukan dengan cara meneteskan amonium hidroksida (NH_4OH) ke dalam larutan. Setelah terjadi pengendapan selanjutnya dilakukan kalsinasi dengan menggunakan *furnace*. Namun, penelitian yang akan dilakukan mengacu pada penelitian [20] sebelum dikalsinasi, endapan ditambahkan terlebih dahulu dengan polietilena glikol (PEG). Penambahan PEG ini bertujuan untuk mengontrol ukuran partikel, sehingga dapat mengubah ukuran partikel menjadi kecil. PEG pada partikel akan melapisi partikel sehingga dapat menghambat pertumbuhan dari partikel. Penelitian tersebut berhasil memperoleh ukuran partikel yang lebih kecil dan menyebabkan puncak yang terbentuk semakin lebar. Dalam penelitian ini, rasio volume PEG yang ditambahkan terhadap massa sampel akan divariasikan untuk menentukan komposisi yang akan membentuk hasil yang optimal.

Karakterisasi yang dilakukan adalah dengan *X-ray fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi senyawa yang terkandung dalam bijih besi dan karakterisasi dengan menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristalnya, kemudian dilanjutkan dengan persamaan *Debye Scherrer* untuk mengetahui ukuran partikel. Karakterisasi kristal yang diperoleh juga dilakukan dengan menggunakan metode *Rietveld*. Metode *Rietveld*, berguna untuk mencocokkan (*fitting*) antara pola difraksi teoritis dan pola difraksi eksperimen yang diperoleh dari hasil analisis XRD sampai didapatkan kesesuaian antara kedua kurva secara keseluruhan. Dilakukan analisis SEM untuk mengetahui bentuk morfologi permukaannya.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakanyaitu peralatan gelas, kertas saring, *hot platemagnetic stirrer*, neraca analitik OHAUSS, *crusher*, *tor mill*, crus alumina, sudip, *furnace*, peralatan analisis XRF PANALYTICAL Type: Minipal 4, XRD PANALYTICAL Type: E'xpert Pro, SEM JEOL JSM 6510 LA, komputer serta *software* Phasax, *software search Match* dan *Rietica*. Bahan yang digunakan yaitu akuades, akua Demineral (DM), HCl pekat (37%) (W/W) Smart-Lab, larutan

NH_4OH (25%) (V/V) KGaA, PEG-200 (99,5%) KGaAdan Sampel bijih besi.

Sampling dan preparasi sampel

Pengambilan sampel bijih besi langsung didapatkan dari Desa Pemalongan yang areanya dikuasai CV. Tala Utama Circle Mining, Kabupaten Tanah Laut, Kecamatan Bajuin, Kalimantan Selatan. Bijih besi yang dikumpulkan, kemudian dipisahkan dengan carap enambangan menggunakan magnetik separator melalui proses pencucian agar tanah yang terkandung dalam bijih besi hilang, lalu dikering anginkan untuk mengurangi uap air pada bijih besi sebelum dihancurkan. Preparasi sampel bijih besi dilakukan dengan cara peremukan menggunakan *crusher* dan dihancurkan menjadi halus menggunakan *tor mill* di Dinas Energi dan Sumberdaya Mineral. Selanjutnya sampel bijih besi diseparasi secara manual (*magnetic separation*) dengan menggunakan magnet batang [6]. Selanjutnya sampel bijih besi diayak menggunakan ayakan 200 mesh untuk mendapatkan ukuran partikel lebih kecil. Hasil separasi tersebut ditimbang sebanyak 5 gram untuk analisis XRF (*X-Ray Fluorescence*) yang dilakukan di Laboratorium Universitas Negeri Malang untuk mengetahui komposisi yang terkandung dalam bijih besi tersebut.

Sintesis hematit (Fe_2O_3)

Bijih besi yang sudah diseparasi, ditimbang sebanyak 50 gram, lalu dilarutkan dengan HCl pekat 37% (W/W) sebanyak 75 ml ke dalam gelas kimia sambil diaduk dan dipanaskan pada temperatur 90°C di atas *hot plate*. Presipitasi dilakukan dengan meneteskan ammonium hidroksida (NH_4OH) 25% (V/V) ke dalam larutan sampai terbentuk endapan. Hasil endapan dicuci dan dikeringanginkan selama 16 hari, lalu endapan yang telah kering ditambahkan PEG-200 dengan variasi rasio volume PEG:Besiadalah 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g). Selanjutnya untuk membentuk oksida besi, endapan tersebut dilakukan kalsinasi pada temperatur 500 °C selama 2 jam dengan menggunakan *furnace* [6].

Analisis data

Kristal oksida besi yang telah diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) dari sumber sinar logam Cu-K α dengan panjang gelombang 1,54056Å. Karakterisasi senyawa oksida besi hematit (Fe_2O_3) dilakukan dengan *X-ray Diffraction Powder* dengan jangkauan pengukuran sudut 2 θ . Data hasil *X-ray*

Diffraction (difraktogram) yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan *data base Powder Diffraction File* (PDF) yang dikeluarkan oleh JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standard*) menggunakan *software search Match* agar senyawa oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang telah terbentuk dapat diketahui. Kemudian dengan analisis *Rietveld* metode le Bail dapat ditentukan parameter sel oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil dari sintesis dan untuk menentukan ukuran partikel dapat menggunakan persamaan Debye *scherrer*. Untuk mengetahui bentuk morfologi permukaan, dilakukan analisis menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan pengambilan gambar sampel pada perbesaran 10.000 kali dan 20.000 kali.

HASIL DAN PEMBAHASAN

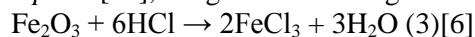
Karakterisasi Bijih Besi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*)

Sampel bijih besisebelumnya dilakukan dengan cara peremukan menggunakan *crusher* dan dihancurkan menjadi halus menggunakan *tor mill*. Lalu, sampel bijih besi diseparasi secara manual (*magnetic separation*) dengan menggunakan magnet batang [6]. Selanjutnya sampel bijih besi diayak menggunakan ayakan 200 mesh untuk mendapatkan ukuran partikel lebih kecil. Hasil separasi tersebut ditimbang sebanyak 5 gram untuk analisis XRF (*X-Ray Fluorescence*).

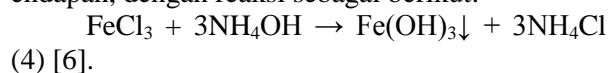
Sampel bijih besi yang akan diekstraksi sebelumnya dikarakterisasi terlebih dahulu untuk mengetahui komposisi logam dan kadar mineral yang terkandung dalam bijih besi. Hasil analisis XRF yaitu berupa analisis kualitatif yang mengidentifikasi jenis unsur yang terdeteksi pada bijih besi, sedangkan analisis kuantitatif yaitu mengidentifikasi jumlah unsur yang terkandung dalam bijih besi yang ditunjukkan pada kadar unsur dalam bilangan persen (%). Data hasil yang diperoleh berupa grafik dan tabel yang terdeteksi oleh sinar-X. Data tersebut memberikan informasi tentang perbandingan komposisi logam dalam bijih besi sebelum dan sesudah proses ekstraksi.

Bijih besi yang telah dianalisis selanjutnya diekstraksi menggunakan metode presipitasi. Metode ini merupakan proses pemisahan secara kimia [6]. Bijih besi sebelumnya diseparasi terlebih dahulu secara manual (*magnetic separation*) dengan menggunakan magnet berbentuk lonjong. Tujuan dari separasi yaitu untuk memisahkan antara mineral magnetik dengan yang bukan magnetik. Hasil separasi bijih besi kemudian dilarutkan dalam HCl 37%, sambil

diaduk secara manual dengan pengaduk kaca dan dipanaskan dengan suhu 90°C selama 60 menit di atas *hot plate* [20], dengan reaksi sebagai berikut:



Penambahan HCl 37% ke dalam bijih besi bertujuan untuk melarutkan seluruh bijih besi. Presipitasi dilakukan dengan meneteskan sedikit demi sedikit ammonium hidroksida (NH_4OH) 25% ke dalam larutan tersebut sampai terbentuk endapan, dengan reaksi sebagai berikut:



Endapan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ yang terbentuk disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No. 42. Penyaringan dilakukan selama 6 hari untuk memisahkan antara filtrat dengan endapan. Setelah filtrat dan endapan terpisah, maka selanjutnya dilakukan pencucian pada endapan menggunakan aquademineral. Aquademineral tidak dapat mengganggu kemurnian produk sintesis, karena tidak mengandung mineral-mineral lain, yang dapat menambah pengotor dalam produk sintesis. Selanjutnya endapan dikering anginkan selama 16 hari. Endapan yang telah kering ditimbang dan dibagi menjadi 3 bagian ke dalam krus alumina, kemudian pada masing-masing sampel ditambahkan PEG dengan variasi rasio volume PEG:Besinya 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g). Variasi tersebut bertujuan untuk mengetahui volume optimal pada PEG-200 untuk menghasilkan oksida logam hematit (Fe_2O_3) dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Penambahan PEG-200 pada partikel berfungsi untuk membungkus partikel sehingga dapat menghambat pertumbuhan partikel [20]. Selanjutnya diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit, hingga terjadi pencampuran secara sempurna dan homogen. Sampel yang telah diperoleh kemudian dikalsinasi dengan suhu 500°C selama 2 jam menggunakan *furnace* yang bertujuan untuk menghasilkan sintesis yang memiliki struktur kristal yang murni. Reaksinya:



Serbuk $\text{Fe}(\text{OH})_3$ yang diperoleh kemudiandianalisis kembali menggunakan XRF. Data hasil XRF pada bijih besi sebelum dan sesudah proses ekstraksi ditunjukkan pada data Tabel 1.

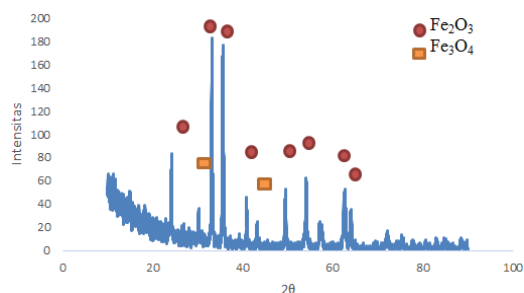
Tabel 1. Hasil Karakterisasi XRF Bijih Besi Sebelum dan Sesudah Proses Ekstraksi

No	Jenis Logam	Persentase (%) Sebelum Ekstraksi	Persentase (%) Sesudah Ekstraksi
1	Fe	97,56 %	97,69 %
2	Si	0,88 %	1,7 %
3	Ca	0,33 %	0,32 %
4	Cr	0,094 %	0,086 %
5	Mn	0,21 %	0,14 %
6	La	0,1 %	0,1 %
7	P	0,2%	0,00%
8	Cu	0,13%	0,00%
9	Br	0,53%	0,00%

Berdasarkan hasil karakterisasi dari XRF (*X-Ray Fluorescence*) yang telah dilakukan sebelum ekstraksi, bahwa bijih besi Pemalongan mengandung beberapa jenis logam seperti Si, P, Ca, Cr, Mn, Cu, Br, La, dan unsur logam utama yaitu Fe sebesar 97,56%. Kemudian sesudah ekstraksi, terjadi penurunan pada unsur logam lainnya, bahkan pada jenis logam seperti P, Cu, dan Br dapat dihilangkan dan pada proses ekstraksi tersebut berhasil meningkatkan persentase logam utama Fe menjadi 97,69%. Hal ini disebabkan karena hilangnya beberapa unsur logam lainnya sehingga menyebabkan persentase logam Fe meningkat. Sampel yang diperoleh dari proses ekstraksi selanjutnya disintesis untuk membentuk senyawa oksida logam hematit (Fe_2O_3). Oksida logam hematit (Fe_2O_3) yang terbentuk dianalisis struktur kristalnya menggunakan XRD dan analisis morfologi permukaan oksida logam hematit (Fe_2O_3) dengan SEM.

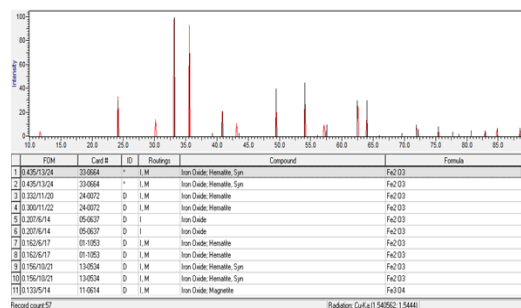
Hasil karakterisasi XRD oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:Besinya 1:5

Hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan penambahan variasi rasio volume PEG:Besinya 1:5 (ml/g) menunjukkan keberadaan fasa oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang dapat dilihat pada Gambar 1. Nilai 2θ menunjukkan sudut antara sinar datang dengan sinar pantul, sedangkan yang menunjukkan jumlah banyaknya sinar-X yang didifraksikan oleh kisi-kisi kristal disebut nilai intensitas. Semakin tinggi nilai intensitas menunjukkan semakin banyaknya kristal yang terbentuk dan memiliki keteraturan kristal yang baik di dalam sampel. Difraktogram hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan variasi rasio volume PEG:Besinya 1:5, dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram hasil sintesis dengan variasi rasio volume PEG:Besinya 1:5 (ml/g)

Gambar 1, menunjukkan puncak-puncak difraktogram yang tajam. Puncak-puncak yang muncul kemudian dicocokkan dengan data standar difraksi sinar-X dari JCPDS. Berikut perbandingan hasil sintesis dengan data JCPDS pada Gambar 2.



Gambar 2. Perbandingan hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:Besinya 1:5 (ml/g) dengan JCPDS

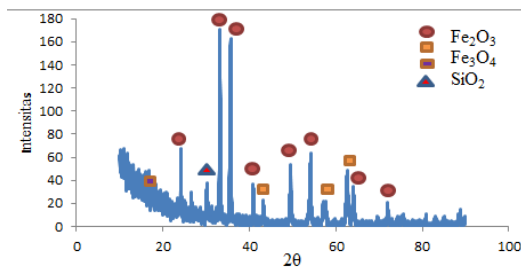
Hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:besinya 1:5 (ml/g) ditunjukkan pada garis vertikal berwarna merah, sedangkan garis vertikal berwarna hitam yaitu menunjukkan hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) standar dari difraksi sinar-X JCPDS. Keberadaan puncak fasa oksida hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) memiliki kecocokan dengan puncak difraksi hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan data JCPDS FOM 0,435/13/24 Card # 33-0664.

Berdasarkan hasil karakterisasi oksida besi hematit (Fe_2O_3) didapatkan intensitas tertinggi pada variasi rasio volume PEG:Besinya yaitu sebesar 117,5 dengan nilai sudut 2θ sebesar $35,5842^\circ$. Intensitas yang tinggi menunjukkan bahwa kristal tersebut mempunyai keteraturan kristal yang [20]. Selain itu hasil sintesis besi hematit (Fe_2O_3) dengan variasi rasio volume PEG:Besinya 1:5 (ml/g) memiliki kemurnian yang lebih tinggi dibandingkan hasil oksida besi hematit (Fe_2O_3)

dengan variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g). Hal ini ditunjukkan oleh puncak-puncak pengotor yang muncul pada pola difraktogram lebih sedikit. Fasa pengotor lainnya yang teridentifikasi tersebut adalah Fe_3O_4 . Namun demikian berdasarkan difraktogram pengotor Fe_3O_4 memiliki nilai intensitas yang rendah, sehingga tidak terlalu signifikan.

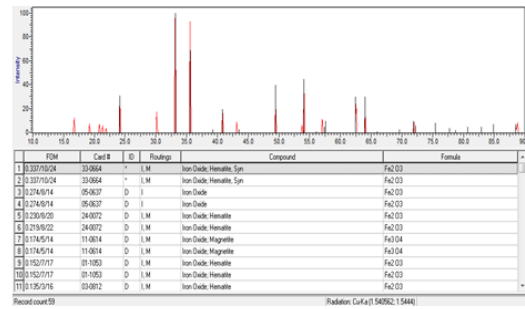
Hasil karakterisasi XRD oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g)

Hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan penambahan variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g) pada Gambar 3 menunjukkan keberadaan fasa oksida besi hematit (Fe_2O_3). Puncak-puncak yang muncul kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X dari JCPDS. Difraktogram hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g), ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Difraktogram hasil sintesis dengan penambahan variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g)

Berdasarkan Gambar 3 terlihat bahwa intensitas puncak yang dihasilkan dari oksida besi hematit (Fe_2O_3) cukup rendah yaitu 106,9 dengan nilai sudut 2θ sebesar 35,5830 artinya produk oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang terbentuk sedikit. Hal ini dapat disebabkan karena masih banyak pengotor yang ditandai dengan adanya puncak-puncak lain yang muncul pada difraktogram, seperti Fe_3O_4 , SiO_2 , dan CaO_2 . Beberapa pengotor yang muncul kemungkinan berasal dari pengotor hasil ekstraksi yang belum bisa dihilangkan, sehingga keberadaan pengotor ini dapat mengganggu proses pembentukan senyawa target. Perbandingan hasil sintesis dengan data JCPDS dapat dilihat pada Gambar 4.

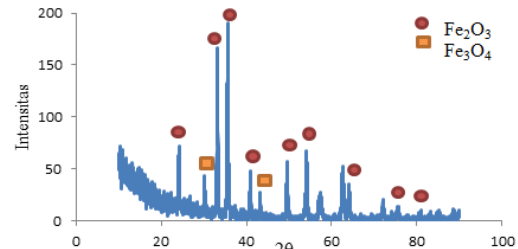


Gambar 4. Perbandingan hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g) dengan JCPDS

Keberadaan puncak fasa oksida besi hematit (Fe_2O_3) pada Gambar 4 tersebut memiliki kemiripan dengan puncak fasa oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan data standar JCPDS FOM 0,337/10/24 Card # 33-0664.

Hasil karakterisasi XRD oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:Besi 3:5 (ml/g)

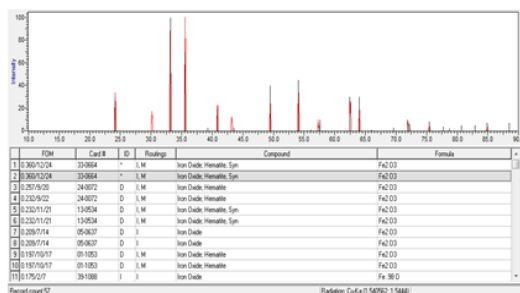
Hasil sintesis pada oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:Besi 3:5 (ml/g) telah menunjukkan keberadaan fasa oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang terlihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Difraktogram hasil sintesis dengan penambahan variasi rasio volume PEG:Besi 3:5 (ml/g)

Berdasarkan Gambar 5 terlihat bahwa intensitas puncak oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang dihasilkan cukup tinggi yaitu 114,3 dengan nilai sudut 2θ sebesar 35,5932 artinya produk oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang terbentuk cukup banyak. Meskipun demikian hasil sintesis oksida tersebut masih mengandung pengotor lain seperti Fe_3O_4 . Namun, puncak-puncak pengotor yang muncul pada pola difraktogram lebih sedikit. Hal ini dikarenakan Fe_3O_4 dari hasil ekstraksi yang masih belum bisa dihilangkan. Selanjutnya puncak-puncak yang diperoleh dari data difraksi sinar-X tersebut, dicocokkan dengan data standar difraksi sinar-X dari JCPDS. Perbandingan hasil

sintesis dengan data JCPDS dapat dilihat pada Gambar 6.

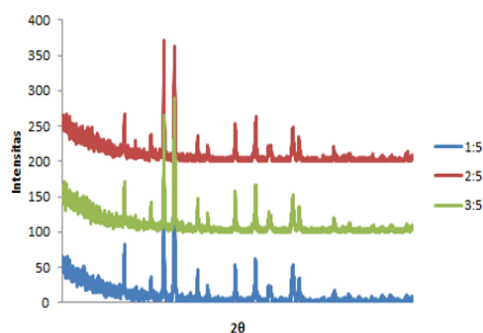


Gambar 6. Perbandingan hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:Besi 3:5 (ml/g) dengan JCPDS

Keberadaan puncak fasa oksida besi hematit (Fe_2O_3) pada Gambar 11 tersebut memiliki kecocokan dengan puncak fasa oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan data standar JCPDS FOM 0,360/12/24 Card # 33-0664.

Perbandingan Hasil Karakterisasi XRD

Hasil karakterisasi oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan difraksi sinar-X dengan penambahan variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g) menunjukkan hasil terbentuknya kristal oksida besi hematit (Fe_2O_3) terlihat pada Gambar 7. Hasil sintesis pada Gambar 7 terlihat memiliki struktur kristal yang ditunjukkan dari puncak-puncak difraktogram yang tajam. Dari hasil sintesis tersebut masing-masing dilakukan perbandingan difraktogram satu puncak yang tertinggi.



Gambar 7. Perbandingan difraktogram oksida besi hematit (Fe_2O_3) variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g)

Semakin tajam puncak dan semakin kecil luas areanya, maka kualitas kristal dari hasil sintesis semakin tinggi. Gambar 7 menunjukkan nilai intensitas puncak tertinggi dari hasil sintesis

pada variasi rasio volume PEG:besi 1:5 (ml/g) dengan nilai intensitas sebesar 117,5; $2\theta = 35,5842^\circ$; FWHM sebesar 0,2706, dan luas area 0,17. Puncak tertinggi hasil sintesis perbandingan volume 2:5 (ml/g) memiliki nilai intensitas sebesar 106,9; $2\theta = 35,5830^\circ$; FWHM sebesar 0,2713; dan luas area 0,17. Puncak tertinggi hasil sintesis perbandingan 3:5 (ml/g) memiliki nilai intensitas sebesar 114,3; $2\theta = 35,5932^\circ$; FWHM 0,2833; dan luas area 0,18. Intensitas tertinggi menunjukkan makin banyak kristal oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang terbentuk. [26] menyatakan kristalinitas tertinggi pada suatu material mempunyai jumlah bidang pemantul sinar-X yang lebih banyak daripada bahan yang sama dengan tingkat kekristalan yang lebih rendah. Untuk menentukan hasil terbaik yaitu dapat dilihat dari nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*). Nilai FWHM ini berhubungan dengan nilai kristalinitas.

Tabel 2. Perbandingan hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g)

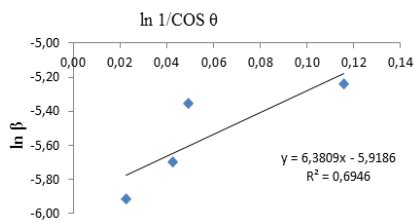
No.	Faktor Pemandang	Variasi Rasio Volume PEG:Besi		
		1:5	2:5	3:5
1.	Posisi Puncak (2θ)	35,5842	35,5830	35,5932
2.	Intensitas	117,5	106,9	114,3
3.	FWHM	0,2706	0,2713	0,2883
4.	Area	0,17	0,17	0,18

Berdasarkan Tabel 2 dapat dilihat bahwa oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang disintesis dengan penambahan variasi rasio volume PEG:Besi menghasilkan oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan kristalinitas yang berbeda. Hal tersebut dapat dilihat dari nilai FWHM dan luas area yang berbeda-beda pada tiap hasil analisis XRD. Dari hasil analisis XRD apabila semakin kecil nilai FWHM dan luas area, maka nilai kristalinitas semakin tinggi. Pada variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g), oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang terbentuk memiliki nilai FWHM dan luas area yang paling kecil yakni 0,2706 dan 0,17 dibandingkan dengan variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g). Hal tersebut menunjukkan bahwa oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang terbentuk memiliki tingkat kristalinitas yang baik. Kemudian nilai intensitas yang tertinggi juga pada variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g) yang menunjukkan bahwa pada hasil sintesis tersebut produk yang dihasilkan lebih banyak. Berdasarkan nilai FWHM, luas area, dan nilai intensitas tertinggi

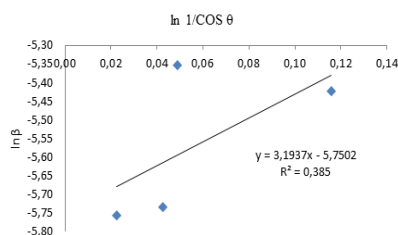
yang diperoleh, dapat diketahui bahwa hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan kristalinitas terbaik yaitu pada variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g).

Ukuran Kristal Oksida Besi Hematit (Fe_2O_3)

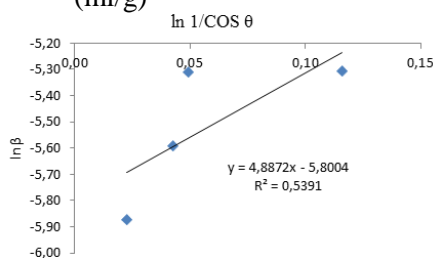
Ukuran kristal (*crystallite size*) dengan fasa tertentu dapat dilakukan menggunakan difraksi sinar-X. Penentuannya mengacu pada puncak-puncak utama struktur hematit pola difraktogram melalui pendekatan persamaan Debye Scherrer. Untuk menghitung ukuran kristal dapat menggunakan persamaan Debye Scherrer dengan nilai panjang gelombang, intensitas, 2θ , dan FWHM dari analisis XRD yang telah dihasilkan. Berdasarkan perhitungan yang diperoleh dapat dibuat grafik hubungan antara $\ln(1/\cos \theta)$ sebagai sumbu x dan $\ln \beta$ sebagai sumbu y. Grafik hubungan $\ln(1/\cos \theta)$ dengan $\ln \beta$ untuk oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g), 2:5 (ml/g), dan 3:5 (ml/g) sebagai berikut.



Gambar 8. Hubungan $\ln(1/\text{COS } \theta)$ dan $\ln \beta$ variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g)



Gambar 9. Hubungan $\ln(1/\text{COS } \theta)$ dan $\ln \beta$ variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g)



Gambar 10. Hubungan $\ln(1/\text{COS } \theta)$ dan $\ln \beta$ variasi rasio volume PEG:Besi 3:5 (ml/g)

Berdasarkan Gambar 8, 9, dan 10 masing-masing sampel menunjukkan nilai R^2 , dan nilai *slope* yang tidak mendekati 1 serta tidak memiliki kemiringan 45° . Hal ini menunjukkan bahwa kemiringan 45° untuk garis linear tidak tercapai. Berdasarkan data yang dihasilkan ketidaksesuaian nilai *slope* dan kemiringan 45° disebabkan karena nilai β dan $1/\cos \theta$ tidak konstan. Nilai β yang berasal dari FWHM mempunyai nilai yang berbeda-beda pada tiap puncak, nilai FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal. Kemudian nilai $1/\cos \theta$ di tiap puncak utama memiliki sudut yang berbeda. Hal utama yang menyebabkan perbedaan ini adalah gelombang elektromagnet yang mengenai kristal mengakibatkan difraksi dari setiap susunan atom di dalam kristal yang menghasilkan pola difraksi sinar-X yang berbeda. R^2 dan *slope* dapat mendekati satu dengan kemiringan 45° apabila kenaikan nilai β diikuti dengan kenaikan $1/\cos \theta$ yang artinya nilai β berbanding lurus dengan $1/\cos \theta$.

Hal tersebut juga terjadi karena kristal oksida besi hematit (Fe_2O_3) yang didapatkan adalah polikristalin yaitu mempunyai orientasi kristal yang lebih dari satu dengan bidang hambur yang berbeda-beda [28], sehingga menyebabkan R^2 tidak mendekati satu. Meskipun demikian, persamaan tersebut masih dapat digunakan untuk memperkirakan salah satu ukuran kristal dari senyawa polikristalin tersebut. Data ukuran kristal yang telah diperoleh dari hasil perhitungan yaitu sebagai berikut.

Tabel 3. Perbandingan ukuran kristal hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3)

Variasi Rasio Volume PEG:Besi	2θ	FWHM	Ukuran Kristal (nm)
1:5	35,5842	0,2706	50,9912
2:5	35,5830	0,2713	43,08837
3:5	35,5932	0,2833	45,30663

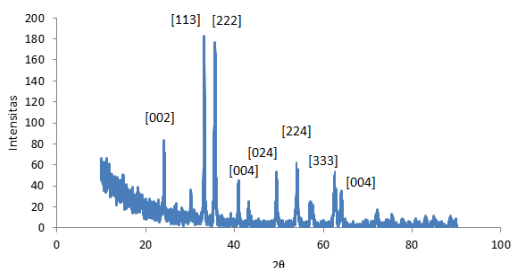
Dari Tabel 3 Dapat dilihat bahwa penambahan PEG dengan volume yang berbeda dalam proses sintesis dapat menghasilkan oksida besi hematit (Fe_2O_3) dengan ukuran kristal yang berbeda. Hal ini menunjukkan bahwa pemberian variasi rasio volume PEG berpengaruh terhadap ukuran kristal. Pada variasi rasio volume PEG menunjukkan bahwa penambahan PEG mencapai volume optimum pada variasi rasio volume

PEG:Besi 2:5 (ml/g) untuk peningkatan partikel Fe_2O_3 sebesar 43,08837 nm. Penurunan ukuran kristal ini berhubungan dengan berat molekul dari PEG-200. Semakin besar berat molekul pada PEG, maka jumlah rantai PEG yang melapisi permukaan partikel juga semakin banyak. Faktor lain yang juga berpengaruh terhadap ukuran kristal yang dihasilkan antara lain yaitu laju pembentukan inti dan laju pertumbuhan kristal. Jika laju pembentukan inti tinggi, maka banyak kristal yang akan terbentuk namun memiliki ukuran yang kecil, sedangkan jika laju pertumbuhan kristal tinggi maka akan diperoleh kristal dengan ukuran besar.

Analisis Rietveld Oksida Besi Hematit (Fe_2O_3) Variasi Rasio Volume PEG:Besi 1:5 (ml/g)

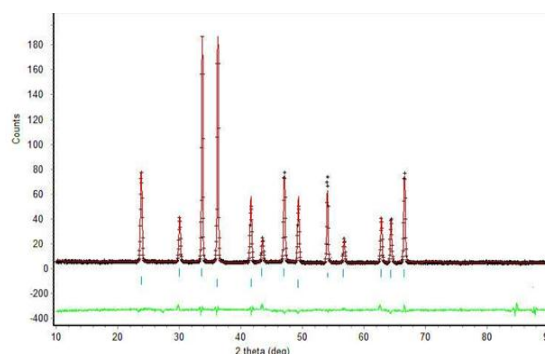
Data hasil difraksi sinar-X selanjutnya diolah dengan metode Rietveld menggunakan program Rietica. Metode tersebut berfungsi untuk menghaluskan pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur. Dari hasil tersebut tidak ditemukan adanya fasa PEG di dalam sampel, artinya PEG hanya berguna untuk mengontrol ukuran partikel dan tidak ikut bereaksi serta hanya berfungsi sebagai templete yang membungkus partikel.

Dari pengolahan data dengan metode Rietveld tersebut menghasilkan nilai parameter sel, indeks Miller, grup ruang serta sistem kristal (bentuk geometri) dari oksida besi hematit (Fe_2O_3). Gambar 11 menunjukkan nilai indeks Miller memperlihatkan nilai hkl dari setiap puncak-puncak yang dominan pada sudut 2θ dari 10° sampai dengan 90° . Nilai indeks Miller memberikan informasi yang menunjukkan kedudukan atom dalam sel satuan dan berpengaruh pada sifat dan perilaku dari materi yang disintesis.



Gambar 11. Nilai Indeks Miller puncak fasa difraktogram oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil sintesis dengan metode presipitasi penambahan variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g)

Difraktogram senyawa oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil sintesis menggunakan metode presipitasi yang telah diolah menggunakan metode Rietveld dapat dilihat pada Gambar 12. Difraktogram dengan titik berwarna hitam merupakan difraktogram dari oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil sintesis, sedangkan difraktogram warna merah merupakan difraktogram dari data standar oksida besi hematit (Fe_2O_3) pada program Rietica. Difraktogram yang berwarna hijau merupakan difraktogram selisih antara data senyawa yang disintesis dengan data standar dari oksida besi hematit (Fe_2O_3).



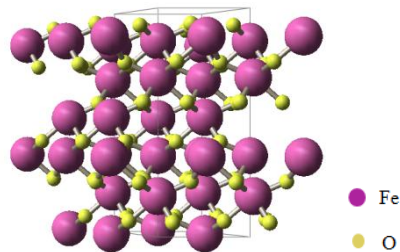
Gambar 12. Difraktogram oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil sintesis menggunakan metode presipitasi dengan variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g) yang diolah dengan program Rietica.

Berdasarkan Tabel 4 dari pengolahan data menggunakan program Rietica menunjukkan oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil sintesis metode presipitasi dengan penambahan variasi rasio volume PEG:Besi 1:5 (ml/g) memiliki bentuk geometri trigonal dengan grup ruang R3 c dan parameter sel $a = 5,036340 \text{ \AA}$; $b = 5,036340 \text{ \AA}$; dan $c = 13,345420 \text{ \AA}$.

Tabel 4. Sistem kristal, grup ruang, dan parameter sel senyawa oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil pengindeksan program Rietica

Parameter	Oksida Besi
Sistem Kristal	Trigonal
Grup Ruang	R3 c
Parameter sel satuan (Å)	$a : 5,036340$ $b : 5,036340$ $c : 13,345420$
Sudut	$\alpha : 90^\circ$ $\beta : 90^\circ$ $\gamma : 120,0000^\circ$

Oksida besi hematit (Fe_2O_3) memiliki struktur trigonal. Artinya pada struktur kristal ini mempunyai 4 sumbu simetri yang terdiri dari 1 sumbu simetri utama dan 3 sumbu simetri tambahan. Pada 3 sumbu (a, b, dan d) yaitu sama panjang dan terletak di bidang horizontal sedangkan 1 sumbu c bisa lebih pendek atau lebih panjang yang ditunjukkan pada Gambar 13. Sistem trigonal mempunyai axial ratio (perbandingan sumbu) yaitu $a = b = d \neq c$, artinya panjang sumbu a sama dengan sumbu b dan sama dengan sumbu d, tetapi tidak sama dengan sumbu c dan juga mempunyai sudut kristalografi $\alpha = \beta = 90^\circ$; $\gamma = 120^\circ$. Hal tersebut berarti pada sistem ini, sudut α dan β saling tegak lurus dan membentuk sudut 120° terhadap sumbu γ [17].



Gambar 13. Struktur kristal oksida besi hematit (Fe_2O_3)Pemalangan

Hasil dari Gambar 13 di peroleh dari data Tabel 5 yang memiliki koordinat fraksional sebagai berikut.

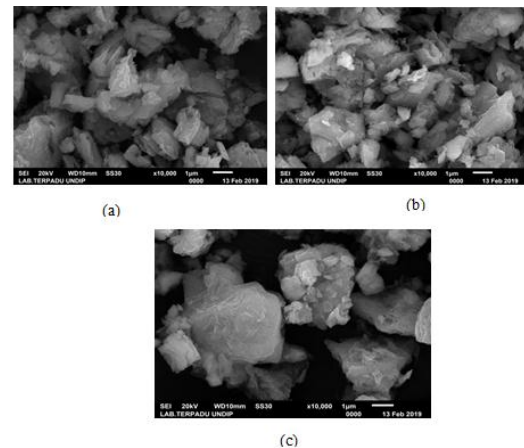
Tabel 5. Koordinat Fraksional Oksida Besi Hematit (Fe_2O_3) Pemalangan

ATOM	NTYP	X	Y	Z	B	N	
		B11	B22	B33	B12	B13	B23
Fe	Fe	0.00000	0.00000	0.35530	0.78285	0.02083	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O	O	0.30590	0.00000	0.25000	0.81035	0.04166	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000

Karakterisasi SEM Oksida Besi Hematit (Fe_2O_3)

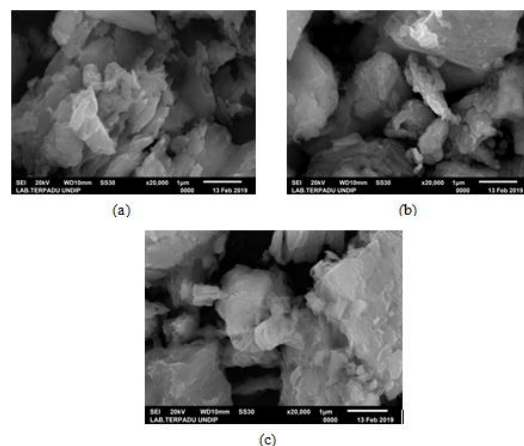
Hasil sintesis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan pada sampel padat. Gambar yang dibentuk oleh berkas elektron yang sangat kecil pada analisis ini yaitu difokuskan pada permukaan material. Hasil analisis SEM dengan variasi rasio volume PEG yang diperoleh, mempunyai pengaruh terhadap morfologi kristal. Gambar 14 menunjukkan bahwa pengaruh penambahan PEG dapat menyebabkan terjadinya aglomerasi (penggumpalan) pada oksida besi hematit (Fe_2O_3). Berikut morfologi kristal oksida besi hematit (Fe_2O_3) hasil analisis

menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan perbesaran 10.000 dan 20.000 kali.



Gambar 14. Hasil sintesis karakterisasi SEM oksida besi hematit (Fe_2O_3) (a) 1:5 (ml/g) (b) 2:5 (ml/g) (c) 3:5 (ml/g) dengan perbesaran 10.000 kali

Berdasarkan Gambar 14(a) dan 14(c) morfologi partikel hasil sintesis dengan variasi rasio volume PEG:Besihematit 1:5 (ml/g) dan 3:5 (ml/g) menunjukkan bahwa terjadi aglomerasi partikel sehingga menyebabkan ukuran partikel menjadi besar. Hal ini dikarenakan pori-pori yang terbentuk lebih kecil. Sedangkan Gambar 14(b) menunjukkan bahwa pada penambahan variasi rasio volume PEG:Besihematit 2:5 (ml/g) menunjukkan partikel lebih membentuk gumpalan-gumpalan kecil.



Gambar 15. Hasil sintesis karakterisasi SEM oksida besi hematit (Fe_2O_3) (a) 1:5 (ml/g) (b) 2:5 (ml/g) (c) 3:5 (ml/g) dengan perbesaran 20.000 kali.

Gambar 15(a) dan 15(c) hasil sintesis oksida besi hematit (Fe_2O_3) dari karakterisasi SEM dengan perbesaran 20.000 kali menunjukkan lebih detail bahwa pada kristal oksida besi hematit

(Fe_2O_3) telah mengalami aglomerasi. Aglomerasi tersebut terjadi karena kecepatan difusi PEG yang relatif lambat sehingga menyebabkan kemungkinan kristal untuk menggumpal dan terjadi penataan ulang yang menyebabkan porisemakin kecil. [14] menyatakan pori pada kristal akan mengalami penyusutan secara bertahap untuk ukuran pori yang lebih kecil, sehingga partikel-partikel oksida besi hematit (Fe_2O_3) mengalami penggumpalan. Sedangkan pada Gambar 15(b) menunjukkan bahwa kristal tidak mengalami aglomerasi dan lebih membentuk gumpalan-gumpalan kecil. Hal ini dikarenakan semakin banyak volume PEG yang ditambahkan, maka semakin banyak pula PEG yang terjebak pada permukaan partikel, dan pada saat proses kalsinasi PEG akan terdekomposisi yang menyebabkan terbentuknya pori pada kristal. Namun keberadaan pori pada oksida besi hematit (Fe_2O_3) mengindikasikan bahwa kristal dengan penambahan PEG pada variasi rasio volume PEG:Besi 2:5 (ml/g) merupakan volume optimum, dimana ukuran partikel yang dihasilkan lebih kecil dibandingkan dengan 1:5 (ml/g) dan 3:5 (ml/g). Hal ini sesuai dengan perhitungan Debye Scherrer. Ukuran partikel terkecil tersebut dapat diaplikasikan sebagai bahan katalis. [11] menyatakan ukuran partikel yang berbeda dan morfologi yang tidak seragam menunjukkan bahwa penambahan PEG memiliki peranan dalam mengontrol nukleasi kristal, namun hasil yang diperoleh, PEG belum terlihat memiliki peranan terhadap pengontrolan nukleasi kristal.

UCAPAN TERIMAKASIH

Saya ucapkan terimakasih kepada pembimbing dan penguji yang telah memberikan saran dan bantuan, serta kepada teman-teman dan keluarga yang telah mendoakan, memberi semangat yang sangat bermanfaat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Arifani, M., M.A. Baqiya, & Darminto. 2012. Sintesis Multiferoik BiFeO_3 Berbasis Pasir Besi Dengan Metode Sol Gel. *Jurnal Sains Pomits.1*: 1-4.
- [2] Delfia, U., A. Mahyudin, & S. Ahda. 2014. Pengaruh Penambahan SrTiO_3 Pada Struktur Dan Sifat Listrik Bahan Piezoelektrik BNT-Bt. *Jurnal Fisika Unad. 3*: 51.
- [3] Fatmaliana, A., A. Rahwanto, & Z. Jalil. 2016. Synthesis And Characterization Of Hematite (Fe_2O_3) Extracted From Iron Ore By Precipitation Method. *Jurnal Natural. 16*: 1-3.
- [4] Gunawan, H., & A. Budiman. 2014. Penentuan Persentase Dan Nilai Suseptibilitas Mineral Magnetik Bijih Besi Yang Berasal Dari Tiga Lokasi Tambang Bijih Besi Di Sumatera Barat. *Jurnal Fisika Unand.3*: 249-250.
- [5] Husain, S., E. Suarso, A. Maddu, & Sugianto. 2016. Karakterisasi Kandungan Bijih Besi Alam Sebagai Bahan Baku Magnetit Nanopartikel, hal. 19-21. Simposium Fisika Nasional 2016 (SFN XXIX)., Makassar.
- [6] Kosidahrta, R., S.C. Wahyono, & E. Suarso. 2016. Identifikasi Bijih Besi Menggunakan Metode Geolistrik Schlumberger di Kabupaten Tanah Laut. *Jurnal Fisika FLUX.13*: 133-134.
- [7] Li, Y., M. Cai., J. Rogers., Y. Xu, & W. Shen. 2006. Glycerol-Mediated Synthesis of Ni and Ni/NiO Core-Shell Nanoparticles. *Materials Letters.60*:750-753.
- [8] Mondadori, Arlondo. 1977. *Simons & Schuster's Guide To Rocks And Minerals*. Simons & Schuster's Inc. Milan.
- [9] Pangestu, I.A., S.T. Atmadja, & Y. Umardani. 2015. Reduksi Pasir Besi Pantai Sigandu Kabupaten Batang Menjadi *Sponge Iron* Menggunakan Burner Gas Asetilin. *Jurnal Teknik Mesin S-1. 3* : 102-103.
- [10] Puryanti, D., & D. Andani. 2015. Pengaruh Peg-2000 Terhadap Pola Difraksi Sinar-X Partikel Fe_3O_4 Yang Disintesis Dengan Metode Kopresipitasi, hal. 221-229. Prosiding Semirata Bidang MIPA BKS-PTN Barat Universitas Tanjungpura Pontianak, Pontianak.
- [11] Thoriyah, A. 2009. Sintesis Oksida Perovskit $\text{La}_{1-x}\text{Ba}_x\text{CoO}_{3-\delta}$ Dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya. *Prosiding Kimia FMIPA*. Surabaya.
- [12] Zanur, H., A. Putra, & Astuti. 2017. Sintesis Dan Karakterisasi Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Dari Bijih Besi Di Jorong Kepalo Bukik Kabupaten Solok Selatan Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Fisika Unand. 6*: 150-153.