

**PROGRAM KREATIVITAS MAHASISWA**

**KAJIAN VARIASI SUHU SINTERING PADA PEMBENTUKAN KRISTAL NANO MAGNETIT Fe3O4 DENGAN MENGGUNAKAN METODE**

**HIGH ENERGY MILLING (HEM)**

**Bidang Kegiatan:**

**PKM-Artikel Ilmiah**

**Disusun oleh:**

**Ernis Dwi Cahyaningrum (306322400796) /2006**

**Dona Harinda Sasongko (306322400396) /2006**

**Ade lucky Farida (307322407279) /2007**

**Syaiful Anwar (307322410896) /2007**

**UNIVERSITAS NEGERI MALANG**

**MALANG**

**2010**

**LEMBAR PANGESAHAN USULAN PKM AI**

1. Judul Kegiatan :Kajian variasi suhu sintering pada pembentukan kristal nano magnetit Fe3O4 dengan menggunakan metode High Energy Milling (HEM)

2. Bidang Kegiatan : [√] PKMAI [ ] PKMGT

3. Ketua Pelaksanaan Kegiatan

 a. Nama Lengkap : Ernis Dwi Cahyaningrum

b. NIM : 306322400759

c. Jurusan/Fakultas : Fisika/FMIPA

d. Universitas : Universitas Negeri Malang

e. Alamat Rumah/Telp : Jl. Terusan Ambarawa no 37,

 Malang/ 085649603503

f. Alamat email : r\_n1ce@yahoo.co.id

 4. Anggota Pelaksanaan Kegiatan : 3 orang

5. Dosen Pendamping

a. Nama Lengkap dan Gelar : Dr. Markus Diantoro M.Si

b. NIP : 196612211991031001

c. Alamat Rumah/Telp : Tegalgondo RT 03/ RW01

 Karangploso, Malang

 (0341) 487-322

 Malang, 20 Januari 2010

Menyetujui Ketua Pelaksana

Ketua Jurusan Fisika

Unit Kegiatan Mahasiswa

Dr. Arif Hidayat, M.Si. Ernis Dwi Cahyaningrum

NIP.196608221990031003 NIM.306322400759

Pembantu/Rektor Bidang Dosen Pembimbing

Kemahasiswaan

Drs. Kadim Masjkur, M.Pd Dr. Markus Diantoro M.Si

 NIP.195412161981021001 NIP.196612211991031001

**KAJIAN VARIASI SUHU SINTERING PADA PEMBANTUKAN KRISTAL NANO MAGNETIT Fe3O4 DENGAN MENGGUNAKAN METODE**

**HIGH ENRGY MILLING (HEM)**

Ernis Dwi Cahyaningrum(1),

Dona Harinda Sasongko(2), Ade Lucky Farida(3), Syaiful Anwar(4)

Jurusan Fisika Fakultas MIPA Universitas Negeri Malang

**ABSTRAK**

*Mineral oksida besi magnetit (Fe3O4) sampai saat ini masih terus diteliti dan dikembangkan secara intensif. Berbasiskan pada sifat unik oksida besi yang dapat merespon medan magnet, magnetit telah dimanfaatkan secara luas untuk berbagai kepentingan riset dan bahan produk industri. Oksida besi dapat ditemukan secara mudah pada banyak material seperti mill scale dan pasir besi. Keberadaan pasir besi yang terdistribusi secara luas serta jumlahnya melimpah di Indonesia menjadi daya tarik secara ekonomi. Pada penelitian ini, magnetit digerus dengan menggunakan metode High Energy Milling (HEM). Selain untuk memperoleh magnetit dengan ukuran bulir seragam, penelitian ini juga akan menguji apakah proses presipitasi bersifat sensitif terhadap input. Pada penelitian ini dilakukan variasi suhu sintering. Tahapan yang dilakukan adalah melakukan penggerusan dengan menggunakan penggerus elektrik kemudian bahan di ekstrak dan selanjutnya digerus dengan metode HEM, kompaksi dan sintering. Proses HEM divariasi dengan waktu 4 jam, 8 jam dan 12 jam penggerusan* *dengan kecepatan 1200 rpm. Proses sintering dilakukan pada suhu 9000C, 10000C, dan 11000C dengan holding time 45 menit untuk masing-masing suhu sintering. Hasil uji kekerasan terbaik diperoleh pada suhu 11000C dengan lama penggerusan HEM 12 jam.*

*Kata kunci: magnetit (Fe3O4), suhu sintering, HEM*

***ABSTRAC***

*Magnetite Oxide iron mineral (Fe3O4) till now still check and developed intensively have. Bases at nature of is unique iron oxide able to magnetic field respond, magnetite have been exploited widely to various importance research into and industrial product materials. Iron oxide can be found easy to many material like scale mill and iron sand. Existence of iron sand which distribution widely and also its amount abundance in Indonesia become fascination economical. At this research, magnetite brayed by using method of High Energy Milling (HEM). Besides to obtain to get magnetite of the size uniform seed, this research also will test do process of precipitation have the character of sensitive to input. At this research is done by temperature variation of sintering. Step taken is doing braying by using electrical braying then materials extract and hereinafter brayed with method of HEM, and Compaction of sintering. HEM process at variation with time 4 hours, 8 hours and 12 hours braying with speed 1200 rpm. Sintering process is done on temperature 9000C, 10000C, and 11000C by holding time 45 minutes for each one temperature sintering. Result tests best violence to be gotten on temperature 11000C by so long braying HEM 12 hours.*

*Keyword: Magnetite (Fe3O4), temperature of sintering, HEM*

**PENDAHULUAN**

Indonesia memiliki Sumber Daya Alam (SDA) yang melimpah, termasuk di dalamnya kandungan mineral alamiah. Tapi kekayaan alam tersebut banyak yang belum diolah dan dimanfaatkan secara optimal. Salah satu kekayaan yang melimpah adalah pasir besi. Selama ini pasir besi ditambang dan dijual masih dalam bentuk mentah sehingga mempunyai nilai jual yang rendah. Berbasiskan pada sifat unik pasir besi yang dapat merespon medan magnet, pasir besi telah dimanfaatkan secara luas untuk berbagai kepentingan riset dan bahan produk industri. Telah diketahui sebelumnya (Yulianto dkk, 2002), bahwa endapan pasir besi dapat memiliki mineral-mineral magnetik seperti Magnetit (Fe3O4 ), Hematit (α-Fe2O3), dan Maghemit (γ-Fe2O3). Mineral-mineral tersebut mempunyai potensi sebagai bahan industri. Magnetit misalnya dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan tinta kering (*toner*) pada mesin *photo-copy* dan printer laser, sementara Maghemit adalah bahan utama untuk pembuatan pita kaset. Ketiga bahan tersebut juga digunakan sebagai bahan pewarna serta campuran (*filter*) untuk cat serta bahan dasar untuk industri magnet permanen (Bijaksana, 2002).

Keberadaan pasir besi yang terdistribusi secara luas serta jumlahnya melimpah di Indonesia menjadi daya tarik secara ekonomi. Besi yang diperoleh dari bijih besi tidak dalam bentuk unsur murni Fe tetapi dalam bentuk besi oksida. Dalam pasir besi, oksida logam ini dijumpai dalam dua fase, Fe2O3 dan Fe3O4. Keduanya merupakan bahan magnetik yang menunjukkan sifat kemagnetan ketika berada dalam medan magnet. Fe2O3 memiliki interaksi yang lebih lemah di dalam medan magnet dari pada Fe3O4 yang memiliki inetraksi lebih kuat di dalam medan magnet. Pasir besi ini dapat lebih dimanfaatkan dalam bidang material science dengan nilai ekonomi yang lebih tinggi dan ramah lingkungan (Lee, D.G. 2009). Karakteristik pasir besi sangat bergantung pada keadaan alamiahnya sehingga mineral magnetik dari pasir besi cenderung bersifat heterogen (Mahardika Prasetya Aji, 2008) Industri semen PT.Semen Padang pernah mencoba memanfaatkan pasir besi yang berasal dari Pantai Sunur dalam bentuk bahan mentah atau *raw material*, sebagai bahan campuran semen (Fatni Mufit dkk, 2006). Salah satu contoh potensi pasir besi yang menarik untuk dikaji dalam hal sifat kemagnetannya adalah pasir alam yang ada dipantai Sine Kabupaten Tulungagung. Karena sejauh ini pasir alam yang ada di Tulungagung hanya sebagai material campuran bahan bagunan. Padahal pasir alam ini dapat lebih dimanfaatkan dalam bidang material science dengan nilai ekonomi yang lebih tinggi dan ramah lingkungan (Fatni mufti dkk, 2006).

Magnetit (Fe3O4) juga memiliki aplikasi pada bidang industri seperti; keramik, katalis, *energy storage*, *magnetic data storage*, ferofluida, maupun dalam diagnosis medis. Bahkan kajian mutakhir yang sungguh berada di luar dugaan dan sampai saat ini masih terus dikembangkan adalah pemanfaatan Fe3O4 pada sistem pengiriman obat-obatan (*Drug Delivery System*). Perkembangan kajian nano material yang menuntut bahan Fe3O4 berada dalam orde nano meter (nm). Terkait dengan hal ini, para peneliti terus mengembangkan beberapa metode. Metode yang sudah dikembangkan misalnya, dalam pembuatan serbuk Fe3O4 berukuran nano dilakukan dengan; *Spray pyrolysis, forced hydrolysis,* reaksi oksidasi reduksi besi hidroksida, irradiasi *microwave* besi hidroksida, pembakaran besi (III) nitrat, teknik mikro emulsi, serta teknik preparasi hidrotermal (Wang dkk, 2000).

Terlepas dari sekian banyak metode yang telah digunakan dalam fabrikasi partikel nano Fe3O4, para peneliti juga mengembangkan penelitian dengan melakukan pendopingan. Penelitian yang telah dilakukan seperti pendopingan Fe3O4 oleh Mn. Hal ini diharapkan agar diperoleh suatu bahan baru dengan sifat yang lebih baik, namun sayangnya hal ini masih sedikit dilakukan khusunya dalam skala nano.(Taufiq, A., dkk 2008).

Salah satu metode yang dapat dikembangkan dalam fabrikasi partikel nano Fe3O4 adalah dengan metode high energy milling (HEM). High energy milling merupakan teknik unik dengan menggunakan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding chamber yang diputar dan digerakkan dengan cara tertentu. Nano partikel dengan cara ini mencapai di bawah 10 nm (Ihsan, Y., 2006). Keunggulan High Energy Milling adalah dalam waktu yang relatif singkat dapat membuat nano partikel (memerlukan beberapa jam, tergantung tipe alat), dapat membuat nano partikel dalam kondisi atau suasana yang dinginkan saat proses milling, dan juga dapat menghasilkan nano partikel dalam jumlah yang relatif banyak (Rochman, N.T., 2009,). Prosedur penggilingan dengan High Energy Milling adalah serbuk homogen dimasukkan kedalam sebuah chamber logam dengan beberapa bola baja didalamnya yang bergerak berputar terus­-menerus. Di dalam chamber logam tersebut bola-bola akan saling bertumbukan. Akibat tumbukan bola ini, maka serbuk homogen yang dimasukkan ke dalam alat ini akan tertumbuk diantara bola-bola tersebut. Hal ini mengakibatkan partikel tersebut akan pecah. Begitu seterusnya hingga mencapai ukuran yang diinginnkan (Ozkaya, T, 2008). Metode ini dapat dilakukan pada suhu rendah, waktu yang relatif cepat, serta dengan peralatan yang sederhana. Bahkan, fabrikasi partikel nano Fe3O4 juga dapat dilakukan dengan mamanfaatkan bahan alam alternatif, yaitu pasir besi. Berangkat dari uraian dan kerangka berpikir di atas maka perlu dilakukan penelitian dengan judul ”Pengaruh Variasi Suhu Sintering Terhadap Pembentukan Nano Partikel Fe3O4 dengan Menggunakan Metode High Energy Milling (HEM)”. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari dan mengetahui prosedur sintesis kristal nano magnetit Fe3O4, pengaruh variasi suhu sintering terhadap struktur kristal nano magnetit Fe3O4 dan untuk memanfaatkan pasir besi yang melimpah di Indonesia.

**METODE PENELITIAN**

Dalam penelitian ini metode yang digunakan adalah metalurgi serbuk dengan menggunakan metode High Energy Milling (HEM). Metode ini dipilih karena bahan yang digunakan berbentuk serbuk dan alat ini dapat mereduksi bahan sampai orde nano, Sehingga dengan semakin kecilnya ukuran butir diharapkan dapat menambah kekerasan campuran. Metode analisis dalam penelitian ini bersifat kuantitatif yang digunakan untuk mengukur kekerasan. Pada pengamatan struktur mikro metode analisisnya bersifat kualitatif untuk pengukuran butiran.

Pada awalnya pasir besi yang berasal dari Tulungagung digerus dengan menggunakan penggerus elektrik kemudian dicuci berulang-ulang dengan aquades sampai bersih dari pengotornya, pencucian dilakukan sampai 9 kali, bahan yang diperoleh dari pencucian selanjutnya dikeringkan (oven) pada suhu 1000C, kemudian setelah kering pasir besi diekstrak dengan menggunakan magnet permanen agar menambah kemurnian bahan dengan menghilangkan bahan pengotor pada bahan pasir besi tersebut. Bahan yang telah diekstrak, kemudian digerus kembali menggunakan HEM. Penggerusan menggunakan metode High Energy Milling agar mendapatkan bahan dengan ukuran nano. Penggerusan dilakukan dengan variasi lama waktu, yaitu 4 jam, 8 jam dan 12 jam dengan kecepatan 1200 rpm. Setelah proses penggerusan selesai, kemudian hasil penggerusan deangan HEM diambil 1 gr untuk di XRD. Kemudian sisa dari bahan di buat sampel dengan dikompaksi dengan tekanan 90 kg/cm2. Bahan yang telah dikompaksi menjadi bentuk padatan yang kemudian disintering dengan variasi suhu yaitu 9000C, 10000C, dan 11000C. Selama proses sintering, tube selalu dialiri gas Argon dengan tujuan untuk menciptakan lingkungan inert agar tidak terjadi oksidasi.

**(a) (b)**

**Gambar 1**. (a). Vial (chambar) (b). High Energy milling

Pada mesin tersebut terdapat vial (sebagai tempat bahan) dan mesin pemutar. Vial berisi bola-bola baja dan bahan dimasukkan ke dalamnya dengan perbandingan berat bahan dan bola baja 1:10. Kerja mesin mengocok tabung vial dari belakang ke luar dengan putaran 1200 putaran per menit. Mesin penghalus multi guna ini mampu merubah sample yang keras dan mudah pecah menjadi sample yang berbentuk serbuk atau untuk melakukan ‘mechanical alloying’.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

*Analisis Uji Kekerasan*

Dari analisis uji kekerasan menggunakan microvickers diperoleh datasebagai berikut:

**Table 1.** Data hasil uji kekerasan bahan

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Lama HEM |  | Suhu sintering (0C) |  |
|   | 1100 | 1000 | 900 |
| 4 jam | 601.7283 | 548.1102 | 234.4897 |
| 8 jam | 870.9209 | 372.661 | 358.1549 |
| 12 jam | 1203.798 | 784.5025 | 378.3287 |

Dari Tabel 1 tersebut diperoleh informasi tentang perubahan kekerasan terhadap variasi lama penggerusan dan perubahan kekerasan terhadap suhu sintering.

Hasil ploting data uji kekerasan dapat dilihat pada gambar 2.



**Gambar 2.** Hubungan antara lama sintering dan perubahan terhadap kekerasan bahan

Hasil uji kekerasan memperlihatkan bahwa rata-rata bahan mengalami kenaikan kekerasan dari hasil sintering 9000C naik sesuai bertambahnya waktu penggerusan, dan kenaikan kekerasan juga terjadi pada suhu sintering 11000C namun pada hasil sintering 10000C pada bahan dengan lama penggerusan 8 jam mengalami penurunan kekerasan dan pada saat proses penggerusan 12 jam hasil uji kekerasan naik.

**KESIMPULAN**

Luasnya aplikasi mutakhir dari Fe3O4 ternyata tidak terlepas dari perkembangan kajian material yang menuntut berada dalam orde nano meter (nm). Terkait dengan hal ini, para peneliti terus mengembangkan sejumlah fabrikasi bahan, sehingga memiliki ukuran nano. Dari hasil data dan analisis dapat diambil kesimpulan, bahwa semakin lama penggerusan dengan HEM, maka bahan juga akan memiliki kekerasan yang semakin besar yang artinya bahwa semakin kecil ukuran butir bahan paduan, maka kekerasan juga akan meningkat dan semakin tinggi suhu sintering, maka bahan juga akan semakin keras. Bahan memiliki kekerasan maksimum pada suhu sintering 11000C dan kurang efektif pada penahanan 6 jam. Hal ini dapat dilihat dari grafik hasil ploting data uji kekerasan.

**UCAPAN TERIMAKASIH**

Ucapan terimakasih disampaikan kepada semua pihak yang telah membantu jalannya penelitian ini khususnya kepada yang terhormat bapak Ir.Djoko Hadi Prajitno,MSME yang telah membimbing penelitian dan kepada pihak BTN-BR BATAN Bandung sebagai tempat melaksanakan penelitian..

**DAFTAR PUSTAKA**

Yulianto, A. S. Bijaksana, W. Loeksmato, (2002). *Karakterisasi magnetik dari pasir besi Cilacap*. Jurnal Fisika Himpunan Fisika Indonesia vol A5 no 0527.

Bijaksana, S. (2002). *Kajian Sifat Magnetik pada Endapan Pasir Besi di Wilayah Cilacap dan Upaya Pemanfaatannya untuk Bahan Industri*. Laporan penelitian Hibah Bersaing. ITB

Prasetya Aji, Mahardika. 2008. *Kajian magnetic (Fe3O4) hasil penumbuhan dengan metode Prespitasi barbahan dasar Pasir Besi*. Tesis, Central Library Institute Technology Bandung.

Mufit, Fatni. dkk. (2006). *Kajian Tentang Sifat Magnetik Pasir Besi dari Pantai Sunur, Pariaman Sumatra Barat*. Jurnal penelitian Universitas Negeri Padang.

Rochman, N.T., 2009, “*Alat Pembuat Nanopartikel Made In Indonesia”*, Nano Indonesia, hlm 1

Ulfa, I., 2006, “*Pemanfaatan Pasir Besi Daerah Jawa Barat Dalam Pembuatan Magnet Lunak Dengan Proses Metalurgi Serbuk Menggunakan Variasi Tekanan Kompaksi dan Kandungan Nikel”*, Tugas Akhir Universitas Jendral Achmad Yani Bandung.

Wang, C.W., Y. Zhou, X.Mo, W.Q.Jiang, B.Chen, Z.Y.Chen., Material Research Bulletin 35 (2000) 755-759.

Lee, D.G., Ponvel, K.M., Hwang, S., Ahn, I.S., Lee, C.H., 2009, “*Immobilization of Lipase on Hydrophobic Nano-Sized Magnetite Particles”*, Journal of Molecular Catalysis B:Enzymatic, 57, 62-66

Ihsan, Y., 2006, “*Rancang Bangun dan Karakterisasi Ball Milling Untuk Proses Penghalusan Serbuk Bahan Magnetik”*, Tugas Akhir. Semarang:Universitas Negeri Semarang.

Juhnke, M and Weichert, R., 2009, ”*Nanoparticles of soft materials by High-Energy Milling at Low Temperatures”,* Germany:Institute for Mechanische verfahrenstechnik University of Thecnology.

Ozkaya, T., Toprak, M.S.Baykal, A., Kavas, H., Koseoglu, Y., Aktas, B., 2008, “*Synthesis of Fe3O4 Nanoparticles at 1000C and its Magnetic Characterization”*, Journal of Alloy and Compound, 472, 18-23.

Taufiq, A., Triwikantoro., Pratapa, S., Darminto., 2008, “*Sintesis Partikel Nano Fe3-xMnxO4 Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur Serta Kemagnetannya”*, Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi, 2, 68-72.