

PEMISAHAN SENYAWA TITANOMAGNETITE $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4(0 \leq x \leq 1)$ DARI PASIR ALAM INDRAMAYU, JAWA BARAT

Sunaryo dan Iwan Sugihartono^{*)}

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Jakarta, Jakarta 13220, Indonesia

^{*)}E-mail: isugihar@hotmail.com

Abstrak

Pada penelitian ini telah dilakukan pemisahan pasir besi dari pasir alam di daerah Kabupaten Indramayu berupa senyawa *titanomagnetite* $\text{Fe}_{2,5}\text{Ti}_{0,5}\text{O}_4$ dengan menggunakan separator magnet yang berkekuatan 0,3 Tesla. Dengan metode pemisahan magnetik ini, sampel pasir alam tersebut berhasil ditingkatkan kandungan *titanomagnetite*-nya dari 32% menjadi 63,6% (untuk pasir muara Sungai Cimanuk) berdasarkan analisis menggunakan XRD (*X-ray diffractometer*) dan pengolahan data melalui program *general structure analysis system* (GSAS) dengan χ^2 sebesar 1,454 dan *Wrp*. Faktor koreksi perbedaan tinggi intensitas kedua pola tersebut adalah 0,1142 (11,42%). Nilai χ^2 mendekati 1 dan *Wrp* mendekati 10% menyatakan data yang diperoleh dapat diterima (tingkat kesalahan mendekati 0,1). Untuk lebih meningkatkan kandungan *titanomagnetite* dari hasil separasi, telah dilakukan pula proses pelarutan ekstraksi dengan HCl 32% dan NH_4OH 25%. Hasil yang diperoleh dari analisis menggunakan *X-ray fluorescence* (XRF) menyatakan bahwa kandungan yang diduga kuat masih merupakan senyawa *titanomagnetite* meningkat fraksi beratnya hingga mendekati 100%.

Abstract

Separation Study of Titanomagnetite $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ from Natural Sand at Indramayu, West Java. Titanomagnetite FeTiO_4 has been obtained from metal sand which is separated from natural sand at Indramayu using magnetic separator with the magnetic field 0,3 Tesla. This method can improve titanomagnetite content from 32% to 63,6%. According to X-ray diffractometer (XRD) and data processing by general structure analyses system (GSAS) with $\chi^2 = 1,454$ and *Wrp* = 0,1142 as correction factor of the peak to peak intensities, we conclude that χ^2 about 0 and *Wrp* approximately 10%. It indicates the datas with the error merely 0,1 can be accepted. Furthermore, HCl 32% and NH_4OH 25% were added into separation result in order to increase titanomagnetite content. While X-ray fluorescence (XRF) analyses shows weight fraction of titanomagnetite increase up to 100%.

Keywords: GSAS, permanent magnetic, separation, titanomagnetite, XRD, XRF

1. Pendahuluan

Pasir besi yang mengandung mineral-mineral magnetik banyak terdapat di daerah pantai, sungai, dan pegunungan vulkanik. Indonesia yang merupakan negara kepulauan sudah pasti memiliki muara-muara sungai yang banyak di samping wilayah pantai yang sangat luas [1]. Akan tetapi, pemanfaatan pasir besi yang ada di Indonesia, khususnya di daerah pantai utara Pulau Jawa masih sangat kurang disebabkan minimnya pengetahuan dan penelitian di bidang tersebut.

Pasir adalah mineral endapan (sedimen) yang memiliki ukuran butir 0,074-0,075 mm dengan ukuran kasar (3-5 mm) dan halus (<1 mm). Berdasarkan lokasi endapannya,

dimungkinkan terjadinya perbedaan karakter fisik kandungan pasir mineral seperti Fe, Ti, Mg, dan Si [2]. Senyawa *magnetite* (Fe_3O_4) adalah suatu mineral magnetik yang biasanya terdapat di daerah pantai atau sungai. Di alam, senyawa ini dapat berasal dari variannya, yaitu senyawa *titanomagnetite* ($\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4(0 \leq x \leq 1)$). Respons yang kuat terhadap medan magnet luar menjadikan *magnetite* sangat berguna untuk kepentingan riset dan dalam dunia industri yang berbasis kemagnetan, misalnya dalam hal rekayasa elektronika, pembuatan magnet permanen, industri baja, sampai untuk pembuatan *thin film* [3].

Penelitian mengenai pengayaan senyawa *titanomagnetite* dari senyawa-senyawa lain pada pasir alam dilakukan dalam rangka melaksanakan kebutuhan untuk mengetahui

bagaimana proses pengayaan *titanomagnetite* berlangsung hingga diperoleh senyawa *titanomagnetite* yang maksimal. Selain aplikasinya sebagai bahan baku industri baja, senyawa *titanomagnetite* ini diharapkan dapat menjadi bahan baku paduan untuk mendapatkan senyawa *magnetite* ataupun unsur titaniumnya [4].

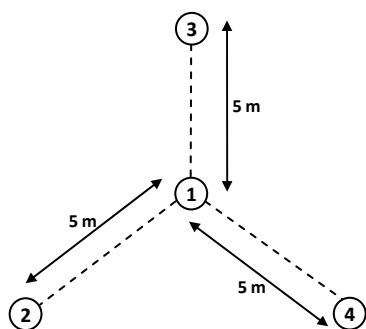
Proses pemisahan *titanomagnetite* dengan senyawa-senyawa lain memerlukan perlakuan khusus, yaitu dengan separasi magnetik menggunakan medan magnet, metode penghancuran secara mekanik, ekstraksi kimia, pencucian, dan juga perlakuan panas (*heat treatment*) pada temperatur tertentu.

2. Metode Penelitian

Sampel pasir alam diambil di daerah muara sungai Cimanuk (pantai Waledan) dan pantai Balongan, Indramayu, Jawa Barat. Pengambilan sampel (muara sungai dan pantai) dilakukan pada 4 titik yang berbeda sehingga membentuk garis simetri dengan jarak masing-masing titik 5 m dan dengan kedalaman 30 cm (Gambar 1).

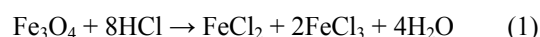
Proses preparasi sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta (FMIPA UNJ). Masing-masing sampel berupa pasir muara dan pasir pantai ditakar seberat 500 gr dengan neraca timbang digital yang sudah dikalibrasi kemudian ditempatkan di atas wadah lebar dan diaduk sampai merata.

Proses separasi kandungan besi oksida pada sampel pasir alam tersebut telah dilakukan menggunakan magnet batang permanen dengan kekuatan sekitar $38,9 \text{ kJ/m}^3$ yang sudah dilapisi kertas plastik dengan ketebalan 0,1 mm. Magnet didekatkan ke seluruh bagian pasir dengan jarak sekitar 1,5 cm dari pasir sampai semua pasir besinya terangkat. Pasir besi tersebut ditempatkan ke wadah yang lain. Separasi dilakukan berulang-ulang terhadap pasir besi yang terangkat tersebut dengan membuat jarak magnet dengan sampel lebih jauh sampai diperoleh pasir besi yang warnanya hitam (sedikit pengotornya). Pasir besi hasil separasi terakhir ditimbang.

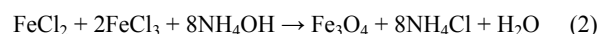


Gambar 1. Skema Pengambilan Sampel

Setelah proses separasi terakhir, sampel dengan massa paling banyak dipilih untuk digunakan pada proses selanjutnya. Sampel pasir besi tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *vibrational ball mill* (VBM) yang menggunakan 10 bola baja dengan perbandingan 100 gr sampel : 10 bola dan dihidupkan selama 50 menit untuk melakukan penggerusan atau *milling*. Sebelumnya, tabung VBM dan bola-bola baja dibersihkan dulu dengan toluena. Setelah 50 menit, sampel dituangkan ke dalam wadah plastik yang lebar kemudian diseparasi kembali. Sisa yang terdapat pada wadah ditimbang kembali. Sampel hasil penggerusan tersebut diambil sebanyak 10 gr untuk bahan proses ekstraksi secara kimia dengan 20 mL larutan HCl konsentrasi 32%. Langkah ini menghasilkan larutan FeCl_2 ataupun FeCl_3 ^{[5],[6]}. Proses tersebut mengikuti persamaan reaksi:



Tahap berikutnya adalah menuangkan larutan amonium hidroksida (NH_4OH) perlahan-lahan ke dalam larutan FeCl_2 ataupun FeCl_3 sampai terbentuk endapan *magnetite* ataupun *titanomagnetite* [5,6]. Proses tersebut mengikuti persamaan reaksi:



Selanjutnya, untuk menghilangkan beberapa garam pengotor, endapan *titanomagnetite* yang terbentuk dicuci dengan menambahkan sedikit air dan kemudian diproses melalui alat sentrifugal selama 3 menit dengan putaran 6.500 rpm dan 6 menit dengan putaran 13.000 rpm.

Data kualitatif unsur dan persen berat yang terkandung di dalam sampel diidentifikasi menggunakan *X-ray fluorescence* (XRF), sedangkan komposisi unsur serta jenis fase diidentifikasi menggunakan *X-ray diffraction* (XRD). Kemudian, hasilnya dianalisis dengan mengacu pada *International Crystallography Diffraction Data* (ICDD) untuk mendapatkan nilai parameter kisi.

3. Hasil dan Pembahasan

Tabel 1 dan 2 merupakan data jenis pasir muara sungai, distribusi penyebaran mineral pasir besi dalam area tertentu berdasarkan kedalaman dan jarak. Data-data yang diperoleh tidak merata untuk kedalaman dan jarak yang bervariasi. Hal ini dapat dilihat dari besarnya selisih massa pasir besi yang terangkat antara sampel berkode M. Sedangkan untuk pasir pantai, penyebarannya hampir merata. Sampel yang digunakan untuk penelitian tahap selanjutnya adalah sampel dengan massa terangkat paling banyak, yaitu sampel 3M1 dan 2P1 yang kemudian diberi label 3M2 dan 2P2.

Tabel 3 adalah data sampel setelah dilakukan penembakan dengan XRF terhadap tiga buah sampel, yaitu sampel 3M1, 3M2, dan 2P1. Pada sampel 3M1 yaitu sampel awal sebelum separasi magnetik, unsur yang paling

dominan fraksi beratnya adalah Si dan Fe. Hal ini memperlihatkan bahwa unsur Fe pada senyawa besi oksida yang responsif terhadap medan magnet jumlahnya cukup banyak, yaitu 33,87 wt%.

Sedangkan untuk sampel 2P1, senyawa yang dominan adalah senyawa Si, Al dan Fe. Tetapi unsur Fe pada senyawa besi oksida yang responsif terhadap medan magnet jumlahnya sedikit. Ini sesuai dengan sedikitnya jumlah massa senyawa magnetik yang berhasil dipisahkan dengan separator magnet yaitu dengan rata-rata massa terangkat sebesar 5,83 gr dari 500 gr. Akibat mempunyai

Tabel 1. Jumlah Massa Pasir Besi yang Terangkat dengan Magnet Permanen 0,3 T untuk Sampel Pasir Muara

No.	Kode Sampel	Berat awal (gr)	Terangkat (gr)	Sisa (gr)
1	1M1	500	26,10	473,90
2	2M1	500	20,94	479,06
3	3M1	500	203,90	296,10
4	4M1	500	9,15	490,85
Rata-rata massa yang terangkat			65,02	

Tabel 2. Jumlah Massa Pasir Besi yang Terangkat dengan Magnet Permanen 0,3 T untuk Sampel Pasir Pantai

No.	Kode Sampel	Berat awal (gr)	Terangkat (gr)	Sisa (gr)
1	1P1	500	6,35	493,65
2	2P1	500	9,89	490,10
3	3P1	500	7,11	492,88
4	4P1	500	5,24	494,75
Rata-rata massa yang terangkat			5,838	

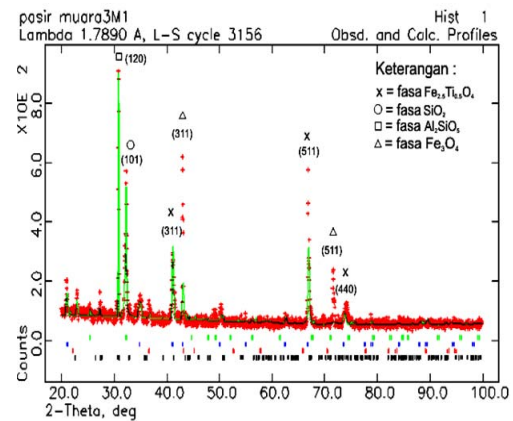
Tabel 3. Senyawa-senyawa beserta Persen Beratnya dari Hasil XRF untuk Sampel Pasir Muara Sungai Cimanuk (3M1 dan 3M2) dan Pasir Pantai Balongan (2P1)

Unsur	Pasir Muara (3M1)	Pasir Muara (3M2)	Pasir Pantai (2P1)
	Persen Berat (wt%)		
Si	355,31	122,30	546,08
Fe	338,76	65,20	126,88
Al	124,13	62,61	186,35
Ti	62,53	109,41	12,05
Mg	60,08	30,98	41,29
Ca	46,34	10,79	72,86
K	0,46	---	11,77
V	0,28	0,575	0,05
Mn	0,21	0,06	0,16
S	0,17	0,12	---
Cr	0,13	0,20	---
P	---	0,21	---
Zr	---	---	0,04

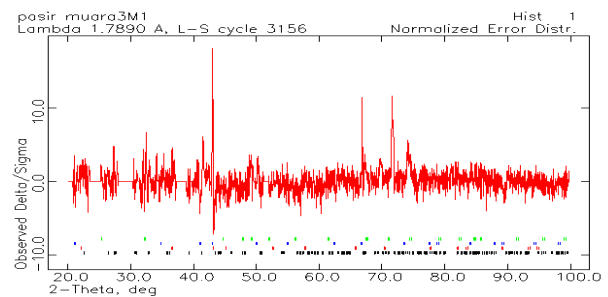
unsur Fe dan Ti dengan persen berat yang lebih besar, maka proses pemisahan dan identifikasi sampel hanya terfokus pada sampel dari pasir muara (berkode M). Setelah dilakukan proses pemisahan dengan menggunakan magnet permanen berkekuatan 0,3 T (sampel 3M2), jumlah persen berat senyawa yang mengandung unsur Fe dan Ti persen meningkat, sedangkan persen berat senyawa yang mengandung unsur Si menurun. Hal ini sesuai dengan perkiraan awal bahwa intensitas magnet luar sebesar 0,3 T tersebut dapat menarik senyawa-senyawa magnetik besi oksida [7-9]. Adanya unsur Ti yang ikut meningkat memperlihatkan bahwa unsur Fe dan Ti kemungkinan berada dalam satu senyawa yaitu senyawa *titanomagnetite*.

Gambar 2 memperlihatkan perbandingan pola difraksi sampel 3M1 hasil pengujian XRD hasil eksperimen dengan hasil perhitungan secara matematis. Analisis hasil uji tersebut dilakukan menggunakan GSAS. Selanjutnya, grafik *fitting* dan normalisasi kesalahan dari pola difraksi tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.

Nilai χ^2 dari pola pada Gambar 3 adalah 2,84, sedangkan Wrp sebagai faktor koreksi perbedaan tinggi intensitas kedua pola tersebut adalah 0,19 (19,22%). Hasil perhitungan tersebut mengindikasikan bahwa data memiliki tingkat kesalahan yang besar. Sumber dari



Gambar 2. Grafik Pola Difraksi Sinar-X Menggunakan Perhitungan GSAS untuk Sampel 3M1



Gambar 3. Analisis Kesalahan Puncak-puncak Difraksi pada Sampel 3M1

kesalahan berdasarkan grafik normalisasi diprediksikan berasal dari adanya fase lain yang muncul pada sudut 2 *theta* sebesar 43°, 66,8° dan 71,6°.

Hasil perhitungan menggunakan GSAS menunjukkan bahwa persen berat masing-masing fase untuk sampel 3M1 yang tertinggi adalah fase SiO₂ dan Al₂SiO₅ (Tabel 4). Hal tersebut telah sesuai dengan data yang diperoleh dari analisis XRF yang menyatakan bahwa senyawa pada sampel 3M1 yang mempunyai persen berat paling tinggi adalah senyawa yang mengandung unsur Si. Senyawa-senyawa magnetik yang terkandung pada sampel ini adalah Fe_{2,5}Ti_{0,5}O₄ dan Fe₃O₄ yang persen beratnya masih relatif kecil. Sesuai dengan analisis dengan menggunakan XRF, berat unsur Fe sebagai unsur utama material magnetik pada sampel 3M1 adalah kecil (<50 Wt%). Massa pasir magnetik hasil pemisahan menggunakan separator magnetik dari sampel M adalah 81,05 gram. Hasil tersebut membuktikan bahwa pemisahan magnetik dari pengotornya setelah proses penggerusan menggunakan VBM masih dapat dilakukan secara optimal. Hal ini mengindikasikan bahwa pemisahan senyawa non-magnetik seperti SiO₂ yang melekat pada senyawa magnetik dapat dilakukan dengan metode penggerusan menggunakan VBM. Sampel M2 yang berhasil dipisahkan kemudian diubah pelabelannya menjadi 3M3.

Gambar 4 memperlihatkan perbandingan pola difraksi sampel hasil pengujian XRD hasil eksperimen dengan hasil perhitungan secara matematis setelah proses separasi dan penggerusan pada sampel 3M3. Analisis hasil uji tersebut juga telah dilakukan menggunakan GSAS. Tabel 4 memperlihatkan hasil perhitungan menggunakan analisis GSAS dari hasil XRD sampel 3M3.

Berdasarkan analisis kesalahan (Gambar 5) dapat diprediksikan bahwa nilai *x*² dari pola difraksi pada sampel 3M3 adalah 1,416. Nilai *W*_{rp} yang merupakan faktor koreksi perbedaan tinggi intensitas kedua pola tersebut adalah 0,11 (11,26%). Nilai-nilai tersebut mengindikasikan bahwa kesalahan yang diperoleh mendekati 0,1 sehingga data dapat diterima. Walaupun persen berat fase yang tertinggi adalah fase *Titanomagnetite* (Fe_{2,5}Ti_{0,5}O₄), tetapi persen berat fase SiO₂ dan Al₂SiO₅ yang bersifat diamagnetik masih cukup besar (total keduanya ~15%). Diduga pada saat proses pemisahan dilakukan, senyawa *titanomagnetite* masih banyak yang masih terlingkupi

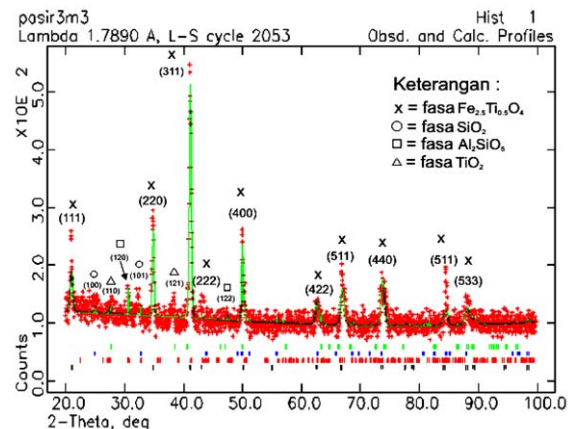
Tabel 4. Nilai Persen Berat Masing-masing Fase pada Sampel 3M1 dan 3M3

Senyawa	Persen Berat (wt %)	
	3M1	3M3
Al ₂ SiO ₅	20,35	82,25
Fe _{2,5} Ti _{0,5} O ₄	18,09	10,61
Fe ₃ O ₄	14,71	6,08
SiO ₂	46,84	10,53

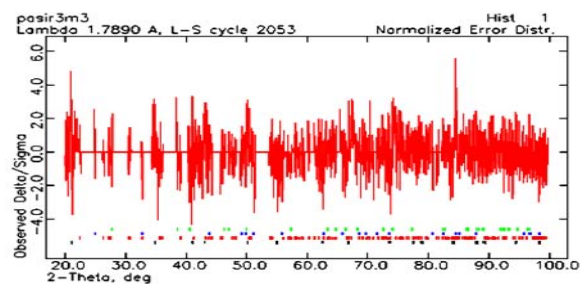
oleh fase ini sehingga pada saat fase *titanomagnetite* terangkat oleh magnet, fase ini pun juga ikut terangkat.

Dalam rangka untuk meningkatkan persen berat dari 10 gram *titanomagnetite* 3M3 telah dilakukan pula ekstraksi kimia menggunakan larutan HCL (32%) dan NH₄OH (25%). Penggunaan larutan HCL dan NH₄OH dimaksudkan untuk mendapatkan kembali fase *titanomagnetite* yang kemudian diberi label 3M4.

Tabel 4 merupakan hasil perhitungan dari data sampel 3M4 yang telah diuji menggunakan XRF. Tabel tersebut



Gambar 4. Grafik Pola Difraksi Sinar-X Menggunakan Perhitungan GSAS untuk Sampel 3M3



Gambar 5. Analisis Error Puncak-puncak Difraksi pada Sampel 3M3

Tabel 5. Senyawa-senyawa dan Persen Berat Hasil Analisis Grafik XRF untuk Sampel 3M4

Unsur	Persen Berat (wt%)
Al	0,56
P	0,32
S	0,11
Fe	737,13
Ti	125,20
V	0,71
Cr	0,09
Cl	119,54

memperlihatkan bahwa unsur-unsur pengotor utama yaitu Si sudah hilang. Sedangkan unsur pengotor lainnya yaitu Al, P, S, V, dan Cr hanya menyisakan masing-masing tidak lebih dari 1 wt%. Hal ini menunjukkan bahwa ekstraksi kimia dengan menggunakan larutan HCl 32% dan NH₄OH 25% sangat efektif untuk mengurangi persen berat unsur-unsur pengotor dan meningkatkan persen berat unsur Fe dan Ti yang merupakan unsur utama pada senyawa *titanomagnetite*. Masih adanya unsur Cl sebesar 11,95 wt% sebagai bagian dari garam NH₄Cl (hasil dari proses ekstraksi kimia) disebabkan oleh proses pencucian (dengan akuades dan alat sentrifugal) endapan hasil proses ekstraksi dengan NH₄OH yang belum sempurna.

4. Simpulan

Kedua jenis pasir yang berbeda lokasi pengambilannya mempunyai karakteristik berbeda. Sampel pasir muara kaya akan pasir besi (mineral magnetik) yang dalam pengambilan sampelnya kandungan *magnetite*-nya mencapai 14,71 wt% dan *titanomagnetite* mencapai 18,09 wt%. Sedangkan pada sampel pasir pantai kandungan mineral magnetiknya hanya mencapai sekitar 12 wt%. Proses separasi dengan magnet permanen berkekuatan 0,3 T berhasil meningkatkan kandungan pasir besi (*titanomagnetite*) yaitu dengan persen berat mencapai 82,25 wt%. Proses ekstraksi dengan HCl 32% dan NH₄OH 25% yang sebelumnya sudah dilakukan proses *milling* terlebih dahulu, telah

berhasil menghilangkan unsur-unsur pengotor utama yaitu Si. Sedangkan unsur pengotor lainnya yaitu Al, P, S, V, Cr hanya menyisakan masing-masing tidak lebih dari 1 wt%.

Daftar Acuan

- [1] F. Mufit, Fadhillah, H. Amir, S. Bijaksana, J. Geofisika, 1 (2006) 1.
- [2] J.E. Bowles, Physical and Geotechnical Properties of Soil 2nd. Mc. Graw Hill, Inc., New York, 1983, p. 58.
- [3] A. Julianto, S. Bijaksana. J. Fisika Indonesia, 1 (2002) 18.
- [4] Accent Resources N.L., Kataning Iron & Vanadium Benefication Result. ASX Release, A.C.N. 113025808, 2007 [Diakses 28 November 2009]. Tersedia di: <http://www.accentresources.com.au>.
- [5] F. Hasler, Chemical and Operating Data for Effluent Free Pickling, Esco Engineering, Ontario, 1997, p. 97.
- [6] M.P. Aji, A. Yulianto, S. Bijaksana, Pembuatan Nanomagnetite dari Bahan Alam Pasir Besi. 4th Kentingan Physics Forum, UNS, 2007.
- [7] M.E. Evans, Enviromental Magnetism, Academic Press, Vol. 86, California, 2003, p. 53.
- [8] Hadibowo, Disertasi Doktor, Program Pasca Sarjana Ilmu Bahan-bahan, FMIPA, Universitas Indonesia, 2004.