

PENINGKATAN REDUKSI CAMPURAN PASIR BESI-GRAFIT DENGAN *MECHANICAL ALLOYING*

Alfian Noviyanto¹, Agus Sukarto Wismogroho¹, Wisnu Ari Adi², Iwan Setiawan³,
dan Nurul Taufiqu Rochman¹

¹Pusat Penelitian Fisika (P2F) - LIPI

Kawasan Puspittek Serpong 15314, Tangerang

²Pusat Teknologi Bahan Indsutri Nuklir (PTBIN) - BATAN

Kawasan Puspittek Serpong 15314, Tangerang

³Pusat Penelitian Metalurgi (P2M) - LIPI

Kawasan Puspittek Serpong 15314, Tangerang

ABSTRAK

PENINGKATAN REDUKSI CAMPURAN PASIR BESI-GRAFIT DENGAN *MECHANICAL ALLOYING*. Untuk meningkatkan reduksi pasir besi, telah dilakukan *mechanical alloying* pada campuran pasir besi-grafit dengan komposisi 10 at% dan 15 at%. Sampel di-*milling* menggunakan *high energy ball mill* PBM4A selama 100 jam dalam suasana argon, kemudian dibakar pada suhu 1400 °C dengan interval waktu tertentu untuk melihat terjadinya metalisasi. Analisis karakterisasi dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *Energy Disperse Spectroscopy (EDS)*. Setelah dimilling terlihat ukuran partikel pasir besi semakin kecil dan masuknya partikel grafit ke dalam pasir besi, sehingga reduksi langsung mungkin terjadi karena *area kontak* yang besar antara pasir besi-grafit. Hasil metalisasi dibandingkan dengan sampel pasir besi yang dibuat dengan pencampuran biasa. Hasil menunjukkan metalisasi hanya terjadi pada pasir besi dengan *ball mill*, sedangkan pasir besi yang dicampur biasa tidak terjadi metalisasi sama sekali.

Kata kunci : *Ball milling*, pasir besi, reduksi langsung, ukuran partikel

ABSTRACT

IMPROVEMENT REDUCTION IRON SAND-GRAFITE MIXTURE BY MECHANICAL ALLOYING. To improve reduction of iron sand, mechanical alloying was subjected to iron sand-graphite mixture with composition of 10 at% and 15 at% graphite. Sample was milled using high energy ball mill (PBM4A) for 100 hours in argon atmosphere, followed by heating at 1400 °C for certain period of time to observe metallization occurrence. Characterization using X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), and Energy Dispersie Spectroscopy (EDS). The results show that particle size of iron sand-graphite mixture became smaller with increasing milling time. During milling graphite particles diffuse into iron sand, so direct reduction occurs as consequence of wide contact area between iron sand and graphite. Metallization only occurs in iron sand-graphite mixture milled by ball mill, while almost no metallization occurs for iron sand-graphite mixed conventionally.

Key words : *Ball milling*, iron sand, direct reduction, particle size

PENDAHULUAN

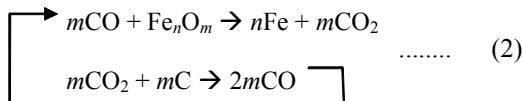
Teknologi untuk memperoleh besi/baja dari bijih besi dengan bahan baku pasir besi dan laterit masih belum banyak dilaporkan. Pada penelitian sebelumnya telah membuat *ingot* yang terbuat dari bahan baku *skrap* dan pasir besi dengan komposisi 80% dan 20% [1]. Namun, komposisi pasir besi masih sangat rendah dan masih terdapat *slag* yang mengganggu proses pengecoran. Hal ini disebabkan karena pemisahan pengotor dari pasir besi pada saat penyiapan bahan baku dan proses metalisasi pasir besi (reduksi) belum optimal.

Penelitian proses reduksi dari oksida besi telah banyak dilakukan [2-4]. Reduksi oksida besi dapat dibagi menjadi dua [2]:

1. Proses reduksi langsung, dimana terjadi interaksi langsung antara Fe dan C



2. Reduksi tidak langsung, dimana karbon monoksida (CO) sebagai reduktan digunakan dan dihasilkan oleh padatan.



Proses reduksi langsung akan berjalan jika terjadi kontak antara oksida besi dan karbon. Keadaan oksida besi dan karbon telah didefinisikan dalam tiga keadaan [3]. Keadaan pertama adalah oksida besi dan karbon terpisah. Pada keadaan ini reduksi langsung tidak akan terjadi dan reduksi tidak langsung akan dominan pada proses tersebut. Keadaan kedua adalah telah terjadi kontak antara oksida besi dan karbon tetapi kontaknya lemah. Hal ini dikarenakan kontaknya hanya terjadi pada tingkat makro dan tanpa tekanan sehingga keadaan pertama akan berulang dimana reduksi tidak langsung akan mendominan.

Keadaan ketiga adalah kontak yang kuat terjadi antara oksida besi dan karbon. Hal ini didapat dengan menggunakan *Mechanical Alloying*. Pada saat penghancuran dengan *ball milling* dimana ukuran kristal mengecil seiring dengan lama waktu *milling* sehingga terjadi kontak antara oksida besi dan karbon dalam level atom [3]. Oleh karena itu jika pasir besi dicampur dengan karbon dan di *milling* dengan *ball mill* selama beberapa waktu diyakini akan terjadi kontak yang kuat antara pasir besi dengan karbon sehingga pada saat metalisasi terjadi reduksi langsung pada pasir besi.

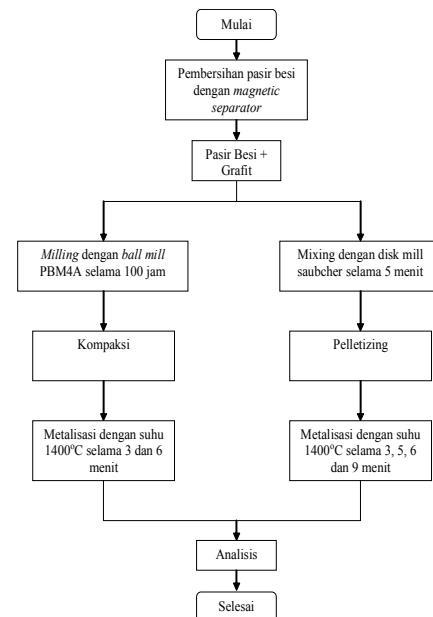
Optimalisasi proses pembuatan *Direct Reduction Iron (DRI)* telah dikembangkan dan dinamakan SMIMET [5] yang pada dasarnya adalah peningkatan reduksi langsung yang tergantung dari ukuran partikel [2, 3, 5] bijih besi dan batu bara. Teknologi lainnya yang telah dikembangkan adalah ITmk3 [6]. Teknologi ini unik karena pelet direduksi dan dipanaskan pada suhu yang relatif rendah yaitu 1350 °C. Beberapa keuntungan ITmk3 yang lain adalah proses reduksi dan pemisahan *slag* berlangsung dalam satu tahap [6, 7], pemanasan dengan suhu tinggi tidak diperlukan [6], bijih besi dengan kandungan Fe rendah atau tinggi bisa digunakan pada teknologi ini [6].

Pengaruh penggunaan *ball mill* untuk pengecilan ukuran dan dikombinasikan dengan teknologi ITmk3 untuk peningkatan reduksi pasir besi belum banyak dilaporkan. Untuk itu pada studi kali ini akan dipelajari pengaruh penggunaan *ball mill* dan lama pemanasan terhadap terjadinya reduksi langsung dan dibandingkan dengan sampel yang *dimilling* dengan menggunakan *disk mill*.

METODE PERCOBAAN

Pasir besi yang digunakan adalah pasir besi dari Garut. Pasir besi dipisahkan dari pengotornya dengan menggunakan *magnetic separator* untuk mendapatkan kadar Fe yang lebih tinggi. Prosedur penelitian dapat dilihat pada Gambar 1. Pasir besi yang *dimilling* dengan *ball mill* dicampur grafit dengan komposisi 90:10 dan

85:15 (% atom). Campuran pasir besi dan grafit *dimilling* dalam suasana argon. Perbandingan bola dan bubuk adalah 8 : 1, dengan perbandingan bola besar dan kecil adalah 1 : 3. *Jar* dan bola terbuat dari baja dengan ukuran bola besar adalah 20 mm dan bola kecil adalah 10 mm. Tungku yang digunakan adalah Nabeltherm buatan Jerman. *Crucible* tempat penyimpanan sampel untuk proses pembakaran terbuat dari alumina (Al_2O_3), seperti terlihat pada Gambar 2.



Gambar 1. Prosedur kerja penelitian



Gambar 2. *Crucible* yang digunakan untuk proses metalisasi

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembersihan Pasir Besi dengan *Magnetic Separator*

Hasil pemisahan dengan *magnetic separator* dapat dilihat pada Tabel 1. Pada Tabel 1 terlihat semua senyawa menurun seiring dengan pengulangan pemisahan kecuali oksida besi dan TiO_2 . Peningkatan kandungan Fe dikarenakan oksida besi tersebut adalah *magnetite* (Fe_3O_4) yang bersifat magnetik sehingga dapat dengan mudah ditarik oleh magnet dan dipisahkan. TiO_2 kandungannya juga meningkat setelah pemisahan dikarenakan pasir besi di Indonesia mengandung

Tabel 1. Hasil pemisahan pasir besi dari pengotor dengan menggunakan *magnetic separator*.

Senyawa	Pengotor Pasir Besi (wt.%)	Pasir Besi (wt.%)	Pemisahan I (wt.%)	Pemisahan II (wt.%)	Pemisahan III (wt.%)
ZnO	0.0587	0.0209	0.0024	0.0014	0.0012
CuO	0.0030	0.0021	0.0013	0.0012	0.0009
NiO	0.1839	0.0649	0.0029	0.0014	0.0014
TiO ₂	7.6992	10.0011	15.8071	16.4198	16.9911
MgO	8.3450	6.6539	3.0476	2.3703	1.7039
BaO	0.2385	0.3284	0.4807	0.4884	0.4351
Oksida Besi	33.2960	46.5740	70.5817	74.8246	75.3416
Fe Total	24.1063	33.7196	51.1012	54.1730	54.5473
CaO	8.7439	5.8778	0.5813	0.0041	0.0032
MnO ₂	0.5174	0.4939	0.4320	0.3822	0.3961
Cr ₂ O ₃	3.5536	2.3304	0.5324	0.0041	0.5150
SiO ₂	33.9783	24.7324	6.0989	3.0371	2.1943
Al ₂ O ₃	3.3778	2.9166	2.4294	2.4631	2.4146
P ₂ O ₅	0.0046	0.0037	0.0023	0.0021	0.0017

titanomagnetic ($Fe_{2.5}Ti_{0.5}O_4$) [8] sehingga pada saat pemisahan dengan *magnetic separator* ikut tertarik bersama oksida besi. Senyawa Cr_2O_3 dan BaO juga meningkat kandungannya setelah pemisahan, dimungkinkan karena ikut menempel dengan senyawa yang magnetik atau memang bersifat magnetik. Senyawa lainnya seperti ZnO, CuO, NiO, MgO, CaO, MnO₂, SiO₂, Al₂O₃ dan P₂O₅ secara umum menurun karena tidak bersifat magnet dan dapat terpisah dengan mudah oleh *magnetic separator*.

Milling Campuran Pasir Besi-Grafit dengan Menggunakan Ball Mill

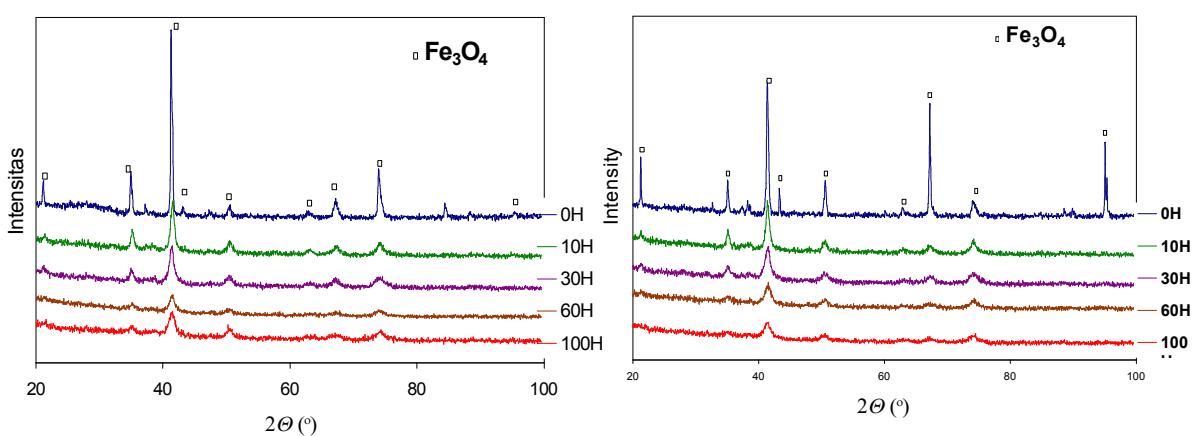
Pada Gambar 3 merupakan hasil *XRD* dari campuran pasir besi-grafit yang dimilling dengan *ball mill* selama interval waktu tertentu. Terlihat sejak awal *peak* grafit tidak dapat dideteksi sama sekali, hal ini menunjukkan bahwa bubuk grafit awal telah berfasa amorf. Sementara itu, intensitas *peak* oksida besi Fe_3O_4 menurun dan melebar (*broadening*)

secara drastis seiring dengan penambahan waktu *milling*.

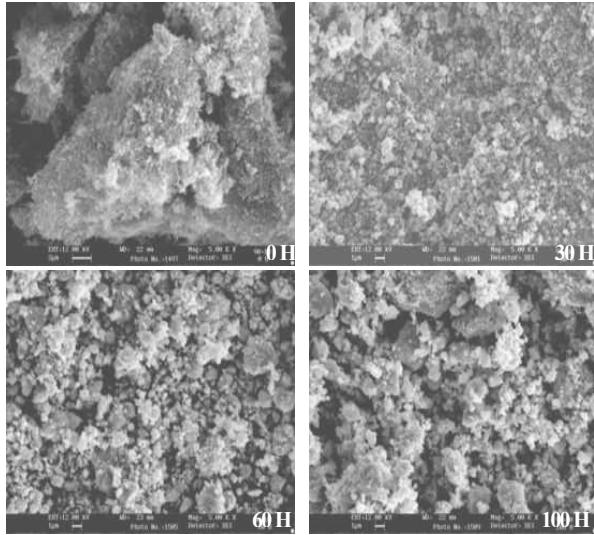
Khususnya ketika *milling* di atas 60 jam, beberapa *peak* Fe_3O_4 sudah tidak dapat terlihat. Sementara itu, hasil *XRD* dari campuran pasir besi 15 at% grafit penghancuran berjalan lebih cepat dibanding komposisi sebelumnya, dimana pada 60 jam *milling*, intensitas *peak* oksida Fe_3O_4 melebar sangat drastis dan lebih rendah dibanding *peak* dari pasir besi 10 at% grafit 100 jam. Ini menunjukkan proses penghancuran berjalan lebih cepat dibandingkan komposisi sebelumnya yang mungkin disebabkan karena jumlah konsentrasi grafit lebih banyak sehingga mengakibatkan campuran pasir besi-grafit menjadi lebih rapuh dan mudah hancur. Namun demikian, setelah 100 jam, *peak* oksida Fe_3O_4 terlihat kembali naik sedikit intensitasnya. Hal ini mungkin disebabkan kerena waktu *milling* yang terlalu lama sehingga kristal oksida yang tidak diinginkan mulai terbentuk lagi.

Adanya intensitas *peak* yang menurun dan melebar pada hasil *XRD* menunjukkan selama terjadinya *milling* telah terjadi deformasi secara mekanis yang hebat oleh energi tumbukan bola-bola penghancur dan dinding *ball mill* yang terus menerus, yang mengakibatkan penghalusan ukuran partikel. Penghalusan ukuran partikel ini diakibatkan oleh gerakan pematahan (*fracture*) dan pemecahan berkeping-keping (*fragmentation*) yang terus menerus selama *milling*.

Pada Gambar 4 menunjukkan foto *SEM* dari pasir besi 10 at% grafit yang telah dimilling dengan *planetary ball mill* selama 0 jam, 30 jam, 60 jam dan 100 jam. Sebelum dimilling, partikel pasir besi dan grafit berukuran beberapa mikrometer, di mana permukaannya terlihat sebagai serpihan yang memiliki ketajaman. Setelah 30 jam partikel tersebut menggumpal dan tampak mulai terbentuk paduan antara partikel terang dan partikel gelap. Hal ini menunjukkan pada setiap gumpalan terdapat partikel gelap yang menempel pada partikel terang. Kembali setelah penggumpalan, pada saat 60 jam, terjadi penghancuran dan penghalusan



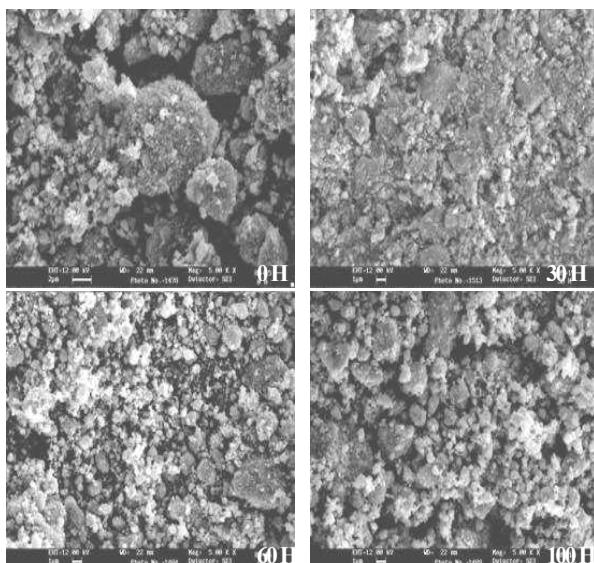
Gambar 3. Hasil XRD campuran pasir besi dan grafit yang dimilling dengan *ball mill* (a) pasir besi 10 at%grafit (b) pasir besi 15 at%grafit.



Gambar 4. Foto SEM campuran pasir besi 10 at%graftit.

kembali campuran partikel-partikel itu sampai beberapa ratus nanometer. Namun, penghalusan campuran partikel-partikel itu terhenti pada saat 100 jam, sehingga ukuran campuran partikel-partikel antara 60 jam dan 100 jam itu tidak terlalu beda. Sementara itu, setelah 60 jam paduan yang terbentuk tampak semakin homogen, hal ini ditunjukkan dengan semakin banyaknya partikel terang diantara partikel-partikel gelap yang tersebar merata.

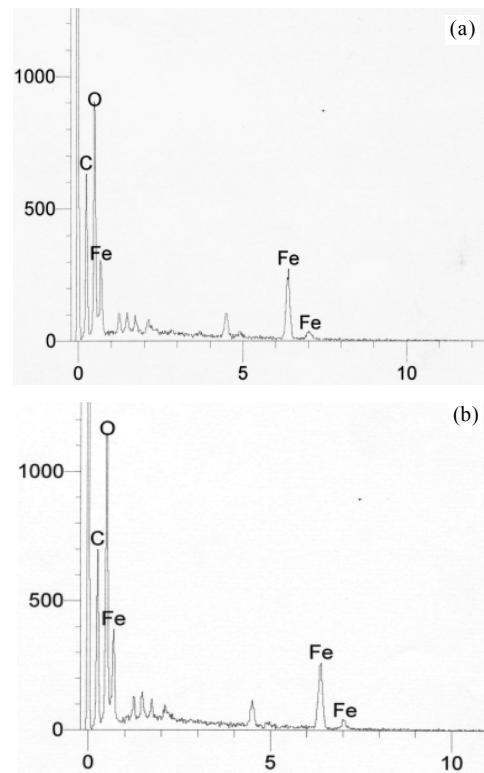
Pada campuran pasir besi 15 at% grafit memiliki sifat lebih rapuh dan cepat hancur seperti terlihat pada Gambar 5. Setelah 30 jam partikel semakin hancur sampai bentuk bersudut dan tidak terjadi penggumpalan. Namun, setelah di atas 60 jam, ukuran partikel relatif tampak lebih halus dibandingkan dengan 30 jam yang mencapai beberapa ratus nanometer. Penghalusan ukuran partikel ini tidak tampak lagi setelah 100 jam, dengan ukuran partikel yang relatif



Gambar 5. Foto SEM campuran pasir besi 15 at%graftit

sama dengan setelah 60 jam. Proses pemanasan pada *millling* dengan komposisi ini relatif lebih cepat dibandingkan dengan pasir besi 10 at% grafit, dimana hal ini dapat diketahui dengan semakin tersebar meratanya partikel terang dan partikel gelap setelah 30 jam. Proses pemanasan pada komposisi ini terus berlangsung dan setelah 60 jam tampak paduan yang dihasilkan telah homogen.

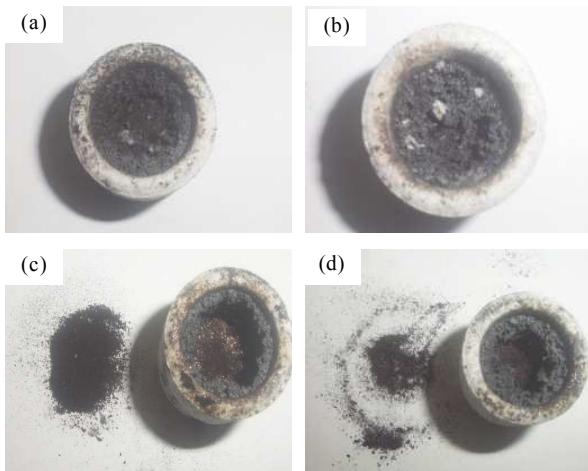
Analisis EDX pada partikel yang berwarna gelap dan terang dapat dilihat pada Gambar 6. Terlihat adanya unsur karbon pada partikel tersebut, dimana partikel yang gelap mengandung lebih banyak unsur karbon dibanding yang berwarna lebih terang. Hal ini menunjukkan telah terjadi kontak yang kuat antara partikel pasir besi dan karbon, ditandai dengan masuknya karbon ke dalam pasir besi. Penggunaan *ball mill* mengakibatkan terjadi kontak yang kuat antara grafit dan pasir besi [3].



Gambar 6. Hasil EDX pasir besi 15 at%graftit
(a) partikel terang dan (b) partikel gelap.

Metalisasi

Hasil metalisasi dari campuran pasir besi-graftit-bentonit dapat dilihat pada Gambar 7. Pada Gambar 7 terlihat pelet tidak menjadi padatan dikarenakan panas yang dihasilkan tungku tidak sampai ke bagian dalam dari campuran tersebut. Hal ini dikarenakan singkatnya waktu pemanasan sehingga bagian dalam campuran tersebut masih berbentuk bubuk. Pada campuran ini hanya bagian luar saja yang sudah terbakar sempurna tetapi berongga dan tidak membentuk padatan. Hal ini dikarenakan partikel pasir besi-graftit-bentonit



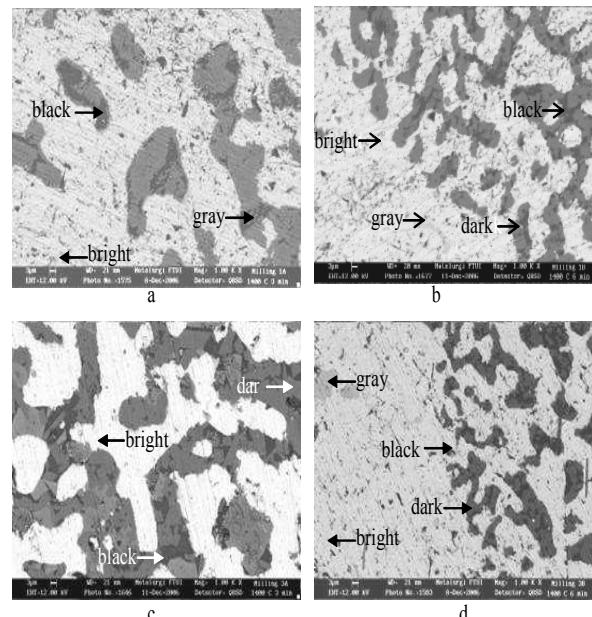
Gambar 7. Metalisasi pasir besi-grafit-bentonit dengan suhu 1400 °C (a) 3 menit, (b) 5 menit, (c) 6 menit dan (d) 9 menit.

tidak menempel secara sempurna atau hanya menempel secara makro [3] sehingga diperlukan energi yang besar dan waktu yang lama agar proses metalisasi berhasil. Metalisasi pasir besi-grafit *milling* dengan *ball mill* dapat dilihat pada Gambar 8. Pada Gambar 8 terlihat proses pemanasan telah berhasil ditandai pasir besi-grafit telah menjadi padatan sempurna sehingga analisis selanjutnya dapat dilakukan.



Gambar 8. Metalisasi pasir besi grafit dengan suhu 1400 °C.

Hasil dari foto *SEM* metalisasi dapat dilihat pada Gambar 9 yang menunjukkan adanya beberapa fasa. Banyaknya fasa yang terbentuk pada masing-masing sampel pembakaran ternyata ada kesamaannya yaitu 3 fasa dan 4 fasa. Pasir besi 15 at% grafit 100 jam 3 menit, pasir besi 10 at% grafit 100 jam 3 menit dan pasir besi 10 at% grafit 100 jam 3 menit mempunyai 3 fasa dan pasir besi-15 at% grafit 100 jam 6 menit dan pasir besi 10 at% grafit 100 jam 6 menit mempunyai 4 fasa. Hal ini berarti banyaknya fasa yang terbentuk tidak dikarenakan adanya perbedaan komposisi sampel melainkan lama waktu pemanasan. Pada lama pemanasan 3 menit banyaknya fasa yang terbentuk adalah 3 dan pemanasan 6 menit banyaknya fasa adalah 4. Hal ini dikarenakan dengan waktu pemanasan yang semakin lama maka waktu yang dapat digunakan untuk berdifusi



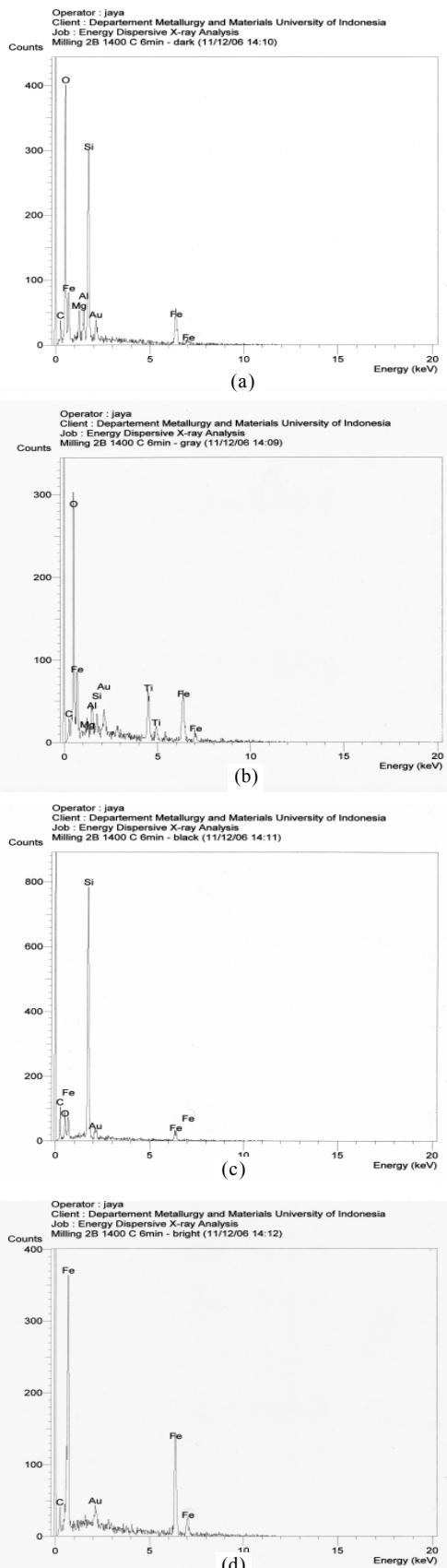
Gambar 9. Foto *SEM* hasil metalisasi (a) pasir besi 15at%grafit 100 H, 3 menit (b) pasir besi 15at%grafit 100 H, 6 menit (c) pasir besi 10at%grafit 100 H, 3 menit (d) pasir besi 10at%grafit 100 H, 6 menit

semakin banyak, sehingga memungkinkan masing-masing partikel berpindah, berikatan dengan partikel-partikel dari unsur lain dan membuat fasa baru.

Pada daerah yang *bright* telah terjadi reduksi langsung, hal ini terlihat dari hasil *EDX* pada daerah tersebut tidak ditemui adanya oksida besi. Sedangkan pada daerah *dark*, *gray* dan *black* masih ditemui adanya unsur oksigen dan unsur-unsur lainnya seperti Ti, Mg, Cr, Ca, Mn, Si dan Al yang terpisah sebagai *slag* [6]. Terpisahnya Fe dari *slag* dikarenakan pada suhu pemanasan 1400 °C ada perbedaan titik didih diantara masing-masing unsur tersebut. Perbedaan ini menyebabkan Fe dan unsur lainnya terpisah. Hasil dari perhitungan *software HSC Chemistry* menunjukkan titik didih TiO_2 , MgO , CaO , Cr_2O_3 , Al_2O_3 , dan SiO_2 di atas 1700 °C, sedangkan Fe dan oksida besi mempunyai titik didih 1280 °C hingga 1597 °C. Hal ini dasar dari teknologi pembuatan besi ITmk3 dimana Fe akan mudah terpisah dari *slag* dikarenakan perbedaan titik didih [7]. Metalisasi pasir besi *milling* dengan *ball mill* menghasilkan kandungan Fe total di atas 95 %berat.

KESIMPULAN

Pasir besi-grafit yang dimilling menggunakan *ball mill* dapat menyebabkan masuknya partikel grafit ke dalam partikel pasir besi. Hal ini dimungkinkan terjadi karena ukuran partikel yang kecil dan *area kontak* yang besar antara pasir besi dengan grafit sehingga terjadinya reduksi langsung. Pada saat proses metalisasi dengan suhu 1400 °C, *slag* terpisah langsung dari pasir besi yang memungkinkan karena adanya perbedaan titik didih



Gambar 10. Campuran pasir besi 10 at%grafit milling 100 jam 6 menit (a) fasa dark (b) fasa gray (c) fasa black (d) fasa bright.

diantara partikel Fe/oksida besi dan partikel lainnya seperti MgO , Al_2O_3 , MnO_2 , SiO_2 , TiO_2 , Cr_2O_3 . Kandungan Fe yang diperoleh dari hasil metalisasi sebesar 95 % berat.

DAFTARACUAN

- [1] N. T. ROCHMAN. dan A. S. WISMOGROHO, *Daur Ulang Skrap Besi/ Baja untuk Pembuatan Bahan Baku Blok Mesin FC 30*, Laporan akhir Program Penelitian dan Pengembangan Iptek Riset Kompetitif LIPI- Serpong (2005)
- [2] K. OTSUKA and D. KUNII, *Jurnal of Chemical Engineering of Japan* (1967) 46-50
- [3] Y. KASHIWAYA and K. ISHII, *ISIJ International* **44** (2004) 1981-1990
- [4] J. V. KHAKI, Y. KASHIWAYA, K. ISHII and H. SUZUKI, *ISIJ International* **42** (2002) 13-22.
- [5] C. KAMIO, M. HOSHI, T. KAWAGUCHI, H. YAMAOKA, Y. KAMEI, *ISIJ International* **41** (2001) S13-S16
- [6] T. NEGAMI. "ITmk3®", *Proceeding Direct From MIDREX 1st Quarter 2001* (2001)
- [7] B. ANAMERIC and S. K. KAWATRA, *ISIJ International* **47** (2007) 53-61
- [8] R. SUBAGJA, Pengalaman Pusat Penelitian Metalurgi LIPI dalam Penelitian Pemanfaatan Bijih Besi Laterit dan Pasir Besi Titan, *Lokakarya Bahan Baku Lokal: Penyiapan Industrialisasi Bijih Besi Lokal untuk Menunjang Industri Baja Nasional* (2005)