



Efek Penambahan Fe_3Mn_7 Terhadap Sifat Fisis dan Mekanik $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

Eko Arief Setiadi^{1,a)}, Wini Rahmawati^{2,b)}, Pulung Karo Karo²,
Muhammad Yunus¹, dan Perdamean Sebayang¹

¹Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Kawasan Puspiptek Gd 440-442, Serpong, Tangerang Selatan, Banten

²Jurusan Fisika Universitas Negeri Lampung, Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro, Bandar Lampung, Lampung

E-mail: ^{a)}eko.arief.setiadi@lipi.go.id, ^{b)}akhmadmuiz@gmail.com

Masuk : 23 Februari 2017 Direvisi : 1 Maret 2017 Disetujui : 10 April 2017

Abstrak: Preparasi dan karakterisasi pellet $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan penambahan 0, 2, 5 dan 10 %wt. Fe_3Mn_7 berbasis pada material alam telah berhasil dilakukan. Proses pencampuran serbuk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dan Fe_3Mn_7 dilakukan dengan menggunakan HEM. Kemudian campuran serbuk dikasinasi pada suhu 1000 °C, dikompaksi pada 69 Pa hingga menjadi pellet dan disinter pada suhu 1000 °C. Karakterisasi XRD menunjukkan adanya fasa dominan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dan fasa baru MnO_2 dan Fe_3O_4 . Densitas dan kekerasan sampel meningkat secara linier seiring dengan kenaikan komposisi Fe_3Mn_7 yang ditambahkan. Sampel optimum diperoleh pada sampel $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/10$ %wt. Fe_3Mn_7 dengan nilai *bulk density* dan kekerasan masing-masing 4,98 g/cm³ and 994,94 HV. Sampel ini termasuk dalam klasifikasi hard magnet dengan nilai magnetisasi saturasi, remanen dan koersivitas masing-masing sebesar 24,0 emu/g, 10,3 emu/g dan 571,8 Oe.

Kata kunci: $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Fe_3Mn_7 , densitas, kekerasan, sifat magnetik

Abstract: Preparation and characterization of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pellet with the addition of 0, 2, 5 and 10 %wt. Fe_3Mn_7 based on natural materials have been successfully carried out. The process of mixing powder of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and Fe_3Mn_7 was performed using HEM. Then, the mix powders were calcined at temperature of 1000 °C. After that, the powders were compacted at 69 Pa into pellet and sintered at temperature of 1000°C. Characterization of XRD shows that the samples have major phase of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and new phases of MnO_2 and Fe_3O_4 . The density and hardness samples increase linearly with increasing of Fe_3Mn_7 composition. The optimum sample with $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/10$ %wt. Fe_3Mn_7 has bulk density and hardness value of 4.98 g/cm³ and 994.94 HV respectively. This sample is classified as semi-hard magnet with magnetization saturation, remanence and coercivity value of 24.0 emu/g, 10.3 emu/g dan 571.8 Oe respectively.

Keywords: $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Fe_3Mn_7 , density, hardness, magnetic properties

PENDAHULUAN

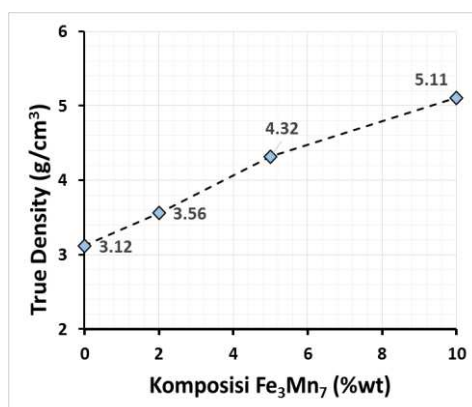
Material hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) merupakan oksida yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi. Beberapa aplikasi diantaranya seperti pada sensor gas, agen katalis, baterai lithium ion [1], *photoelectrochemical* [2], perangkat biomedis, pigmen, [3] dan lainnya. Beberapa metode digunakan untuk preparasi $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ diantaranya metode sol gel, *force hydrolysis*, mikroemulsi, presipitasi, *direct oxidation*, thermal decomposisi, sonokimia, hidrotermal, solvotermal, elektrokimia dan sebagainya [4]. Dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan dan karakterisasi pellet $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan penambahan *Iron Manganese* (Fe_3Mn_7) dengan metode metalurgi serbuk yang dilanjutkan dengan kalsinasi, kompaksi dan sintering. Metode ini dipilih karena mudah dan dapat dilakukan untuk skala besar. Dalam penelitian ini juga akan dilakukan analisa pengaruh penambahan Fe_3Mn_7 pada sifat fisis yang meliputi struktur fasa, densitas dan sifat magnetiknya, serta analisa sifat mekanik yaitu kekerasan sampel. Dengan penambahan Fe_3Mn_7 ini diharapkan akan dapat meningkatkan densitas, kekerasan dan sifat magnetiknya.

METODOLOGI

Bahan dasar Fe_3Mn_7 yang dipakai dalam penelitian ini berbentuk bongkahan dari alam yang dihaluskan menjadi serbuk sampai lolos ayakan 200 mesh. Proses selanjutnya yaitu proses *mixing* bahan utama $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ teknis dan penambahan aditif Fe_3Mn_7 dengan cara dimilling menggunakan *High Energi Milling (HEM) shaker mill* PPF selama 1 jam. Penambahan Fe_3Mn_7 divariasi untuk empat sampel berbeda dengan variabel komposisi Fe_3Mn_7 sebanyak 0, 2, 5, dan 10 %wt. yang nantinya masing-masing akan disebut sebagai sampe FM0, FM2, FM5 dan FM10. Hasil *mixing* tersebut dikarakterisasi true density dengan menggunakan piknometer. Selanjutnya keempat sampel tersebut dikalsinasi pada temperatur 1000°C. Hasil kalsinasi tersebut dikompaksi dengan tekanan sebesar 69 Pa. Dari hasil kompaksi diperoleh sampel berupa pellet. Pellet tersebut disintering pada temperatur 1000°C dengan lama penahanan 1 jam. Pellet kemudian diukur *bulk density* dengan menggunakan prinsip Archimedes. Selain itu sampel juga dikarakterisasi menggunakan *X-ray diffraction (XRD - Rigaku SmartLab* dengan panjang gelombang Cuka 1,5406), *Microhardness Tester (MHT – Leco 100AT)* dan *Vibrating Sampel Magnetometer (VSM – Electromagnetic VSM 250)*.

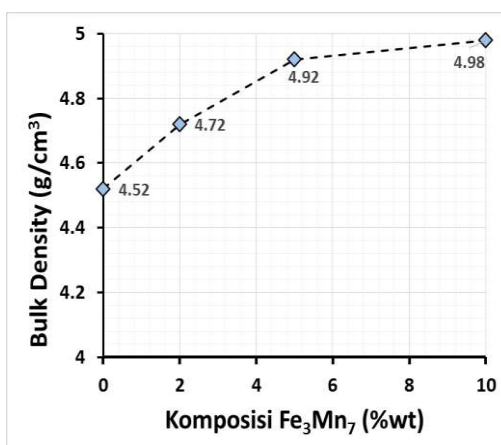
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengukuran *true density* dari serbuk hasil milling ditunjukkan oleh Gambar 1. Pada Gambar 1 menunjukkan adanya hubungan yang linier antara penambahan komposisi Fe_3Mn_7 terhadap nilai *true density*. Semakin banyak Fe_3Mn_7 yang ditambahkan terhadap serbuk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ maka nilai *true density* akan semakin besar. Hal ini dikarenakan Fe_3Mn_7 standart memiliki *true density* lebih tinggi dibandingkan *true density* serbuk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Fe_3Mn_7 standart memiliki densitas sebesar 7,431 g/cm^3 sedangkan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ standar memiliki densitas sebesar 5.258 g/cm^3 [5]. Pada sampel tanpa penambahan Fe_3Mn_7 diperoleh *true density* sebesar 3,12 g/cm^3 dan pada penambahan 10 %wt. Fe_3Mn_7 *true density* meningkat menjadi 5,11 g/cm^3 . Serbuk terbaik diperoleh pada sampel dengan 10 %wt. Fe_3Mn_7 dengan densitas tertinggi yaitu 5.11 g/cm^3 .



Gambar 1. Hubungan true density terhadap komposisi Fe_3Mn_7 .

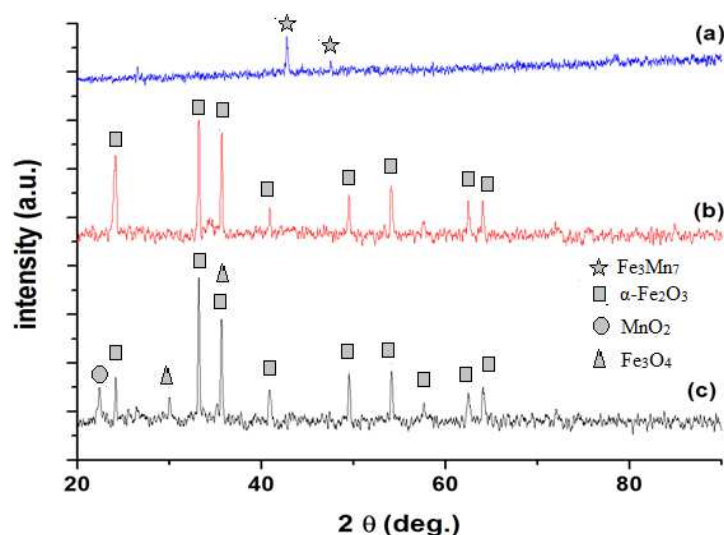
Pada Gambar 2 merupakan hasil pengukuran *bulk density* sampel setelah dikompaksi dalam bentuk pellet dan kemudian disinter pada suhu 1000 °C.



Gambar 2. Hubungan *bulk density* terhadap komposisi Fe_3Mn_7 .

Pada Gambar 2 menunjukkan nilai *bulk density* yang diperoleh dari penambahan 0, 2, 5 dan 10 %wt. Fe_3Mn_7 berkisar 4,52-4,98 g/cm^3 terjadi pola yang sama antara *bulk density* dengan nilai *true density* sampel. Semakin tinggi komposisi Fe_3Mn_7 yang ditambahkan maka nilai *bulk density* juga semakin naik. Besarnya *bulk density* sangat dipengaruhi oleh suhu sintering dan komposisi. Pada proses sintering terjadi densifikasi sehingga sampel akan semakin padat dengan rongga akan semakin berkurang [6]. Seperti pada nilai *true density*, bahwa nilai densitas Fe_3Mn_7 lebih tinggi dibanding $\alpha-Fe_2O_3$ sehingga kerapatan sampel meningkat dengan makin banyaknya Fe_3Mn_7 yang ditambahkan.

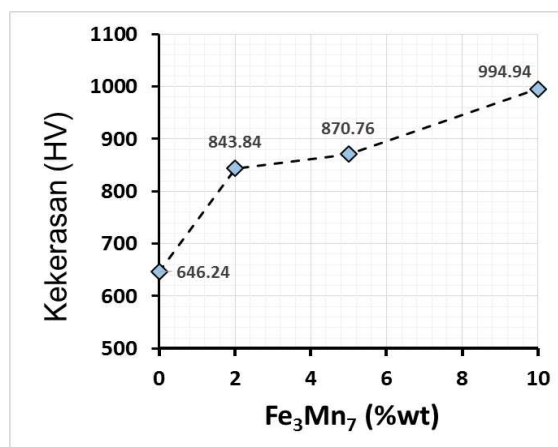
Hasil analisa fasa sampel dengan menggunakan XRD ditunjukkan oleh Gambar 3. Pada pola difraksi (a) merupakan bahan dasar Fe_3Mn_7 , (b) merupakan bahan dasar $\alpha-Fe_2O_3$, sedangkan (c) pola difraksi sampel Fm10 yang telah melalui proses kalsinasi 1000 °C, dicetak dalam bentuk pellet pada tekanan 69 Pa dan disinter pada 1000 °C. Sampel Fm10 dipilih karena sampel ini memiliki densitas yang paling baik dari sampel lainnya.



Gambar 3. Pola difraksi (a) Fe_3Mn_7 , (b) $\alpha-Fe_2O_3$, dan (c) sampel $\alpha-Fe_2O_3$ dengan 10%wt. Fe_3Mn_7 .

Pada Gambar 3 (a) hasil analisa XRD menunjukkan adanya fasa dominan Fe_3Mn_7 dengan struktur kubik dan parameter kisi $a = b = c = 3,668 \text{ \AA}$. Sedangkan pada pola (b) menunjukkan pola puncak-puncak difraksi dari fasa dominan rhombohedral $\alpha-Fe_2O_3$ dengan parameter kisi $a = b = 5,032 \text{ \AA}$ dan $c = 13,733 \text{ \AA}$. Sedangkan pada pola difraksi (c) merupakan pola difraksi dari pellet FM10. Dari pola difraksi menunjukkan adanya tiga fasa, dimana fasa dominan adalah fasa $\alpha-Fe_2O_3$ dan adanya dua fasa baru MnO_2 dan fasa Fe_3O_4 . Dua fasa baru ini muncul akibat adanya penambahan Fe_3Mn_7 yang ditambahkan dan telah mengalami perubahan fasa akibat perlakuan termal. Fasa MnO_2 merupakan oksida mangan dengan struktur oktahedral dengan parameter kisi $a = 9,322 \text{ \AA}$, $b = 4,453 \text{ \AA}$ dan $c = 2,848 \text{ \AA}$, sedangkan Fe_3O_4 merupakan fasa dengan struktur kubik dengan parameter kisi $a = b = c = 8,39 \text{ \AA}$ [9].

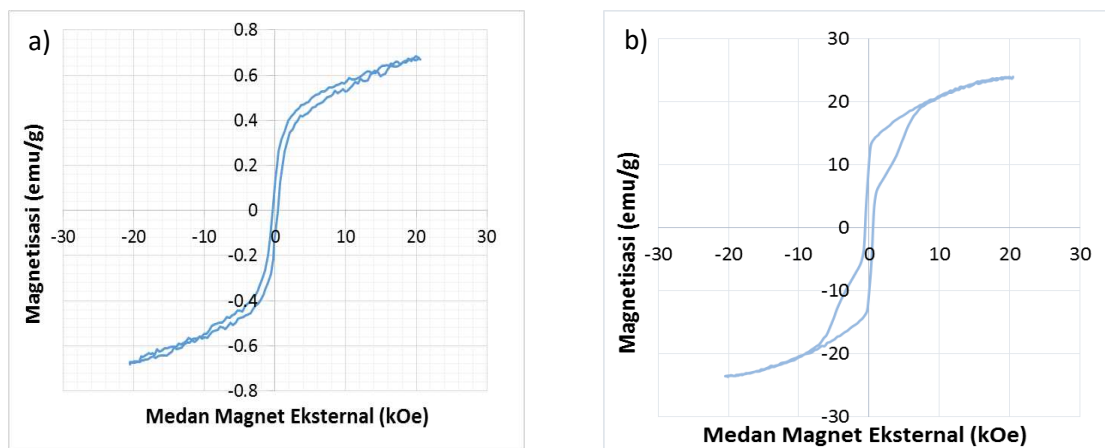
Pengujian kekerasan sampel dengan metode Vickers pada load 300 gF dan waktu penahanan 13 detik. Hasil pengujian kekerasan ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hubungan kekerasan dengan komposisi Fe_3Mn_7

Pada Gambar 4 menunjukkan bahwa semakin banyaknya komposisi Fe_3Mn_7 yang ditambahkan maka nilai kekerasannya juga semakin meningkat. Hal ini berkaitan dengan nilai *bulk density* sampel. Untuk material sejenis semakin tinggi *bulk density* sampel maka nilai kekerasannya akan semakin besar [7]. Semakin tinggi penambahan Fe_3Mn_7 maka nilai densitas semakin besar, kerapatan partikel pada pellet semakin meningkat, sehingga nilai kekerasan semakin tinggi.

Hasil pengujian sifat magnet menggunakan Vibrating Sample Magnetometer (VSM), seperti diperlihatkan pada Gambar 5 dan Tabel 1. Kurva histeresis Gambar 5 (a) merupakan kurva dari bahan dasar serbuk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ tanpa penambahan Fe_3Mn_7 dan belum melalui proses kalsinasi, kompaksi dan sintering sedangkan kurva (b) merupakan kurva sampel pellet FM10 yang merupakan sampel dengan nilai *bulk density* dan kekerasan paling tinggi. Dari kurva histeresis dapat dilihat nilai magnetisasi saturasi (σ_s), magnetisasi remanensi (σ_r) dan medan koersivitas (jH_c) sebagai akibat perubahan medan magnet luar.



Gambar 4. Kurva histeresis (a) bahan baku $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dan (b) sampel $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/10\% \text{wt. Fe}_3\text{Mn}_7$.

Tabel 1. Hasil uji VSM sampel setelah heat treatment pada suhu 1000°C .

Sampel	Komposisi Fe_3Mn_7 (% wt)	Magnetisasi Saturasi (emu/g)	Magnetisasi Remanen (emu/g)	Koersivitas (Oe)
Bahan dasar $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	-	0,7	0,1	372,2
FM10	10	24,0	10,3	571,8

Berdasarkan Gambar 5 dan Tabel 1 dapat dilihat bahwa bahan dasar $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ merupakan bahan dengan nilai magnetisasi saturasi, magnetisasi remanensi, dan medan koersivitas masing-masing yaitu 0,7 emu/g, 0,1 emu/g, dan 372,2 Oe. Hematite adalah antiferomagnetik dibawah suhu Néel $T_N = 955 \text{ K}$. Pada suhu Morin, $T_M = 260 \text{ K}$, terjadi transisi fase magnetik dimana sumbu antiferomagnetik mengalami pergeseran [8], sehingga bahan ini akan memiliki respon yang sangat kecil pada medan magnet. Sedangkan pada sampel FM10 diperoleh nilai magnetisasi saturasi, magnetisasi remanensi, dan medan koersivitas masing-masing yaitu 24,0 emu/g, 10,3 emu/g, dan 571,7 Oe. Nilai ini sangat jauh lebih besar dibanding nilai bahan dasar $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Hal ini terjadi karena adanya penambahan Fe_3Mn_7 menyebabkan adanya dua fasa baru MnO_2 dan Fe_3O_4 seperti yang terlihat dari analisa XRD. Meski fasa dominan pada sampel pellet FM10 adalah $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang bersifat antiferomagnetik, namun kemunculan MnO_2 dan Fe_3O_4 ternyata merubah sifat magnet cukup signifikan. Fe_3O_4 yang merupakan oksida besi yang tergolong feromagnetik [9]. Sifat magnetik suatu material dipengaruhi beberapa faktor seperti derajat kristalinitas, ukuran partikel, dan adanya pengaruh fasa sekunder [10]. Berdasarkan kurva hysteresis, sampel pellet FM10 merupakan sampel yang bersifat feromagnetik dan termasuk dalam klasifikasi *semi-hard magnet*. Bahan *semi-hard magnet* memiliki koersivitas di antara 10-400 kA/m atau 125-5026 Oe yang sering digunakan sebagai media *recording* [11].

KESIMPULAN

Telah berhasil dibuat pellet dari bahan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan penambahan 0, 2, 5 dan 10 %wt. Fe_3Mn_7 dengan metode metalurgi serbuk, kalsinasi pada suhu 1000°C , kompaksi 69 Pa dan sintering 1000°C . Hasil analisa menunjukkan sampel pellet dengan penamabahan 10 %wt. Fe_3Mn_7 memiliki fasa dominan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dan

dua fasa baru MnO₂ dan Fe₃O₄. Hasil pengukuran *true density*, *bulk density*, dan kekerasan menunjukkan semakin tinggi komposisi Fe₃Mn₇ yang ditambahkan pada sampel. Dalam penelitian ini, nilai sampel optimum diperoleh pada sampel α-Fe₂O₃ dengan penambahan 10 %wt. Fe₃Mn₇ dengan nilai *bulk density* sebesar 4,52 g/cm³ dan kekerasan sebesar 994,94 HV. Sampel ini tergolong sebagai sampel *semi-hard* magnet dengan nilai magnetisasi saturasi, remanen, dan koersivitas sebesar 24,0 emu/g, 10,3 emu/g, dan 571,8 Oe.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. X. Zhang, Y. Niu, Y. Li, X. Hou, Y. Wang, R. Bai, dan J. Zao, "Synthesis, optical, and magnetic properties of α-Fe₂O₃ nanoparticles with various shapes," *Materials Letters*, vol. 99, hal. 111-114, 2013.
- [2]. M. Chirita dan T. Grozescu, "Fe₂O₃-nanoparticles, physical properties and their photochemical and photoelectrochemical application," *Chem. Bull. Politehnica univ Timisoara*, vol. 54, no. 68, hal. 1-8, 2009.
- [3]. I. A. Kadir dan A.B. Aliyu, "Some wet routes for synthesis of hematite nanostructures," *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, vol. 7, no.3, hal. 114-121, 2013.
- [4]. S. Bagheri, K.G. Candrappa, dan S. B. A. Hamid, "Generation of hematite nanoparticles via sol gel method," *Research Journal Chemical Sciences*, vol. 3, no. 7, hal. 62-68, 2013.
- [5]. H. Jacobsen, *Magnetic properties of nano-scale hematite: theory, experiments and simulations*, Thesis, Copenhagen: University of Copenhagen, Denmark, 2014.
- [6]. G. Dutta dan D. Bose, "Effect of sintering temperature on density, porosity and hardness of a powder metallurgy component," *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*, vol. 2, hal. 121-123, 2012.
- [7]. A. K. Biruu, K. Shiva, dan S. G. S David, "Study on density and hardness of reinforced zinc oxide," *Proceedings 2 Materials Today*, hal. 4402- 4406, 2015.
- [8]. Z. D. Pozun dan G. Henkelman, "Hybrid density functional theory band structure engineering in hematite," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 134, hal. 224706, 2011.
- [9]. E. A. Setiadi, P. Sebayang, M. Ginting, A. Y. Sari, C. Kurniawan, C. S. Saragih, dan P. Simamora, "The synthesization of Fe₃O₄ magnetic nanoparticles based on natural iron sand by co-precipitation method for the used of the adsorption of Cu and Pb ions," *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 776, 012020, 2016.
- [10]. E. A. Setiadi, C. Kurniawan, P. Sebayang, dan M. Ginting, "Microstructures, physical and magnetic properties of BaFe₁₂O₁₉ permanent magnets with the addition of Al₂O₃-MnO," *Journal of Physics: Conf. Series*, Vol. 817, 012054, 2017.
- [11]. J. M. D. Coey, *Magnetism and Magnetic Materials*, New York: Cambridge University Press, 2010.