

KARAKTERISASI LIMBAH HASIL PEMURNIAN Fe_3O_4 DARI BAHAN BAKU LOKAL PASIR BESI

Tria Madesa¹, Yosef Sarwanto¹ dan Wisnu Ari Adi¹

1) Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju – Badan Tenaga Nuklir Nasional
Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, Banten, Indonesia

ABSTRAK

KARAKTERISASI LIMBAH HASIL PEMURNIAN Fe_3O_4 DARI BAHAN BAKU LOKAL PASIR BESI. Salah satu komoditas mineral terbesar di Indonesia yang dapat dijadikan unggulan produk bahan baku adalah pasir besi. Hasil pengolahan pasir besi ini adalah produk bahan baku besi oksida (Fe_3O_4) dan limbah produk. Pada penelitian ini telah dilakukan karakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X (XRD), *scanning electron microscope* (SEM) dan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) pada limbah hasil pengolahan besi oksida (Fe_3O_4) dari bahan baku lokal pasir besi. Fasa-fasa mineral yang terkandung di dalam sampel limbah hasil pengolahan dari pasir besi adalah TiO_2 (rutile) dan masih mengandung beberapa pengotor yaitu SiO_2 (quartz), Al_2O_3 (Alumina), dan Fe_3O_4 (magnetite). Hasil karakterisasi limbah hasil pengolahan besi oksida (Fe_3O_4) dari bahan baku lokal pasir besi ini disimpulkan bahwa sampel limbah tersebut adalah nanopartikel konsentrat titanium dioksida (TiO_2) yang memiliki fasa rutile dengan kandungan titanium sebesar lebih dari 30%.

Kata kunci: Pasir besi, limbah, pengolahan, XRD, SEM, EDS, dan TiO_2 .

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF THE WASTE OF IRON OXIDE (Fe_3O_4) PROCESSING RESULTS FROM IRON SAND RESOURCES. One of the largest mineral commodities in Indonesia that can be used as a flagship product is the raw material iron sand. The processing results of Iron sand produce raw material of iron oxide (Fe_3O_4) and waste products. This study has been carried in characterization by the waste products using X-ray diffractometer (XRD), scanning electron microscope (SEM), and energy dispersive spectroscopy (EDS) on the waste from processing results of iron oxide (Fe_3O_4) from local resources of iron sand. Mineral phases contained in the waste sample processing results from iron sand is TiO_2 (rutile) and still contains some impurities are SiO_2 (quartz), Al_2O_3 (alumina), and Fe_3O_4 (magnetite). The characterization results of waste from processing results of iron oxide (Fe_3O_4) from local resources of iron sand is concluded that the waste sample is concentrated nanoparticles of titanium dioxide (TiO_2) with more than 30 % of Ti.

Key words: Iron sand, waste, processing, XRD, SEM, EDS, and TiO_2 .

PENDAHULUAN

Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik Tahun 2010 bahwa Indonesia memiliki sumber daya alam mineral yang sangat kaya terbentang dari Sabang sampai Merauke, sedangkan pengolahan mineral ini sangat terbatas [1-5]. Pada tahun 2010 tercatat eksplorasi tambang pasir besi lebih dari 1 juta ton. Selama ini eksplorasi dan eksploitasi mineral di Indonesia diekspor dalam bentuk bahan mentah tanpa pengolahan terlebih

dahulu. Tercatat bahwa ekspor bijih nikel Indonesia pada tahun 2011 ke negara Jepang mencapai 1,95 juta ton, dan ekspor bauksit Indonesia ke beberapa negara termasuk China dan Eropa mencapai 2,36 juta ton per Mei 2012. Namun berdasarkan Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral Republik Indonesia, No. 07 Tahun 2012 tentang peningkatan nilai tambah mineral melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian mineral memutuskan bahwa peningkatan nilai tambah komoditas tambang meliputi pengolahan atau

pemurnian untuk komoditas tambang mineral logam, bukan logam, dan tambang batuan berdasarkan Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral Republik Indonesia, No. 07 Tahun 2012 [6]. Sumber daya mineral yang sangat melimpah di Indonesia salah satunya adalah pasir besi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Sumber daya mineral dan cadangan bijih besi di Indonesia tahun 2008 [2].

Bijih besi	Sumber daya mineral (ton)	
	Bijih	Logam
Primer	381.107.206,95	198.628.764,63
Sekunder	1.585.195.899,30	631.601.478,77
Pasir besi	1.014.797.646,30	132.919.134,62
Cadangan (ton)		
	Bijih	Logam
Primer	2.216.005	1.383.256,80
Pasir besi	80.640.000	18.061.569,20

Salah satu produk samping komoditas mineral pasir besi yang dapat dijadikan unggulan produk adalah titanium dioksida (TiO_2) yang berupa konsentrat titanium dioksida. Konsentrat titanium dioksida ini merupakan hasil limbah dari pengolahan besi oksida dari pasir besi. Pengolahan besi oksida ini digunakan proses kimia dengan memanfaatkan larutan asam dan basa sehingga hasil produk konsentrat titanium dioksida yang diperoleh memiliki ukuran partikel sangat kecil atau disebut dengan konsentrat nanopartikel titanium dioksida.

Perkembangan teknologi nano-partikel titanium dioksida dewasa ini sangat pesat seiring dengan perkembangan teknologi di sektor industri pengolahan mineral terutama di Indonesia. Hal ini dapat dibuktikan dengan sudah banyaknya produk hasil teknologi nanopartikel titanium dioksida yang digunakan masyarakat dalam kehidupan sehari-hari, seperti komponen barang-barang elektronik, rumah tangga, kosmetik, pigmen warna putih hingga sebagai katalis untuk pengolahan limbah dan lain-lain [7-9].

Mengingat jumlah cadangan mineral pasir besi sebagai sumber bahan baku konsentrat titanium dioksida sangat melimpah di Indonesia, untuk itu merujuk pada penelitian sebelumnya telah dilakukan pengolahan pasir besi dan menghasilkan limbah yang diharapkan berupa konsentrat titanium dioksida [10]. Namun limbah ini belum dikarakterisasi

dengan baik, maka tujuan pada penelitian ini adalah melakukan identifikasi fasa, unsur, morfologi dan ukuran partikel pada limbah pemurnian Fe_3O_4 dari hasil pengolahan pasir besi.

METODE PERCOBAAN

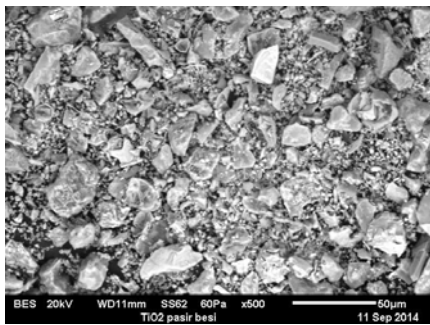
Mineral pasir besi digiling dengan menggunakan penggilingan energi tinggi (HEM) jenis Spex 8000 selama 10 jam pada suhu kamar. Tujuan dari penggilingan ini agar diperoleh partikel halus untuk memudahkan dalam karakterisasi dan proses pengolahan. Serbuk halus pasir besi ini kemudian akan dipisahkan menggunakan pemisah magnetik (separator magnetik) untuk menghilangkan pengotor yang terkandung di dalam pasir besi. Separator magnetik ini berfungsi untuk memisahkan serbuk pasir besi yang bersifat ferromagnetik dan non magnetik. Serbuk ferromagnetik pasir besi kemudian dicuci terlebih dahulu sebelum dilarutkan dalam larutan asam klorida. Hasil pelarutan serbuk pasir besi ini akan terbentuk larutan besi klorida dan menyisakan serbuk limbah. Antara larutan besi klorida dan limbah dipisahkan dengan menggunakan *centrifuge*. Limbah ini selanjutnya akan dikarakterisasi untuk mengetahui fasa-fasa yang terkandung di dalamnya.

Analisis kualitatif dan kuantitatif fasa-fasa yang ada di dalam sampel limbah diukur menggunakan alat *X-ray diffractometer* (XRD) Rigaku Miniflex 600 di Nanotech Indonesia. Pengukuran pola difraksi sampel dilakukan dengan berkas sinar-X dari *tube anode* Cu (*copper*) dengan panjang gelombang, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, mode: *continuous-scan*, *step size* : 0,02°, dan *time per step* : 0,5 detik. Profil difraksi sinar-X dianalisis menggunakan Tabel *Hanawalt* [11]. Morfologi permukaan diamati dengan *scanning electron microscope*. Analisis unsur diukur dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS). Sedangkan ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan alat *particle size analyzer* (PSA).

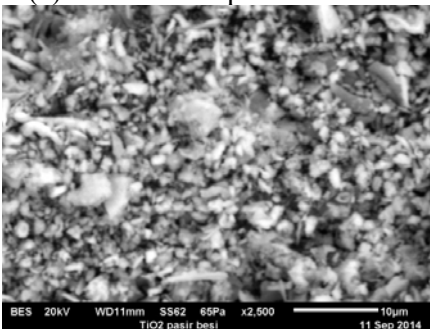
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 1 ditunjukkan hasil pengamatan struktur mikro pada sampel

limbah hasil pengolahan dari pasir besi dengan menggunakan *scanning electron microscope*.



(a) Partikel pasir besi awal

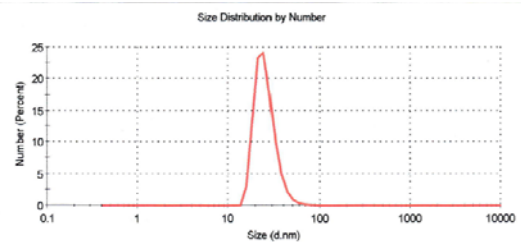


(b) Partikel limbah hasil pengolahan

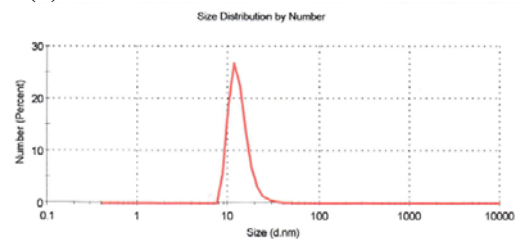
Gambar 1. Morfologi partikel pasir besi sebelum dan sesudah pengolahan.

Pada Gambar 1 tampak bahwa hasil pengamatan morfologi partikel menunjukkan bahwa sampel pasir besi dan sampel limbah hasil pengolahan memiliki bentuk partikel yang beragam, baik bentuk, ukuran partikel, maupun kontras warna. Hal ini menunjukkan sampel memiliki fasa yang sangat beragam. Namun foto dari morfologi permukaan ini tidak dapat menentukan fasa-fasa yang terkandung di dalam sampel limbah hasil pengolahan dari pasir besi ini. Disamping itu pada Gambar 1(b) memperlihatkan bahwa sampel limbah hasil pengolahan dari pasir besi berbentuk seperti gumpalan-gumpalan atau aglomerasi sehingga sebelum dilakukan identifikasi fasa dengan menggunakan XRD diperlukan pemisahan aglomerasi tersebut sehingga partikel dari sampel limbah tersebut dapat terdispersi satu dengan yang lain menggunakan sonikator dengan berbagai lama waktu sonikasinya. Tujuannya adalah disamping untuk mendispersikan partikelnya, juga dapat diperoleh data ukuran partikel yang sebenarnya dari sampel limbah ini hasil proses pengolahan.

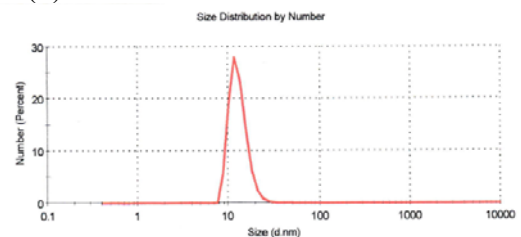
Sampel limbah ini sebelum dilakukan pengujian ukuran partikel terlebih dahulu disonikasi untuk menghindari adanya aglomerasi pada bahan sehingga akan diperoleh tingkat dispersivitas yang sangat baik. Sonikasi pada sampel konsentrat titanium dioksida ini dilakukan selama 60, 90 dan 120 menit. Pada Gambar 2 ditunjukkan hasil pengujian ukuran partikel pada sampel limbah hasil pengolahan dari pasir besi dengan menggunakan PSA (*partikel size analyzer*) yang telah disonikasi selama 60, 90 dan 120 menit.



(a) Waktu sonikasi selama 60 menit



(b) Waktu sonikasi selama 90 menit



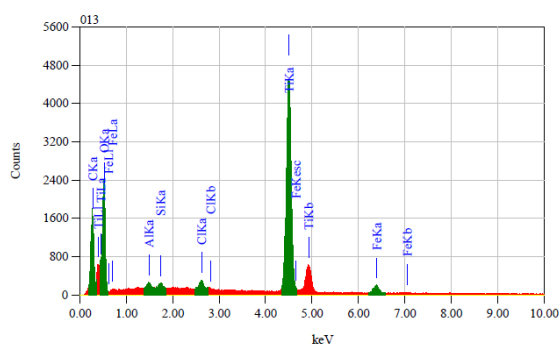
(c) Waktu sonikasi selama 120 menit

Gambar 2. Ukuran diameter partikel sampel limbah hasil pengolahan dari pasir besi

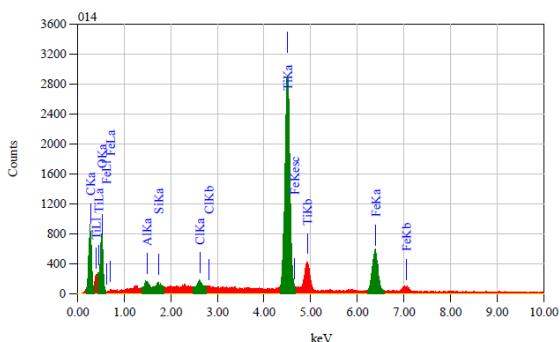
Pada Gambar 2(a), Gambar 2(b) dan Gambar 2(c) menunjukkan bahwa ukuran diameter rata-rata partikel sampel limbah hasil pengolahan pasir besi ini adalah ~ 25 nm, ~ 13 nm dan ~ 12 nm berturut-turut untuk waktu sonikasi selama 60, 90 dan 120 menit. Dengan demikian tampak bahwa sampel limbah hasil pengolahan pasir besi ini telah terdispersi dengan baik dengan waktu optimum sonikasi selama 90 menit.

Langkah berikutnya adalah diperlukan analisa lebih lanjut pada sampel hasil sonikasi 90 menit untuk dapat menunjukkan bahwa sampel limbah hasil pengolahan dari pasir besi ini memiliki fasa yang beragam, yaitu dengan menggunakan analisa difraksi sinar-X. Untuk menganalisa fasa-fasa dengan difraksi sinar-X diperlukan data dukung berupa analisa elementer dari konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi ini menggunakan alat *energy dispersive spectroscopy* (EDS).

Pada Gambar 3 diperlihatkan hasil analisis elementer menggunakan *energy dispersive spectroscopy* pada sampel limbah hasil pengolahan dari pasir besi.



(a) Kurva EDS pengukuran-1



(b) Kurva EDS pengukuran-2

Gambar 3. Analisa unsur dengan menggunakan *energy dispersive spectroscopy*

Spektrum energi yang dihasilkan seperti yang terlihat pada Gambar 3 menunjukkan bahwa unsur yang sangat dominan adalah oksigen (O), silikon (Si), titanium (Ti) dan besi (Fe) yang berturut-turut berada pada energi 0,525 keV, 1.739 keV, 4.508 keV dan 6,398 keV dengan panjang gelombang $K\alpha$. Hal ini berarti bahwa batuan ini memiliki kandungan unsur yang kaya akan titanium (Ti). Walaupun masih terdapat beberapa unsur lain yang terkandung di dalamnya dalam jumlah yang

relatif kecil. Secara rinci kandungan unsur yang ada di dalam konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi ini ditunjukkan pada Tabel 2.

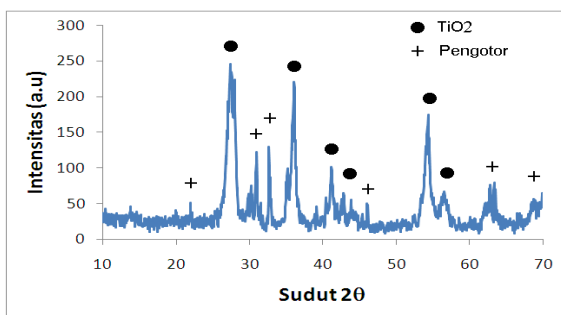
Tabel 2. Hasil analisis elementer menggunakan *energy dispersive spectroscopy*

No.	Unsur	Uji EDS-1 Kandungan (% berat)	Uji EDS-2 Kandungan (% berat)
1.	Besi (Fe)	2,19 ± 0,40	13,47 ± 0,42
2.	Silikon (Si)	0,33 ± 0,13	0,22 ± 0,14
3.	Aluminium (Al)	0,41 ± 0,14	0,56 ± 0,16
4.	Titanium (Ti)	29,81 ± 0,21	33,93 ± 0,21
5.	Chlor (Cl)	0,55 ± 0,10	0,51 ± 0,11
6.	Karbon (C)	16,96 ± 0,08	17,76 ± 0,10
7.	Oksigen (O)	49,74 ± 0,58	33,55 ± 0,68

Pada Tabel 2 tampak bahwa kandungan Titanium total konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi ini sebesar ~ 30 %. Hasil ini menunjukkan bahwa kandungan titanium pada konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi ini lebih potensial dan ekonomis untuk diolah lebih lanjut menjadi titanium dioksida dengan kemurnian tinggi [6].

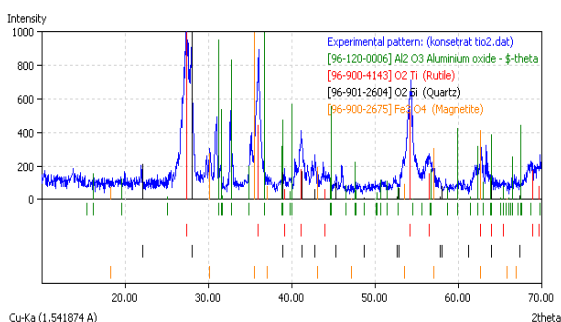
Menurut hasil analisis elementer ini diperlihatkan juga bahwa kandungan unsur di dalam konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi ini sangat kompleks. Beberapa unsur yang terkandung dalam konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi ini kemungkinan besar tidak berdiri sendiri melainkan berikatan satu sama yang lain membentuk senyawa tertentu sesuai kandungan terbesar dari konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi ini. Dengan demikian diperlukan analisis struktural yang dapat mengidentifikasi fasa-fasa yang terdapat dalam konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi tersebut.

Pada Gambar 3 diperlihatkan hasil pengukuran dan identifikasi pola difraksi sinar-X sampel konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi.



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X sampel konsentrat titanium hasil pengolahan dari pasir besi

Gambar 3 menunjukkan bahwa telah terbentuk puncak-puncak difraksi *Bragg* yang menurut referensi terdiri dari fasa TiO₂ (rutile) dan fasa pengotor.



Gambar 4. Identifikasi pola difraksi sinar-X dengan menggunakan program *Match*.

Identifikasi fasa pengotor ini berdasarkan hasil analisis elementer pada Tabel 2 dan menggunakan pencocokan dengan Tabel Hanawalt ditunjukkan pada Gambar 4. Secara detail identifikasi fasa-fasa ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3 ditunjukkan bahwa fasa-fasa mineral yang terkandung di dalam sampel limbah hasil pengolahan dari pasir besi adalah TiO₂ (rutile) dan masih mengandung beberapa pengotor yaitu SiO₂ (quartz), Al₂O₃ (Alumina), dan Fe₃O₄ (magnetite).

Tabel 3. Hasil identifikasi fasa TiO₂ (rutile) pada sampel limbah

No.	TiO ₂ -Referensi		Sampel Limbah		Fasa-Fasa	
	Sudut [°2θ]	Int. Relatif [%]	Sudut [°2θ]	d-spacing [Å]		Int. Relatif [%]
1			21.9721	4.04543	10.03	SiO ₂
2	27.446	100	27.4107	3.25387	100	TiO ₂
3			28.0199	3.1845	81.71	SiO ₂
4			30.2323	2.95631	21.72	Fe ₃ O ₄
5			30.975	2.8871	40.46	Al ₂ O ₃
6			32.646	2.74304	52.04	Al ₂ O ₃
7			35.0943	2.55708	27.65	Al ₂ O ₃
8	36.085	50	36.0644	2.4905	96.04	TiO ₂
9	41.225	25	41.1861	2.19185	36.35	TiO ₂
10			42.8463	2.11069	19.45	SiO ₂
11	44.05	10	44.0904	2.05398	6.74	TiO ₂
12			46.0826	1.96972	12.29	SiO ₂
13	54.322	60	54.3412	1.68828	66.48	TiO ₂
14	56.64	20	56.5167	1.62835	18.63	TiO ₂
15			63.3103	1.469	26.52	Fe ₃ O ₄

Secara umum hasil karakterisasi sampel limbah tersebut adalah sebuah sampel yang memiliki kandungan titanium yang tinggi atau disebut juga dengan konsentrat titanium dioksida. Karena sampel limbah ini memiliki partikel yang sangat halus berukuran nanometer, dengan demikian hasil karakterisasi sampel limbah ini teridentifikasi sebagai bahan nanopartikel konsentrat titanium dioksida (TiO₂).

KESIMPULAN

Karakterisasi limbah hasil pengolahan besi oksida dari sumber daya alam local pasir besi telah berhasil dilakukan. Hasil karakterisasi limbah hasil pengolahan besi oksida (Fe₃O₄) dari bahan baku local pasir besi ini disimpulkan bahwa sampel limbah tersebut adalah nanopartikel konsentrat titanium dioksida (TiO₂) yang memiliki fasa rutile dengan kandungan titanium sebesar atau lebih dari 30%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Pada penelitian ini kami mengucapkan terimakasih kepada Kuasa Pengguna Anggaran Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, DIPA Kelompok Magnet "PENGEMBANGAN SAINS BAHAN MAJU SMART MAGNETIK DARI BAHAN BAKU LOKAL DENGAN TEKNOLOGI NUKLIR UNTUK Mendukung Industri Nasional", Renstra 2015 – 2019, yang telah mendukung kegiatan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Bappenas, *Laporan Pertambangan dan Energi*, 2010.
2. Badan Pusat Statistik, *Produksi Barang Tambang Mineral*, 2010.
3. Pramusanto, Tanjung F., Koesnadi, Muljono D., Satrio M.A. dan Subandi, A., 2000, "Potensi Pemanfaatan Bijih Besi Lokal untuk Kemandirian Industri Baja Nasional", *Prosiding Seminar Sehari Bidang Logam MMI 2000*, Jakarta.
4. Edi H., 2008, Studi pemanfaatan bijih besi (hematite dan magnetit) low grade dan up grade di Indonesia sebagai bahan baku pembuatan besi cor, *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan 2008 Serpong*.
5. Eko S., Agus B.P., Uji Karakteristik Bijih Besi Hasil Penambangan Bijih Besi dari Pulau Belitung, *Prosiding Seminar Nasional Pengolahan Bijih Besi Bandar Lampung*. 2008
6. Badan Pusat Statistik, *Buletin Statistik Perdagangan Luar Negeri*, 2012..
7. Pusat Pengkajian dan Penerapan Teknologi Pengembangan Sumberdaya Mineral, BPPT, "Pemanfaatan Pasir Besi sebagai salah satu alternative Penyediaan Bahan Baku Industri Besi Baja Nasional", makalah dalam *Seminar Lokakarya Pemanfaatan Bahan Baku Lokal untuk Industri Baja Nasional, PT Krakatau Steel, Cilegon*, 2005.
8. Teuku Ishlah, Potensi Bijih Besi Indonesia dalam rangka kerangka Pengembangan Klaster Industri Baja, *Pusat Sumber Daya Geologi*, 2010, merujuk pada Setiawan B., Pardiarto B., Sunuhadi.D.N., Peluang Pemanfaatan Bijih Besi di Indonesia, *Mineral and Energy, Vol.2 No.5 Desember*, hal 45-50, 2004, dan merujuk pada Guilbert, John M., and Park Charles F, 1986, *The Geology of Ore Deposits*, W.H. Freeman and Company, Newyork, p.603-629.
9. Azwar Manaf, "Kegiatan Litbang Pasir Besi (Iron Sand) di Universitas Indonesia", *Seminar Lokakarya Pemanfaatan Bahan Baku Lokal untuk Industri baja Nasional, PT Krakatau Steel, Cilegon*, 2005.
10. Rudi Subagja, 2005, "Pengalaman Pusat Penelitian Metalurgi LIPI dalam Penelitian Pemanfaatan Bijih Besi Titan", *Seminar Lokakarya Pemanfaatan Bahan Baku Lokal untuk Industri Baja Nasional, PT Krakatau Steel, Cilegon*.
11. Swope R. J., Smyth J. R., Larson A. C., "H in rutile-type compounds: I. Single-crystal neutron and X-ray diffraction study of H in rutile Sample: X-ray", *American Mineralogist* 80, 448-453 (1995).

TANYA JAWAB

Pertanyaan

1. Dari hasil pemurnian pasir besi selain TiO_2 masih ada carbon sebanyak 17% dan O sebanyak 40%; apakah pengotor tersebut masih berpengaruh terhadap hasil TiO_2 ?
2. Berapa kadar Ti dalam pasir besi awal dan apakah sudah pernah dihitung analisis ekonominya?

Jawaban

1. Tidak berpengaruh dengan unsur lainnya, karena yang kita perlukan konsentrat titanium
2. Kadar Ti dalam pasir besi sekitar 30%, mengenai analisis ekonominya belum kita perhitungkan karena penelitian ini masih dalam tahap awal.