

Skripsi Fisika

“Sintesis material pasir besi lokal pantai Lere
Parado Bima-NTB dengan metode separasi magnetik
dan pemurnian asam terlarut untuk mendapatkan
Brookit (FeTiO_2)”

OLEH:

TAUFIQ HIDAYAT

H211 12 004



DEPARTEMEN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

MAKASSAR

2019



Skripsi Fisika

“Sintesis material pasir besi lokal pantai Lere
Parado Bima-NTB dengan metode separasi magnetik
dan pemurnian asam terlarut untuk mendapatkan Brookit
(FeTiO₂)”

**Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar
Sarjana Sains Pada program Studi Fisika Departemen Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Hasanuddin**

OLEH :

TAUFIQ HIDAYAT

H211 12 004

DEPARTEMEN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

MAKASSAR

2019



Optimization Software:
www.balesio.com

HALAMAN PENGESAHAN

“Sintesis material pasir besi lokal pantai Lere Parado Bima-NTB
dengan metode separasi magnetik dan pemurnian asam terlarut untuk
mendapatkan Brookit (FeTiO_2)”

Disusun dan diajukan oleh

TAUFIQ HIDAYAT

H211 12 004

Makassar, Januari 2019

Skripsi ini telah diperiksa dan disetujui oleh :

Pembimbing Utama



Prof. Dr. Dahlang Tahir, M.Si

NIP. 197509072000031006

Pembimbing Pertama



Dr. Nurlaela Rauf, M.Sc

NIP. 196006241986012001



PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini merupakan karya orisinal saya dan sepanjang pengetahuan saya tidak memuat bahan yang pernah dipublikasi atau telah ditulis oleh orang lain dalam rangka tugas akhir untuk suatu gelar akademik di Universitas Hasanuddin atau di lembaga pendidikan lainnya di manapun, kecuali bagian yang telah dikutip sesuai kaidah yang berlaku. Saya juga menyatakan bahwa skripsi ini merupakan hasil kerja saya sendiri dan dalam batas tertentu dibantu oleh pihak pembimbing.

Penulis


TAUFIQ HIDAYAT



ABSTRAK

Sintesis material pasir besi lokal dengan metode separasi magnetik dan pemurnian asam terlarut. Pasir besi lokal pantai Lere Parado Bima-NTB sebagai bahan dasar. Proses pemurnian diawali dengan pemisahan menggunakan batang magnet sebanyak 15 kali selanjutnya direndam kedalam larutan HCL 37% selama 1 jam. Selanjutnya dilakukan pengeringan dengan alat furnance selama 3 jam pada temperatur 100°C dan pengujian XRF dan XRD dari setiap proses pemurnian. Hasil pemurnian dan sintesis menunjukkan persentasi Bahwa hasil uji awal XRF dengan setelah proses pemurnian pertama sampel S (1,2,3 dan 4) mengalami kenaikan kandungan senyawa : (S1 : Fe₂O₃ sebesar 1.64%, S2 : 7.33%, S3 : 3.24%, S4 : 12.76%), sementara TiO₂, proses pemurnian pertama terjadi penurunan kandungan senyawa dengan persentasi (S1 : 1.56% S2 : 0.95% S3: 2.17% S4 : 0.95) Sedangkan pada pemurnian kedua didapatkan kenaikan kandungan senyawa S1 : 0.6%, S4 : 0.5%. Dari target pemurnian senyawa 90%, terpenuhi dengan jumlah kandungan senyawa 98,16% dan 99,56%. Pengujian XRD teridentifikasi fasa magnetit (Fe₃O₄) dan hematit (Fe₂O₃) dan Titanium doksida (TiO₂) dengan persentasi Fe₂O₃ 71.11%, Fe₃O₄ 12.2%, TiO₂ 16.62%. Data hasil penambahan serbuk Ti sebanyak 0.1 gram pada sampel dengan massa 1 gram teridentifikasi fasa Fe₂O₃ 19.45%, Fe₃O₄ 3.60%, TiO₂ 76.93%.

Kata kunci : *Pemurnian*, pasir besi, larutan HCL, XRF, XRD, fasa, Hematit, Magnetit, Titanium dioksida.



ABSTRACT

Synthesis of local iron sand material by the method of magnetic separation and purification of dissolved acids. Local iron sand Lere Parado beach Bima-NTB as basic material. The purification process begins with the separation using a magnetic bar 15 times and then immersed into 37% HCL solution for 1 hour. Then drying with a furnace for 3 hours at a temperature of 100oC and testing XRF and XRD from each refining process. Purification and synthesis results show the percentage that the results of the initial XRF test after the first purification process of samples S (1,2,3 and 4) have increased compound content: (S1: Fe₂O₃ of 1.64%, S2: 7.33%, S3: 3.24%, S4: 12.76%), while TiO₂, the first purification process decreases the compound content by percentage (S1: 1.56% S2: 0.95% S3: 2.17% S4: 0.95) Whereas in the second purification there is an increase in S1 compound content: 0.6%, S4: 0.5%. From the target of 90% compound purification, it was fulfilled with the compound content of 98.16% and 99.56%. XRD testing identified magnetite (Fe₃O₄) and hematite (Fe₂O₃) and Titanium dioxide (TiO₂) phases with a percentage of 71.11% Fe₂O₃, 12.2% Fe₃O₄, 16.62% TiO₂. Data from the addition of 0.1 grams of Ti powder on a sample of 1 gram mass identified Fe₂O₃ 19.45%, Fe₃O₄ 3.60%, TiO₂ 76.93%.

Keywords : Purification, iron sand, acid HCL, XRF, XRD, phase, Hematite, Magnetite, Titanium dioxide.



KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Segala puji bagi Allah SWT atas izin dan karunia yang telah dilimpahkan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul : “Sintesis material pasir besi lokal pantai Lere Parado Bima-NTB dengan metode separasi magnetik dan pemurnian asam terlarut untuk mendapatkan Brookit (FeTiO_2)”, yang merupakan tugas akhir untuk melengkapi persyaratan mencapai gelar sarjana strata satu Fisika Program Studi Fisika pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Penulis menyadari bahwa penyelesaian skripsi ini tidak lepas dari bimbingan, bantuan, dukungan, serta motivasi dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini, izinkan penulis mengucapkan terima kasih yang tak terhingga khususnya kepada kedua orang tua penulis, Ayahanda **ADRUS AR** dan Ibunda **JUBAIDAH (Almh)** yang tak pernah bosan membesarkan, mendidik serta memberikan kasih sayang dan do'a terbaiknya yang tak pernah putus kepada anaknya, serta saudara-saudariku (**Arif Rahman, Mukhlisah, Rita Muflihah, Khaerunnisa**) yang selalu memberikan dukungan dan doa serta semangat. Juga keluarga besarku (**Abdurrahman dan H.M.Nur**) yang selalu mendo'akan yang terbaik untuk penulis.

Penulis juga ingin menyampaikan penghormatan dan rasa terima kasih yang tulus serta penghargaan yang sebesar-besarnya kepada:

1. Kepada Prof.Dr. Dwia Aries tina Pulubuhu, Rektor Universitas Hasanuddin serta jajarannya.
 2. Dr. Eng. Amiruddin, Dekan Fakultas MIPA Unhas serta jajarannya.
- H.Arifin,MT selaku ketua Departemen Fisika Fakultas MIPA Unhas serta jajarannya.



4. Pembimbing utama saya bapak Prof. Dr. Dahlang Tahir, M.Si yang telah membimbing saya dalam tugas akhir ini sampai selesai.
5. Pembimbing Pertama saya ibu Dr. Nurlaela Rauf, M.Sc yang telah membimbing saya dalam tugas akhir ini.
6. Penasihat Akademik ibu Sri Suryani, DEA dan juga penguji skripsi yang telah banyak memberikan nasehat selama kuliah di fisika Unhas dan juga saran yang membangun dalam penyempurnaan skripsi.
7. Kepada Pak Paulus dan Ibu Nurhasanah yang telah menjadi penguji skripsi fisika saya, serta saran dan masukan-masukannya demi kesempurnaan skripsi ini.
8. .Seluruh pegawai dan laboran dilingkup fmipa unhas Makassar yang telah membantu saya dalam penelitian ini.
9. Seluruh Bapak dan Ibu dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah mendidik dan membagi ilmunya kepada penulis.
10. Teman **SD,SMP dan SMA** saya yang selalu mendukung saya untuk lanjut studi kemakassar
11. Teman-teman **11 Januari** (Bina Kader 2012) yang selalu semangatkocak, menemani, mengingatkan dan menghibur saya dalam penyelesaian studi dan kenangan indah yang telah di ukir dan tinggalkan. Sukses ki semua saudaraku
12. Kepada teman-teman di IMPAR MAKASSAR yang telah menjadi tempat belajar dan bermain saya selama di MAKASSAR. teman-teman **komunitas PAGUYUBAN BIMA,DOMPU, NTB**. Terima kasih semuanya.
12. Untuk kanda-kanda senior dan adik-adik **KM FMIPA** Unhas.

menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, untuk itu kritik yang bersifat membangun sangatlah diharapkan.



Akhir kata penulis mengharapkan semoga peneltian ini dapat berguna dan bermanfaat bagi penulis dan pihak lain yang membutuhkan.

Makassar, 11 Januari 2019

Penulis



DAFTAR ISI

BAB I PENDAHULUAN

I.1 Latar belakang.....	1
I.2 Ruang lingkup.....	2
I.3 Tujuan penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Pasir besi.....	4
II.2 Besi.....	5
II.3 Proses oksida besi.....	7
II.3.1 Titanium Dioksida (TiO ₂).....	10
II.4 Analisis alat XRF dan XRD.....	11
II.4.1 X-Ray Fluorencence (XRF)	11
II.4.2 X-Ray Diffraction (XRD).....	12

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Lokasi Penelitian.....	15
III.2 Alat dan Bahan.....	15
III.3 Prosedur Penelitian.....	15
III.4 Bagan alir penelitian	17

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 Analisis data hasil uji XRF.....	18
---------------------------------------	----



IV.2 Analisis data hasil uji XRD.....20

BAB V PENUTUP

V.1 Kesimpulan..... 22

V.2 Saran 23

DAFTAR PUSTAKA 24

LAMPIRAN



BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Pasir besi merupakan salah satu endapan besi yang dimanfaatkan sebagai bahan campuran dalam industri semen dan mempunyai prospek untuk dikembangkan sebagai bahan baku besi baja yang sesuai perkembangan teknologi. Saat ini penggunaan pasir besi masih sangat terbatas dan belum dimanfaatkan secara optimal serta lebih banyak di ekspor dalam bentuk bahan mentah (*raw material*), namun harus diketahui bahwa pasir besi memiliki manfaat sebagai sumber material magnetik yang digunakan dalam bidang elektronika, energi, kimia, ferrofluida, katalis, dan diagnosa medik sedangkan titanium dioksida dimanfaatkan secara luas untuk berbagai keperluan seperti cat, pelindung sinar matahari, dan pemanfaatan warna laser[1].

Pasir besi yang ada di daerah pantai berasal dari basal gunung disekitarnya. Pasir tersebut berwarna hitam dengan struktur lapisan warna yang heterogen, lapisan atas memiliki warna hitam pekat dan lapisan bawah memiliki warna abu-abu [2].

Sebagai material dasar untuk konstruksi bangunan seperti; beton bertulang, jembatan dan senjata serta alat transportasi, sehingga bahan baku besi untuk kebutuhan industri sangat diperlukan. Untuk memenuhi kebutuhan tersebut diperlukan pencarian bahan baku besi yang berpotensi untuk dikembangkan [3].

Pasir besi berwarna abu-abu gelap atau berwarna hitam yang mengandung (Fe_3O_4), titanium, silika, mangan, kalsium dan vanadium. Pasir besi dapat dengan berbagai metode untuk mendapatkan produk nanomaterial diantaranya;



spray pyrolysis, forced hydrolysis, reaksi oksidasi reduksi besi hidroksida, irradiasi *microwave* besi hidroksida, hidrotermal, *sonochemical, sol gel* dan metode kopresipitasi kimia [4].

Semua metode memiliki kelebihan dan kelemahan masing-masing, namun semuanya dapat dilakukan sebagai metode pemurnian dan sintesis pasir besi, seperti metode sol gel membutuhkan bahan dasar yang relatif mahal, pembentukan gel yang cukup lama. Metode kopresipitasi membutuhkan waktu yang lama untuk menghasilkan fasa murni hasil uji.[1][5].

Sebagai pembanding metode-metode diatas, maka dilakukan sintesis pasir besi dengan suatu metode yang dapat menghasilkan tingkat kemurnian material yang tinggi dan sederhana yaitu metode separasi magnetik dan pemurnian asam terlarut, maka rumusan masalah yang diangkat pada penelitian ini adalah sintesis material pasir besi lokal dengan menggunakan metode separasi magnetik dan pemurnian asam terlarut untuk mendapatkan Brookit (FeTiO_2) berdasarkan hasil uji alat XRF dan XRD.

I.2 Ruang Lingkup

Penelitian ini dibatasi pada sintesis material pasir besi lokal dengan menggunakan metode separasi magnetik dan pemurnian asam terlarut untuk mendapatkan Brookit (FeTiO_2) dan menganalisis hasil uji alat XRF dan XRD.



I.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan yang ingin dicapai pada penelitian ini adalah sintesis material pasir besi lokal dengan menggunakan metode separasi magnetik dan pemurnian asam terlarut untuk mendapatkan Brookit (FeTiO_2) dan menganalisis hasil uji alat XRF dan XRD.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Pasir Besi

Pasir besi merupakan salah satu sumber material magnetik yang banyak digunakan dalam berbagai bidang seperti elektronika, energi, kimia, ferrofluida, katalis, diagnosa medik dan berbagai industri. Pasir besi sebagai salah satu bahan baku utama dalam industri baja dan industri alat berat lainnya di Indonesia, sehingga keberadaannya akhir-akhir ini memiliki peranan yang sangat penting di Indonesia dan bahkan ditingkat internasional. Pasir besi adalah endapan pasir yang mengandung partikel bijih besi (magnetit), yang terdapat di sepanjang pantai, terbentuk karena proses penghancuran oleh cuaca, air permukaan dan gelombang terhadap batuan asal yang mengandung mineral besi seperti magnetit, ilmenit, oksida besi, kemudian terakumulasi serta tercuci oleh gelombang air laut [1][6].

Pertumbuhan industri baja di dalam negeri maupun internasional yang memicu memenuhi kebutuhan bahan baku besi, berdampak kepada harga komoditi besi di pasaran dunia, menyebabkan para investor mulai tertarik akan kemungkinan menanamkan investasi dibidang pertambangan khususnya bijih besi. Pada saat ini, besi diperlukan sebagai material dasar untuk kontruksi bangunan beton bertulang,

dan juga kontruksi, senjata, alat-alat transportasi yang pemakaiannya meningkat, sehingga bahan baku besi untuk kebutuhan industri tersebut perlukan. Pemanfaatan pasir besi untuk pengolahan dalam dunia industri



logam diberbagai negara sangatlah besar. Salah satunya yakni Amerika yang telah memanfaatkan mineral pasir besi dengan kadar besi (Fe) >35% [7].

Besi yang diperoleh dari bijih besi ditemukan dalam bentuk besi oksida. Oksida logam ini ditemukan dalam dua fase di dalam pasir besi yaitu Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 yang berkontribusi dalam sifat kemagnetan. Fe_2O_3 Memiliki interaksi lebih lemah di dalam medan magnet dibandingkan Fe_3O_4 . Pasir ini lebih dimanfaatkan dalam bidang *material science* dan nilai ekonomi yang lebih tinggi dan ramah lingkungan. Bijih besi dalam bentuk endapan pasir biasanya mengandung kadar Fe 38%–59% [8].

Pasir besi adalah sejenis pasir dengan konsentrasi besi yang signifikan. Hal ini biasanya berwarna abu-abu gelap atau berwarna kehitaman. Telah diketahui bahwa endapan pasir besi dapat memiliki mineral–mineral seperti magnetit, hematit, dan maghemit [9].

II.2 Besi

Besi merupakan logam yang sangat luas penggunaannya. Besi dapat diperoleh dari proses ekstraksi bijih besi, salah satunya adalah pasir besi. Pasir besi dapat diolah menjadi besi yang dapat digunakan untuk memenuhi kebutuhan besi khususnya di Indonesia [10].

Sumber daya mineral yang sangat melimpah di Indonesia salah satunya adalah pasir besi. Salah satu produk samping komoditas mineral pasir besi yang dapat

unggulan produk adalah titanium dioksida (TiO_2) yang berupa konsentrat dioksida. Konsentrat titanium dioksida ini merupakan hasil limbah dari an 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 [11].

Perkembangan teknologi nanopartikel 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. 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 [5][12].

Pasir besi juga merupakan bahan alam yang banyak tersedia di Indonesia dan memiliki kekuatan yang hebat sehingga banyak dimanfaatkan oleh manusia, Pasir besi pada umumnya mempunyai komposisi utama besi oksida (Fe_2O_3), silikon oksida (SiO_2), serta senyawa-senyawa lain dengan kadar yang lebih rendah. Komposisi kandungan pasir dapat diketahui setelah dilakukan pengujian, misalnya dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*. Pasir besi di Indonesia umumnya banyak ditambang di areal sungai atau dasar sungai karena lebih mudah dijangkau [12].

Besi merupakan logam yang paling banyak terdapat di alam. Besi juga sebagai unsur yang paling banyak membentuk bumi, yaitu kira-kira 4,7 - 5% dari total massa bumi. Besi adalah logam yang dihasilkan dari bijih besi dan jarang



dijumpai dalam keadaan bebas, kebanyakan besi terdapat dalam batuan dan tanah sebagai oksida besi, seperti oksida besi magnetit (Fe_3O_4) mengandung besi 65%, hematit (Fe_2O_3) mengandung 60 – 75% besi, limonit ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) mengandung 20% besi dan siderit (Fe_2CO_3) mengandung 10% besi. Besi merupakan logam paling umum digunakan dibandingkan logam-logam yang lain sebagai paduan logam [13].

II.3 Proses Oksida Besi

Mineral yang mendominasi pasir besi adalah magnetit (Fe_3O_4) (Yulianto, 2003). Beberapa produk industri untuk berbagai keperluan ternyata dibuat dengan bahan dasar magnetit yang banyak terdapat pada pasir besi, misalnya sebagai tinta kering (*toner*) pada mesin *photo-copy* dan *printer* laser (Irvan dan Bijaksana, 2006) dan sebagai bahan dasar pembuatan besi baja yang telah dilakukan studinya dalam bentuk pellet [14].

Selain itu, mineral magnetit pasir besi juga sangat potensial diolah menjadi bahan industri lain, seperti pewarna serta campuran (*filter*) untuk cat. sehingga hal ini dapat meningkatkan nilai ekonomis pasir besi dengan menambahkan oksigen (oksidasi) pada magnetit akan mengubah bahan ini menjadi hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), bergantung pada temperatur proses. Hematit yang dihasilkan dari oksidasi magnetit lebih banyak dimanfaatkan sebagai bahan dasar dalam industri baja dibandingkan magnetit, karena mempunyai sifat mekanik yang kuat dan tidak mudah korosi [15].

Magnetit merupakan mineral yang bersifat feromagnetik. Proses oksidasi dilakukan pada magnetit akan mempengaruhi sifat kemagnetannya. Salah satu yang dapat digunakan untuk melihat perubahan sifat kemagnetan suatu bahan



adalah suseptibilitas magnetik. Suseptibilitas merupakan besaran yang bergantung arah, temperatur, keadaan tekanan dan medan magnet luar (Tauxe, 1998). Untuk perhitungan suseptibilitas yang bergantung arah digunakan metode AMS (*Anisotropy Magnetic Susceptibility*). Beberapa peneliti sebelumnya telah melakukan penelitian yang berhubungan dengan perhitungan nilai suseptibilitas mineral magnetik pasir besi dan oksidasi magnetik pasir besi menjadi hematit [14].

Penelitian tentang produksi hematit melalui oksidasi magnetit pasir besi pada temperatur 500°C, 600°C dan 700°C, masing-masing selama 15 jam. Pasir besi yang digunakan berasal dari pesisir Jawa Tengah. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses oksidasi menghasilkan perubahan warna dari hitam mengkilat menjadi ungu kecoklatan pada 500°C dan ungu pada 600°C dan 700°C yang sudah sangat menyerupai hematit hasil produk Pfizer (America). Nilai suseptibilitas magnetik mineral hasil oksidasi pada temperatur 600°C dan 700°C masing-masing $4,45 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{kg}$ dan $2,53 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{kg}$ lebih kecil dibandingkan mineral magnetit asalnya yaitu sekitar $4,0 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{kg}$ [16].

Mineral utama penyusun pasir besi yang digunakan adalah magnetit dengan nilai suseptibilitas magnetik yang tinggi yaitu $2,58 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{kg}$. Pengaruh variasi temperatur terhadap bentuk bulir mineral magnetik pasir besi yang juga diambil dari daerah tersebut. Sampel dipanaskan selama 1 jam pada temperatur 100°C, 200°C, 300°C, 400°C dan 500°C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai suseptibilitas

apat berkisar dari $2116,7 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ sampai dengan $2523,1 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ ga bahwa mineral utama penyusun pasir besi tersebut adalah ilmenit [16].



Bentuk bulir mineral magnetik dari pasir besi berubah dari bentuk *prolate* menuju bentuk bola jika dipanaskan sampai temperatur 300°C, tetapi akan kembali menuju bentuk *prolate* jika dipanaskan melebihi temperatur 300°C. Berdasarkan hal-hal tersebut, maka dilakukan penelitian untuk menganalisis perubahan nilai suseptibilitas magnetik pada proses oksidasi magnetit menjadi hematit pada pasir besi. Pasir besi yang digunakan juga berasal dari Pantai Sunur, Kota Pariaman, Sumatera Barat. Perhitungan nilai suseptibilitas dimulai untuk sampel-sampel tanpa oksidasi dan selanjutnya untuk sampel-sampel yang dioksidasi pada temperatur 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, 600°C, 700°C dan 800°C masing-masing selama 15 jam. Nilai suseptibilitas sampel diukur menggunakan *Bartington magnetic susceptibility* tipe MS2B dengan metode AMS dengan lima belas arah yang berbeda. Selanjutnya analisis suseptibilitas tersebut dihubungkan dengan perubahan warna mineral hasil oksidasi dan jenis mineral yang ditentukan menggunakan metoda difraksi sinar-X [16].

Material yang memiliki sifat magnet diantaranya material-material oksida besi seperti hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), ilmenite (FeTiO_3), dan magnetit (Fe_3O_4), material sulfida besi seperti pirhotit (Fe_7S_8), dan greigit (Fe_3O_4). Penelitian penggunaan material oksida besi banyak dilakukan dalam berbagai bidang. Oksida besi maghemit digunakan sebagai bahan superkapasitor suatu elektroda. Magnetit banyak digunakan sebagai agen *drug delivery* untuk membawa obat ke bagian

ubuh manusia dan agen kontras pada *magnetic resonance imaging* (MRI).
material magnetik yang digunakan biasanya berasal dari prekursor
 Fe_2O_3 dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ atau $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Namun, prekursor



tersebut relatif mahal dan menghasilkan limbah baru. Oleh karena itu, diperlukan sumber material magnetik yang lebih efektif, efisien, dan ramah bagi lingkungan untuk mengganti precursor tersebut. Sumber material magnetik tersebut dapat diganti dengan material magnetik yang berasal dari pasir besi alam. Pasir besi pada umumnya mempunyai komposisi utama oksida besi yaitu magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), beberapa senyawa oksida lain seperti Al_2O_3 , MgO , dan SiO_2 [13][14].

Bijih besi dalam endapan pasir besi memiliki komposisi dengan kadar yang bervariasi di setiap wilayah. Bijih besi yang berasal dari Sukabumi Jawa Barat memiliki komposisi kimia yaitu Fe 76,93%, Ti 21,02%, Mn 0,91%, Zn 0,08%, Nb 0,03%, V 0,36%, Sn 0,07% dan Sb 0,14%. Oleh karena itu, perlu dilakukan identifikasi material pasir besi untuk mengetahui kandungan dan kadar komposisi pasir besi dari suatu wilayah. Bijih besi yang diperoleh dari pasir besi biasanya bercampur dengan tanah, sehingga dibutuhkan suatu cara untuk memurnikan pasir besi [10].

II.3.1 Titanium Dioksida (TiO_2)

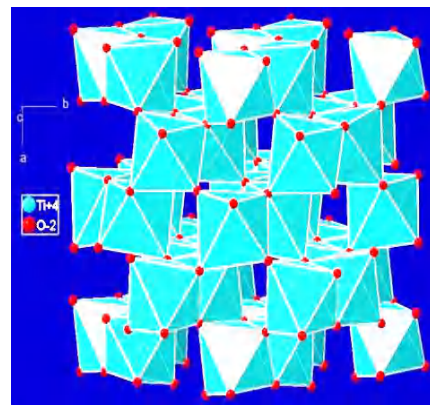
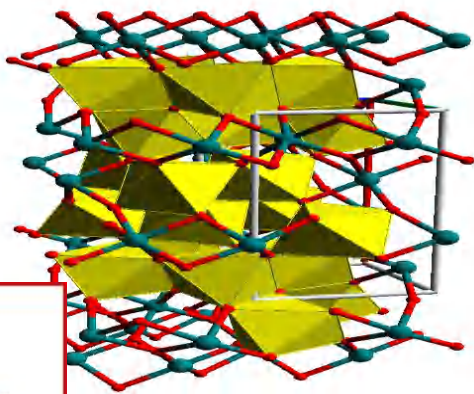
Titanium Oksida (TiO_2) merupakan padatan berwarna putih, mempunyai berat molekul 79,90; densitas $4,26 \text{ g/cm}^3$; tidak larut dalam HCl, HNO_3 dan aquaregia, tetapi larut dalam asam sulfat pekat membentuk titanium sulfat (TiSO_4) (Cotton et al., 1988: 811). TiO_2 tidak menyerap cahaya tampak tetapi mampu menyerap radiasi UV sehingga dapat menyebabkan terjadinya radikal hidroksil pada pigmen sebagai

s. Reaktivitas TiO_2 terhadap asam tergantung temperatur saat dipanaskan



Partikel TiO_2 telah cukup lama digunakan sebagai fotokatalis pendegradasi berbagai senyawa organik. TiO_2 merupakan semikonduktor yang memiliki fotoaktivitas dan stabilitas kimia tinggi serta tahan terhadap fotokorosi dalam semua kondisi larutan kecuali pada larutan yang sangat asam atau mengandung fluorid. TiO_2 juga bersifat nontoksik, memiliki sifat redoks, yaitu mampu mengoksidasi polutan organik dan mereduksi sejumlah ion logam dalam larutan. TiO_2 mempunyai tiga jenis bentuk kristal diantaranya rutil (tetragonal), anatase (tetragonal), brokit (ortorombik). Diantara ketiganya, TiO_2 kebanyakan berada dalam bentuk rutil dan anatase yang keduanya mempunyai struktur tetragonal. Secara termodinamik kristal anatase lebih stabil dibandingkan rutil [17].

Berdasarkan ukurannya, anatase secara termodinamika stabil pada ukuran kristal kurang dari 11 nm, brokit antara 11-35 nm dan rutil lebih dari 35 nm. Rutil mempunyai stabilitas fase pada temperatur tinggi dan mempunyai band gap sebesar 3,0 eV (415 nm), sedangkan anatase yang terbentuk pada temperatur rendah memiliki band gap sebesar 3,2 eV (380 nm) (Licciuli, 2002). Bentuk fase TiO_2 brokit dapat dilihat pada Gambar [17].



Gambar. 2.1 brookit [17].

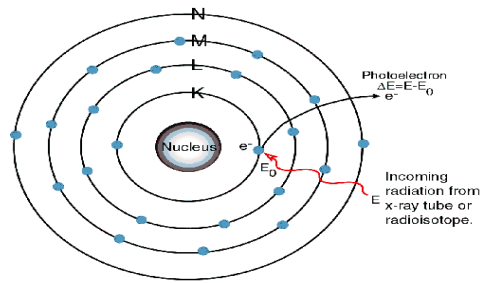
II.4 Analisis Alat XRF dan XRD

II.4.1 X-Ray Fluorencence (XRF)

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi dari peristiwa efekfotolistrik. Efekfotolistrik terjadi karena elektron dalam atom sampel terkena berkas berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Sinar-X yang dihasilkan merupakan gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (*discreet*) yang berasal bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum discreet yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan [18].

Spektrometri XRF memanfaatkan sinar-X yang dipancarkan oleh bahan yang selanjutnya ditangkap detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam bahan. Bahan yang dianalisis dapat berupa padat massif, pelet, maupun serbuk. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Sinar-X yang dihasilkan dari peristiwa seperti peristiwa tersebut diatas ditangkap oleh oleh detektor semi konduktor Silikon Litium (SiLi) [19].

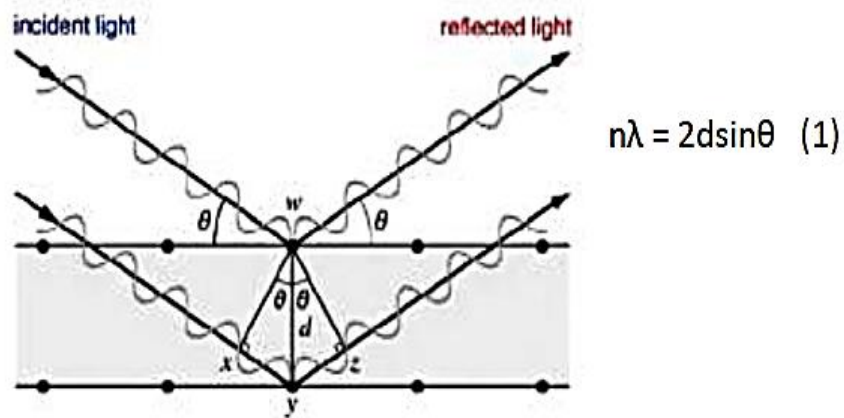




Gambar 2.2 kekosongan elektron pada kulit L [19].

II.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Dalam dunia instrumentasi *X-Ray Diffraction (XRD)* merupakan suatu metode karakterisasi dan identifikasi yang digunakan untuk menentukan jarak antar atom, bentuk kristal dan ukuran kristal. Prinsip XRD ini ialah dengan melihat sudut pantul dari sinar yang di tembakkan ke sampel. Karena setiap materi akan memiliki sudut pantul yang spesifik. Pada XRD digunakan sudut 2θ sebagai suatu variabel untuk mengukur sudut pantul dari tiap atom [20][21].



Gambar 2.3 Hasil Difraksi sinar X [21].



eralatan yang digunakan adalah XRD (*merk Philips*). Hasil difraksi sinar-x
 m pada kertas dengan sumber pancaran radiasi Cu Ka dan dengan filter

nikel. Data difraksi sinar-X daripada sampel kemudian dibandingkan dengan kartu JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standard*). Dari nilai difraksi sinar-X yang menghasilkan intensitas dan sudut difraksi, dianalisis untuk menentukan jenis struktur kristalnya dengan mencocokkan pada data ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) untuk semua sampel yang di uji. Pada metode difraksi, hukum Bragg haruslah dipenuhi, karena itu perlu diatur orientasi kristal terhadap berkas datang [22].

Metode difraksi sinar-x dapat dibedakan menjadi:

1. Metode kristal tunggal. Metode ini sering digunakan untuk menentukan struktur kristal, dalam ini dipakai berbentuk kristal tunggal.
2. Metode serbuk (*powder Method*).

Metode lebih cepat dan lebih sederhana dibandingkan dengan metode kristal tunggal. Metode serbuk ini dapat digunakan untuk menganalisa bahan apa yang terkandung di dalam suatu sampel juga dapat ditentukan secara kuantitatif. Pada penelitian ini dipergunakan metode serbuk. Informasi yang dapat diperoleh dari data difraksi sinar X ini yaitu: (1) Posisi puncak difraksi memberikan gambaran tentang parameter kisi (a), jarak antar bidang (d_{hkl}), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan; (2) intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan; (3) bentuk puncak difraksi memberikan gambaran tentang ukuran kristalit dan ketidaksempurnaan kisi [22].

