

Artikel Riset

Identifikasi Oksida Besi dan Pengaruh Pencucian Material Magnetik Pasir Besi Pantai Jomblo menggunakan Metode Sonokimia

Ricka Prasdiantika^{1*}, Niyar Candra Agustin², Abdul Rohman¹

¹ Program Studi Teknik Elektro, Fakultas Teknik, Universitas Pandanaran, Jl. Banjarsari Barat No. 1 Pedalangan, Banyumanik, Semarang, Indonesia 50268

² Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Pandanaran, Jl. Banjarsari Barat No. 1 Pedalangan, Banyumanik, Semarang, Indonesia 50268

* Penulis korespondensi, e-mail: ricka.prasdiantika@gmail.com

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mempreparasi pasir besi, menentukan jenis oksida besi, dan mengetahui pengaruh pencucian pasir besi dengan metode sonokimia. Sampel pasir besi diperoleh dari Pantai Jomblo, Kabupaten Kendal. Material magnetik pasir besi dipisahkan menggunakan magnet eksternal. Material magnetik yang diperoleh kemudian dicuci menggunakan akuades yang diaduk secara manual dan menggunakan metode sonokimia. Material dikeringkan pada temperatur 80°C. Karakterisasi material dilakukan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui unsur-unsur yang ada dalam pasir besi, *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) *Spectrophotometer* untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang ada dalam pasir besi, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui ukuran kristal dan kristalinitas pasir besi, dan *Transmission Electron Microscope* (TEM) untuk mengetahui morfologi pasir besi. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa pasir besi Pantai Jomblo mengandung unsur Fe (72,28%), Ti (7,89%), Al (7,00%), dan Si (7,60%). Oksida besi yang terkandung pada pasir besi Pantai Jomblo didominasi oleh magnetit (Fe_3O_4). Pencucian material magnetik pasir besi menggunakan metode sonokimia mampu meningkatkan komposisi unsur Fe, meningkatkan kristalinitas material magnetik, mencegah terjadinya agregasi, dan memperkecil ukuran kristal material magnetik. Material magnetik yang dicuci menggunakan metode sonokimia menghasilkan unsur Fe sebanyak 79,47%, kristalinitas 74,94%, dan ukuran kristal 52,78 nm.

Kata Kunci: oksida besi; material magnetik; pasir besi; Pantai Jomblo; sonokimia

Abstract

This study aims to prepare iron sand, determine the type of iron oxide, and determine the effect of washing iron sand with sonochemical methods. Iron sand samples were obtained from Jomblo Beach, Kendal Regency. Iron sand was separated using an external magnet to obtain magnetic material. The magnetic material obtained was washed using distilled water manually stirred and using the sonochemical method. The material was dried at 80 °C. Material characterization was carried out using X-Ray Fluorescence (XRF) to determine the elements contained in iron sand, Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectrophotometer to identify functional groups in iron sand, X-Ray Diffraction (XRD) to find out the crystal size and crystallinity of iron sand, and the Transmission Electron microscope (TEM) to determine the morphology

of iron sand. The characterization results showed that the iron sand of Jomblo Beach contained Fe (72.28%), Ti (7.89%), Al (7.00%), and Si (7.60%). The iron oxide contained in the Jomblo Beach iron sand was dominated by magnetite (Fe_3O_4). Washing iron sand magnetic material using the sonochemical method increased the composition of the element Fe, increased the crystallinity of the magnetic material, prevented aggregation, and reduced the crystal size of the magnetic material. Magnetic material which was washed using the sonochemical method produced 79.47% Fe element, crystallinity 74.94%, and crystal size 52.78 nm.

Keywords: Iron oxide; magnetic material; iron sand; Jomblo Beach; sonochemistry

1. Pendahuluan

Saat ini, magnet dimanfaatkan secara luas pada berbagai bidang termasuk elektronika, elektrokimia, katalitik, dan ilmu kedokteran (Cohen *et al.*, 2006; Jiang *et al.*, 2016; Pang *et al.*, 2015; Yang *et al.*, 2016). Pengembangan industri magnet memiliki peranan yang sangat penting karena teknologi pada bidang-bidang tersebut memiliki ketergantungan terhadap penggunaan magnet sebagai salah satu komponen atau bahan baku di dalamnya (Anwar, 2011). Material yang memiliki sifat magnet diantaranya material-material oksida besi seperti maghemit ($\gamma-Fe_2O_3$); hematit ($\alpha-Fe_2O_3$); ilmenit ($FeTiO_3$); dan magnetit (Fe_3O_4), material sulfida besi seperti pirhotit (Fe_7S_8); dan greigit (Fe_3S_4) (Hunt *et al.*, 1995). Penelitian aplikasi material oksida-oksida besi sudah banyak dilakukan dalam berbagai bidang (Mahdavi *et al.*, 2013).

Oksida besi magnetit banyak digunakan sebagai agen *drug delivery* untuk membawa obat ke bagian tertentu tubuh manusia dan agen kontras pada *magnetic resonance imaging* (MRI) (Mahdavi *et al.*, 2013). Maghemit digunakan sebagai bahan pembuatan superkapasitor suatu elektroda (Chougale and Fulari, 2014). Material nanopartikel magnetik dimodifikasi dengan senyawa polimer kemudian diaplikasikan untuk mengadsorpsi ion-ion logam seperti ion logam Cd(II), ion logam Cu(II), ion logam Zn(II), dan ion logam Pb(II) (Ge *et al.*, 2012). Material magnetik tersebut biasanya disintesis di laboratorium menggunakan metode co-presipitasi (Legodi and de Waal, 2007). Sumber material magnetik yang digunakan berasal dari prekursor $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (Susanto dkk., 2016; Zhang *et al.*, 2013) dan $FeCl_2 \cdot 4H_2O$, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (Iida *et al.*, 2007), atau $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ (Chung *et al.*, 2012). Akan tetapi, prekursor $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, $FeCl_2 \cdot 4H_2O$, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, dan $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ dapat menghasilkan limbah dan cukup mahal. Oleh karena itu, diperlukan sumber material magnetik lain yang lebih ramah lingkungan, dan murah. Sumber material magnetik tersebut dapat diganti dengan material magnetik pasir besi (Prasdiyantika dan Susanto, 2016). Pasir besi mengandung oksida besi yaitu maghemit ($\gamma-Fe_2O_3$), hematit ($\alpha-Fe_2O_3$), magnetit (Fe_3O_4), dan beberapa oksida lain seperti Al_2O_3 , MgO, dan SiO_2 (Cornell and Schwertmann, 2003; Komatina and Gudenau, 2004). Pasir besi di Indonesia ditemukan di berbagai pesisir pantai seperti pantai Masang Sumatera Barat (Mufit dkk., 2013), pantai selatan Pulau Jawa (Ansori, 2013) pesisir pantai Sulawesi Tenggara (Prasdiyantika dan Susanto, 2016), dan pesisir pantai Kabupaten Kendal (Dinas ESDM Jawa Tengah, 2018).

Pesisir pantai Kabupaten Kendal memiliki potensi mineral pasir besi yang sangat besar yaitu 2,9 juta ton (Dinas ESDM Jawa Tengah., 2018). Salah satu pesisir pantainya yaitu pantai Jomblo di Desa Margorejo, Kecamatan Cepiring, Kabupaten Kendal, Jawa Tengah. Potensi pasir besi yang cukup besar pada pesisir pantai Jomblo seharusnya dapat memberikan kontribusi yang baik sebagai sumber material magnetik. Namun, sampai saat ini belum ada pengoptimalan potensi mineral pasir besi tersebut. Oleh karena itu, perlu dilakukannya penelitian untuk mengoptimalkan potensi pasir besi yang ada di pesisir pantai Kabupaten Kendal khususnya pada pantai Jomblo. 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 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%) (Setiawati *et al.*, 2013), dan Pesisir Pantai Desa Lansilowo Sulawesi Tenggara

memiliki pasir besi yang mengandung unsur Fe sebesar 46,13%, Cr sebanyak 28,08%, Mg sebanyak 10,11%, Si sebanyak 8,20%, dan unsur minor lainnya (Prasdiantika dan Susanto, 2016).

Oleh karena itu, perlu dilakukan identifikasi material pasir besi untuk mengetahui kandungan dan kadar komposisi pada pasir besi yang diperoleh dari suatu wilayah tertentu. Serbuk besi yang didapatkan dari pasir besi biasanya masih bercampur dengan material lain seperti jasad renik, tanah, dan sampah dedaunan. Sehingga pasir besi perlu dimurnikan untuk menghilangkan pengotor-pengotor tersebut. Yulianto (2007) melakukan preparasi material magnetik pasir besi secara manual menggunakan magnet eksternal. Material magnetik pasir besi Pantai Lansilowo berhasil dimurnikan dengan cara mencuci material magnetiknya menggunakan akuades (Prasdiantika dan Susanto, 2016). Hasil karakterisasi menunjukkan oksida besi yang terkandung pada pasir besi Pantai Lansilowo didominasi oleh oksida besi magnetit (Fe_3O_4). Namun kadar komposisi unsur Fe yang diperoleh masih rendah. Oleh karena itu, diperlukan teknik pencucian material magnetik pasir besi agar didapatkan kadar komposisi yang maksimal, seperti teknik pengadukan saat pencuciannya dengan menggunakan metode sonokimia.

Metode sonokimia merupakan salah metode yang efektif dalam sintesis material magnetik karena memanfaatkan gelombang ultrasonik yang ada pada alat sonikator untuk proses pengadukannya (Muliaty, 2014; Susanto dkk., 2017). Metode sonokimia memanfaatkan gelombang ultrasonik yang terbentuk dari energi listrik berfrekuensi tinggi. Gelombang ultrasonik merupakan bagian dari gelombang suara dengan rentangan antara 20 kHz sampai dengan 10 MHz (Syukur, 2014). Selain itu, pada kondisi padatan kering maupun dalam larutannya, partikel material magnetik rentan mengalami agregasi. Kuatnya tarikan dipolar antar partikel magnetik yang menyebabkan terjadinya agregasi. Metode sonokimia (sonikasi) dapat mencegah terjadinya agregasi (Mason and Lorimal, 2002). Sehingga akan didapatkan material magnetik dengan dispersi yang baik. Dalam penelitian ini dilaporkan hasil preparasi material magnetik pasir besi menggunakan magnet eksternal, pencucian material magnetik menggunakan akuades, pengaruh pencucian material magnetik pasir besi Pantai Jomblom menggunakan metode sonokimia, karakterisasi material magnetik, identifikasi kandungan material magnetik, dan penentuan jenis oksida besi material magnetik. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan alternatif pemurnian material magnetik pasir besi.

2. Metode Penelitian

Metode pengumpulan data pada penelitian ini dilakukan dengan cara eksperimen secara langsung di laboratorium. Analisis data dilakukan dengan cara menginterpretasi data yang diperoleh dari hasil karakterisasi material hasil preparasi.

2.1. Alat dan Bahan

Peralatan preparasi material magnetik yang terdiri dari neraca, magnet eksternal (Niobium), dan sonikator (6508T original). Peralatan analisis yang digunakan yaitu *X-Ray Fluorescence* (XRF) dengan merk PAnalytical Minipal 4 untuk mengidentifikasi kandungan dari material magnetik pasir besi, *Fourier Transform Infrared Spectrophotometer* (FT-IR) dengan merk Shimadzu FTIR-PRESTIGE 21 untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang ada pada material, *X-Ray Difraktometer* (XRD) dengan merk Shimadzu 6000 untuk mengidentifikasi jenis material, kristalinitas, dan ukuran kristal material, dan *Transmission Electron microscopy* (TEM) dengan merk JEOL JEM-1400 untuk menganalisis dan mengamati bentuk morfologi material. Bahan-bahan yang digunakan yaitu pasir besi pesisir Pantai Jomblom Desa Margorejo Kecamatan Cepiring Kabupaten Kendal Provinsi Jawa Tengah, dan akuades.

2.2. Prosedur Percobaan

a. Preparasi material magnetik pasir besi

Sebanyak 100 gram pasir besi dipisahkan menggunakan magnet eksternal. Serbuk pasir besi yang tertarik oleh magnet dikeringkan dalam oven dengan suhu 80°C selama 24 jam. Setelah itu digerus, dan ditimbang. Pekerjaan diulang sebanyak lima kali. Serbuk pasir besi yang diperoleh

dikarakterisasi dengan XRF (*X-Ray Fluorescence*), FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) Spectrophotometer, XRD (*X-Ray Diffraction*), dan TEM (*Transmission Electron Microscope*).

b. Pencucian material magnetik pasir besi dengan H₂O

Ke dalam 2 (dua) buah gelas kimia dimasukkan serbuk material magnetik pasir besi hasil preparasi. Material magnetik pada gelas kimia pertama dicuci menggunakan akuades diaduk secara manual, dan diambil endapannya. Proses pengeringan endapan dilakukan menggunakan oven pada temperatur 80°C selama 24 jam. Setelah kering, material digerus dan ditimbang. Pekerjaan diulangi sebanyak 3 kali. Serbuk yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRF (*X-Ray Fluorescence*), FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) Spectrophotometer, XRD (*X-Ray Diffraction*), dan TEM (*Transmission Electron Microscope*).

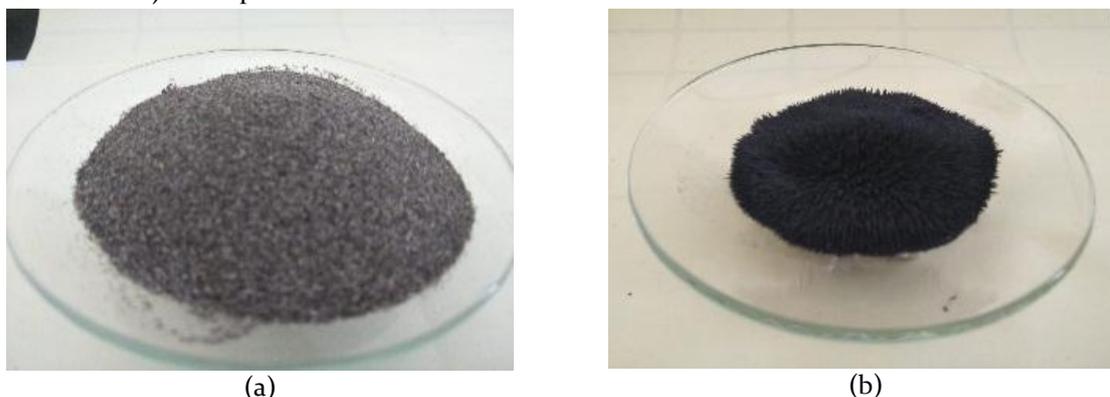
c. Pencucian material magnetik pasir besi dengan H₂O menggunakan pengaduk sonikator

Material magnetik pada gelas kimia kedua dicuci menggunakan akuades dan disonikasi selama 30 menit, lalu diambil endapannya. Endapan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80°C selama 24 jam. Setelah kering, material digerus dan ditimbang. Pekerjaan diulangi sebanyak 3 kali. Serbuk yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRF (*X-Ray Fluorescence*), FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) Spectrophotometer, XRD (*X-Ray Diffraction*), dan TEM (*Transmission Electron Microscope*).

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Preparasi

Pasir besi pada penelitian ini didapatkan dari pantai Jomblom Desa Margorejo Kabupaten Kendal. Sampel pasir besi yang masih basah dikeringkan pada temperatur 80°C sampai kering. Selanjutnya pasir besi dipisahkan menggunakan magnet eksternal untuk mendapatkan material magnetik yang sudah bersih, tidak mengandung pengotor-pengotor yang tidak dapat ditarik oleh magnet eksternal. Pemisahan material magnetik diambil dari 100 gram sampel pasir besi yang dilakukan sebanyak 5 (lima) kali. Pemisahan pasir besi tersebut menghasilkan massa material magnetik sebanyak 90,45 gram. Hasil pemisahan ditunjukkan pada **Gambar 1**.



Gambar 1. (a) Pasir besi Pantai Jomblom, dan (b) material magnetik pasir besi Pantai Jomblom

Pada **Gambar 1(a)** terlihat bahwa pasir besi Pantai Jomblom sebelum dipisahkan dengan magnet eksternal berwarna hitam keabu-abuan. Setelah dilakukan pemisahan dengan menggunakan magnet eksternal, diperoleh material magnetik pasir besi yang berwarna hitam pekat seperti yang ditunjukkan oleh **Gambar 1(b)**. Warna hitam tersebut mengindikasikan bahwa secara visual oksida besi yang terkandung pada material magnetik pasir besi didominasi oleh oksida besi magnetit (Bruce *et al.*, 2004; Cornell and Schwertmann, 2003). Namun, diperlukan karakterisasi lebih lanjut untuk mendukung identifikasi jenis oksida besi (Yulianto, 2007) dan kandungan dari material magnetik pasir besi tersebut. Material magnetik pasir besi hasil preparasi menggunakan magnet eksternal, kemudian dicuci

menggunakan akuades untuk menghilangkan pengotor yang larut dengan akuades (Prasdiyantika dan Susanto, 2016). Proses pengadukan pada pencucian material magnetik pasir besi dilakukan secara manual dan menggunakan sonikator (metode sonokimia).

3.2. Hasil Analisis Kandungan Material (Uji XRF)

Material magnetik sebelum pencucian, setelah pencucian menggunakan akuades, dan pencucian menggunakan metode sonokimia dikarakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang ada dalam material magnetik, dan unsur-unsur pengotor yang terkandung didalamnya, serta untuk melihat pengaruh teknik pencucian terhadap komposisi material magnetik pasir besi Pantai Jomblom. Hasil karakterisasi material magnetik pasir besi Pantai Jomblom menggunakan XRF disajikan pada **Tabel 1**. Berdasarkan **Tabel 1** dapat diketahui bahwa material magnetik pasir besi Pantai Jomblom mengandung unsur-unsur mayor seperti unsur Fe dengan kadar sekitar 72,28%, unsur Ti dengan kadar sekitar 7,89%, Al dengan kadar sekitar 7,00%, Si dengan kadar sekitar 7,60%, Ca dengan kadar sekitar 1,54%, dan unsur minor lainnya.

Tabel 1. Hasil karakterisasi XRF material magnetik pasir besi Pantai Jomblom

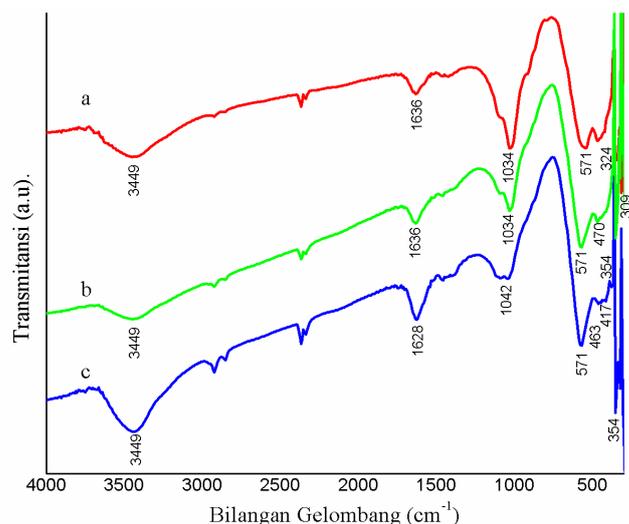
Unsur	Komposisi (%) Material Magnetik		
	Sebelum Pencucian	Pencucian Manual	Pencucian metode Sonokimia
Fe	72,28	75,81	79,47
Ti	7,89	8,15	8,27
Al	7,00	4,40	4,00
Si	7,60	6,76	4,02
Ca	1,54	1,43	0,99
Bi	0,53	0,50	0,49
V	0,64	0,60	0,59
Eu	0,61	0,57	0,55
Mn	0,46	0,45	0,40
Rb	0,20	0,19	0,24
K	0,23	0,21	0,07
Br	0,16	0,15	0,14
P	0,41	0,35	0,34
Re	0,20	0,20	0,20

Berdasarkan hasil karakterisasi XRF tersebut, terlihat bahwa unsur Fe memiliki kadar yang paling tinggi dan mendominasi komposisi material magnetik dari pasir besi Pantai Jomblom. Kadar Fe yang cukup tinggi tersebut disebabkan oleh beberapa faktor seperti kondisi geografis daerah diperolehnya sampel (Dinas ESDM Jawa Tengah, 2018) dan preparasi sampel yang dilakukan dengan menggunakan magnet eksternal (Prasdiyantika dan Susanto, 2016). Pada hasil preparasi material magnetik masih mengandung unsur-unsur Ti, Al, dan Si dengan kadar lebih dari 4%, hal ini dikarenakan unsur Ti, Al, dan Si merupakan unsur-unsur yang bersifat magnetik. Oleh karena itu, ketika material magnetik pasir besi ditarik oleh magnet eksternal, unsur-unsur tersebut juga tertarik magnet eksternal. Selain itu, daerah diperolehnya sampel juga merupakan daerah penghasil sumber daya mineral titanium dan aluminium (Dinas ESDM Jawa Tengah, 2018). Sehingga material magnetik yang diperoleh masih mengandung unsur Ti, Al, dan Si dalam persentase jumlah yang cukup banyak. Setelah dilakukan pencucian dengan menggunakan akuades yang diaduk secara manual, diperoleh persentase komposisi dari unsur Fe meningkat sebanyak 3,53% menjadi 75,81%. Hal ini dimungkinkan pencucian material magnetik mampu

menghilangkan beberapa pengotor yang dapat larut dengan akuades. Sedangkan hasil pencucian menggunakan sonikator menunjukkan komposisi unsur Fe meningkat menjadi 79,47%. Hal ini dikarenakan mampu menghilangkan beberapa pengotor yang menyelimuti material magnetik.

3.3. Hasil Analisis Gugus Fungsional (Uji FT-IR)

Material magnetik dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR untuk mengetahui gugus-gugus fungsional material, dan mengidentifikasi jenis oksida besi berdasarkan jenis ikatan Fe dengan atom lain. Hasil karakterisasi material magnetik pasir besi menggunakan spektrofotometer FT-IR terlihat pada **Gambar 2**.



Gambar 2. a) Material magnetik pasir besi, b) material magnetik cuci H₂O diaduk manual, c) material magnetik cuci H₂O metode sonokimia

Pada **Gambar 2**, dapat dilihat munculnya beberapa pita serapan dari material magnetik. Pita serapan vibrasi tekuk dari gugus hidroksida (O-H) dari Fe-OH (oksida besi) atau Si-OH (silanol) terlihat pada bilangan gelombang 1636 cm⁻¹ (Farimani *et al.*, 2013; Yamaura *et al.*, 2004).

Vibrasi ulur O-H dari Fe-OH atau Si-OH terlihat pada 3449 cm⁻¹ (Petcharoen and Sirivat, 2012; Susanto *et al.*, 2017). Munculnya vibrasi gugus O-H dari Si-OH pada bilangan gelombang 1636 cm⁻¹ dan 3449 cm⁻¹ yang tumpang tindih dengan vibrasi gugus O-H dari Fe-OH mengindikasikan bahwa pada material magnetik ini terdapat silika (Jal *et al.*, 2004). Adanya silika pada material magnetik ditunjukkan dengan adanya bilangan gelombang pada puncak 1034 cm⁻¹ yang merupakan serapan karakteristik untuk vibrasi Si-O (ulur asimetri) dari gugus Si-O-Si (siloksan) (Saman dkk., 2013), dan bilangan gelombang 309-354 cm⁻¹ merupakan vibrasi tekuk Si-O dari Si-O-Si (Zulkifli *et al.*, 2013).

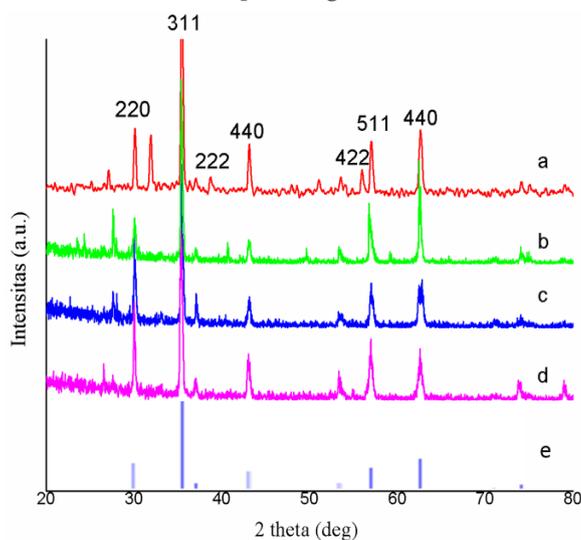
Berdasarkan **Gambar 2**, terlihat adanya vibrasi ulur dari Fe-O yang ditunjukkan bilangan gelombang 571 cm⁻¹ (Yamaura *et al.*, 2004). Vibrasi ulur dari Fe-O tersebut mengindikasikan vibrasi ulur Fe-O dari magnetit (Susanto dan Prasdiatika, 2018). Lakay (2009) mengatakan bahwa analisis spektra FT-IR dari magnetit dicirikan oleh pita serapan yang lebar disekitar bilangan gelombang 570 cm⁻¹. Menurut Montagne *et al.* (2002) bilangan gelombang yang kurang dari 700 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ikatan Fe-O dari Fe₃O₄. Berdasarkan hal tersebut maka dapat dimungkinkan bahwa material magnetik pasir besi Pantai Jomblom mengandung oksida besi magnetit.

Pada **Gambar 2** juga terlihat spektra FT-IR dari material magnetik setelah dilakukan pencucian menggunakan H₂O baik yang diaduk secara manual maupun dengan metode sonokimia. Hasil spektrofotometer FT-IR tersebut menunjukkan tidak adanya pergeseran bilangan gelombang untuk beberapa puncak serapan pada gugus-gugus fungsi utama dari senyawa magnetit. Puncak-puncak serapan karakteristik dari oksida besi magnetit masih terlihat pada spektra FT-IR setelah proses pencucian tersebut. Sehingga masih tetap dapat diidentifikasi sebagai serapan gugus fungsi dari material magnetit.

Berdasarkan karakterisasi tersebut, dapat dikatakan bahwa pencucian material magnetik dengan menggunakan H₂O baik secara manual maupun dengan metode sonokimia tidak mempengaruhi pergeseran puncak spektra secara signifikan. Oksida besi dari material magnetik pasir besi Pantai Jomblom tetap berupa oksida besi magnetit. Untuk memastikan hal tersebut, maka dilakukan karakterisasi XRD. Hasil karakterisasi XRD material magnetik pasir besi ditunjukkan pada **Gambar 3**.

3.4. Hasil Analisis kiralinitas dan ukuran kristal (Uji XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mendapatkan pola difraksi sinar-X dari material magnetik pasir besi dan menentukan jenis oksida besi yang terkandung didalamnya. Proses identifikasi jenis oksida besi didasarkan pada pencocokan data dengan menggunakan metode *searchmatch*. Analisa data XRD dilakukan pada rentang 2θ (dua theta) 20° sampai dengan 80° .



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X: a) magnetit komersial, b) material magnetik pasir besi, c) material magnetik pasir besi cuci H₂O manual, d) material magnetik pasir besi cuci H₂O metode sonokimia, dan e) JCPDS 01-075-0449

Berdasarkan difraktogram tersebut terlihat puncak-puncak karakteristik dari material magnetik pasir besi muncul pada $2\theta = 30,08^\circ; 35,42^\circ; 43,11^\circ; 53,43^\circ; 56,75^\circ; \text{ dan } 62,45^\circ$. Puncak-puncak tersebut bersesuaian dengan difraktogram dari magnetit komersial dengan puncak karakteristik pada $2\theta = 18,29^\circ; 30,13^\circ; 35,48^\circ; 43,13^\circ; 53,52^\circ; 57,02^\circ; \text{ dan } 62,62^\circ$ (Sulistiyorini, 2014). Tingginya intensitas relatif dan kesesuaian sudut hamburan sinar-X yang dihasilkan pada material magnetik pasir besi, dapat mengindikasikan bahwa material magnetik memiliki kandungan oksida besi yang cukup tinggi.

Berdasarkan **Gambar 3** terlihat hasil karakterisasi material magnetik pasir besi pantai Jomblom dengan menggunakan XRD menghasilkan oksida besi berupa magnetit yang bersesuaian dengan database JCPDS 01-075-0449 dan magnetit komersial. Pada **Gambar 3** juga terlihat bahwa material magnetik yang dicuci dengan H₂O menghasilkan intensitas yang lebih tajam dibandingkan sebelum pencucian. Material magnetik yang dicuci menggunakan sonikator menghasilkan intensitas yang lebih tajam dibandingkan yang dicuci secara manual.

Material magnetik setelah pencucian dengan H₂O memiliki FWHM yang lebih kecil daripada sebelum pencucian. Material magnetik yang dicuci menggunakan sonikator memiliki FWHM yang lebih kecil dibandingkan yang dicuci secara manual. Hal ini terlihat dari hasil karakterisasi XRD pada material magnetik mengalami penyempitan puncak setelah pencucian, dan pencucian menggunakan sonikator. Sehingga material magnetik yang telah dicuci dengan larutan H₂O dimungkinkan memiliki kristalinitas yang lebih tinggi dari pada sebelum pencucian, dan material magnetik yang dicuci menggunakan sonikator dimungkinkan memiliki kristalinitas yang lebih tinggi dari pada material magnetik yang dicuci

secara manual. Untuk memastikan hal tersebut, dilakukan perhitungan kristalinitas dari material magnetik tersebut. Kristalinitas dari material magnetik sebelum, setelah pencucian dengan H₂O, dan pencucian menggunakan sonikator disajikan pada **Tabel 4**.

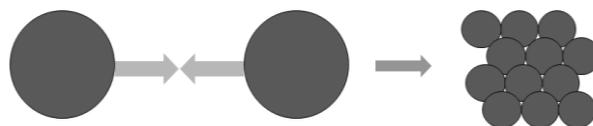
Tabel 2. Hasil perhitungan ukuran dan kristalinitas material magnetik

Material	Dxrd (nm)	Kristalinitas (%)
Material magnetik pasir besi	62,78	55,22
Material magnetik + H ₂ O cuci manual	60,35	73,22
Material magnetik + H ₂ O metode sonokimia	52,78	74,94

Pada **Tabel 2** dapat dilihat material magnetik yang tidak dilakukan pencucian memiliki kristalinitas sebesar 55,22%, dan material magnetik yang dilakukan pencucian menggunakan H₂O yang diaduk secara manual menghasilkan kristalinitas sebesar 73,22%. Hal ini menunjukkan bahwa kristalinitas material magnetik mengalami peningkatan setelah dilakukan pencucian dengan H₂O. Hal ini dimungkinkan H₂O mampu menghilangkan beberapa pengotor pada material magnetik yang dapat larut dengan H₂O.

Material magnetik yang dicuci dengan H₂O menggunakan sonikator menghasilkan kristalinitas sebesar 74,94%, yang berarti lebih besar dibandingkan kristalinitas yang dicuci menggunakan pengaduk secara manual. Hal ini dimungkinkan karena pencucian material magnetik dengan metode sonokimia mampu menghilangkan beberapa pengotor yang menyelimuti partikel magnetik. Setelah dilakukan perhitungan, didapatkan ukuran kristal dari material magnetik sebelum dan setelah pencucian. Penentuan ukuran kristal tersebut menggunakan persamaan Deybe-Scherrer (Wu *et al.*, 2011). Hasil perhitungan ukuran kristal tersebut terdapat pada **Tabel 4**.

Pada **Tabel 4**, dapat dilihat bahwa material magnetik yang dicuci secara manual memiliki ukuran kristal sekitar 60,35 nm, dan material magnetik yang dicuci menggunakan metode sonokimia memiliki ukuran kristal sekitar 52,78 nm. Hal ini menunjukkan bahwa material magnetik yang dicuci secara manual memiliki ukuran kristal yang lebih besar dibandingkan material magnetik yang dicuci menggunakan metode sonokimia. Hal ini dimungkinkan pada material magnetik magnetik yang dicuci secara manual partikelnya cenderung lebih beragregat, sehingga menyebabkan ukuran kristal dari material magnetiknya lebih besar dari material magnetik yang dicuci menggunakan metode sonokimia. Menurut (Yu *et al.*, 2002). Pada kondisi padatan kering maupun dalam larutannya, partikel magnetit rentan mengalami agregasi. Kuatnya tarikan dipolar antar partikel magnetik yang menyebabkan terjadinya agregasi. Metode sonokimia (sonikasi) dapat mencegah terjadinya agregasi (Mason and Lorimal, 2002).



Gambar 4. Ilustrasi terjadinya agregat pada partikel magnetit (Prasdiyantika dan Susanto, 2016)

Pada material magnetik juga dilakukan perhitungan jarak antar bidang kristal dan parameter kisi yang ditunjukkan pada **Tabel 5**.

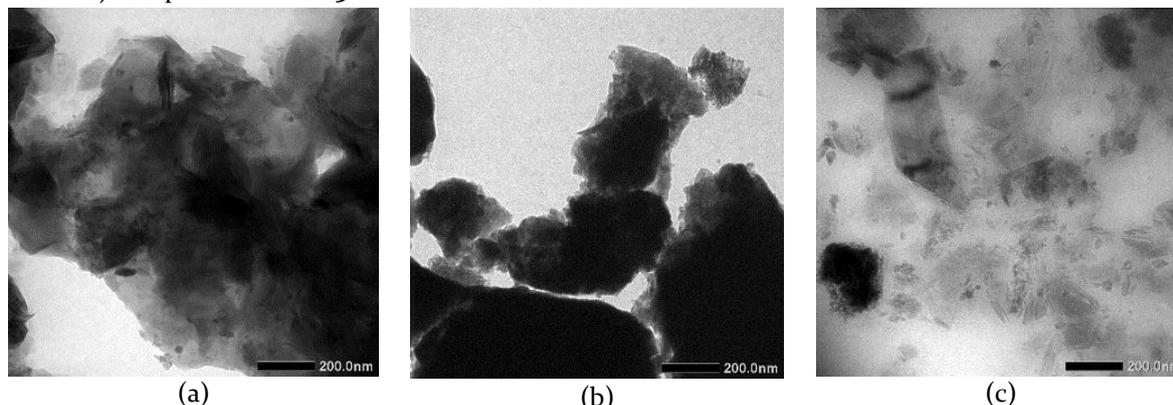
Tabel 5. Perbandingan jarak antar bidang kristal dan parameter kisi Material magnetik

Material	d_{hkl} (Å)	a (Å)
Magnetit komersial	2,065	8,381
Material magnetik	2,069	8,397
Material magnetik + H ₂ O cuci manual	2,068	8,394
Material magnetik + H ₂ O metode sonokimia	2,067	8,388

Berdasarkan **Tabel 5** terlihat bahwa material magnetik pasir besi, material magnetik cuci H₂O diaduk manual, dan material magnetik cuci H₂O menggunakan metode sonokimia memiliki parameter kisi dan jarak antar bidang kristal yang relatif hampir sama dengan magnetit komersial,

3.5. Hasil Analisis Morfologi Material (Uji TEM)

Material magnetik pasir besi dikarakterisasi menggunakan *Transmission Electron microscopy* (TEM) untuk melihat gambar morfologi materialnya. Hasil karakterisasi material magnetik menggunakan TEM disajikan pada **Gambar 5**.



Gambar 5. Hasil uji TEM dari (a) material magnetik, (b) material magnetik cuci H₂O diaduk manual, (c) material magnetik cuci H₂O metode sonokimia

Gambar 5(a) merupakan hasil gambar TEM material magnetik pasir besi, **Gambar 5(b)** adalah gambar material magnetik setelah pencucian dengan H₂O yang diaduk manual, dan **Gambar 5(c)** gambar material magnetik setelah pencucian dengan H₂O dengan metode sonokimia. Baik pada **Gambar 5(a)**, maupun **(b)** masih terdapat penumpukan partikel magnetik yang membentuk agregat. Pada **Gambar 5(c)** material magnetik memiliki dispersi yang lebih baik dibandingkan material magnetik pada **Gambar(a)** dan **(b)**. Hal ini menunjukkan bahwa metode sonokimia dapat mencegah terjadinya agregasi seperti yang dikemukakan oleh Mason and Lorimal (2002).

Metode sonokimia merupakan salah metode yang efektif dalam sintesis material magnetik karena memanfaatkan gelombang ultrasonik yang ada pada alat sonikator untuk proses pengadukannya (Muliaty, 2014; Susanto *et al.*, 2017). Metode sonokimia memanfaatkan gelombang ultrasonik yang terbentuk dari energi listrik berfrekuensi tinggi. Gelombang ultrasonik merupakan bagian dari gelombang suara dengan rentangan antara 20 kHz sampai dengan 10 MHz (Syukur, 2014) yang dapat mencegah terjadinya tarikan dipolar antar partikel magnetik, dan mencegah terjadinya agregasi. Sehingga material magnetik yang dipreparasi memiliki dispersi yang baik dan memberikan karakteristik kristal yang baik. Berdasarkan gambar TEM tersebut, dapat dilihat pada material magnetik setelah pencucian dengan H₂O terdapat partikel-partikel yang berbentuk runcing dan berwarna abu-abu. Partikel yang berbentuk runcing dan berwarna abu-abu menunjukkan bahwa pada material magnetik tersebut masih terdapat oksida-oksida lain seperti oksida silika.

Berdasarkan dari hasil karakterisasi- karakterisasi di atas, menunjukkan bahwa material magnetik pasir besi Pantai Jomblom diperoleh jenis oksida besi magnetit. Pencucian material magnetik pasir besi dengan H₂O menggunakan metode sonokimia mampu meningkatkan persentase komposisi unsur Fe dan kristalinitas dari material magnetik.

4. Kesimpulan

Oksida besi penyusun material magnetik pasir besi Pantai Jomblom didominasi oleh magnetit dengan kadar unsur Fe sebesar 72,28%. Metode sonokimia mampu meningkatkan persentase komposisi unsur Fe, meningkatkan kristalinitas material magnetik, mencegah terjadinya agregasi pada material

magnetik, dan memperkecil ukuran kristal. Material magnetik yang dicuci dengan H₂O menggunakan metode sonokimia menghasilkan persentase komposisi unsur Fe 79,47%, kristalinitas 74,94%, dan ukuran kristal 52,78 nm. Hasil analisis menunjukkan masih adanya oksida lain dalam material magnetik. Sehingga dibutuhkan penelitian lebih lanjut untuk meminimalisir kandungan oksida-oksida pengotor dalam material magnetik pasir besi guna meningkatkan kemurnian oksida besinya.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada DRPM Kemenristekdikti atas bantuan dana yang telah diberikan melalui program Hibah Penelitian Dosen Pemula Tahun Anggaran 2018 Tahun Pelaksanaan 2019 dengan nomor kontrak Penelitian 017/L6/AK/SP2H/Penelitian/2019 antara Lembaga Layanan Pendidikan Tinggi (LLDIKTI) Wilayah VI Jawa Tengah dengan LPPM Universitas Pandanaran dan Ketua Peneliti sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik.

Daftar Pustaka

- Ansori, C. 2013. Mengoptimalkan Perolehan Mineral Magnetik pada Proses Separasi Magnetik Pasir Besi Pantai Selatan Kabupaten Kebumen Jawa Tengah. *Jurnal Teknologi Mineral Dan Batubara*, 9(3), 145-156.
- Anwar, N. 2011. Pembuatan Magnet Permanen Nd₂Fe₁₄B Melalui Metode Mechanical Alloying. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- Bruce, I.J., Taylor, J., Todd, M., Davies, M. J., Borioni, E., Sangregorio, C., and Sen, T. 2004. Synthesis, characterisation and application of silica-magnetite nanocomposites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 284, 145-160.
- Chougale, U.M., and Fulari, V.J. 2014. Facile synthesis of maghemite nanoflakes arrays for supercapacitor application. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 27, 682-688. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2014.08.015>
- Chung, J., Chun, J., Lee, J., Lee, S.H., Lee, Y.J., and Hong, S.W. (2012). Sorption of Pb(II) and Cu(II) onto multi-amine grafted mesoporous silica embedded with nano-magnetite: Effects of steric factors. *Journal of Hazardous Materials*, 239-240, 183-191.
- Cohen, S., Deodhar, A., Kavanaugh, A., Ruderman, E., Shmerling, R.H., Weissman, B.N., Weisman, M., and Winalski, C. 2006. Extremity magnetic resonance imaging in rheumatoid arthritis: Updated literature review. *Arthritis & Rheumatism*, 54(4), 1034-1047.
- Cornell, R.M., and Schwertmann, U. 2003. *The Iron Oxides : Structure, Properties, Reaction, Occurrences and Uses* (2nd Ed). Weinheim: Willey-VCH GmbH and Co. KGaA.
- Dinas ESDM Jawa Tengah. (2018). Peta Lokasi Pasir Besi Jawa Tengah. dari Dinas ESDM Jawa Tengah, website: <http://esdm.jatengprov.go.id/Peta-Lokasi-Pasir-Besi.html> diakses pada 20, Agustus 2018,
- Farimani, M.H.R., Shahtahmasebi, N., Rezaee Roknabadi, M., Ghows, N., and Kazemi, A. 2013. Study of structural and magnetic properties of superparamagnetic Fe₃O₄/SiO₂ core-shell nanocomposites synthesized with hydrophilic citrate-modified Fe₃O₄s seeds via a sol-gel approach. *Physica E: Low-Dimensional Systems and Nanostructures*, 53, 207-216.
- Ge, F., Li, M.-M., Ye, H., and Zhao, B.-X. 2012. Effective removal of heavy metal ions Cd²⁺, Zn²⁺, Pb²⁺, Cu²⁺ from aqueous solution by polymer-modified magnetic nanoparticles. *Journal of Hazardous Materials*, 211-212, 366-372.
- Hunt, C.P., Moskowitz, B.M., and Banerjee, S.K. 1995. Magnetic Properties of Rocks and American Minerals. *Rock Physics and Phase Relations*. In *A Handbook of Physical Constants*. Geophysical Union.

- Iida, H., Takayanagi, K., Nakanishi, T., and Osaka, T. 2007. Synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles with various sizes and magnetic properties by controlled hydrolysis. *Journal of Colloid and Interface Science*, 314(1), 274–280.
- Jal, P.K.K., Sudarshan, M., Saha, A., Patel, S., and Mishra, B.K.K. 2004. Synthesis and characterization of nanosilica prepared by precipitation method. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 240(1), 173–178.
- Jiang, F., Wang, X., and Wu, D. 2016. Magnetic microencapsulated phase change materials with an organo-silica shell: Design, synthesis and application for electromagnetic shielding and thermal regulating polyimide films. *Energy*, 98, 225–239.
- Komatina, M., and Gudenau, H. W. 2004. The Sticking Problem During Direct Reduction of Fine Iron Ore in The Fluidized Bed. *Metalurgija*, 10(4), 309–328.
- Lakay, E. M. 2009. Superparamagnetic Iron-Oxide Based Nanoparticles for The Separation and Recovery of Precious Metals from Solution. University of Stellenbosch.
- Legodi, M. A., and de Waal, D. 2007. The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste. *Dyes and Pigments*, 74(1), 161–168.
- Mahdavi, M., Ahmad, M., Haron, M. J., Namvar, F., Nadi, B., Rahman, M., and Amin, J. 2013. Synthesis, Surface Modification and Characterisation of Biocompatible Magnetic Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Applications. *Molecules (Basel, Switzerland)*, 18, 7533–7548.
- Mason, T. J., and Lorimal, J. 2002. *Applied Sonochemistry*. New York: Wiley.
- Montagne, F., Mondain-Monval, O., Pichot, C., Mozzanega, H., and Elaïssari, A. (2002). Preparation and characterization of narrow sized (o/w) magnetic emulsion. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 250, 302–312.
- Mufit, F., Amir, H., Fadhillah, F., dan Bijaksana, S. 2013. Kaitan Sifat Magnetik dengan Tingkat Kehitaman (Darkness) Pasir Besi di Pantai Masang Sumatera Barat. *Eksakta*, 2(14), 70–75.
- Muliaty, E. (2014). Pelapisan Magnetit dengan Hibrida Merkupto-Silika untuk Adsorpsi Selektif Au (III) dari Sistem Multilogam Au (III)/Cu (II)/Ni (II). Universitas Gadjah Mada.
- Pang, Y., Lim, S., Ong, H. C., and Chong, W. T. 2015. Research progress on iron oxide-based magnetic materials: Synthesis techniques and photocatalytic applications. *Ceramics International*, 42.
- Petcharoen, K., and Sirivat, A. 2012. Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles via the chemical co-precipitation method. *Materials Science and Engineering: B*, 177(5), 421–427.
- Prasdiyantika, R., dan Susanto, S. (2016). Preparasi Dan Penentuan Jenis Oksida Besi Pada Material Magnetik Pasir Besi Lansilowo. *Jurnal Teknosains*, 6(1), 7–15.
- Setiawati, L. D., Rahman, T. P., Nugroho, D. W., Nofrizal, N., Ikono, R., Suryandaru, S., ... Rochman, N. T. 2013. Ekstraksi Titanium Dioksida (TiO₂) dari Pasir Besi dengan Metode Hidrometalurgi. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 465–468.
- Susanto, S., dan Prasdiyantika, R. 2018. Pengaruh Rute Sintesis Terhadap Keefektifan Pengikatan Gugus PDETA pada Sintesis Fe₃O₄@SiO₂@PDETA. *Jurnal Teknosains*, 8(1), 39.
- Susanto, S., Prasdiyantika, R., dan Bolle, T. C. M. 2017. Sintesis Nanomaterial Magnetit-Sitrat Dan Pengujian Aplikasinya Sebagai Adsorben Emas (III). *Jurnal Teknosains*, 6(2), 124.
- Susanto, S., Prasdiyantika, R., dan Bolle, T. C. M. M. (2016). Pengaruh Pelarut Terhadap Dispersi Partikel Fe₃O₄@Sitrat. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 17(4), 153–159.
- Syukur, M. 2014. Sintesis Fe₃O₄/SiO₂ Termodifikasi (N-(2-Aminoetil)-3-Aminopropil) untuk Adsorpsi-Desorpsi Anionik [AuCl₄]. Universitas Gadjah Mada.
- Wu, S., Sun, A., Zhai, F., Wang, J., Xu, W., Zhang, Q., and Volinsky, A. A. 2011. Fe₃O₄ magnetic nanoparticles synthesis from tailings by ultrasonic chemical co-precipitation. *Materials Letters*, 65(12), 1882–1884.
- Yamaura, M., Camilo, R. L., Sampaio, L. C., Macêdo, M. A., Nakamura, M., and Toma, H. E. 2004. Preparation and characterization of (3-aminopropyl)triethoxysilane-coated magnetite nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 279(2), 210–217.

- Yang, L., Xi, G., Lou, T., Wang, X., Wang, J., and He, Y. 2016. Preparation and magnetic performance of $\text{Co}_0.8\text{Fe}_{2.2}\text{O}_4$ by a sol-gel method using cathode materials of spent Li-ion batteries. *Ceramics International*, 42(1, Part B), 1897-1902.
- Yu, L., Yin, Y., Mayers, B., and Xia, Y. 2002. Modifying the Surface Properties of Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles through A Sol-Gel Approach. *Nano Letters*, 2, 183-186.
- Yulianto, A. 2007. Fasa Oksida Besi untuk Sintesis Serbuk Magnet Ferit. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 8(3), 39-41.
- Zhang, Y., Xu, Q., Zhang, S., Liu, J., Zhou, J., Xu, H., Xiao, H. and Li, J. 2013. Preparation of thiol-modified $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ nanoparticles and their application for gold recovery from dilute solution. *Separation and Purification Technology*, 116, 391-397. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2013.06.018>
- Zulkifli, N. S. C., Ab Rahman, I., Mohamad, D., and Husein, A. 2013. A green sol-gel route for the synthesis of structurally controlled silica particles from rice husk for dental composite filler. *Ceramics International*, 39(4), 4559-4567.