



TUGAS AKHIR - SF 184801

**PENGARUH WAKTU NITRIDASI PADA SINTESIS
MATERIAL Fe-N BERBAHAN DASAR Fe_3O_4
DARI PASIR BESI**

**Nur Hidayat Romadhon
NRP. 0111164000038**

Dosen Pembimbing:
Prof. Dr. Darminto
Indra Sidharta, S.T., M.Sc.

**DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020**



TUGAS AKHIR - SF 184801

**PENGARUH WAKTU NITRIDASI PADA SINTESIS
MATERIAL Fe-N BERBAHAN DASAR Fe_3O_4 DARI
PASIR BESI**

**Nur Hidayat Romadhon
NRP. 0111164000038**

**Dosen Pembimbing:
Prof. Dr. Darminto
Indra Sidharta, S.T., M.Sc.**

**DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020**



FINAL PROJECT - SF 184801

***EFFECTS OF NITRIDING DURATION ON
THE SYNTHESIS OF Fe-N MATERIALS FROM
IRON SAND-BASED Fe₃O₄***

Nur Hidayat Romadhon
NRP. 0111164000038

Dosen Pembimbing:
Prof. Dr. Darminto
Indra Sidharta, S.T., M.Sc.

DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF SCIENCES AND DATA ANALYTICS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH WAKTU NITRIDASI PADA SINTESIS MATERIAL Fe-N BERBAHAN DASAR Fe₃O₄ DARI PASIR BESI

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains pada
Bidang Studi Fisika Material
Program Studi S1 Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Nur Hidayat Romadhon

NRP. 01111640000038

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir

Dosen Pembimbing 1

Prof. Dr. Darminto
NIP. 19600303 198701 1 002

Dosen Pembimbing 2

Indra Sidharta, S.T., M.Sc.
NIP. 19800619 200604 1 004



PENGARUH WAKTU NITRIDASI PADA SINTESIS MATERIAL Fe-N BERBAHAN DASAR Fe₃O₄ DARI PASIR BESI

Nama Mahasiswa : Nur Hidayat Romadhon
NRP : 011116400038
Departemen : Fisika, Fakultas Sains dan Analitika Data,
Insitut Teknologi Sepuluh Nopember
Dosen Pembimbing : 1. Prof. Dr. Darminto
2. Indra Sidharta, S.T., M.Sc.

Abstrak

Penelitian yang berjudul “Pengaruh Waktu Nitridasi pada Sintesis Material Fe-N Berbahan Dasar Fe₃O₄ dari Pasir Besi” dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui karakteristik struktur material nitrida besi yang dibuat menggunakan Fe₃O₄ dengan variasi waktu nitridasi. Prinsip yang digunakan pada karakterisasi material ini yaitu dengan melihat puncak pola difraksi terukur. Bahan utama yang digunakan pada penelitian ini yaitu dari pasir besi yang dilakukan separasi hingga terkumpul Fe₃O₄. Kemudian dengan metode kopresipitasi diperoleh Fe₃O₄ berukuran nanopartikel. Langkah penelitian yaitu dilakukan sintesis Fe-N dari Fe₃O₄. Material Fe₃O₄ dipanaskan dalam *tube furnace* dengan suhu 400 dan 700°C lalu dialiri dengan gas NH₃ dengan waktu 1, 2 dan 3 jam. Setelah itu masing masing sampel dilakukan karakterisi dengan *X-Ray Diffractometer (XRD)*. Hasil karakterisasi lalu dianalisis hingga diperoleh data yang diinginkan. Hasil yang didapat yaitu pada suhu 400°C dengan waktu 1, 2 dan 3 jam terjadi perubahan fasa dari Fe₃O₄ menjadi fasa Fe₂O₃. Sedangkan pada suhu 700°C dengan waktu proses 1 jam terjadi perubahan fasa dari Fe₃O₄ menjadi fasa yang didominasi Fe₂O₃, namun pada waktu 2 jam dan 3 jam mulai terbentuk fasa FeN yaitu Fe₃N dan persentasenya semakin meningkat seiring meningkatnya waktu nitridasi.

Kata Kunci : *Nitrida Besi, Gas Amonia, Pasir Besi*

***EFFECTS OF NITRIDING DURATION ON THE
SYNTHESIS OF Fe-N MATERIALS FROM IRON SAND-
BASED Fe₃O₄***

Name : Nur Hidayat Romadhon
NRP : 0111164000038
Department : Physics, Faculty of Sciences and Data Analytics,
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Advisors : 1. Prof. Dr. Darminto
2. Indra Sidharta, S.T., M.Sc.

Abstract

The research entitled "Effect of Nitriding Duration on the Synthesis of Fe-N Materials from Iron Sand-Based Fe₃O₄" was conducted to know the structural characteristics of the iron nitride material made using Fe₃O₄ with variations in the time of nitriding. The principle used in characterizing this material was by looking at the peaks of the measured diffraction pattern. The main material used in this research was iron sand which separated until Fe₃O₄ was collected. Then with the coprecipitation method, the nanoparticle-sized of Fe₃O₄ was obtained. The research step was to synthesize the Fe-N from Fe₃O₄. Fe₃O₄ material is heated in a tube furnace at a temperature of 400 and 700 ° C and then flowed with NH₃ gas for 1, 2, and 3 hours. After that, each sample was characterized by a X-Ray Diffractometer (XRD). The characterization results were analyzed to obtain the desired data. The results obtained at a temperature of 400 ° C with a duration of 1, 2 and 3 hours, there was a phase change from Fe₃O₄ to phase of Fe₂O₃. Whereas at a temperature of 700 ° C with a duration of 1 hour, there was a phase change from Fe₃O₄ to a phase dominated by Fe₂O₃, but at 2 hours and 3 hours the FeN phase began to form, namely Fe₃N and the percentage increased with increasing nitriding duration.

Keywords : Iron Nitride, Amonia Gas, Iron Sand

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Penulis mengucapkan puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, hidayah serta inayah-Nya, sehingga Tugas Akhir dapat selesai di Departemen Fisika Fakultas Sains Dan Analitika Data ITS dengan judul **“Pengaruh Waktu Nitridasi pada Sintesis Material Fe-N Berbahan Dasar Fe₃O₄ dari Pasir Besi”**. Dalam penyusunan Tugas Akhir ini Penulis menyadari bahwa banyak pihak yang ikut berperan secara langsung maupun tidak langsung dalam bentuk bantuan maupun dukungan, maka penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Segenap Keluarga Tercinta, Orang Tua, Kakak dan Adik yang selalu memberikan dukungan baik secara moral dan spiritual mulai awal hingga akhir perkuliahan serta Tugas Akhir ini.
2. Bapak Prof. Dr. Darminto selaku dosen pembimbing tugas akhir dan bapak Indra Sidharta, S.T., M.Sc. selaku pembimbing II tugas akhir yang memberikan bimbingan, arahan, nasehat dan wawasan sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
3. Bapak Dr. Gatut Yudoyono, M.T. selaku Kepala Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data ITS yang telah memberikan kemudahan sarana selama kuliah sampai terselesainya Tugas Akhir ini.
4. Bapak Drs. Ali Yunus Rohedi, M.T. selaku dosen wali penulis yang telah membimbing penulis dalam kegiatan perkuliahan.
5. Bapak Dr.rer.nat Triwikantoro, M.Si. selaku Kepala Laboratorium Material Maju Fisika ITS dan Bapak Dr. Eng. Sutikno, S.T., M.T. selaku Kepala Laboratorium Metalurgi Teknik Mesin ITS yang telah memberi izin untuk mengambil sampel di laboratorium.

6. Bapak Dr. Bambang Sudarmanta, S.T., M.T. selaku Kepala Pusat Unggulan IPTEK Sistem Kontrol Otomotif ITS yang telah memberikan izin untuk mengambil data menggunakan alat *tube furnace* Molina ITS.
7. Bapak/Ibu dosen dan karyawan Departemen Fisika FSAD ITS yang telah memberikan pengajaran dan membantu selama perkuliahan.
8. Rekan-rekan kelompok bimbingan Tugas Akhir, Rakha dan Rayhan yang telah membantu penulis dalam proses sintesis dan karakterisasi serta diskusi dalam penyelesaian tugas akhir ini.
9. Mas Uta, Mas Ujo serta rekan-rekan di Molina ITS yang telah memberi ilmu dan bimbingan saat Kerja Praktek di Molina sebagai langkah awal dalam penelitian tugas akhir ini.
10. Misbachul Falach Asy'ari sebagai teman dekat yang telah banyak membantu penulis seperti meminjamkan laptop dalam pengerjaan tugas akhir ini dan bantuan lainnya.
11. Teman-teman Fisika Material ITS 2016 atas bantuan dan ilmunya.
12. Teman-teman Fisika ITS khususnya Sirius 2016 yang telah memberikan dukungan dan bantuan kepada penulis mulai awal perkuliahan.
13. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penyusunan laporan ini masih belum sempurna sehingga penulis terbuka untuk kritik dan saran pembaca yang dapat menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga Tugas Akhir ini bermanfaat untuk penelitian selanjutnya dan masyarakat. Aamiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Agustus 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
TITLE PAGE	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Motor Listrik	5
2.2 Pasir Pantai Indonesia.....	6
2.3 Material Fe ₃ O ₄	7
2.3.1 Pengertian	7
2.3.2 Proses Sintesis	8
2.4 Material FeN.....	10
2.4.1	
Pengertian.....	101
BAB III METODOLOGI	13
3.1 Peralatan dan Bahan	13
3.1.1 Peralatan	13
3.1.2 Bahan.....	13

3.2 Variabel Penelitian	13
3.3 Tahapan Penelitian.....	14
3.3.1 Sintesis Fe ₃ O ₄	15
3.3.2 Sintesis Fe-N	15
3.3.3 Karakterisasi Fe-N.....	15
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	189
4.1 Analisis Struktur Fe ₃ O ₄ Setelah Separasi Magnet dengan <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD)	20
4.2 Analisis Struktur Fe ₃ O ₄ Setelah Kopresipitasi dengan <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD)	203
4.3 Analisis Struktur FeN yang terbentuk dengan X-Ray Diffractometer (XRD).....	23
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	32
5.1 Kesimpulan.....	33
5.2 Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN.....	388
BIODATA PENULIS	455

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 a) Lempengan laminasi inti, b) lempengan inti yang telah disatukan, dan c) belitan stator yang telah dilekatkan pada cangkang luar untuk motor induksi tiga fasa.....	6
Gambar 2.2 Struktur Fe_3O_4	8
Gambar 2.3 Struktur Kristal dari Nitrida Besi (a) FeN , (b) Fe_2N , (c) Fe_{2-3}N dan (d) Fe_4N	10
Gambar 3.1 Flowchart Penelitian	17
Gambar 4.1 Data XRD Fe_3O_4 Setelah Separasi Magnet	20
Gambar 4.2 Susunan Struktur Atom (a) Kristal dan (b) Amorf	22
Gambar 4.3 Data XRD Fe_3O_4 Setelah Kopresipitasi	22
Gambar 4.4 Hasil Nitridasi pada Suhu 400°C	24
Gambar 4.5 Komposisi Elemen pada Suhu 400°C Waktu 1 Jam <i>Spot</i> 3	25
Gambar 4.6 Hasil Nitridasi pada Suhu 700°C	28
Gambar 4.7 Komposisi Elemen pada Suhu 700°C Waktu 4 Jam <i>Spot</i> 2	29
Gambar 4.8 Grafik Kandungan Fe_3N pada Waktu 1,2 dan 3 Jam	31

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Data fasa pada proses nitridasi 400°C selama 1 jam...	24
Tabel 4.2 Data fasa pada proses nitridasi 400°C selama 2 jam...	25
Tabel 4.3 Data fasa pada proses nitridasi 400°C selama 3 jam...	25
Tabel 4.4 Data fasa pada proses nitridasi 700°C selama 1 jam...	28
Tabel 4.5 Data fasa pada proses nitridasi 700°C selama 2 jam...	28
Tabel 4.6 Data fasa pada proses nitridasi 700°C selama 3 jam...	29

DAFTAR LAMPIRAN

Gambar 1. Hasil <i>Refinement</i> Pasir Besi Setelah Separasi Magnet.....	39
Gambar 2. Hasil <i>Refinement</i> Pasir Besi Setelah Kopresipitasi.....	39
Gambar 3. Hasil <i>Refinement</i> pada Nitridasi 400°C Waktu 1 Jam	40
Gambar 4. Hasil <i>Refinement</i> pada Nitridasi 400°C Waktu 2 Jam	40
Gambar 5. Hasil <i>Refinement</i> pada Nitridasi 400°C Waktu 3 Jam	41
Gambar 6. Hasil <i>Refinement</i> pada Nitridasi 700°C Waktu 1 Jam	41
Gambar 7. Hasil <i>Refinement</i> pada Nitridasi 700°C Waktu 2 Jam	42
Gambar 8. Hasil <i>Refinement</i> pada Nitridasi 400°C Waktu 1 Jam	42
Tabel 1. Parameter Kococokan Data Analisis <i>Software</i> MAUD.....	43

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Saat ini riset tentang kendaraan berbahan bakar energi listrik semakin menunjukkan hasil. Kita dapat melihat perkembangan dari kendaraan listrik mulai dari kendaraan bermotor hingga mobil atau bahkan kendaraan umum. Sampai saat ini, motor listrik dengan merek dagang GESITS sudah mulai produksi masal (www.ristekbrin.go.id). Komponen komponen yang terdapat di dalam kendaraan listrik itu banyak jenisnya. Komponen utama yang penting yaitu penggerak kendaraan listrik yang terdiri dari rotor dan stator selain baterai sebagai sumber energi. Rotor merupakan bagian yang berputar sedangkan stator merupakan bagian yang diam. Selain itu perbedaan dari keduanya yaitu rotor terbuat dari bahan magnet permanen sedangkan stator terbuat dari bahan magnet lunak (*softmagnet*). Komponen stator dibuat dari bahan superparamagnetik yang memiliki sifat diantaranya memiliki medan koersif yang mendekati nol. Material tersebut belum ada dan belum bisa diproduksi di Indonesia.

Sumber daya alam Indonesia begitu melimpah yang terdiri dari sumber daya alam yang dapat diperbarui dan sumber daya alam yang tidak dapat diperbarui. Sumber daya alam dapat diperbarui bisa berupa tumbuhan, pasir alam, udara dan sebagainya. Pasir terdiri dari berbagai material atau unsur penyusun, diantaranya terdapat kandungan silika, kalsium, zirkon, besi dan lain lain. Pasir yang memiliki kadar besi yang tinggi dapat kita amati terlihat berwarna hitam. Untuk pasir warna hitam umumnya ditemukan di pantai selatan Pulau Jawa dan barat Pulau Sumatera. Pasir hitam ini memiliki kandungan mineral yang didominasi oleh magnetit (Fe_3O_4), hematit (Fe_2O_3), Limonit

($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), Siderit (FeCO_3). Namun sebagian besar pasir tersebut masih dimanfaatkan sebatas untuk bahan bangunan. Meskipun sudah ada pemberlakuan larangan ekspor bijih mentah sehingga penambang wajib mengolah bijih mentah menjadi barang setengah jadi maupun barang jadi (PP Nomor 23 Tahun 2010), hal tersebut hanya dilakukan sebatas separasi pasir besi menggunakan magnet dengan harapan hanya pasir besi saja yang diperoleh kemudian dijual, dimana harga dari pasir besi tersebut masih sangat murah.

Material Fe-N merupakan material ferromagnetik yang bisa diolah dengan mengambil oksida besi dari pasir besi di Indonesia (Sunaryono, 2015; Taufik, 2015). Selain itu material ini bisa dimanfaatkan sebagai alternatif dalam media penyimpanan data, motor listrik, penyerap gelombang mikrowave dan permesinan (Zhu, 2016; Yu, 2016).

Berdasarkan hal tersebut muncul gagasan untuk melakukan penelitian tentang Fe-N yang berbahan dasar Fe_3O_4 dengan memanfaatkan pasir besi dari pantai Indonesia dengan tujuan mengetahui pengaruh waktu nitridasi terhadap sintesis material nitrida besi yang dibuat dari pasir besi melalui analisis hasil uji *X-Ray Diffractometer*(XRD).

1.2 Rumusan Masalah

Perumusan masalah yang terdapat pada Tugas Akhir ini adalah bagaimana pengaruh waktu proses nitridasi terhadap sintesis material nitrida besi dengan bahan dasar Fe_3O_4 dari pasir besi pada suhu 400°C dan 700°C .

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya Tugas Akhir ini adalah untuk mengetahui pengaruh waktu proses nitridasi terhadap sintesis

material nitrida besi yang dibuat menggunakan Fe_3O_4 dari pasir besi pada suhu 400°C dan 700°C .

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam Tugas Akhir ini adalah sebagai berikut:

1. Bahan dasar yang digunakan dalam sintesis nitrida besi adalah Fe_3O_4 dari pasir besi.
2. Metode nitridasi yang digunakan pada penelitian ini adalah nitridasi gas.
3. Karakteristik yang dihasilkan melalui analisis hasil uji *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)*.
4. Analisis data yang dilakukan menggunakan software MATCH, MAUD dan Origin.
5. Penelitian ini untuk mengetahui pengaruh waktu nitridasi pada sintesis material nitrida besi yang dibuat menggunakan Fe_3O_4 .

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini yaitu sebagai sumber informasi, ilmu pengetahuan dan wawasan perihal karakterisasi nitrida besi yang dibuat dengan Fe_3O_4 dari pasir besi alam serta pengaruh waktu nitridasi pada sintesis nitrida besi. Sehingga semua hal yang ditulis pada tugas akhir ini dapat berguna dan dikembangkan untuk penelitian lebih lanjut.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

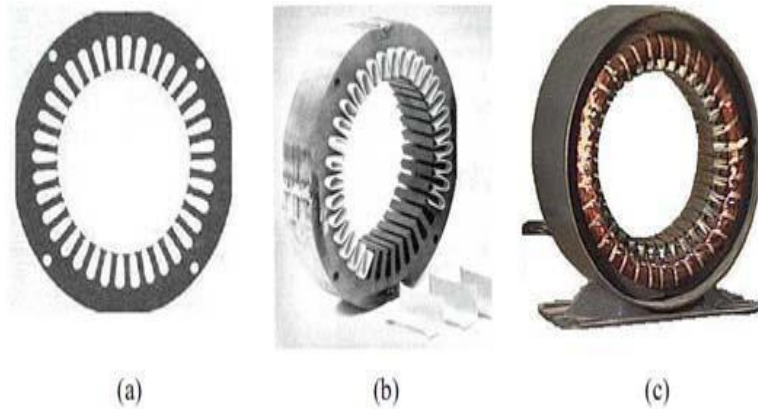
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Motor Listrik

Motor listrik termasuk sebagai mesin elektrik yaitu suatu alat konversi energi yang dapat mengubah energi mekanik menjadi energi elektrik dan selanjutnya energi elektrik tersebut dapat diubah menjadi energi mekanik. Bila energi mekanik diubah menjadi energi elektrik maka mesin bekerja sebagai generator. Sedangkan jika energi elektrik diubah menjadi energi mekanik maka mesin bekerja sebagai motor. Secara umum mesin elektrik mempunyai konstruksi yang terdiri dari dua silinder yang konsentrik dan terbuat dari bahan ferromagnetik. Silinder yang berada diluar disebut stator karena dalam keadaan diam, sedangkan silinder bagian dalam disebut rotor karena dalam keadaan berputar (Soebagio, 2008).

Stator terdiri atas tumpukan laminasi inti yang memiliki alur yang menjadi tempat kumparan dililitkan yang berbentuk silindris. Alur pada tumpukan laminasi inti diisolasi dengan kertas. Tiap elemen laminasi inti dibentuk dari lembaran besi. Tiap lembaran besi tersebut memiliki beberapa alur dan beberapa lubang pengikat untuk menyatukan inti. Tiap kumparan tersebar dalam alur yang disebut belitan phasa dimana untuk motor tiga phasa, belitan tersebut terpisah secara listrik sebesar 120° . Kawat kumparan yang digunakan terbuat dari tembaga yang dilapis dengan isolasi tipis. Kemudian tumpukan inti dan belitan stator diletakkan dalam cangkang silindris yang bisa diamati perbedaanya pada Gambar 2.1 (Rachmat and Ruhama, 2014).



Gambar 2.1 a) Lempengan laminasi inti, b) lempengan inti yang telah disatukan, dan c) belitan stator yang telah dilekatkan pada cangkang luar untuk motor induksi tiga fasa (Rachmat and Ruhama, 2014)

2.2 Pasir Pantai Indonesia

Pasir merupakan bahan galian yang umumnya berukuran antara 0,0625 sampai 2 milimeter dan mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Dimulai dengan pelapukan batuan kemudian tercuci dan terbawa oleh air atau angin yang terendapkan di danau, sungai dan laut. Sumber pasir yang melimpah, salah satunya terdapat di sepanjang wilayah pantai. Jika kita amati pesisir pantai selatan khususnya pulau Jawa memiliki potensi alam yang besar berupa pasir pantai. Pasir banyak digunakan dalam bahan bangunan sebagai campuran dari semen.

Pasir terdiri dari berbagai material atau unsur penyusun, diantaranya terdapat kandungan silika, kalsium, zirkon, besi dan lain - lain. Pasir memiliki warna sesuai dengan kandungan yang

ada di dalamnya. Pasir yang memiliki kadar besi yang tinggi dapat kita amati terlihat berwarna hitam. Untuk pasir warna hitam umumnya ditemukan di pantai selatan Pulau Jawa dan barat Pulau Sumatera. Pasir hitam ini memiliki kandungan mineral yang didominasi oleh magnetit (Fe_3O_4), hematit (Fe_2O_3), Limonit ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), Siderit (FeCO_3).

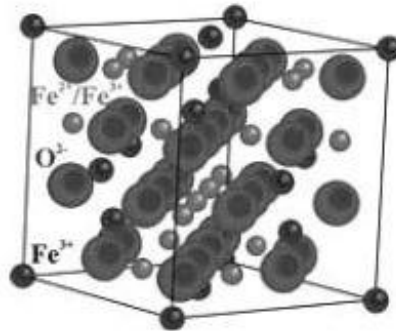
Di Indonesia pasir besi merupakan salah satu sumber besi yang dalam pemanfaatannya masih belum optimal. Masih terbatas untuk bahan campuran pada bangunan. Pasir besi jika diolah dapat digunakan sebagai bahan tambahan di pabrik semen. Di Selandia Baru dan Tiongkok pasir besi sudah digunakan sebagai bahan baku pembuatan besi baja (Wida & Josephine, 2015).

Pemurnian pasir besi perlu dilakukan untuk mendapatkan mineral magnetit Fe_3O_4 yang terkandung dalam pasir besi. Teknik pemurnian pasir besi dilakukan dengan mengekstrak pasir besi menggunakan magnet permanen. Penggunaan magnet permanen untuk mengekstrak pasir besi tersebut memanfaatkan sifat magnetik dari magnetit yang terkandung dalam pasir besi sehingga mineral magnetit dapat diambil dan dipisahkan dari pengotor.

2.3 Material Fe_3O_4

2.3.1 Pengertian

Salah satu mineral yang terkandung dalam pasir besi adalah magnetit. Magnetit merupakan mineral yang mengandung unsur besi (Fe) dan oksigen (O_2), dengan rumus kimia Fe_3O_4 . Magnetit bersifat tertarik oleh magnet (disebut sebagai bahan magnetik). Sifat istimewa nanopartikel magnetit adalah superparamagnetik. Sifat superparamagnetik merupakan sifat yang muncul pada material berorde satu domain magnetik. Ukurannya yang kecil



Gambar 2.2 Struktur Fe_3O_4
(Banley, 2007)

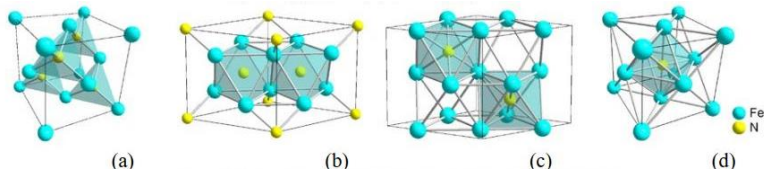
menyebabkan material tersebut sangat reaktif terhadap medan magnet luar, namun jika medan magnet luar dihilangkan pengaruhnya, secara perlahan-lahan sifatnya akan mirip dengan material paramagnetik (Pauzan, 2013).

2.3.2 Proses Sintesis

Salah satu cara yang dapat digunakan untuk membuat nanopartikel magnetit yaitu dengan reaksi padat-cair. Reaksi padat-cair sendiri dapat dilakukan dengan beberapa metode, diantaranya metode sol-gel, metode solvothermal, metode hidrothermal, metode sonokimia, metode kopresipitasi, metode mikroemulsi, dan metode molten salts dan cairan ionik pada suhu kamar (Ningsih, 2016). Dari beberapa metode tersebut, dipilih metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi merupakan metode yang paling efektif karena metode ini dapat dilakukan dengan mudah pada kondisi lingkungan yang normal (suhu ruang), padatan yang dihasilkan stabil dan tidak dapat larut dalam pelarut. Selain itu kelebihan metode ini yaitu dapat menghasilkan partikel yang berukuran butir sangat kecil dan pemakaian energi yang cukup rendah dan biaya murah (Munasir, dkk.2013).

Kopresipitasi merupakan salah satu metode yang digunakan untuk membuat preparasi material nanopartikel. Penelitian Chucheng Yang, dkk., dan Thi Kieu, dkk. telah berhasil mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi dengan ukuran partikel berkisar 10 nm. Metode kopresipitasi melibatkan kontrol konsentrasi pelarut dan pengendap, suhu, kecepatan pengadukan dalam pembuatan produk atau sampel (Ningsih, 2016). Prinsip kerja metode ini yaitu dengan mengubah suatu garam logam menjadi endapan menggunakan pengendap basa hidroksida atau karbonat yang kemudian diubah ke bentuk oksidanya dengan cara pemanasan (Zainuri, 2013). Dalam sintesisnya metode ini menggunakan pasangan asam dan basa. Asam berfungsi sebagai pelarut dan basa sebagai zat terlarut menuju ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. Sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi diharapkan memiliki sifat monodispersif. Sifat monodispersif artinya partikel magnetit terdistribusi secara merata atau seragam (Mairoza & Astuti, 2016).

Penggunaan metode kopresipitasi dengan variasi konsentrasi larutan garam besi dan larutan pengendap mempengaruhi jumlah serbuk dan sifat magnetik dari magnetit yang terbentuk (Aji, 2008). Sedangkan variasi pada suhu pelarutan ekstrak pasir besi mempengaruhi struktur kristal magnetit yang terbentuk. Semakin rendah suhu pelarutan maka magnetit yang terbentuk memiliki susunan atom membentuk struktur kristal. Pada suhu pelarutan 55°C diperoleh material magnetit yang memiliki ukuran 45,46 nm dengan struktur kristal kubik (Nurjanah, 2018).



Gambar 2.2 Struktur Kristal dari Nitrida Besi (a) FeN, (b) Fe₂N, (c) Fe₂₋₃N dan (d) Fe₄N (Masataka dkk., 2001)

2.4 Material FeN

2.4.1 Pengertian

Nitrida besi merupakan salah satu jenis material ferromagnetik. Material tersebut bisa disintesis dari pasir besi. Pasir besi diolah dan diambil oksida besinya kemudian bisa diproses lebih lanjut menjadi nitrida besi. Setiawan dan Purwadi, menjelaskan bahwa kelarutan maksimum nitrogen dalam besi pada suhu nitridisasi 500-590°C adalah 0,1% massa, jika lebih besar dari 0,1% maka akan membentuk nitrida γ' (Fe₄N). Jika kelarutan nitrogen pada besi melebihi 6%, nitrida γ' (Fe₄N) akan berubah menjadi ε (Fe₂₋₃N). Pada suhu dibawah 500°C dengan kadar nitrogen lebih dari 11% maka nitrida ξ (Fe₂N) akan segera terbentuk dan diatas 650°C Fe₄N akan terurai. Nitrida γ' dan ε secara fisik pada permukaan besi terlihat sebagai lapisan putih (*white layer*).

Gambar 2.2 menunjukkan struktur kristal dari FeN, Fe₂N, Fe₂₋₃N dan Fe₄N. Struktur Kristal ε -Fe₃N ditunjukkan pada gambar 2.2 (c). Fasa ε -Fe₃N memiliki struktur heksagonal dengan parameter kisi $a=4,66 \text{ \AA}$ dan $c=4,36 \text{ \AA}$. Momen magnetik ε -Fe₂₋₃N secara bertahap menurun dengan penurunan kadar besi. Untuk Fe_xN ($2 \leq x \leq 3$), saat x sama dengan 3 momen magnetik dari masing-masing atom besi pada ε -Fe₃N menjadi 2,0 μ_B dan saat x

sama dengan 2 momen magnetik berkurang menjadi $0,2 \mu_B$.

2.4.2 Proses Sintesis

Metode yang banyak dilakukan dalam sintesis FeN serbuk yaitu metode nitridasi (Zhu dkk., 2016; Wu dkk.,2004; Abbas dkk.,2014). Metode nitridasi merupakan salah satu metode perlakuan panas pada suatu sampel atau material. Terdapat beberapa jenis metode nitridasi yaitu *gas nitriding*, *salt bath nitriding* dan *plasma nitriding*. Nitridasi gas yaitu proses pemanasan suatu sampel yang diberi aliran gas nitrogen atau NH_3 dengan variasi waktu pemanasan, suhu dan aliran gas tertentu. Saat gas ammonia berhubungan dengan panas maka akan terjadi proses disosiasi menjadi hidrogen dan nitrogen. Selanjutnya nitrogen akan berdifusi pada permukaan benda yang dinitridasi sehingga membentuk nitrida. Proses nitridasi umumnya diterapkan pada pengerasan permukaan baja paduan yang mengandung unsur Fe, Al, Cr, Mn dan unsur lain yang memungkinkan bereaksi dengan unsur nitrogen. Unsur-unsur tersebut akan bereaksi dengan nitrogen yang larut secara interstisi sehingga membentuk nitride-nitrida seperti Fe_2N , Fe_3N , Fe_4N , Cr_2N , AlN , dll(Umen dan Hana, 2014). Selain itu, Gnedovets dkk. berhasil melakukan sintesis nitrida besi dengan bersifat *softmagnetik*, magnetisasi saturasi yang tinggi, koersif yang kecil dan resistivitas permukaan yang tinggi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam tugas akhir ini yaitu tisu untuk membersihkan cairan kimia yang berlebih, masker dan sarung tangan untuk keamanan diri, gelas ukur untuk mengukur volume sampel, gelas beker untuk wadah saat proses kopresipitasi, pipet tetes untuk meneteskan amonia, pH meter untuk mengetahui nilai pH larutan saat reaksi, pompa vakum untuk menyedot cairan yang akan diendapkan, labu erlenmeyer untuk menampung cairan pada proses *flushing*, kertas saring untuk menyaring larutan saat *flushing*, batang pengaduk untuk membantu mengeluarkan endapan sampel setelah *flushing*, cawan evaporasi untuk wadah endapan sampel, *furnace* untuk memanaskan sampel, mortar untuk menghaluskan sampel menjadi serbuk, timbangan untuk mengukur massa sampel dan krusibel untuk wadah sampel pada suhu tinggi.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam tugas akhir ini yaitu pasir besi alam, HCl, Amonia, aquades dan gas amonia.

3.2 Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan antara lain:

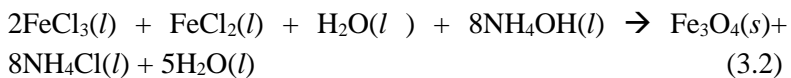
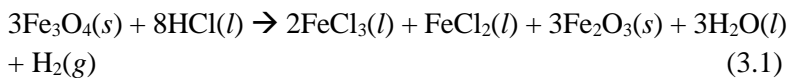
- Variabel bebas : Waktu nitridasi.
- Variabel terikat : Struktur FeN yang terbentuk.
- Variabel kontrol : Laju aliran gas amonia.

3.3 Tahapan Penelitian

3.3.1 Sintesis Fe₃O₄

Pada tahap awal, dilakukan separasi pasir besi menggunakan magnet permanen agar diperoleh Fe₃O₄ dengan kemurnian yang tinggi. Selanjutnya Fe₃O₄ disintesis dengan metode kopresipitasi menggunakan pelarut HCl dan agar terlarut ke bawah dititrasi menggunakan NH₄OH. Pada penelitian ini menggunakan pasir besi sebagai bahan dasar lalu dengan metode kopresipitasi pasir besi diproses hingga menjadi magnetit Fe₃O₄. Sintesis Fe₃O₄ dilakukan dengan 5 gr pasir besi dilarutkan dengan HCl 80 ml kemudian diputar dengan magnetic stirer putaran 1000rpm selama 50 menit. Lalu disaring larutan lalu diambil sarinya untuk dilakukan titrasi NH₄OH hingga larutan mengental dan berwarna hitam. Kemudian dilakukan pencucian agar didapat ampas dari endapan hitam tersebut. Selanjutnya dilakukan pemanasan dalam *furnace* agar terbentuk padatan. Setelah itu padatan digerus sehingga didapat serbuk Fe₃O₄ hasil kopresipitasi.

Reaksi pada proses pelarutan HCl dan titrasi NH₄OH secara berurutan dapat dilihat sebagai berikut.



Kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD). *Flowchart* penelitian pada Tugas Akhir ini dapat dilihat pada Gambar 3.1.

3.3.1 Sintesis Fe-N

Pada tahap awal, material Fe_3O_4 telah disintesis dalam orde nano. Kemudian material tersebut digunakan sebagai bahan untuk sintesis Fe-N. Sintesis Fe-N dilakukan dengan proses nitridasi, yaitu material Fe_3O_4 dipanaskan dalam *tube furnace* pada variasi suhu 400 dan 700°C sambil dialirkan gas NH_3 dengan variasi waktu 1, 2 dan 3 jam. Aliran gas NH_3 dijaga dengan laju aliran 100 ml tiap menit. Setelah itu sampel didinginkan hingga suhu 100°C di dalam *tube furnace* dengan gas NH_3 . Kemudian aliran gas ditutup dan sampel bisa diambil. Setelah itu sampel diuji dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, struktur kristal, parameter kisi dan ukuran kristal pada sampel dan *Energy Dispersive of X-Ray Spectroscopy* (EDS) untuk mengetahui kandungan unsur dalam sampel.

3.3.2 Karakterisasi Fe-N

Hasil pengujian dari karakterisasi *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS) lalu dianalisis untuk mendapatkan data kualitatif maupun kuantitatif dari masing masing variasi yang dilakukan.

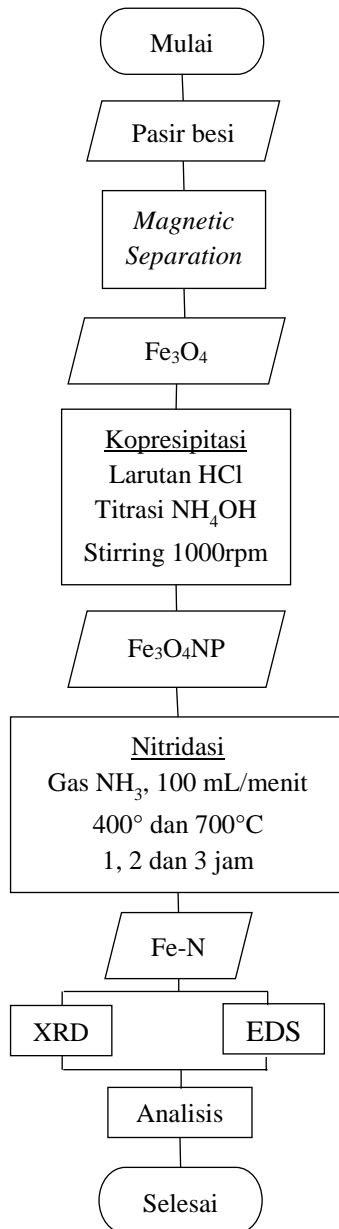
3.3.2.1 *X-Ray Diffractometer* (XRD)

Karakterisasi material menggunakan XRD digunakan untuk mengetahui dan menganalisis struktur kristal, kandungan fasa dan parameter kisi suatu bahan. Pengujian XRD dilakukan pada sampel serbuk Fe-N dengan panjang gelombang yang digunakan pada penelitian ini adalah $\text{Cu K-}\alpha 1$ (1.54060 Å) dengan rentang sudut 2θ antara 20–90°. Pengujian XRD dilakukan menggunakan XRD di Laboratorium Sentral UM, Malang.

3.3.2.2 *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS)

Pengujian kandungan unsur dilakukan dengan alat HITACHI FLEX SEM 1000 karena dilengkapi juga dengan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS) di Departemen Teknik

Mesin Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
Karakterisasi ini hanya dilakukan pada sampel tertentu.



Gambar 3.1 Flowchat Penelitian

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

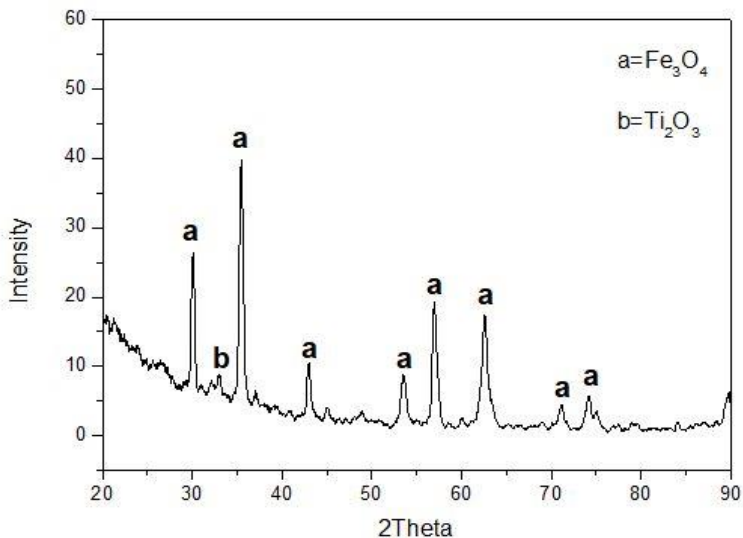
Pada proses pelarutan pasir besi dengan larutan HCl menghasilkan larutan berwarna hitam pekat yang menunjukkan adanya kandungan garam besi. Proses ini menggunakan larutan HCl dengan konsentrasi tinggi karena logam besi yang terkandung dalam pasir besi dapat bereaksi dengan HCl membentuk besi (II) klorida. Larutan garam besi yang terbentuk lalu diendapkan menggunakan larutan NH_4OH . Pengendapan garam besi dapat terjadi disebabkan terbentuknya kristal campuran atau adsorpsi ion-ion selama proses pengendapan. Endapan yang terbentuk merupakan hasil dari proses oksidasi material logam besi yang terkandung dalam garam besi hasil pelarutan.

Hasil endapan ini merupakan endapan Fe_3O_4 . Kemudian endapan tersebut dilakukan *flushing* yaitu pencucian agar tersisa ampas dari endapan yang berwarna hitam. Setelah itu ampas tersebut dimasukkan furnace untuk menghilangkan kandungan air agar menjadi padatan kering untuk selanjutnya digerus menjadi serbuk Fe_3O_4 . Pada sintesis FeN, serbuk Fe_3O_4 dilakukan proses nitridasi yaitu pemanasan dalam furnace dengan dialiri gas NH_3 . Aliran gas amonia dijaga agar mengalir konstan. Variasi yang dilakukan yaitu suhu 400 dan 700°C dengan waktu 1, 2 dan 3 jam.

Pola difraksi XRD terdiri dari beberapa puncak. Intensitas pada sumbu y dan sudut difraksi yang terukur pada sumbu x. Masing-masing puncak dalam pola difraksi terjadi karena sinar-X yang terdifraksi dari bidang dalam sampel atau material yang diuji XRD. Setiap puncak memiliki tinggi intensitas yang berbeda-beda. Intensitas yang terjadi berbanding lurus dengan jumlah foton sinar-

X yang telah terdeteksi oleh detektor untuk masing-masing sudut. Besarnya intensitas ini juga sebanding dengan prosentasi atau besarnya kandungan material atau fasa yang terdapat pada sampel. Sedangkan lebar dari puncak berbanding terbalik dengan ukuran kristal dari fase yang terkandung dalam sampel. Kemudian posisi dari puncak yang terjadi pada uji XRD tergantung dari struktur kristalnya, hal inilah yang digunakan untuk menentukan struktur dan parameter kisi dari material yang diuji.

4.1 Analisis Struktur Fe_3O_4 Setelah Separasi Magnet dengan X-Ray Diffractometer (XRD)

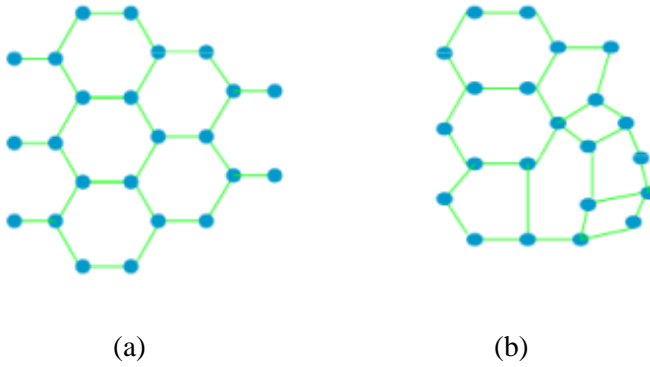


Gambar 4.1 Data XRD Sampel Fe_3O_4 Setelah Separasi Magnet

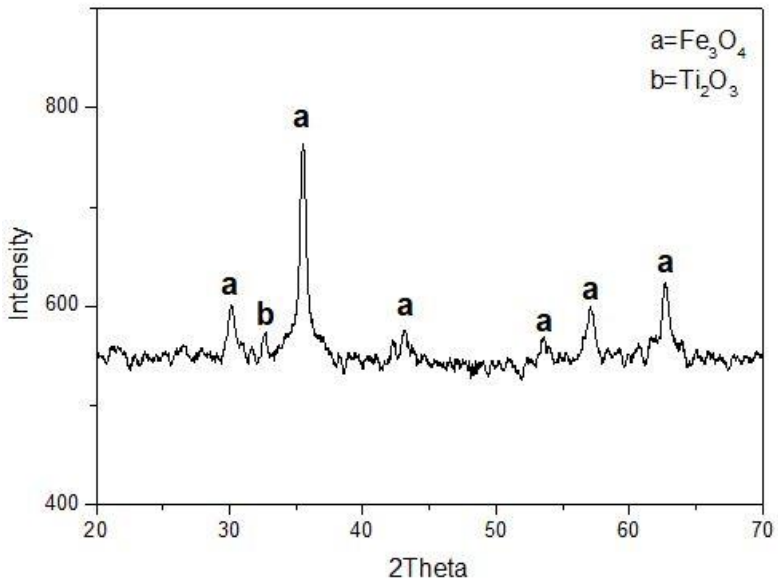
Material Fe_3O_4 memiliki pola difraksi yang dapat dilihat pada Gambar 4.1. Dari grafik pola difraksi yang terlihat, puncak - puncak yang terbentuk menunjukkan bentuk yang curam. Hal tersebut mengindikasikan bahwa material Fe_3O_4 yang terbentuk memiliki struktur kristal. Data eksperimen selanjutnya dianalisis

menggunakan *Software* MATCH!. Analisis dilakukan untuk mengetahui fasa apa saja yang terkandung pada sampel yang kita buat. Hasil analisis yang dilakukan, diperoleh bahwa sampel yang telah disintesis merupakan sampel yang didominasi oleh Fe_3O_4 . Sehingga fasa yang terbesar terdapat pada sampel yaitu Fe_3O_4 . Namun terdapat puncak yang teridentifikasi sebagai Ti_2O_3 pada data hasil analisis. Data selanjutnya dianalisis dengan MAUD. Kandungan fasa pada sampel yaitu Fe_3O_4 sebesar 87,5 % berat dan Ti_2O_3 12,5 % berat. Ti merupakan suatu pengotor yang terdapat pada proses separasi pasir besi yang kurang optimal. Hal tersebut menunjukkan ada sedikit pengotor yang terkandung di dalam sampel yang telah disintesis. Analisis yang dilakukan yaitu mencocokkan data eksperimen dengan data dari *software* MATCH! dengan kode 96-210-1536. Kemudian dapat dicari ukuran kristal, parameter kisi dan struktur kristal dari Fe_3O_4 yang terbentuk dengan *software* MAUD. Fe_3O_4 memiliki ukuran kristal sebesar 124,9 nm, parameter kisi $a= 8,393945 \text{ \AA}$ dan struktur kristal kubik. Hal tersebut sesuai dengan COD 1513304.

Ditinjau dari struktur atomnya, zat padat dibagi menjadi 3 yaitu kristal tunggal, polikristal, dan amorf (Suryanarayana & Norton, 1998). Kristal tunggal adalah padatan yang memiliki unit - unit kristal tersusun secara homogen membentuk bangun yang sama. Polikristal adalah padatan yang tersusun dari susunan kristal yang tidak homogen dan adanya perbedaan orientasi antara kristal - kristal. Sedangkan amorf merupakan susunan atom-atom atau molekul-molekul yang acak dan tidak teratur secara berulang. Partikel-partikel dari zat amorf tersebut tidak mempunyai bentuk tertentu dan permanen. Berikut Gambar 4.2 yang menunjukkan perbedaan susunan atom kristal dan amorf.



Gambar 4.2 Susunan Struktur Atom (a) Kristal, (b) Amorf
(Suryanarayana & Norton, 1998)4.



Gambar 4.3 Data XRD Sampel Fe_3O_4 Setelah Kopresipitasi

4.2 Analisis Struktur Fe₃O₄ Setelah Kopresipitasi dengan X-Ray Diffractometer (XRD)

Tujuan dilakukannya kopresipitasi yaitu untuk mengecilkan ukuran dari unsur tersebut menjadi orde nanometer. Saat suatu material memiliki ukuran yang semakin kecil maka besaran yang ikut berubah yaitu jari – jari, volume dan luas permukaan. Saat suatu material mengecil maka jari jari dan volumenya mengecil, namun luas permukaannya akan semakin besar dibandingkan saat ukurannya besar. Sehingga hubungannya dengan proses nitridasi, diharapkan dengan luas permukaan yang semakin besar, permukaan logam dalam hal ini Fe yang bereaksi dengan nitrogen dari gas ammonia juga semakin besar. Hal tersebut dapat mempercepat reaksi nitridasi sehingga terbentuk nitrida besi yang diharapkan.

Setelah kopresipitasi, Fe₃O₄ memiliki ukuran kristal sebesar 23,794884 nm, parameter kisi $a= 8,383522 \text{ \AA}$ dan struktur kristal kubik. Hal tersebut sesuai dengan COD . Informasi tersebut menunjukkan bahwa kopresipitasi telah berhasil membuat ukuran sampel mengecil menjadi orde nanometer.

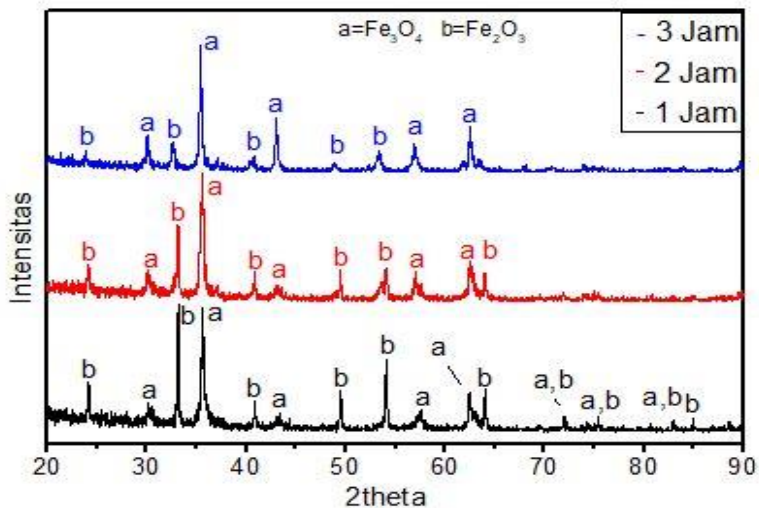
4.3 Analisis Struktur FeN yang terbentuk dengan X-Ray Diffractometer (XRD)

Pada suhu 400°C menunjukkan bahwa fasa yang terkandung pada sampel yang telah dilakukan proses nitridasi yaitu didominasi oleh oksida besi. Pada suhu ini, belum ada ikatan antara atom besi dan nitrogen. Hal tersebut ditunjukkan dengan data pada variasi suhu 400°C dengan waktu nitridasi 1, 2 dan 3 jam pada Gambar 4.4.

Data pola difraksi yang terbentuk pada suhu 400°C selama 1 jam menunjukkan bahwa masih terdapat beberapa fasa yang teramati setelah dilakukan analisis menggunakan MATCH!. Dari

hal itu dapat diketahui bahwa fasa yang terbentuk bukan *singlephase* namun *multiphase*. Pada gambar dapat diamati bahwa terdapat 2 fasa yang terbentuk, yaitu Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 . Fasa tersebut kemudian dianalisis menggunakan *software* MAUD sehingga diperoleh data seperti pada Tabel 4.1.

Hasil tersebut terjadi karena pada saat proses nitridasi pada suhu 400°C , terjadi proses pemanasan yang mengakibatkan berubahnya sebagian fasa dari Fe_3O_4 menjadi Fe_2O_3 .



Gambar 4.4 Hasil nitridasi pada suhu 400°C

Tabel 4.1 Data fasa pada proses nitridasi 400°C selama 1 jam

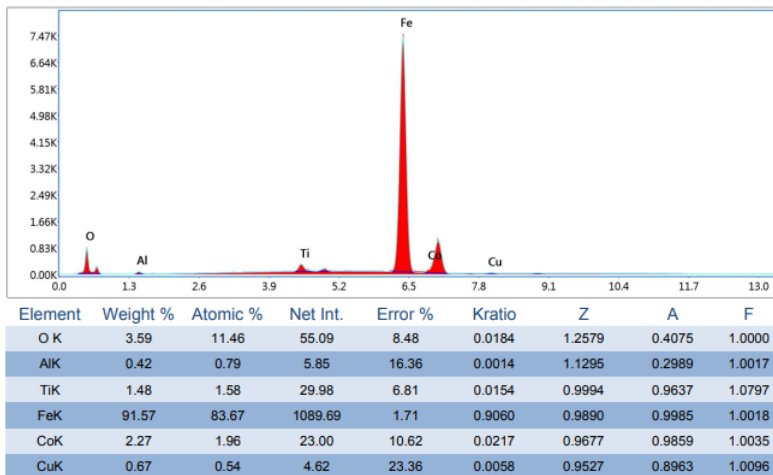
Komposisi	Struktur Kristal	Parameter kisi(\AA)	Ukuran kristal(nm)
Fe_2O_3 % berat 57,1	Heksagonal	a=5,0354 c=13,7529	103,2
Fe_3O_4 % berat 42,9	Kubik	a=8,3511	53,9

Tabel 4.2 Data fasa pada proses nitridasi 400°C selama 2 jam

Komposisi	Struktur Kristal	Parameter kisi(Å)	Ukuran kristal(nm)
Fe ₃ O ₄ % berat 56,1	Kubik	a=8,3799	38,1
Fe ₂ O ₃ % berat 43,9	Heksagonal	a=5,0367 c=13,7585	103,0

Tabel 4.3 Data fasa pada proses nitridasi 400°C selama 3 jam

Komposisi	Struktur Kristal	Parameter kisi(Å)	Ukuran kristal(nm)
Fe ₃ O ₄ % berat 69,5	Kubik	a=8,39479	67,8
Fe ₂ O ₃ % berat 30,5	Heksagonal	a=5,0686 c=14,0281	90,8

**Gambar 4.5** Komposisi elemen pada suhu 400°C waktu 1 jam *spot* 3

Kemudian terdapat beberapa elemen unsur yang bukan berasal dari proses pembuatan nitrida besi. Unsur tersebut yaitu Ti dan lain lain. Data unsur dapat dilihat pada Gambar 4.5. Unsur ini berasal dari pasir besi yang masih ada sedikit pengotor yang dijelaskan di

atas. Pengotor bisa berasal dari proses pengolahan pasir besi yang kurang optimal hingga akhirnya muncul pada analisis ini. Sehingga sampel yang didapat memiliki pengotor yang teramati setelah proses nitridasi.

Selanjutnya data pola difraksi yang terbentuk pada suhu 400°C selama 2 jam. Pada variasi ini menunjukkan bahwa terdapat lebih dari 1 fasa yang teramati dari hasil analisis MATCH!. Pada waktu 2 jam, fasa yang teramati yaitu Fe₃O₄ dan Fe₂O₃. Selanjutnya keduanya dilakukan analisis menggunakan *software* MAUD dengan data yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Hasil tersebut diperoleh karena proses pemanasan dapat mengubah fasa dari suatu kandungan material. Proses nitridasi pada suhu 400°C dengan waktu 2 jam ini masih tidak berbeda jauh dengan nitridasi pada suhu 400°C dengan waktu 1 jam. Dan fasa yang terbentuk hampir sama dengan variasi 1 jam. Dengan variasi 2 jam ternyata belum memunculkan fasa FeN.

Kemudian data pola difraksi yang terbentuk pada suhu 400°C selama 3 jam. Fasa yang terbentuk pada variasi ini setelah dilakukan analisis MATCH! masih hampir sama dengan variasi 1 jam dan 2 jam, yaitu terdapat Fe₃O₄ dan Fe₂O₃. Lalu fasa yang terbentuk dianalisis dengan MAUD dan diperoleh data seperti pada Tabel 4.3

Hasil pada waktu 3 jam ternyata belum terbentuk fasa FeN yang diharapkan. Hasil itu terjadi karena diperkirakan dengan suhu 400°C dan sampai waktu nitridasi 3 jam belum bisa mengikat antara atom Fe dan N. Sehingga pada suhu 400°C dengan variasi waktu nitridasi 1, 2 dan 3 jam belum menghasilkan fasa FeN. Aliran gas amonia masih belum bereaksi dengan sampel sehingga belum terbentuk FeN yang diharapkan. Reaksi yang terjadi saat Fe₃O₄ dipanaskan yaitu:



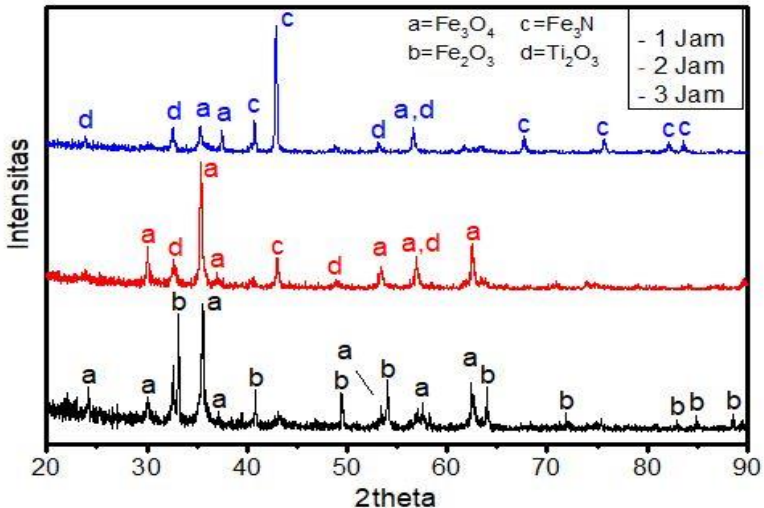
Fe_3O_4 merupakan fase yang tidak stabil, karena di dalamnya memiliki ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Fe_3O_4 dapat ditulis juga sebagai $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$, namun saat dipanaskan FeO akan hilang dan tinggal Fe_2O_3 . Pada proses ini terjadi reaksi oksidasi dari Fe_3O_4 menjadi Fe_2O_3 dari ion Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} . Hal ini terjadi saat sistem berada pada lingkungan atmosfer. Di awal, memungkinkan terdapat oksigen yang berada pada sistem sebelum *tube furnace* ditutup. Sehingga saat awal proses nitridasi, terjadi proses oksidasi yang menyebabkan fasa Fe_2O_3 terbentuk. Namun saat gas amonia mulai dialirkan maka selama waktu tersebut oksigen mulai berkurang dan digantikan oleh gas amonia. Proses ini mengakibatkan Fe_2O_3 mulai tereduksi menjadi Fe_3O_4 . Sehingga kandungan Fe_2O_3 menurun seiring pertambahan waktu nitridasi pada suhu 400°C . Yasuda dkk melakukan penelitian yang menunjukkan bahwa hematit mulai tereduksi menjadi magnetit pada suhu 500°C dan menjadi nitrida besi pada suhu 600°C .

Pada suhu 700°C menunjukkan bahwa masih terdapat beberapa fasa yang terdapat pada sampel yang diproses. Sehingga fasa yang terbentuk pada sampel belum fasa tunggal, melainkan multi fasa. Hal tersebut menunjukkan hasil yang diperoleh merupakan material yang belum murni, tetapi masih membawa atom atau unsur lain yang merupakan pengotor dalam sintesis yang dilakukan. Hasil tersebut dapat dilihat pada data proses nitridasi pada suhu 700°C dengan variasi waktu 1, 2 dan 3 jam pada Gambar 4.6.

Data pola difraksi yang terbentuk pada suhu 700°C selama 1 jam dapat dilihat bahwa hasil dari MATCH! Menunjukkan bahwa fasa yang teridentifikasi merupakan multifasa. Hal tersebut menunjukkan bahwa material yang disintesis belum merupakan material murni yang ditandai dengan memiliki lebih dari 1 fasa. Dari data ditunjukkan bahwa terdapat dua fasa yaitu Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 . Pada variasi ini masih berfokus pada perubahan fasa dan belum terbentuknya FeN . Data tersebut dapat dilihat pada Tabel

4.4.

Hasil ini menunjukkan bahwa meskipun suhu perlakuan tinggi namun waktu yang dipakai masih cepat/sebentar, yaitu 1 jam, fasa FeN yang diharapkan masih belum muncul. Gas amonia yang dialirkan masih belum berinteraksi atau berikatan dengan atom besi dari sampel. Perubahan yang terjadi yaitu pemanasan yang dilakukan mengakibatkan perubahan fasa sampel. Pada proses ini terjadi perubahan Fe_3O_4 menjadi Fe_2O_3 . Hal ini diketahui bahwa terjadi proses oksidasi yang telah dijelaskan di atas.



Gambar 4.6 Hasil nitridasi pada suhu 700°C

Tabel 4.4 Data fasa pada proses nitridasi 700°C selama 1 jam

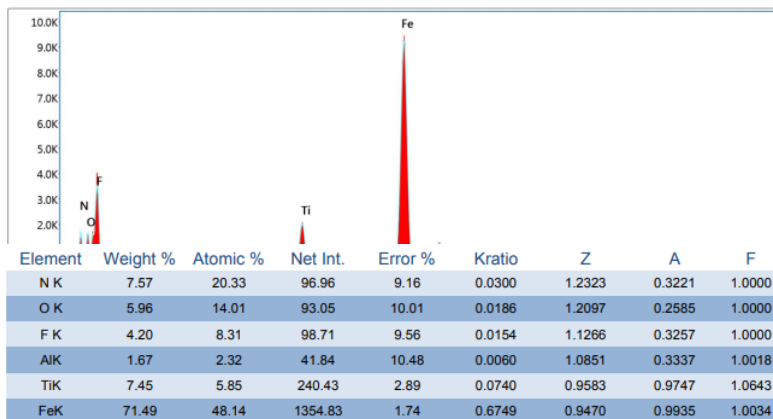
Komposisi	Struktur Kristal	Parameter kisi(Å)	Ukuran kristal(nm)
Fe_2O_3 % berat 62,7	Heksagonal	a=5.0349 c=13.7543	110,9
Fe_3O_4 % berat 37,3	Kubik	a=8,3879	87,38

Tabel 4.5 Data fasa pada proses nitridasi 700°C selama 2 jam

Komposisi	Struktur Kristal	Parameter kisi(Å)	Ukuran kristal(nm)
Fe ₃ O ₄ % berat 71,5	Kubik	a=8,3977	60,5
Ti ₂ O ₃ % berat 26,9	Heksagonal	a=5,0703 c=14,0131	93,9
Fe ₃ N % berat 1,6	Heksagonal	a=4,7890 c=4,4100	100,0

Tabel 4.6 Data fasa pada proses nitridasi 700°C selama 3 jam

Komposisi	Struktur Kristal	Parameter kisi(Å)	Ukuran kristal(nm)
Fe ₃ N % berat 56,5	Heksagonal	a=4,7903 c=4,4229	100,3
Ti ₂ O ₃ % berat 32,9	Heksagonal	a=5,0799 c=14,0435	100,5
Fe ₃ O ₄ % berat 10,6	Kubik	a=8,4003	99,9

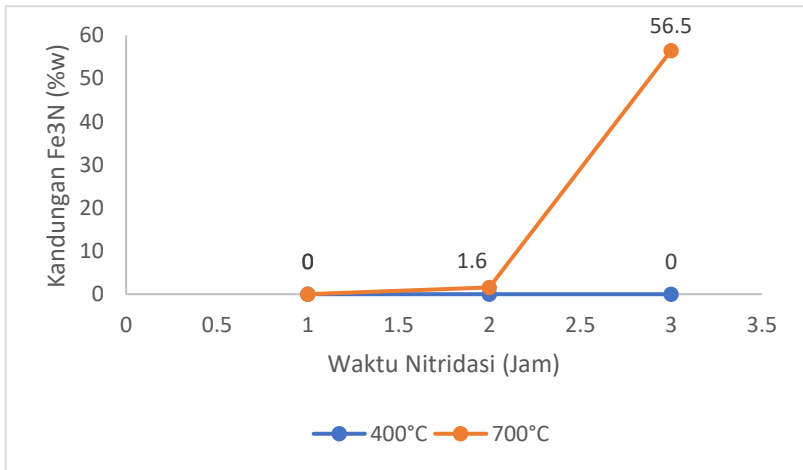
**Gambar 4.7** Komposisi elemen pada suhu 700°C waktu 4 jam *spot 2*

Selanjutnya data pola difraksi yang terbentuk pada suhu 700°C selama 2 jam. Data hasil sintesis lalu dianalisis dengan MATCH! hingga menunjukkan bahwa terbentuk tiga fasa yang terbentuk yaitu Fe_3O_4 , Ti_2O_3 dan Fe_3N . Pada proses ini terbentuk fasa FeN yang diharapkan. FeN yang terbentuk yaitu Fe_3N . Namun prosentase yang didapat masih kecil. Dari fasa yang terbentuk lalu dianalisis dengan MAUD dan didapat data seperti pada Tabel 4.5.

Kemudian data pola difraksi yang terbentuk pada suhu 700°C selama 3 jam. Hasil pada variasi ini menunjukkan bahwa pada variasi ini fasa FeN terbentuk memiliki prosentase yang lebih tinggi atau dominan. Pada data dapat dilihat bahwa fasa yang terbentuk yaitu Fe_3N , Ti_2O_3 dan Fe_3O_4 . Fasa yang diperoleh lalu dianalisis menggunakan MAUD dan data yang didapat dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Hasil pada suhu 700°C dengan waktu 3 jam ini menunjukkan peningkatan jumlah prosentasi fasa FeN yang terbentuk dengan penambahan waktu nitridasi. Namun hasil $\text{FeN}(\text{Fe}_3\text{N})$ yang terbentuk masih terdapat pengotor yang menunjukkan hasil sintesis belum menghasilkan material Fe_3N murni. Kemudian terdapat fasa Ti_2O_3 yang terbentuk. Hal ini disebabkan oleh proses separasi magnet yang belum sempurna dalam memisahkan material magnetik pada pasir besi. Informasi ini didukung dengan data EDS pada Gambar 4.7.

Dari variasi yang dilakukan pada suhu 400°C dengan variasi waktu 1, 2 dan 3 jam, hanya menghasilkan perubahan fasa besi oksida dari Fe_3O_4 menjadi fasa Fe_2O_3 . Namun belum terbentuk fasa FeN yang diharapkan. Sedangkan pada suhu 700°C, pada waktu nitridasi 1 jam proses yang terjadi yaitu perubahan fasa dari Fe_3O_4 menjadi fasa yang didominasi oleh Fe_2O_3 , namun pada waktu proses 2 jam sudah mulai terbentuk fasa FeN yaitu Fe_3N dengan masih memiliki prosentase yang kecil. Kemudian pada waktu proses 3 jam menghasilkan material FeN yaitu Fe_3N dengan prosentasi yang lebih besar. Fasa Fe_3N yang terbentuk sesuai



Gambar 4.8 Grafik kandungan Fe₃N pada waktu 1,2 dan 3 jam.

dengan COD 1530588.

Grafik pengaruh waktu nitridasi terhadap fasa Fe₃N pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 4.8. Sebagai referensi, Jacobs. dkk, menjelaskan bahwa fasa ϵ -Fe₃N memiliki struktur heksagonal dengan parameter kisi $a=4,66 \text{ \AA}$ dan $c=4,36 \text{ \AA}$. Dan penelitian Ye & Cao dengan metode nitridasi terbentuk fasa FeN diikuti beberapa fase pengotor pada suhu 550°C sedangkan pada suhu 850 dan 950°C diperoleh fasa tunggal Fe₃N.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang didapatkan pada Tugas Akhir ini, kesimpulan yang dapat diambil diantaranya:

1. Pada suhu 400°C dengan variasi waktu proses dari 1, 2 dan 3 jam menyebabkan tidak terbentuk fasa FeN namun hanya terjadi perubahan fasa dari Fe₃O₄ menjadi fasa Fe₂O₃ pada proses nitridasi.
2. Pada suhu 700°C dengan variasi waktu proses 1 jam hanya terjadi perubahan fasa dari Fe₃O₄ menjadi fasa yang didominasi oleh Fe₂O₃, namun pada waktu 2 jam dan 3 jam mulai terbentuk fasa FeN yaitu Fe₃N dan persentasenya semakin meningkat seiring meningkatnya waktu pada proses nitridasi.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil yang didapatkan pada Tugas Akhir ini, maka penulis memberikan saran sebagai referensi untuk dilakukannya penelitian lebih lanjut, diantaranya:

1. Dalam penelitian selanjutnya bisa dilakukan dengan variasi yang lain, seperti sampel dari Fe₂O₃, aliran gas atau tekanan pada proses nitridasi.
2. Karakterisasi pada sifat magnetik
3. Hasil sintesis dapat digunakan lebih lanjut sebagai acuan untuk aplikasi produk alternatif.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Abbas M., dkk. (2014). “Thermal Annealing Synthesis Of Fe₄N/Fe Nanocomposites From Iron Oxide (Fe₃O₄) Nanoparticles”. *Journal of the Korean Physical Society*. vol. 65. no. 10. pp. 1649–1652, Nov. 2014
- Aji, M. P. (2008). “Kajian Sifat Magnetik Magnetit (Fe₃O₄) Hasil Penumbuhan Dengan Metode Presipitasi Berbahan Dasar Pasir Besi”. Thesis. Institut Teknologi Bandung.
- Banley, L. (2007). “Magnetite (Fe₃O₄): Properties, Synthesis, and Applications”, *Lehigh Rev.*, vol. 15, pp. 32–81
- Gnedovets, A. G., dkk. (2016). “Synthesis of Micron Particles with Fe – Fe₄N Core – Shell Structure at Low Temperature Gaseous Nitriding of Iron Powder”. 7(2). pp. 303–309. doi: 10.1134/S2075113316020106.
- Jacobs H, Rechenbach D, Zachwieja U. (1995). “Structure determination of γ' -Fe₄N and ϵ -Fe₃N”. *J. Alloys Compd.* 227 10-17
- Mairoza, A & Astuti. (2016). “Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ dari Batuan Besi Menggunakan Asam Laurat sebagai Zat Aditif”. *Jurnal Fisika Unand* Vol. 5, No. 3, Juli 2016
- Masataka K, Takashi N, Takao A, Yamamoto, Masahiro K. (2001). “Magnetism, Crystal Structure and Nitrogen Content Near the ϵ - ζ Phase Boundary of Iron Nitrides”. *J. Alloys Compd.* 327. 43-46
- Munasir, Triwikantoro, Moch Zainuri, Darminto. (2013). “Ekstraksi dan Sintesis Nanosilika Berbasis Pasir Bacar

dengan Metode Basah”. *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*. 3(2). 12-17

Ningsih, S. K. W. (2016). “Sintesis Anorganik”. Padang: UNP Press

Nurjanah, S. (2018). “Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4 Pasir Besi Glagah Kulon Progo Dengan Metode Kopresipitasi”. Yogyakarta: UNY.

Pausan, M., dkk., (2013). “Pengaruh Ukuran Butir dan Struktur Kristal terhadap Sifat Kemagnetan pada Nanopartikel Magnteite (Fe_3O_4)”. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng & DIY, Solo, 23 Maret 2013* ISSN: 0853-0823

Rachmat, A. and Ruhama, A. (2014). “Perancangan Dan Pembuatan Alat Uji Motor Listrik Induksi Ac 3 Fasa Menggunakan Dinamometer Tali (Rope Brake Dynamometer)”. *J-Ensitec*. 1(01). pp. 7–16. doi: 10.31949/j-ensitec.v1i01.11.

Rumen, R dan Hana, H. (2014). “Analisis Pengerasan Permukaan dan Struktur Mikro Baja Aisi 1045 Melalui Proses Nitridasi Menggunakan Media Urea”. *Jurnal Konversi Energi dan Manufaktur UNJ*, II

Setiawan, B. Albertus dan Purwadi, W. (2009). “Pengaruh Temperatur dan Waktu Proses Nitridasi terhadap Kekerasan Permukaan FCD 700 dengan Media Nitridasi Urea”. *Seminar Nasional Kluster Riset Teknik Mesin 2009*

Soebagio. (2008). “Teori Umum Mesin Elektrik”. Surabaya : Srikandi

Sudirham, S. (2013). “Struktur Kristal dan Nonkristal”. Diakses

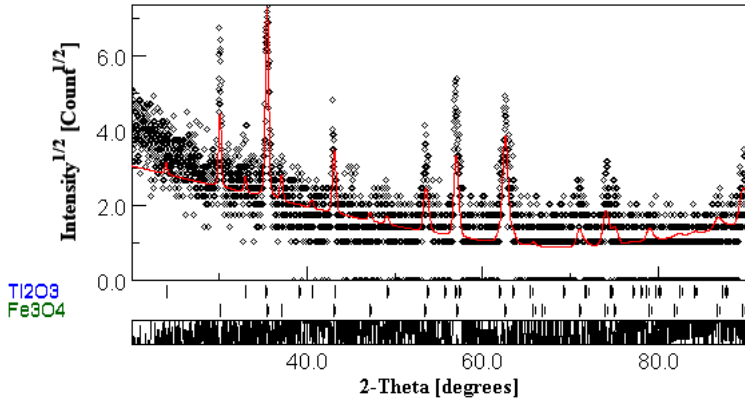
dari www.darpublik.com

- Sunaryono., dkk. (2015). “Various Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles Synthesized from Iron-Sands by Coprecipitation Method at Room Temperature”. *Materials Science Forum*. vol. 827. pp. 229–234.
- Suryanarayana, C. & M Grant Norton. (1998). *X-Ray Diffraction A Partical Approach*. USA
- Taufiq A., dkk. (2015). “Nano-Structural Studies on Fe_3O_4 Particles Dispersing in a Magnetic Fluid Using X-Ray Diffractometry and Small-Angle Neutron Scattering”. *Materials Science Forum*, vol. 827, pp. 213–218.
- Thi Kieu Hanh Ta., dkk. (2016). “Synthesis and Surface Functionalization Of $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2$ Core-Shell Nanoparticles with 3-Glycidoxypropyltrimethoxysilane and 1,1'-Carbonyldiimidazole for Bioapplications, Colloids And Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects”. 504, 376- 383.
- Wida, E A & Josephine R. (2015). “Penambangan Pasir Besi di Glagah, Temon, Kulon Progo, Yogyakarta”. Diakses dari <http://citralekha.com/>
- Wu X. L., dkk. (2004). “Magnetic Properties and Thermal Stability of $\gamma\text{'-Fe}_4\text{N}$ Nanoparticles Prepared by a Combined Method of Reduction and Nitriding”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. vol. 281. pp. 77–81.
- Yang C., dkk. (2016). “A New Method to Prepare Water Based Fe_3O_4 Ferrofluid With High Stabilization”. *Physica*. A438. 560–567.

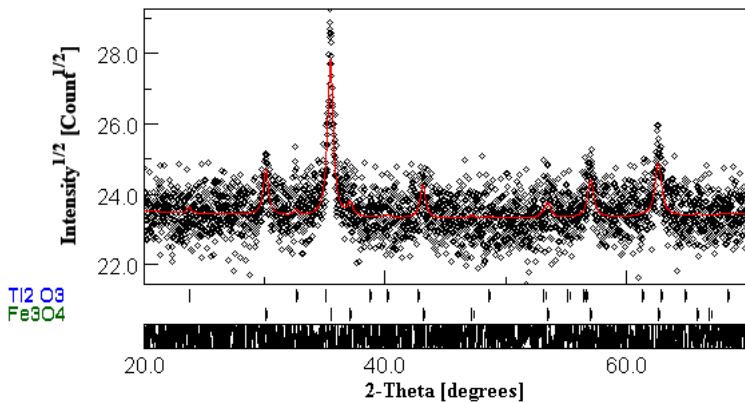
- Yasuda N., dkk. (2015). "Reduction and Nitriding Behavior of Hematite with Ammonia". *ISIJ International*. vol. 55. No. 4. pp. 736-741.
- Ye, S., & Cao, Y. (2016). "Structure of iron nitrides under different nitridation temperatures". <https://doi.org/10.2991/amt-16.2016.2>
- Yu M., dkk. (2016) "Electromagnetic and Absorption Properties Of Nano-Sized and Micro-Sized Fe₄N Particles". *Journal of Alloys and Compounds*. vol. 656. pp. 362–367.
- Zainuri, R. A. (2013). "II Tinjauan Pustaka". Diakses dari digilib.unila.ac.id
- Zhu M., dkk. (2016). "Synthesis and electromagnetic properties of nanodendritic γ' -Fe₄N". *Funct. Mater. Lett.* vol. 09. no. 02. p. 1650021.
- PP Nomor 23 Tahun 2010 tentang Pelaksanaan Kegiatan Usaha Pertambangan
- <https://www.ristekbrin.go.id/kabar/kembangkan-ekosistem-kendaraan-listrik-menristek-kepala-brin-targetkan-indonesia-produksi-dua-juta-motor-listrik-di-tahun-2025/> diakses pada tanggal 3 Maret pukul 20:34.

LAMPIRAN

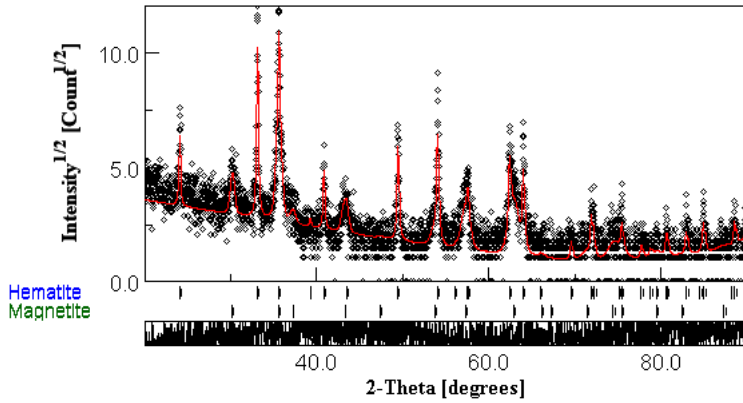
A. Hasil Analisis Kuantitatif Data XRD Menggunakan Software MAUD



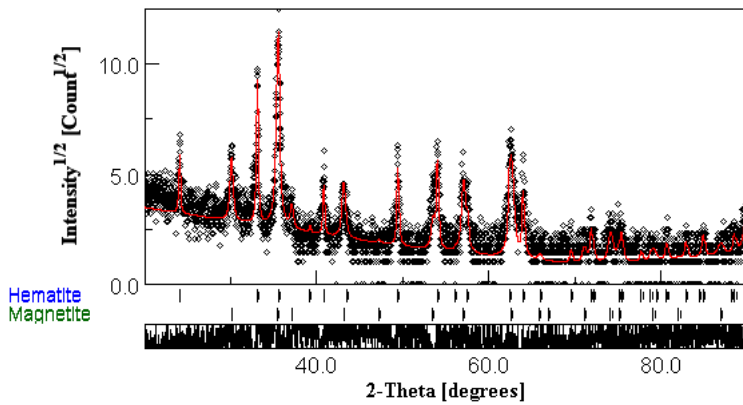
Gambar 1. Hasil *Refinement* Pasir Besi Setelah Separasi Magnet



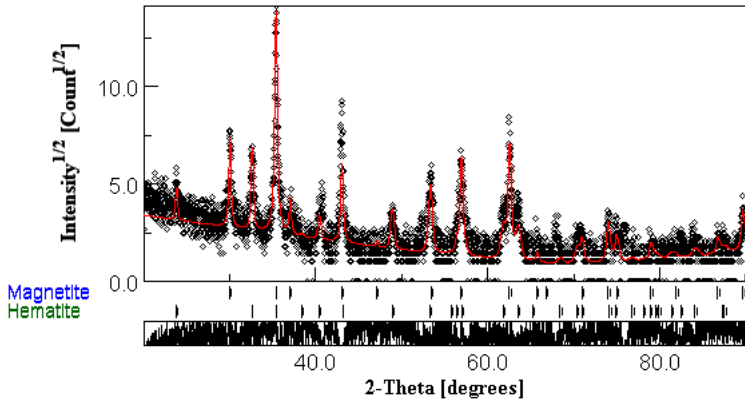
Gambar 2. Hasil *Refinement* Pasir Besi Setelah Kopresipitasi



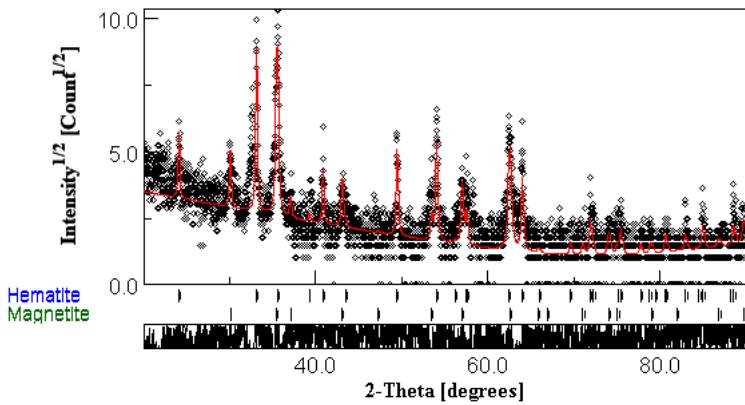
Gambar 3. Hasil *Refinement* pada Nitridasi 400°C waktu 1 jam



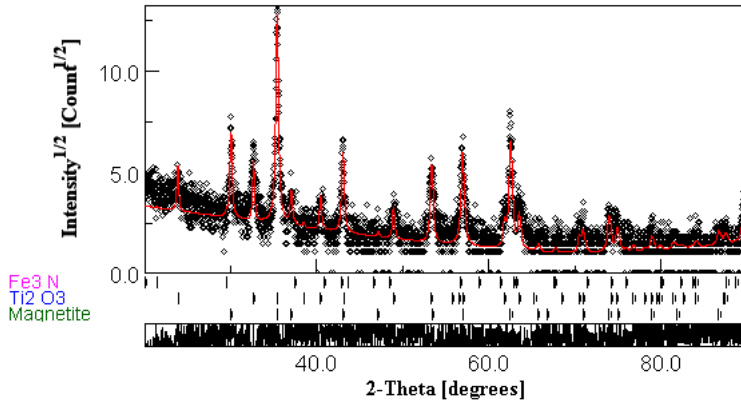
Gambar 4. Hasil *Refinement* pada Nitridasi 400°C waktu 2 jam



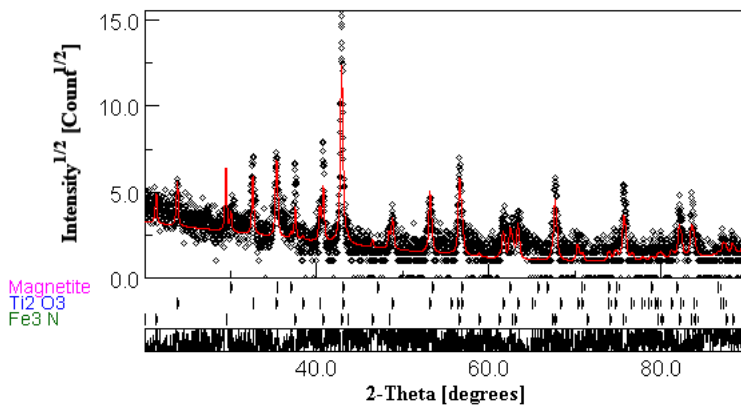
Gambar 5. Hasil *Refinement* pada Nitridasi 400°C waktu 3 jam



Gambar 6. Hasil *Refinement* pada Nitridasi 700°C waktu 1 jam



Gambar 7. Hasil *Refinement* pada Nitridasi 700°C waktu 2 jam



Gambar 8. Hasil *Refinement* pada Nitridasi 700°C waktu 3 jam

Tabel 1. Parameter Kecocokan Data Analisis *Software* MAUD

Sampel	Sig	Rwp	Rb	Rexp
Pasir Besi	1,0177388	47,179348	42,12708	46,35703
Fe ₃ O ₄	1,0639328	4,50909	3,599524	4,2381344
400°C 1 jam	1,1111947	39,299343	30,993881	35,36675
400°C 2 jam	1,1201036	39,65141	31,403086	35,39977
400°C 3 jam	1,1311468	40,514507	32,35195	35,8172
700°C 1 jam	1,1621035	43,539017	35,17207	37,465694
700°C 2 jam	1,1240172	41,63724	33,33544	37,043243
700°C 3 jam	1,244097	45,972145	37,78007	36,952286

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Nur Hidayat Romadhon, dengan nama panggilan Dayat. Penulis dilahirkan di Ngawi pada tanggal 18 Januari 1997. Penulis merupakan anak dari pasangan Bapak Muhsin (Alm) dengan Ibu Rusinem, anak kedua dari tiga bersaudara. Riwayat pendidikan penulis yaitu, TK Dharma Wanita Plosolor lulus tahun 2004, SDN Plosolor II lulus tahun 2010, SMPN 1 Karangjati lulus tahun 2013, SMAN 1 Ngawi lulus tahun 2016. Tahun 2016 diterima di Departemen Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui jalur SNMPTN. Penulis mengambil bidang minat Fisika Material dibawah bimbingan Prof. Dr. Darminto. Semasa kuliah, Penulis memiliki beberapa pengalaman akademik yaitu sebagai Asisten Laboratorium Fisika Dasar 1, Asisten Laboratorium Fisika Madya dan Asisten Dosen Fisika Dasar 1 dan 2. Penulis pernah magang atau kerja praktek di Pusat Unggulan IPTEK Sistem dan Kontrol Otomotif(PUI-SKO) ITS dalam bidang Research and Development. Selain itu, penulis memiliki pengalaman organisasi yaitu mengikuti UK Resimen Mahasiswa 802 ITS dan menjadi staf Staff Urusan Administrasi Menwa 802 ITS Tahun 2017, Wakil Komandan Menwa 802 ITS Tahun 2018 dan Kepala Urusan Pendidikan dan Pelatihan Menwa 802 ITS Tahun 2019. Penulis dapat dihubungi via email: nurhidayatromadhon@gmail.com