TUGAS AKHIR – SF 184801

PREPARASI Fe_3O_4 DARI PASIR BESI DAN PROSES NITRIDASI DENGAN VARIASI SUHU DAN WAKTU

Rayhan Kurnia Hafiyanda
NRP 01111640000090

Dosen Pembimbing
Prof.Dr. Darminto
Indra Sidharta ST., M.Sc

Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2020

TUGAS AKHIR – SF 184801

PREPARASI Fe_3O_4 DARI PASIR BESI DAN PROSES NITRIDASI DENGAN VARIASI SUHU DAN WAKTU

Rayhan Kurnia Hafiyanda
NRP 01111640000090

Dosen Pembimbing
Prof.Dr. Darminto
Indra Sidharta ST., M.Sc

Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2020

FINAL PROJECT - SF 184801

PREPARATION OF Fe_3O_4 FROM IRON SAND AND NITRIDATION PROCESS WITH TEMPERATURE AND TIME VARIATIONS

Rayhan Kurnia Hafiyanda
NRP 01111640000090

Supervisor
Prof.Dr. Darminto
Indra Sidharta ST., M.Sc

Department of Physics
Faculty of Science and Data Analytics
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2020

LEMBAR PENGESAHAN

PREPARASI Fe_3O_4 DARI PASIR BESI DAN PROSES NITRIDASI DENGAN VARIASI SUHU DAN WAKTU

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Sains (S.Si)
pada
Bidang Studi Fisika Material
Program Studi S-1 Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :
RAYHAN KURNIA HAFIYANDA
NRP. 01111640000090

Mengetahui dan Menyetujui,

Dosen Pembimbing 1	Dosen Pembimbing 2
(Prof. Dr. Darminto)	**(Indra Sidharta ST., M.Sc)**
NIP. 19600303 198701.1.002	**NIP. 19800619 200604.1.004**

KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
DEPARTEMEN FISIKA

SURABAYA,
AGUSTUS 2020

PREPARASI Fe_3O_4 DARI PASIR BESI DAN PROSES NITRIDASI DENGAN VARIASI SUHU DAN WAKTU

Nama : **Rayhan Kurnia Hafiyanda**
NRP : **01111640000090**
Departemen : **Fisika, FSAD – ITS**
Pembimbing : **Prof. Dr. Darminto**
Indra Sidharta ST., M.Sc

Abstrak

Penelitian mengenai preparasi Fe_3O_4 Dari Pasir Besi Dan Proses Nitridasi Dengan Variasi Suhu Dan Waktu telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis material besi oksida (Fe_3O_4) melalui proses kopresipitasi dan mempelajari pengaruh variasi suhu dan waktu nitridasi pada proses Fe_3O_4. Dalam penelitian ini menggunakan proses kopresipitasi untuk menghasilkan ukuran sampel nanopartikel dan proses nitridasi agar dapat menghasilkan besi nitrida (Fe-N). Setelah itu sampel dikarakterisasi menggunakan *X-ray powder diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Energy Dispersive of X-Ray Spectroscopy (EDS)*. Hasil setelah karakterisasi pada sampel sesudah proses kopresipitasi memiliki ukuran 65.2 nm atau tidak lebih dari 100 nm sehingga metode kopresipitasi yang dilakukan sudah berhasil menghasilkan ukuran kristal material dalam orde nanometer. Pada hasil karakterisasi variasi Nitriding dengan suhu dan waktu yang ditentukan, besi nitrida (Fe_3N) teridentifikasi pada variasi suhu 600°C dan waktu 2 jam dimana suhu berpengaruh terhadap reaksi gas dengan sampel dan waktu berpengaruh terhadap jumlah konsentrasi gas yang mengalir pada sampel

Kata Kunci: Besi Nitrida, Identifikasi Fasa, Proses Nitridasi

PREPARATION OF Fe_3O_4 FROM IRON SAND AND NITRIDATION PROCESS WITH TEMPERATURE AND TIME VARIATIONS

Name	**: Rayhan Kurnia Hafiyanda**
NRP	**: 01111640000090**
Department	**: Fisika, SCIENTICS – ITS**
Supervisor	**: Prof.Dr. Darminto**
	Indra Sidharta ST., M.Sc

Abstract

Research on the preparation of Fe_3O_4 from iron sand and nitriding processes with variations in temperature and time has been carried out. This study aims to analyze the material of iron oxide (Fe_3O_4) through the coprecipitation process and study the effect of variations in temperature and nitriding time on the Fe_3O_4 process. In this study coprecipitation process were used to produce nanoparticle sample sizes and nitriding processes were used in order to produce iron nitride (Fe-N). After that the samples were characterized using X-ray powder diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive of X-Ray Spectroscopy (EDS). The results from characterization of the samples shows after the coprecipitation process, the sample has a size of 65.2 nm or no more than 100 nm, so it can be concluded that the coprecipitation method has succeeded in producing a crystal size of the material in the nanometer order. In the results of characterization of nitriding variations with the specified temperature and time, iron nitride (Fe_3N) was identified at a temperature variation of 600°C and a time of 2 hours where the temperature affects the reaction of the gas with the sample and time influences the amount of gas concentration flowing in the sample

Keywords: Iron Nitride, Nitriding Process, Phase Identification

KATA PENGANTAR

Puja dan puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas kehadirat-Nya, serta tak lupa sholawat dan salam saya ucapkan kepada Rasulullah Muhammad SAW. Berkat rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir yang berjudul **"Preparasi Fe_3O_4 Dari Pasir Besi Dan Proses Nitridasi Dengan Variasi Suhu Dan Waktu"** dengan semaksimal mungkin. Tugas Akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Analitika Data, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Tersusunnya Tugas Akhir ini tidak terlepas dari dukungan, bantuan dan kerjasama yang baik dari semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung terlibat di dalam Tugas Akhir ini. Oleh karena itu pada kesempatan ini, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Ibu Eneng Rosniaty, Raisha Kesumaning Hapsari, dan Ridha Karina Handaniar selaku orang tua penulis serta saudari penulis tercinta atas kasih sayang, doa, dan dukungannya berupa moril maupun materil kepada penulis.
2. Prof.Dr. Darminto dan selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, pemantauan, dan motivasi serta menjadi sosok ibu di kampus bagi penulis.
3. Dr. Gatut Yudoyono, M.T., selaku Kepala Departemen Fisika FSAD-ITS.
4. Dr.rer.nat. Triwikantoro, M.S selaku Kepala Laboratorium material
5. Diky Anggoro, M.Si dan Drs. Bachtera Indarto, M.Si selaku dosen di Bidang Instrumentasi yang selalu memberikan dukungan dan motivasinya kepada mahasiswa di lingkungan Laboratorium Elektronika dan Instrumentasi.

6. Bapak/Ibu dosen dan karyawan Departemen Fisika FSAD-ITS yang telah memberikan ilmunya dan membantu selama duduk di bangku kuliah.
7. Indra Sidharta ST., M.Sc. selaku pembimbing penulis ketika melakukan penelitian di laboratorium material di Teknik mesin yang telah memberikan ilmunya serta memfasilitasi dan memberikan bimbingan selama melakukan penelitian Tugas Akhir.
8. Mas Uta dan rekan-rekan di molina yang atas ilmu dan bimbingannya dalam pelaksaan kerja praktek di molina.
9. Tim riset penelitian pasir besi Rakha dan Dayat yang telah membagikan motivasi, dan saling bekerjasama sehingga dapat terselesaikannya laporan penelitian Tugas Akhir ini.
10. Pak Bintoro dan pak Eko selaku Dosen Wali yang banyak memberikan arahan tentang perkuliahan serta dalam kehidupan sosial.
11. Andri sebagai teman dekat penulis yang mengajari penulis dengan sabar dan memberikan bantuan kepada penulis.
12. Teman-teman Dagri Himasika dan Himasika yang telah memberikan banyak pengalaman di bidang kepanitiaan dan manajemen.
13. Teman-teman Laboratorium material 2016 atas bantuan dan ilmunya. Khususnya Opang dan Maria yang telah membantu penulis
14. Teman-teman Fisika ITS khususnya SIRIUS 2016 atas bantuan yang diberikan kepada penulis sehingga berguna untuk saat ini sampai kelak.
15. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga semua doa, semangat dan bantuan yang telah diberikan mendapatkan balasan yang terbaik dari Allah SWT.

Penulis menyadari atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan

penulisan Tugas Akhir ini. Semoga Tugas Akhir ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan lebih lanjut.

Surabaya, Agustus 2020

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN iii
Abstrak iv
Abstract v
KATA PENGANTAR.....vi
DAFTAR ISI ix
DAFTAR GAMBAR.....xi
DAFTAR TABEL xii
DAFTAR LAMPIRAN xiii
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. Pasir Besi 5
2.2. Hematit (Fe_2O_3) 5
2.3. Magnetit (Fe_3O_4).....7
2.4. Proses Nitridasi.....7
2.5. Besi Nitrida (Fe-N).....8
BAB III METODOLOGI 11
3.1. Peralatan dan Bahan 11
3.1.1. Peralatan 11
3.1.2. Bahan.....11

3.2. Variabel Penelitian 11
3.3. Prosedur Kerja 12
3.3.1. Tahap Preparasi Sampel 12
3.3.2. Tahap kopresipitasi Fe_3O_4 12
3.3.3. Tahap Nitridasi 13
3.4. Tahap Analisis 14
3.4.1. *X-ray powder diffraction* (XRD) 14
3.4.2. Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Energy Dispersive of X-Ray Spectroscopy (EDS) 15
3.5. *Flowchart* Penelitian 15
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 17
4.1. Hasil Analisis data pola difraksi *X-RAY* 17
4.1.1. Analisis Kualitatif 21
4.1.2. Analisis Kuantitatif 23
4.2. Analisis data SEM-EDS 26
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN 29
5.1. Kesimpulan 29
5.2. Saran 29
DAFTAR PUSTAKA 31
LAMPIRAN 33
BIODATA PENULIS 47

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1. Struktur Kristal Hematit. 6
Gambar 3.1. Proses kopresipitasi Fe_3O_4 (a) pelarutan pasir besi dengan larutan HCL 37% (b) pencucian sampel menggunakan aquades (c) hasil serbuk Fe_3O_4 13
Gambar 3.2. Alat yang digunakan pada tahap nitridasi CHY-T1250S Laboratory 1200 degree Mini Tube Furnace 14
Gambar 3.3. Flowchart Sintesis Serbuk Fe-N 16
Gambar 4.1. Hasil XRD Fe_3O_4 sebelum kopresipitasi 17
Gambar 4.2. Hasil XRD Fe_3O_4 setelah kopresipitasi.....18
Gambar 4.3. Hasil XRD Nitriding suhu 400°c waktu 1 jam dan 2 jam 18
Gambar 4.4. Hasil XRD Nitriding suhu 500°c waktu 1 dan 2 jam 19
Gambar 4.5. Hasil XRD Nitriding suhu 600°C waktu 1 dan 2 jam 19
Gambar 4.6. Hasil XRD Nitriding suhu bervariasi dengan waktu 1 jam 20
Gambar 4.7. Hasil XRD Nitriding suhu bervariasi dengan waktu 2 jam 20
Gambar 4.8. Hasil Analisis SEM untuk variasi suhu 400°C dan waktu 1 jam berserta perbesarannya 27

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1. Variasi *Nitriding* Sampel 13
Tabel 4.1. Hasil analisis parameter kisi sampel nitridasi 23
Tabel 4.2 Hasil analisis ukuran kristal sampel kopresipitasi 23
Tabel 4.3 Hasil analisis ukuran kristal sampel nitridasi..... 24
Tabel 4.4 Hasil analisis komposisi fasa yang terbentuk pada sampel nitridasi 24

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Pola hasil refinement “Match!”.....33
Lampiran B. Hasil SEM-EDS pada variasi suhu 400°C dan waktu 1 jam. Pada sampel dipilih tiga area yang akan menjadi acuan analisis unsur yang terkandung pada sampel.....37
Lampiran C. Hasil analisa program “MAUD” 39
Lampiran D. Perhitungan besar butir sampel 43

BAB I
PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Magnet merupakan material yang sangat penting untuk kebutuhan aplikasi pada industri. Khususnya pada akhir-akhir ini kendaraan yang ramah lingkungan sedang digencarkan oleh berbagai sektor industri seperti motor listrik yang mengaplikasikan penggunaan magnet. Pada motor listrik, magnet digunakan untuk generator penggerak pada motor listik. Pada bagian motor listrik terdapat core yang digunakan untuk stator didalam motor listrik. Hingga saat ini, kebutuhan magnet pada motor listrik di Indonesia masih menggunakan magnet yang diimpor dari luar negeri. Untuk dapat memproduksi sendiri dan menekan biaya impor pada material magnet maka dilakukan penelitian riset mengenai produksi magnet menggunakan sumber daya yang terdapat di Indonesia yaitu pasir besi.

Pasir besi merupakan jenis pasir yang memiliki kandungan besi yang tinggi. Pasir besi ini biasanya berwarna kehitaman atau abu gelap. Kandungan besi (Fe) dalam pasir besi banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan baja. Selain itu, pasir besi juga mengandung mineral magnetik seperti magnetit (Fe_3O_4), hematit (α-Fe_2O_3) dan maghemit (γ-Fe_2O_3) yang dapat diaplikasikan diberbagai yang berpotensi untuk bahan industri misalnya keramik, katalis, *energy storage*, *magnetic data storage*, sebagai pewarna serta campuran musuntuk cat dan sebagai bahan dasar magnet pada motor listrik. Jadi dapat disimpulkan pasir besi ini memiliki potensial yang tinggi untuk menjadi produk yang berdayaguna lebih (Musthofa et al., 2016).

Salah satu alternatif dalam pembuatan magnet pada motor listrik adalah dengan menggunakan material besi nitrida (Fe-N). Material Fe-N merupakan material yang bersifat ferromagnet. Ferromagnetik adalah zat atau benda yang sapat ditarik dengan kuat oleh magnet. Dari penelitian yang sudah ada, diketahui bahwa

material besi nitrida (Fe-N) dapat digunakan sebagai material soft magnet. Material soft magnet sendiri merupakan material magnetik yang mudah mengalami magnetisasi dan mengalami demagnetisasi. Responnya yang cepat ketika mengalami magnetisasi dan demagnetisasi inilah yang membuat soft magnet cocok untuk digunakan sebagai bahan penyusun magnet pada motor listrik.

Dari uraian diatas, pada penelitian ini digunakan bahan baku pasir besi komersil yang kemudian di sintesis hingga didapat Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 lalu dilanjutkan dengan proses nitridasi untuk mendapatkan material Fe-N. Untuk mengetahui hasil dari sintesis ini, dilakukan pengujian berupa *X-ray powder diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Energy Dispersive of X-Ray Spectroscopy (EDS).*

1.2. Rumusan Masalah

Perumusan masalah yang terdapat pada tugas akhir ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana menganalisis hasil besi oksida berfasa Fe_3O_4 melalui proses kopresipitasi dari pasir besi ?
2. Bagaimana hasil proses nitridasi dengan gas NH_3 pada Fe_3O_4 dengan suhu dan waktu bervariasi?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian tugas akhir ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk menganalisis material besi oksida (Fe_3O_4) melalui proses kopresipitasi
2. Untuk mempelajari pengaruh variasi suhu dan waktu nitridasi pada proses Fe_3O_4.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sintesis pembentukan nanopartikel Fe_3O_4 dan analisis hasil sintesis metode nitridasi dengan data XRD dan SEM-EDS

1.5. Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi dan pemahaman dalam proses sintesis Fe-N dari Fe_3O_4 dengan bahan baku pasir besi. Serta memberikan informasi pengaruh varisasi temperatur dan waktu pada mikrostruktur material Fe-N yang disintesis menggunakan metode nitridasi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Pasir Besi

Penelitian tentang pengolahan dan karakterisasi pasir besi di Indonesia telah banyak dilakukan. Namun, penelitian tersebut masih terus dikembangkan guna memanfaatkan deposit pasir besi yang melimpah. Pasir besi merupakan jenis pasir yang memiliki kandungan besi yang tinggi. Pasir besi ini biasanya berwarna kehitaman atau abu gelap. Keberadaan pasir besi yang terdistribusi luas dan jumlahnya melimpah memberikan daya tarik secara ekonomi untuk dikembangkan menjadi produk yang berdaya guna lebih (Eka & Suharyadi, 2014).

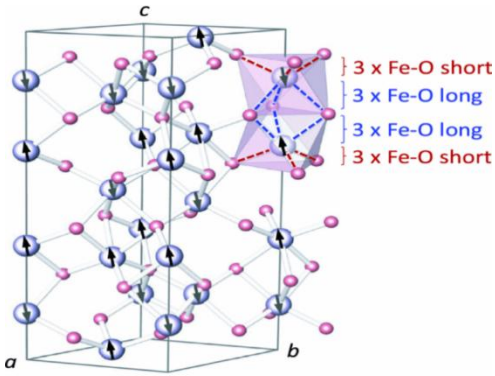
Kandungan besi (Fe) dalam pasir besi banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan baja. Selain itu, pasir besi juga mengandung mineral magnetik seperti magnetit (Fe_3O_4), hematit (α-Fe_2O_3) dan maghemit (γ-Fe_2O_3) yang dapat diaplikasikan diberbagai bidang.Salah satu bahan kajian yang menarik beberapa tahun terakhir adalah nanopartikel, yaitu material berukuran lebih kecil dari 100 nm. Nanopartikel memiliki sifat fisik, kimia, mekanik, magnetik dan optik yang unik yang tidak dimiliki oleh material lain. Nanopartikel dapat dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi, seperti biosensor, perangkat fotonik dan medik (Susilawati et al., 2018).

2.2. Hematit (Fe_2O_3)

Besi (III) Oksida atau dikenal dengan nama bijih besi adalah salah satu senyawa oksida dari besi dengan rumus kimia Fe_2O_3 yang mempunyai sifat paramagnetik. Besi oksida hematit memiliki banyak aplikasi teknologi seperti pigmen, katalis, sensor, agen

pembersih lingkungan polutan, bahan biomedis dan bahan magnetik (Tadic et al., 2014).

Fe_2O_3 memiliki beberapa manfaat pada banyak bidang terutama untuk digunakan sebagai pigmen dalam berbagai bahan seperti pembuatan genteng beton, produk lantai, paving dan dinding blok, grout, plester dan produk konstruksi lainnya Fe_2O_3 juga digunakan sebagai zat penghambat pigmen dan / atau UV dalam cat dan pelapis, tinta, plastik, produk karet dan kaca; sebagai agen pemoles untuk gelas, berlian dan logam mulia; sebagai komponen dalam magnet; sebagai abrasif gigi; dan sebagai pengatur proses atau katalis dalam pembuatan bahan kimia lainnya (Eggleston, 2008).



Gambar 2. 1. Struktur Kristal Hematit.

Ada beberapa fasa besi (III) oksida, yaitu fasa α- Fe_2O_3, β Fe_2O_3, γ- Fe_2O_3 dan ε- Fe_2O_3. Pada temperatur tinggi fasa α- Fe_2O_3 (hematit) merupakan fasa yang paling stabil dibandingkan dengan fasa yang lainnya. Merujuk pada Gambar 2.1, struktur kristal hematit ini adalah rombohedral (trigonal) dengan tipe kristal seperti corundum (α-Al2O3), memiliki space group "R-3c" parameter kisi a = b = 5,036 Å, c = 13,747 Å, α= b = 90° (Gambar 2.2). Senyawa ini bersifat antiferromagnetik dibawah suhu ~260 K

(suhu transisi Morin), dan ferromagnetik lemah antar 260 K dan 950 K (Suhu Neel). Sifat magnetiknya dipengaruhi oleh banyak faktor, seperti tekanan, ukuran partikel, dan intensitas medan magnet (Susilawati et al., 2018).

2.3. Magnetit (Fe_3O_4)

Keberadaan sumber daya alam dimuka bumi ini sangat melimpah. Termasuk minyak, gas dan bahan-bahan mineral. Salah satu bahan mineral alam yang sangat berpotensi untuk dikembangkan yaitu magnetit (Fe_3O_4). Di Indonesia, magnetit diperoleh dari hasil pertambangan pasir besi yang ada di sungai atau dari tambang pasir pegunungan, tetapi hanya beberapa pegunungan saja yang mengandung pasir besi. Pasir besi yang berukuran nanometer memiliki sifat ferimagnetik yang dapat diaplikasikan secara luas. Salah satu contohnya yaitu nanopartikel magnetit. Nanopartikel magnetit merupakan material magnetik yang hanya memiliki satu domain magnetik (single domain). Nanopartikel magnetit membutuhkan analisis mengenai sifat dan watak dari nanopartikel magnetit tersebut, untuk dapat dimanfaatkan pada bidang biosensor dengan memperhatikan sifat magnetik serta ukuran butir. Untuk menghasilkan nanopartikel magnetit dapat dilakukan dengan beberapa cara, salah satunya dengan metode kopresipitasi (Bukit et al., 2015).

2.4. Proses Nitridasi

Nitridasi adalah suatu proses pengerasan permukaan dengan menambahkan unsur nitrogen pada permukaan benda kerja. Pada proses nitridasi secara konvensional dibedakan menjadi dua cara yaitu proses nitridasi dengan gas (*gas nitriding*) dan proses nitridasi dengan cairan (*liquid nitriding*). Sehubungan dengan perkembangan teknologi telah dikembangkan teknologi terkini

untuk proses nitridasi yaitu teknik nitridasi ion/plasma (*ion/plasma nitriding*) (Sinha, 2016).

Proses nitridasi dengan gas (*gas nitriding*) Pada proses nitridasi ini menggunakan gas amonia (NH_3), nitridasi dilakukan di dalam tanur (*furnace*) pada suhu Antara 460°C - 600°C. Pada suhu ini amonia akan berdesosiasi sehingga menghasilkan atom hidrogen dan nitrogen dengan reaksi sebagai berikut:

$$3NH_3 \rightarrow 2H_2 + 3N$$

Dari desosiasi ini selanjutnya atom nitrogen larut pada permukaan benda yang dinitridasi sehingga membentuk nitrida. Proses nitridasi pada umumnya diterapkan untuk pengerasan peralatan (komponen mesin) yang terbuat dari baja karbon medium dan baja paduan yang mengandung unsur-unsur: Al, Cr, Mo dan unsur lain yang memungkinkan bereaksi dengan unsur nitrogen. Unsur-unsur baja tersebut akan bereaksi dengan nitrogen yang larut secara interstisi sehingga membentuk nitrida-nitrida seperti: Fe_2N, Fe_3N, Fe_4N, Cr_2N, Mo_2N maupun AlN. Penggunakan metode ini umumnya untuk valve guide, valve setting, roda gigi (gear dan pinion), cincin piston, dan *spiral springs* (Purkuncoro, 2013).

2.5. **Besi Nitrida (Fe-N)**

Material besi nitrida merupakan material besi yang dihasilkan lewat proses nitridasi dengan tujuan pengerasan dan penguatan material. Fe-N merupakan bahan yang terjangkau (murah) dalam pembuatannya. Material ini memiliki momen magnetik yang baik dan termasuk dalam soft magnet serta bersifat ferromagnet. Hal tersebutlah yang menjadikan besi nitrida memiliki banyak kegunaan dalam sektor industry (Monson et al., 2018).

Nitrida berbahan dasar besi mendapat banyak perhatian dari para peneliti dalam beberapa tahun terakhir karena sifatnya yang

menarik dan kemungkinan aplikasinya sebagai bahan magnetik dengan densitas tinggi. Secara khusus, senyawa ini menunjukkan banyak karakteristik unik dalam sifat kimia, termal, mekanik, listrik, dan magnetik (Shi et al., 2012).

Tidak hanya memiliki properti magnet yang baik, besi nitrida juga telah dianggap sebagai bahan ulet dan toleran terhadap kerusakan karena modulus bulk yang tinggi, modulus geser, dan rasio Poisson. Lalu sifat mekanik pada material besi nitrida juga dapat dianalisis. Dan analisis sifat termodinamikanya seperti dispersi fonon, panas spesifik, ekspansi termal, dan konduksi panas juga dapat dianalisis (Jin et al., 2010).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III
METODOLOGI

3.1. Peralatan dan Bahan

3.1.1. Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini antara lain magnet permanen, *magnet separator*, gelas beker, gelas ukur, *cruicible*, cawan keramik, ayakan 70 *mesh*, *furnace*, *tube furnace*, spatula kaca, mortar, kertas saring, kertas filter, corong keramik, vacuum pump ½ HP, neraca digital, dan *magnetic stirrer*.

3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini antara lain pasir besi komersial sebagai bahan dasar pembuatan sampel, larutan HCL 37%, larutan ammonia 25%, aquades, dan gas NH_3.

3.2. Variabel Penelitian

Beberapa variable yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

Variable bebas : Separasi pasir dengan separator
Variable terikat : Karakterisasi pasir besi
Variable control : Variasi Waktu saat proses nitridasi

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Tahap Preparasi Sampel

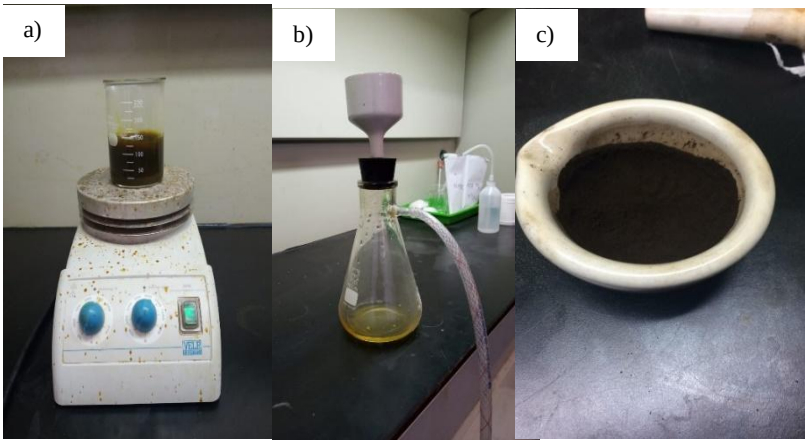
Pada tahap ini, sample pasir besi komersil diseparasi menggunakan magnet permanen, untuk memisahkan antara pasir yang mengandung Fe dengan campuran pada pasir. Proses separasi pasir dilakukan sebanyak lima kali agar mendapatkan pasir dengan kandungan Fe yang tinggi. Kemudian hasil separasi pasir yang mengandung Fe diayak menggunakan ayak 70 mesh.

3.3.2. Tahap kopresipitasi Fe_3O_4

Pada tahap kopresipitasi Fe_3O_4, bertujuan untuk mendapatkan ukuran partikel nanometer pada sampel. Pada tahap ini, pasir yang sudah diseparasi dimasukkan pada gelas ukur dengan volume 4 ml selanjutnya disusul larutan HCl 37% dengan volume 80 ml. Kemudian tahap pertama yang dilakukan yaitu pasir besi dilarutkan ke dalam larutan HCl 37% pada suhu 25°C dan diaduk selama 50 menit menggunakan magnetic stirrer yang berputar dengan kecepatan 1000 RPM.

Setelah larutan terbentuk, selanjutnya disaring menggunakan kertas saring. Larutan NH_4OH ditambahkan dengan cara titrasi dalam larutan sebelumnya sambil diaduk dengan magnetik stirrer yang berputar dengan kecepatan 1000 RPM pada suhu 25°C selama 30 menit hingga larutan berubah warna menjadi hitam kental.

Hasil dari proses titrasi yang dihasilkan kemudian disaring dengan kertas filter untuk dicuci dengan aquades. Setelah selesai campuran tersebut dikeringkan pada suhu 100°C didapur pemanas. Setelah campuran selesai dikeringkan selanjutnya digerus menggunakan mortar sehingga berbentuk serbuk.



Gambar 3.1. Proses kopresipitasi Fe_3O_4, (a) pelarutan pasir besi dengan larutan HCL 37% (b) pencucian sampel menggunakan aquades (c) hasil serbuk Fe_3O_4

3.3.3. Tahap Nitridasi

Setelah tahap kopresipitasi Fe_3O_4, proses selanjutnya adalah nitridasi menggunakan *CHY-T1250S Laboratory 1200 degree Mini Tube Furnace* dengan memanaskan Fe_3O_4 dalam aliran gas NH_3 sebesar 100 mL/min dengan variasi berikut.

Tabel 3.1. Variasi *Nitriding* Sampel

Temperatur (C)	400	500	600
Waktu	1 dan 2 jam		

Pada proses nitridasi disiapkan sampel di wadah kaca dengan massa 10 gr tiap variasi. Kemudian diatur alat agar tidak ada yang bocor saat gas dialirkan. Gas dialirkan dengan tekanan 5 Psi dan aliran sebesar 100 mL/min. Diatur suhu selama variasi dan waktu yang di variasikan juga. Setelah waktu *holding time* selesai

ditunggu suhu sampai 100°C baru gas yang dialirkan dimatikan setelah itu sampel dapat diambil dan diletakkan pada plastik mika. Untuk sampel jika sudah selesai agar segera dimasukkan ke tempat yang ditentukan karena jika terkena embun bisa mempengaruhi hasil. Pendinginan dilakukan dalam lingkungan gas NH_3 hingga sampel hasil nitridasi mencapai temperatur kamar.

Gambar 3.2. Alat yang digunakan pada tahap nitridasi CHY-T1250S Laboratory 1200 degree Mini Tube Furnace

3.4. Tahap Analisis

3.4.1. *X-ray powder diffraction* (XRD)

Pengujian *X-Ray diffractometer* (XRD) digunakan untuk mengetahui fasa yang terdapat pada sampel. Untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari proses sintesis Fe_3O_4, maka dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray diffractometer* (XRD). Hasil sintesis dari sampel yang telah dilakukan sebelumnya kemudian dilanjut dengan pengujian XRD dan diikuti dengan proses karakterisasi. Pengujian pola difraksi fasa kristal dilakukan di UM Malang dan ITS. Pada proses pengujian XRD digunakan rentang sudut sebesar $2\theta = 20 – 90°$. Adapun hasil sampel yang diujikan pada XRD adalah sampel Fe_3O_4 sebelum maupun sesudah proses kopresipitasi dan sampel Fe_3O_4 hasil proses nitridasi. Hasil pengujian XRD tersebut selanjutnya dilakukan proses karakterisasi.

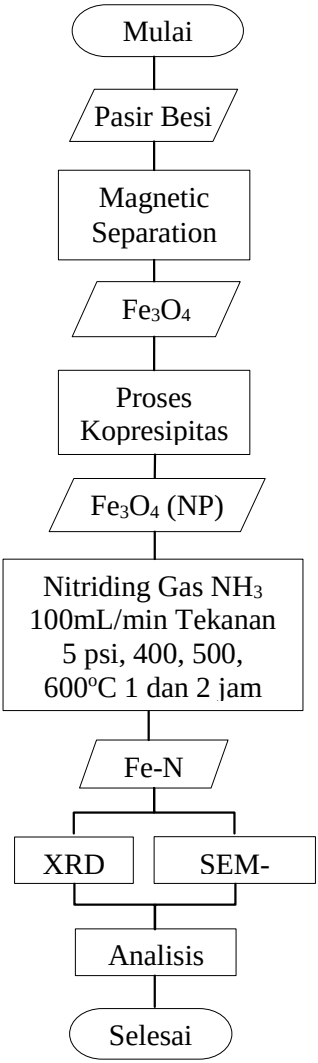
Untuk menganalisis sampel secara kualitatif dari hasil uji pola difraksi sinar x digunakan program Match! untuk membantu mengidentifikasi fasa yang terdapat pada sampel.

3.4.2. Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Energy Dispersive of X-Ray Spectroscopy (EDS)

Proses berikutnya dilakukan proses karakterisasi dengan menggunakan scanning electron microscopy (SEM). Tujuan dari pengujian SEM adalah untuk mengetahui struktur morfologi suatu material. Lalu menggunakan energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) untuk mengetahui ada tidaknya pengotor dalam serbuk hasil sintesis dan untuk mengetahui komposisi kimia dari suatu material.

3.5. *Flowchart* Penelitian

Tahapan penelitian yang telah dilakukan ditampilkan dalam diagram alir penelitian pada Gambar 3.3.

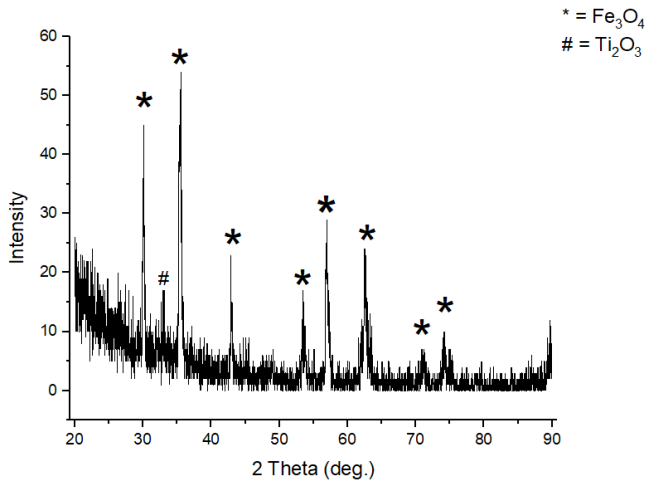


Gambar 3.3. Flowchart Sintesis Serbuk Fe-N

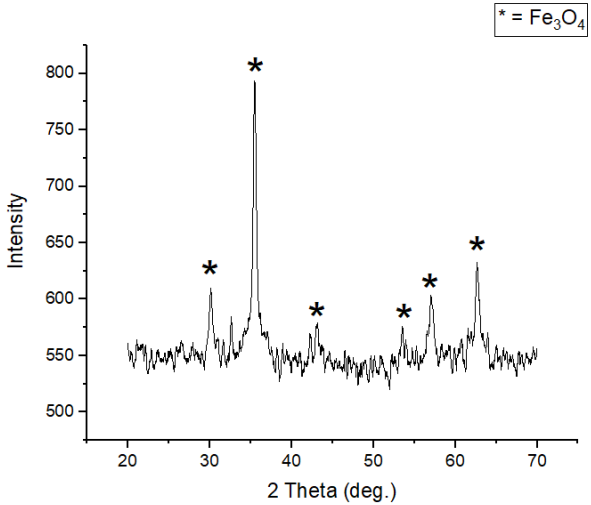
BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Analisis data pola difraksi *X-RAY*

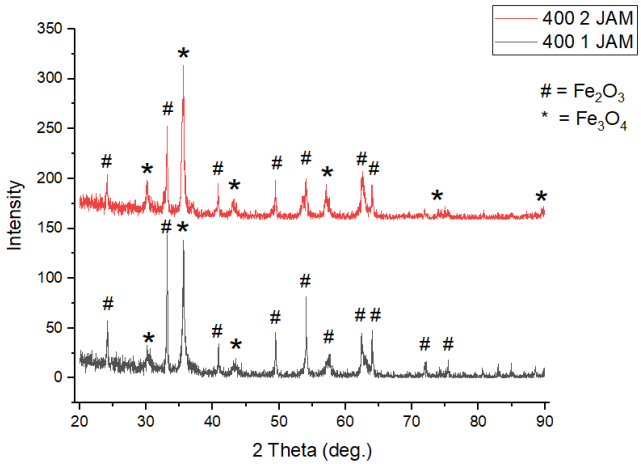
Gambar 4.1-4.7 merupakan hasil XRD menggunakan program Match! Dengan sampel Fe3O4 sebelum dan sesudah kopresipitasi dan sampel setelah nitridasi dengan variasi suhu dan waktu yang telah ditentukan.



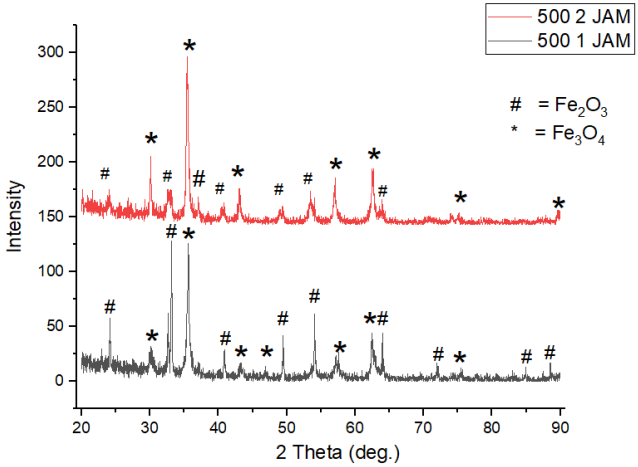
Gambar 4.1. Hasil XRD Fe_3O_4 sebelum kopresipitasi



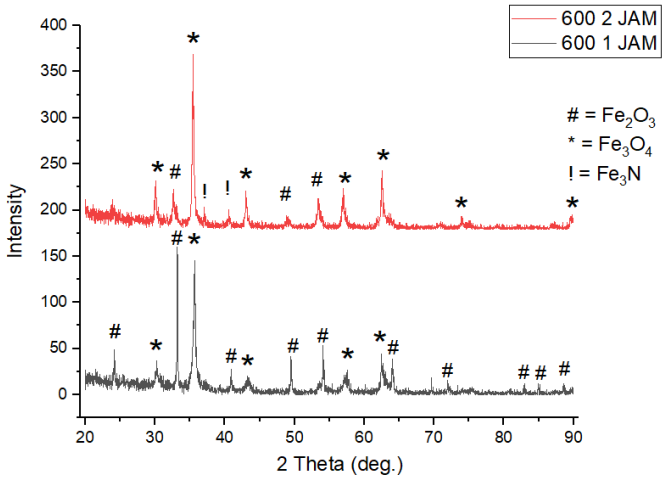
Gambar 4.2. Hasil XRD Fe_3O_4 setelah kopresipitasi



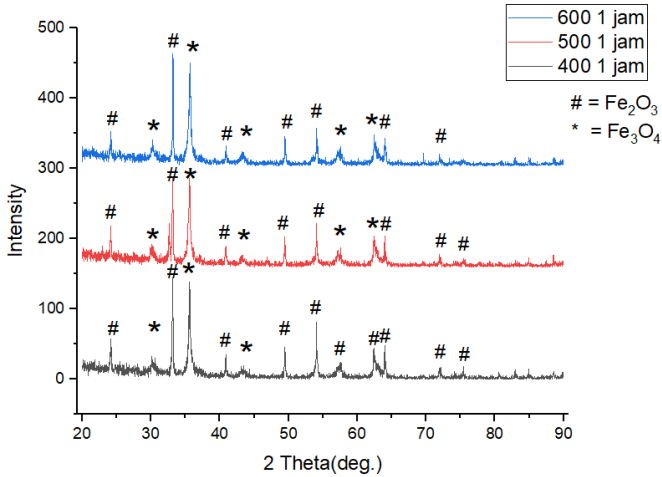
Gambar 4.3. Hasil XRD Nitriding suhu 400°c waktu 1 jam dan 2 jam



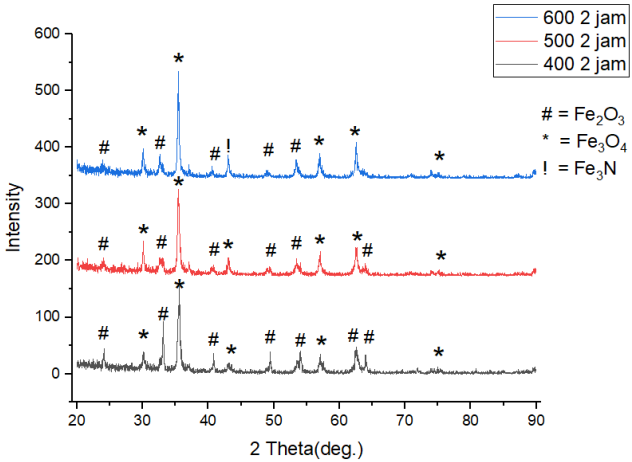
Gambar 4.4. Hasil XRD Nitriding suhu 500°c waktu 1 dan 2 jam



Gambar 4.5. Hasil XRD Nitriding suhu 600°C waktu 1 dan 2 jam



Gambar 4.6. Hasil XRD Nitriding suhu bervariasi dengan waktu 1 jam



Gambar 4.7. Hasil XRD Nitriding suhu bervariasi dengan waktu 2 jam

4.1.1. Analisis Kualitatif

Hasil analisis XRD pada proses sebelum dan sesudah kopresipitasi ditunjukkan pada Gambar 4.1 dan 4.2. Pada Gambar 4.1 merupakan hasil identifikasi fase pola drifraksi sinar x pada pasir besi Fe_3O_4 sebelum proses kopresipitasi. Setelah dianalisis secara kualitatif didapat informasi bahwa fasa Fe_3O_4 merupakan fasa mayoritas pada sampel sedangkan untuk fasa lainnya merupakan Ti_2O_3 yang ditunjukkan pada puncak-puncak kecil di gambar dianggap sebagai impuritas yang biasa terdapat pada pasir besi. Hal ini berlaku juga pada Gambar 4.2 dimana fasa yang teridentifikasi adalah Fe_3O_4 yang merupakan fase mayoritas dan untuk puncak kecil lainnya merupakan impuritas pada sampel yang dianggap sebagai *noise*.

Gambar 4.3 merupakan hasil pola drifraksi sinar-X pada sampel Fe_3O_4 setelah di nitriding dengan suhu 400°C. Setelah dianalisis secara kualitatif didapat informasi bahwa pada variasi waktu 1 jam didapat fasa Fe_2O_3 dan fasa Fe_3O_4. Gambar 4.4 merupakan hasil pola drifraksi sinar x pada sampel Fe_3O_4 setelah di-*nitriding*. Dengan variasi suhu 500°c dengan waktu 1 jam didapat fasa Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 pada waktu 2 jam, didapatkan fasa Fe_3O_4, Fe_2O_3. Gambar 4.5 merupakan hasil pola drifraksi sinar-X pada sampel Fe_3O_4 setelah di-*nitriding* dengan suhu 600°C. Setelah dianalisis secara kualitatif didapat informasi bahwa pada variasi waktu 1 jam didapatkan fasa Fe_2O_3 dan fasa Fe_3O_4 sedangkan pada variasi waktu 2 jam teridentifikasi Fe_3O_4, Fe_2O_3 dan Fe_3N. Hasil multi fasa pada sampel ini sesuai dengan penelitian (Ye & Cao, 2016) dimana fasa pada temperatur 850°C dan 950°C didapatkan fasa murni Fe_3N sedangkan untuk temperatur dibawahnya akan didapat multifasa Fe-O dan Fe-N dengan fasa Fe-0 akan semakin menurun pada kenaikan suhu setelah 750°C (Ye & Cao, 2016).

Berdasarkan hasil hasil identifikasi fasa, didapatkan bahwa Fe_2O_3 (Hematit) merupakan salah satu fasa yang terbentuk. Pembentukan fasa hematit disebabkan oleh faktor suhu dengan

variasi 400°C dan 500°C. Transformasi fasa dari magnetit menjadi hematit terjadi pada suhu 320°C dan 500°C dengan transformasi fasa berjalan lambat dan komposisinya akan mengurang seiring kenaikan suhu (Ghufron 2010).

Jadi dapat disimpulkan bahwa analisis secara kualitatif lewat indentifikasi fasa, material Fe-N (besi nitrida) teridentifikasi pada variasi suhu 600°C pada waktu *holding time* 2 jam yang telah ditentukan. Pada pembentukan besi nitrida, suhu dan *holding time* sangat berpengaruh dalam proses nitridasi. Menurut penelitian sebelumnya (Bhattacharyya, 2015) besi nitrida terbentuk dari interaksi NH_3 (amonia) pada suhu ≥400°C. Dapat disimpulkan pada keseluruhan variasi suhu yang digunakan yaitu 400°C, 500°C, 600°C, dan 700°C besi nitrida sudah dapat terbentuk. Adapun yang menjadi pengaruh tidak terbentuk fasa besi nitrida adalah *holding time* variasi 1 dan 2 jam yang digunakan. Pada penelitian sebelumnya *holding time* 1 jam masih belum dapat membentuk fasa besi nitrida sedangkan pada *holding time* 2 jam mulai terbentuk fasa besi nitrida (Setiawan & Purwadi, 2009). Selanjutnya pada penelitian lainnya besi nitrida dapat terbentuk pada *holding time* 3 jam (Sudjatmoko et al., 2010). Hal ini dikarenakan transformasi fasa yang terjadi pada besi nitrida dipengaruhi oleh jumlah konsentrasi gas yang digunakan. Karena itu untuk besi nitrida terbentuk memerlukan *holding time* yang lebih lama, sehingga konsentrasi gas dengan sampel lebih banyak akan menghasilkan reaksi yang diinginkan. Hal inilah yang menyebabkan besi nitrida belum terbentuk pada beberapa variasi sampel yang digunakan.

4.1.2. Analisis Kuantitatif

Tabel 4.1-4.4 merupakan hasil XRD menggunakan program MAUD dengan hasil analisis berupa parameter kisi, ukuran kristal, dan komposisi fasa sampel Fe3O4 sebelum dan sesudah kopresipitasi serta sampel setelah nitridasi dengan variasi suhu dan waktu yang telah ditentukan.

Tabel 4.1. Hasil analisis parameter kisi sampel nitridasi

Sampel	Fasa	a (Å)	b (Å)	c (Å)
400°C 1 Jam	Fe_3O_4	8.37400	8.37400	8.37400
	Fe_2O_3	5.027952	5.027952	13.756243
400°C 2 Jam	Fe_3O_4	8.377186	8.377186	8.377186
	Fe_2O_3	5.035537	5.035537	13.746544
500°C 1 Jam	Fe_3O_4	8.385867	8.385867	8.385867
	Fe_2O_3	5.0366025	5.0366025	13.7471895
500°C 2 Jam	Fe_3O_4	8.393767	8.393767	8.393767
	Fe_2O_3	5.034326	5.034326	13.923193
600°C 1 Jam	Fe_3O_4	8.387035	8.387035	8.387035
	Fe_2O_3	5.419502	5.419502	5.418271
600°C 2 Jam	Fe_3O_4	8.386732	8.386732	8.386732
	Fe_2O_3	5.0635777	5.0635777	13.961344
	Fe_3N	4.75420	4.75420	4.41970

Tabel 4.2 Hasil analisis ukuran kristal sampel kopresipitasi

Sampel	Fasa	Ukuran Kristal (nm)
Sebelum kopresipitasi	Fe_3O_4	142.21
Sesudah Kopresipitasi	Fe_3O_4	65.19

Tabel 4.3 Hasil analisis ukuran kristal sampel nitridasi

Sampel	Fasa	Ukuran Kristal (nm)
400°C 1 Jam	Fe_3O_4	66.5
	Fe_2O_3	102.34
400°C 2 Jam	Fe_3O_4	41.3
	Fe_2O_3	100.12
500°C 1 Jam	Fe_3O_4	31.5
	Fe_2O_3	95.2
500°C 2 Jam	Fe_3O_4	59.55
	Fe_2O_3	112.5
600°C 1 Jam	Fe_3O_4	33.98
	Fe_2O_3	100.02
600°C 2 Jam	Fe_3O_4	74.63
	Fe_2O_3	55.67
	Fe_3N	96.06

Tabel 4.4 Hasil analisis komposisi fasa yang terbentuk pada sampel nitridasi

Sampel	Fasa	Weight%
400°C 1 Jam	Fe_3O_4	37.5
	Fe_2O_3	62.4
400°C 2 Jam	Fe_3O_4	53.7
	Fe_2O_3	46.2
500°C 1 Jam	Fe_3O_4	45.8
	Fe_2O_3	54.1
500°C 2 Jam	Fe_3O_4	65.1
	Fe_2O_3	43.8
600°C 1 Jam	Fe_3O_4	62.6
	Fe_2O_3	37.4
600°C 2 Jam	Fe_3O_4	51.1
	Fe_2O_3	34.7
	Fe_3N	14

Proses selanjutnya adalah dengan melakukan analisis secara kuantitatif. Pada analisis kuantitatif digunakan program MAUD

untuk mencari parameter kisi, ukuran kristal, dan jumlah fasa pada sampel.

Tabel 4.1 didapat informasi parameter kisi setiap fasa. Selanjutnya fasa hasil ini dicocokkan dengan referensi COD (*Crystallography Open Database*) masing–masing fasa. Untuk fasa Fe_3O_4 dicocokkan dengan COD kode 9005838 memiliki parameter kisi a = b = c = 8.37400. Selanjutnya untuk fasa Fe_2O_3 dicocokkan dengan COD kode 2108028 memiliki parameter kisi a = b = 5.08737 dan c = 13.84868. Untuk fasa Fe_3N dengan COD kode 1525735 hasilnya parameter kisi a = 4.75420 b = 4.75420 c = 4.41970. Setelah dibandingkan dengan hasil analisis disimpulkan bahwa nilainya tidak jauh berbeda dengan referensi COD.

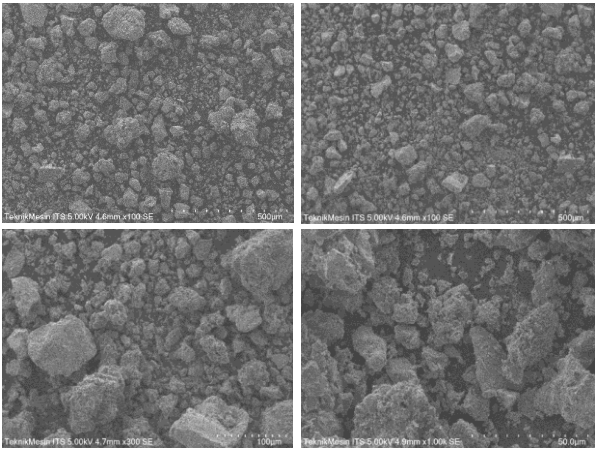
Pada Tabel 4.2 didapatkan perbandingan ukuran kristal pada sampel sebelum dan sesudah kopresipitasi, dan hasilnya ukuran kristal setelah kopresipitasi adalah 65.2 nm atau tidak lebih dari 100 nm sehingga dapat dikatakan bahwa metode kopresipitasi yang dilakukan sudah berhasil menghasilkan ukuran kristal material dalam orde nanometer. Pada tahap kopresipitasi Fe_3O_4, pasir yang sudah diseparasi dimasukkan pada gelas ukur lalu pasir besi dilarutkan ke dalam larutan HCl dan diaduk selama menggunakan magnetic stirrer hal ini bertujuan untuk melarutkan besi oksida. Pada proses pelarutan besi, larutan berwarna hitam pekat. Larutan ini kemudian diendapkan dengan titrasi larutan NH_4OH. Pada proses ini terjadi reaksi pembentukan yang menghasilkan partikel Fe_3O_4. Selanjutnya pada endapan dilakukan *flushing* untuk menyaring campuran larutan proses sebelumnya. Setelah itu endapan dipanaskan dalam furnace sehingga mengeras dan digerus menggunakan mortar sehingga berbentuk serbuk. Pada proses ini bertujuan didapatkan ukuran kristal yang lebih kecil dengan tujuan untuk mempermudah reaksi yang terjadi pada proses nitriding.

Pada Tabel 4.3 didapat informasi ukuran kristal pada proses nitridasi. Dari data dapat dilihat bahwa ukuran kristal berubah-ubah hal ini disebabkan karena pada proses nitriding dengan suhu tinggi terjadi reaksi mengikat dan melepas ion.

Dari Tabel 4.4 disimpulkan bahwa fasa pada sampel dengan variasi yang ditentukan memiliki fasa Fe_3O_4, Fe_2O_3, dan Fe_3N. Denga fasa Fe_2O_3 mengalami penurunan presentasi seiring kenaikan suhu. Pembentukan fasa Fe_2O_3 disebabkan oleh masih terdapatnya oksigen pada *tube* sistem. Hal ini menyebabkan pada variasi awal 1 jam memungkinkan terjadi oksidasi fasa Fe_3O_4 menjadi Fe_2O_3. Sedangkan semakin tinggi variasi suhu dan waktu, semakin berkurang oksigen dalam sistem dikarenakan mengalirnya gas nitrogen pada sistem. Menurut penelitian sebelumnya pada aliran gas nitrogen, Fe_2O_3 akan mengalami reaksi reduksi menjadi Fe_3O_4. Hal ini menyebabkan fasa Fe_3O_4 akan mengalami kenaikan seiring kenaikan suhu variasi namun akan berkurang seiring dengan transformasi menuju FeN (Yasuda et al., 2015). Selanjutnya didapatkan fasa Fe_3N dari variasi suhu 600°C dan waktu 2 jam dengan presentasi 14%.

4.2. Analisis data SEM-EDS

Proses berikutnya dilakukan proses karakterisasi dengan menggunakan scanning electron microscopy (SEM). Tujuan dari pengujian SEM adalah untuk mengetahui struktur morfologi suatu material. Lalu menggunakan energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) untuk mengetahui ada tidaknya pengotor dalam serbuk hasil sintesis dan untuk mengetahui komposisi kimia dari suatu material. Hasil analisis SEM dapat dilihat pada gambar 4.8 dan hasil analisis EDS ditunjukkan pada lampiran B



Gambar 4.8. Hasil Analisis SEM untuk variasi suhu 400°C dan waktu 1 jam berserta perbesarannya

Terlihat pada Gambar 4.8 butiran membentuk agregat halus yang berkumpul. Pada penampakan hasil pencitraan SEM menunjukkan gambar dengan warna gelap dan terang. Perbedaan warna tersebut mengindikasikan perbedaan ketinggian atau jarak material dengan sumber detektor. Pada gambar dengan warna yang lebih gelap mempunyai jarak yang lebih jauh dari detektor dibandingkan dengan yang gambar dengan warna yang lebih terang. Berdasarkan hasil perhitungan dengan membandingkan ukuran skala dan ukuran butir diperoleh besar ukuran butir berkisar antara (19,9±3,972) µm sampai dengan (170,8±18,982) µm.

Selanjutnya adalah hasil dari SEM-EDS pada variasi suhu 400°C dan waktu 1 jam yang dapat dilihat pada lampiran B. Pada pembacaan EDS terdapat unsur Fe dan O sebagai unsur mayoritas dalam sampel dan unsur Al, O, Ti, Co, dan Cu sebagai unsur minoritas atau pengotor pada sampel. Hasil Sem-EDS ini dapat digunakan sebagai pendukung dalam *refinement* sampel.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Pada hasil analisis didapatkan bahwa sampel sesudah proses kopresipitasi memiliki ukuran 65.2 nm atau tidak lebih dari 100 nm sehingga dapat disimpulkan metode kopresipitasi yang dilakukan sudah berhasil menghasilkan ukuran kristal material dalam orde nanometer.
2. Dari hasil analisis didapatkan fasa yang diinginkan yaitu Fe_3N dengan presentasi 14%wt pada variasi suhu 600°C dan waktu 2 jam sedangkan untuk variasi lain FeN masih belum terbentuk. Hal ini dikarenakan suhu dan waktu mempengaruhi pembentukan FeN pada penelitian. Untuk suhu sendiri semakin tinggi suhu yang digunakan maka reaksi antara NH_3 dan sampel Fe_3O_4 akan semakin baik, sedangkan untuk parameter waktu semakin lama waktu *holding time* maka konsentrasi gas yang mengalir pada sampel Fe_3O_4 akan semakin banyak dan dapat menghasilkan komposisi reaksi yang diinginkan.

5.2. Saran

Berdasarkan hasil penelitian tugas akhir ini terdapat beberapa saran untuk penelitian lebih lanjut yaitu, untuk penelitian selanjutnya diharapkan menggunakan uji VSM untuk mengetahui sifat kemagnetan bahan. Selanjutnya proses nitridasi menggunakan suhu dan variasi waktu yang lebih tinggi untuk mendapatkan fase Fe-N yang optimal.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

Bhattacharyya, S. (2015). Iron Nitride Family at Reduced Dimensions: A Review of Their Synthesis Protocols and Structural and Magnetic Properties. *The Journal of Physical Chemistry C*, *119*(4), 1601–1622. https://doi.org/10.1021/jp510606z

Bukit, N., Frida, E., & Sinaga, P. S. T. (2015). Analisis Difraksi Nanopartikel Fe3O4 Metode Kopresipitasi Dengan Polietilen Glikol 6000. *Prosiding Seminar Nasional Fisika*.

Eggleston, C. M. (2008). Toward New Uses for Hematite. *Science*. https://doi.org/10.1126/science.1157189

Eka, R. S., & Suharyadi, E. (2014). Pengukuran Tetapan Suseptibilitas pada Polyethylene Glykol (PEG-4000) Coated-Nanopartikel Magnetik Cobalt Ferrite (CoFe2O4) Pengukuran Tetapan Suseptibilitas pada Polyethylene Glycol (PEG- 4000) Coated-Nanopartikel. *Indonesia*.

Jin, L., Auerbach, S. M., & Monson, P. A. (2010). Modeling nanoparticle formation during early stages of zeolite growth: A low-coordination lattice model of template penetration. *Journal of Physical Chemistry C*. https://doi.org/10.1021/jp1044207

Monson, T., Stevens, T., & Zheng, B. (2018). Optimizing the soft magnetic behavior of iron nitride. *APS March Meeting 2018*.

Purkuncoro, A. E. (2013). PENGARUH VARIASI TEMPERATUR PADA GAS NITRIDING TERHADAP SURFACE HARDNESS BAHAN BAJA AISI 4140. *Jurnal Ilmiah Cendekia Eksakta*.

Setiawan, A. B., & 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*.

Shi, Y. J., Du, Y. L., & Chen, G. (2012). Ab initio study of structural and magnetic properties of cubic Fe 4N(0 0 1) surface. *Solid State Communications*, *152*(16), 1581–1584.

https://doi.org/10.1016/j.ssc.2012.05.017

Sinha, A. K. (2016). Physical metallurgy handbook. In *High-Entropy Alloys: Fundamentals and Applications*. https://doi.org/10.1007/978-3-319-27013-5_3

Sudjatmoko, S., Wirjoadi, W., Siswanto, B., Suharni, S., & Sujitno, T. (2010). ANALISIS STRUKTUR-MIKRO LAPISAN TIPIS NITRIDA BESI YANG TERNITRIDASI PADA PERMUKAAN MATERIAL KOMPONEN MESIN. *GANENDRA Majalah IPTEK Nuklir*. https://doi.org/10.17146/gnd.2010.13.2.52

Susilawati, S., Doyan, A., Taufik, M., Wahyudi, W., Gunawan, E. R., Kosim, K., Fitriani, A., & Khair, H. (2018). Identifikasi Kandungan Fe Pada Pasir Besi Alam Di Kota Mataram. *Jurnal Pendidikan Fisika Dan Teknologi*. https://doi.org/10.29303/jpft.v4i1.571

Tadic, M., Panjan, M., Damnjanovic, V., & Milosevic, I. (2014). Magnetic properties of hematite (α-Fe 2 O 3) nanoparticles prepared by hydrothermal synthesis method. *Applied Surface Science*. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.08.193

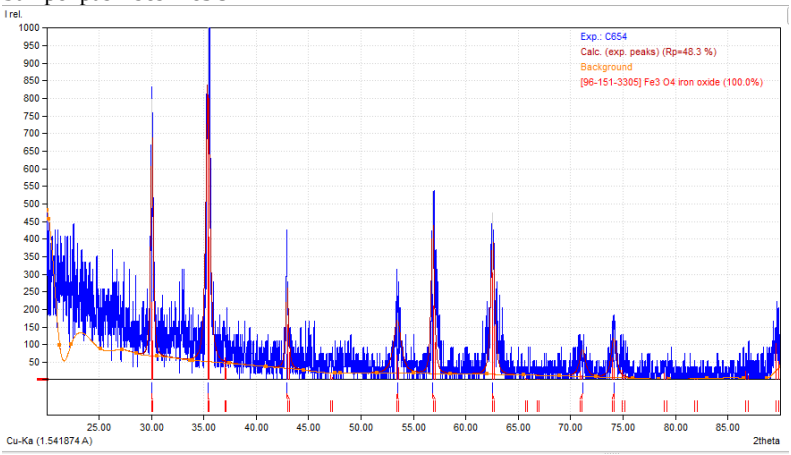
Yasuda, N., Mochizuki, Y., Tsubouchi, N., & Akiyama, T. (2015). Reduction and nitriding behavior of hematite with ammonia. *ISIJ International*. https://doi.org/10.2355/isijinternational.55.736

Ye, S., & Cao, Y. (2016). *Structure of iron nitrides under different nitridation temperatures*. https://doi.org/10.2991/amitp-16.2016.2

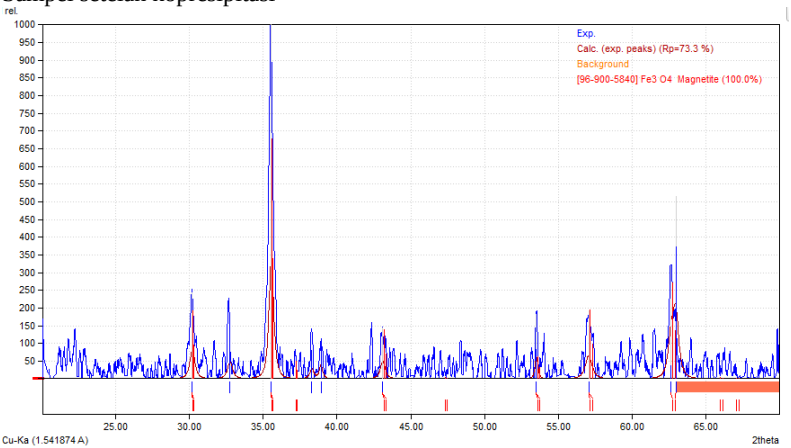
LAMPIRAN

Lampiran A. Pola hasil refinement "Match!"

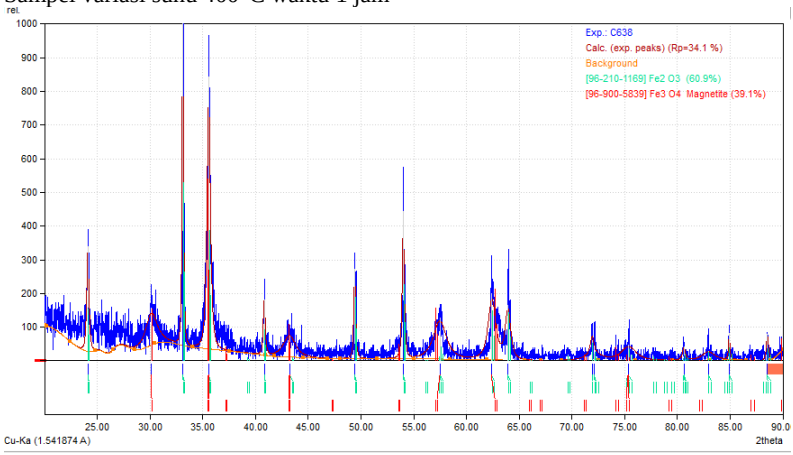
Sampel pasir besi Fe3O4



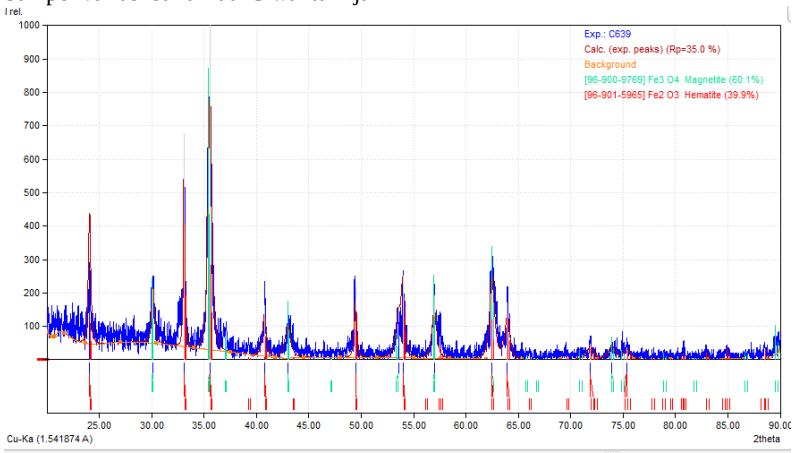
Sampel setelah kopresipitasi



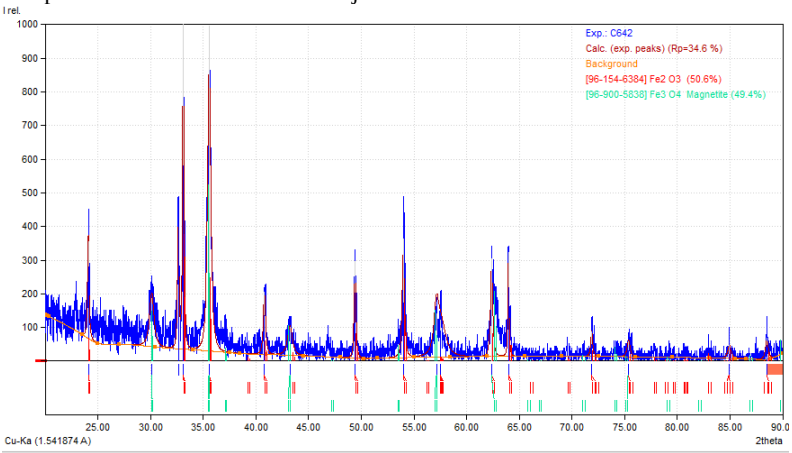
Sampel variasi suhu 400°C waktu 1 jam



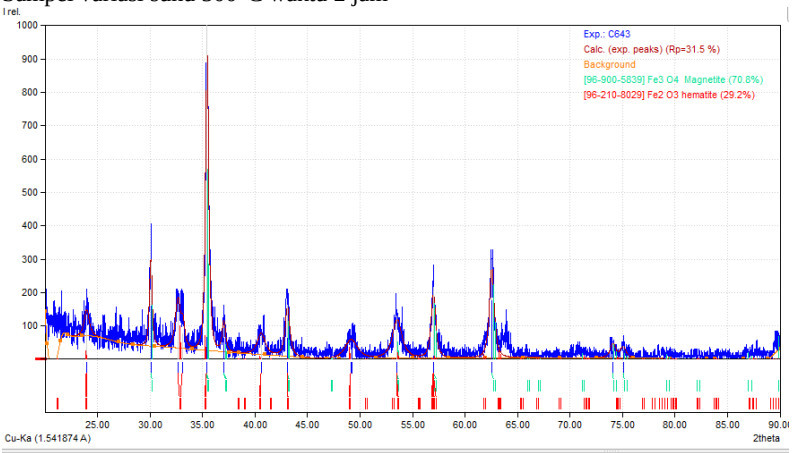
Sampel variasi suhu 400°C waktu 2 jam



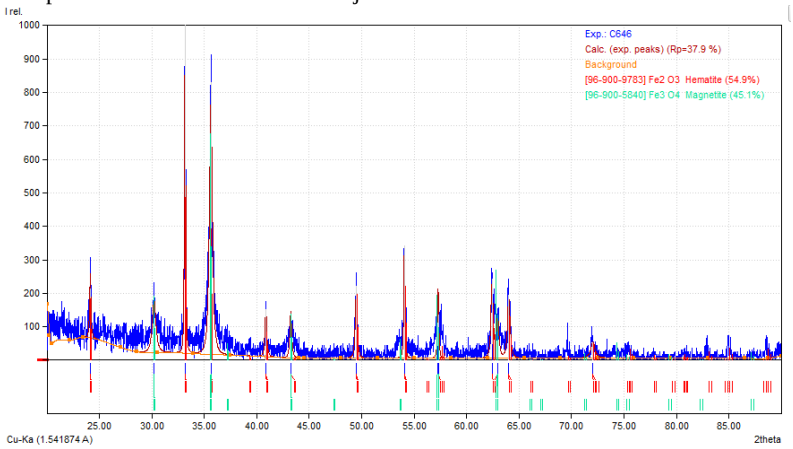
Sampel variasi suhu 500°C waktu 1 jam



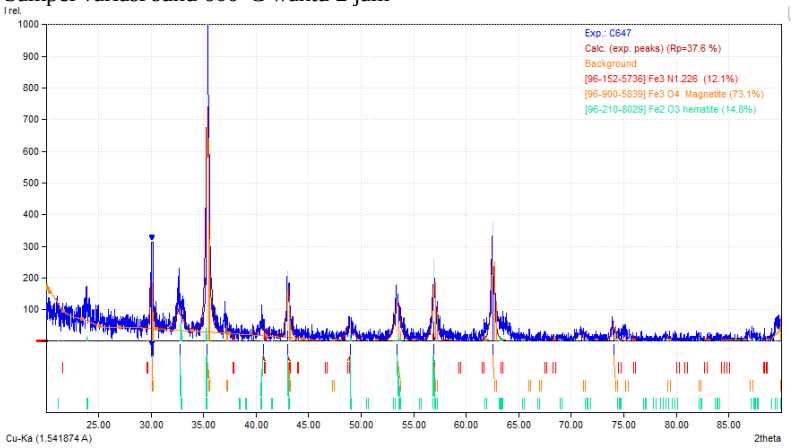
Sampel variasi suhu 500°C waktu 2 jam



Sampel variasi suhu 600°C waktu 1 jam

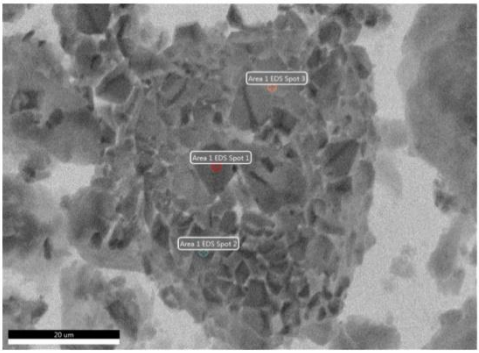


Sampel variasi suhu 600°C waktu 2 jam

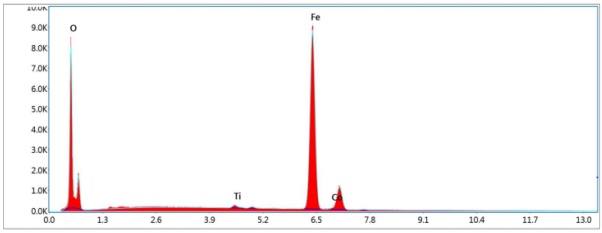


Lampiran B. Hasil SEM-EDS pada variasi suhu 400°C dan waktu 1 jam. Pada sampel dipilih tiga area yang akan menjadi acuan analisis unsur yang terkandung pada sampel

Tiga area acuan analisis unsur



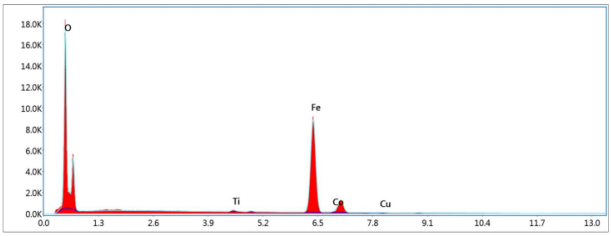
Spektrum dan tabel analisis area 1



Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	21.71	49.18	555.24	6.63	0.1239	1.1976	0.4766	1.0000
TiK	0.69	0.52	20.19	11.08	0.0069	0.9485	0.9754	1.0831
FeK	76.39	49.56	1299.02	1.73	0.7210	0.9373	1.0047	1.0024
CoK	1.21	0.74	17.54	16.73	0.0111	0.9167	0.9935	1.0045

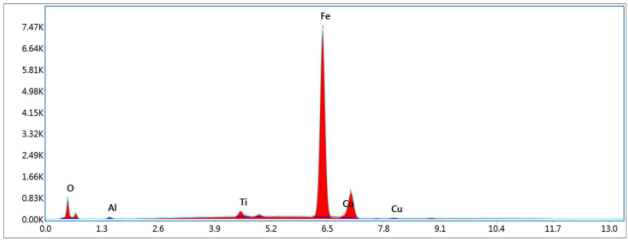
Spektrum dan tabel analisis area 2



Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	35.02	65.29	1196.10	6.01	0.2121	1.1574	0.5234	1.0000
TiK	0.61	0.38	21.88	10.91	0.0060	0.9142	0.9837	1.0837
FeK	62.73	33.51	1300.56	1.78	0.5736	0.9024	1.0083	1.0049
CoK	1.19	0.60	21.11	14.47	0.0106	0.8823	0.9988	1.0076
CuK	0.45	0.21	5.62	29.17	0.0037	0.8668	0.9363	1.0158

Spektrum dan tabel analisis area 3

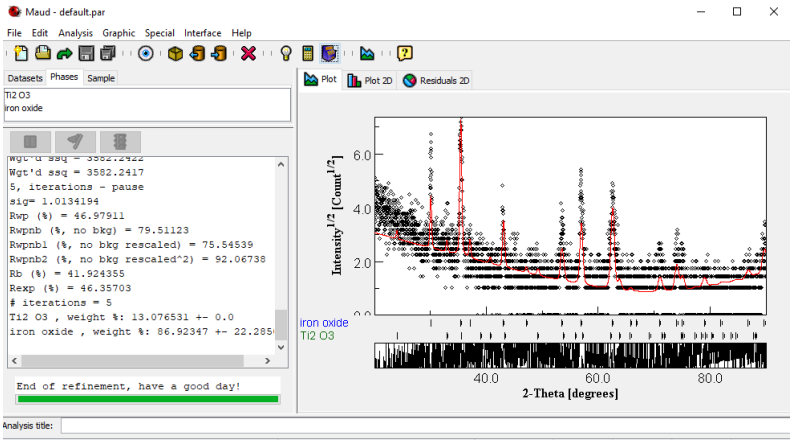


Smart Quant Results

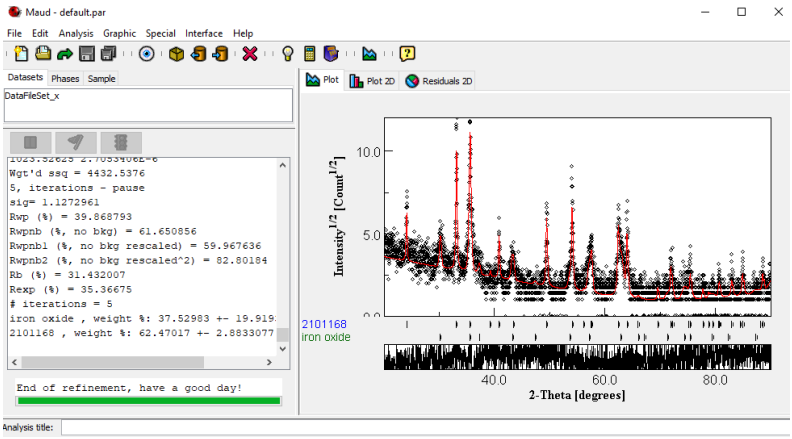
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	3.59	11.46	55.09	8.48	0.0184	1.2579	0.4075	1.0000
AlK	0.42	0.79	5.85	16.36	0.0014	1.1295	0.2989	1.0017
TiK	1.48	1.58	29.98	6.81	0.0154	0.9994	0.9637	1.0797
FeK	91.57	83.67	1089.69	1.71	0.9060	0.9890	0.9985	1.0018
CoK	2.27	1.96	23.00	10.62	0.0217	0.9677	0.9859	1.0035
CuK	0.67	0.54	4.62	23.36	0.0058	0.9527	0.8963	1.0096

Lampiran C. Hasil analisa program “MAUD”

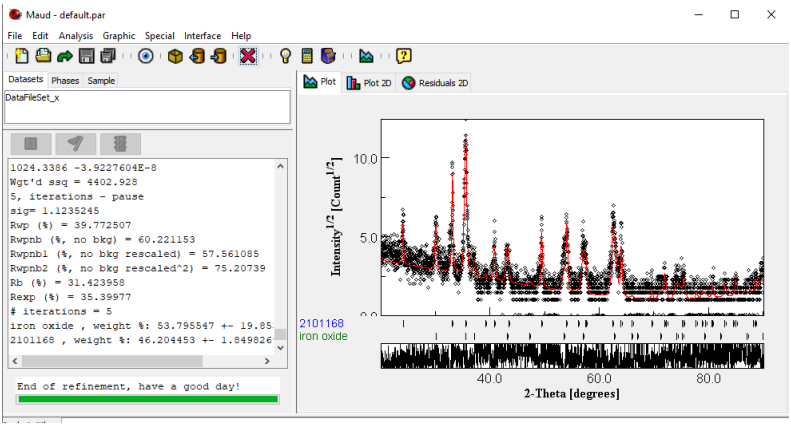
Sampel pasir besi



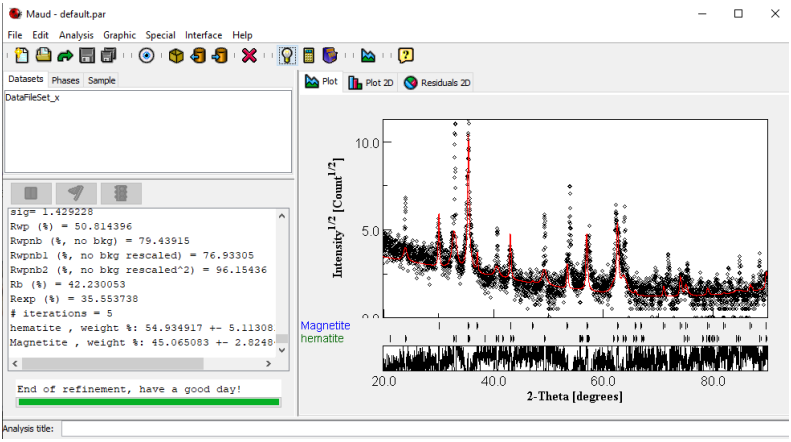
Sampel variasi suhu 400°C waktu 1 jam



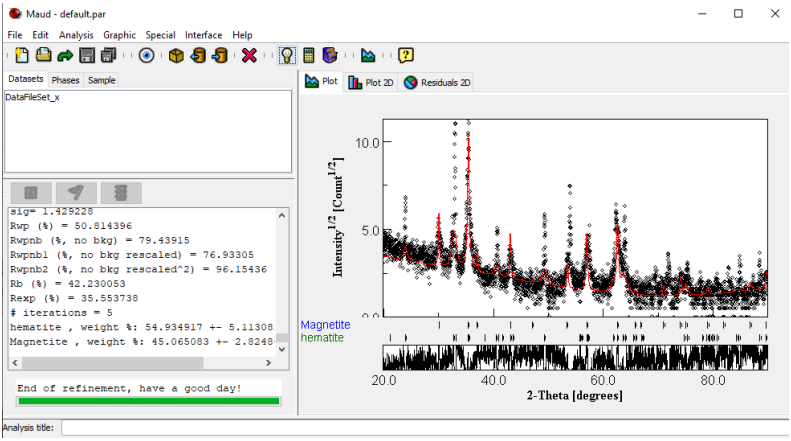
Sampel variasi suhu 400°C waktu 2 jam



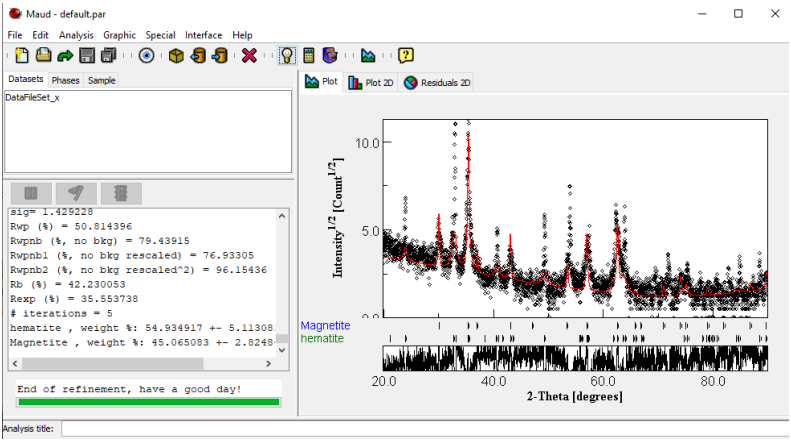
Sampel variasi suhu 500°C waktu 1 jam



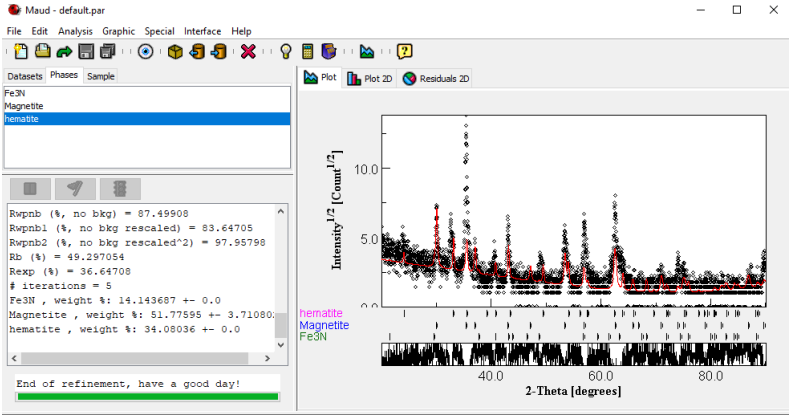
Sampel variasi suhu 500°C waktu 2 jam



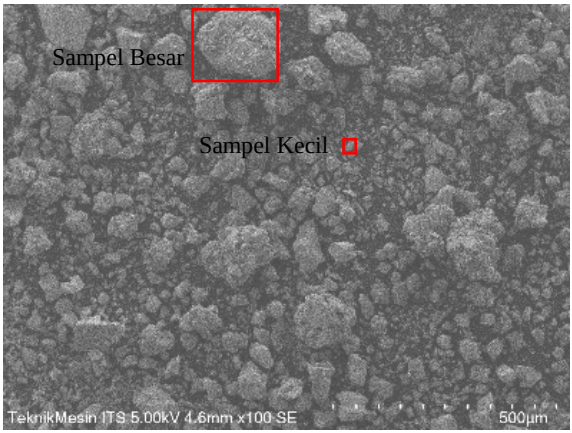
Sampel variasi suhu 600°C waktu 1 jam



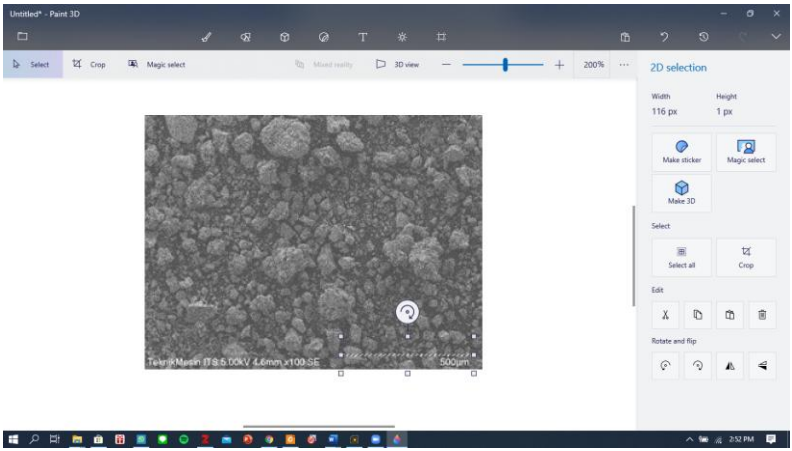
Sampel variasi suhu 600°C waktu 2 jam



Lampiran D. Perhitungan besar butir sampel



Gambar 1. Menyeleksi sampel yang akan diukur pada perbesaran dengan skala 500 µm.



Gambar 2. Mengitung perbandingan piksel dengan aplikasi paint.

Diketahui panjang skala 500 µm dalam piksel sebesar 116 piksel.

Tabel 1. Pengukuran butir terbesar

Pengulangan	n (piksel)	$(n-\bar{n})$	$(n-\bar{n})^2$
1	42,04759	2,41237	5,81927
2	33,06055	-6,57472	43,227
3	42,2019	2,56662	6,58754
4	41,23106	1,59578	2,54652
Rata-rata =	39,63528	Jumlah =	58,18033

Standar Deviasi ≡ σ

$$\sigma = \frac{\sqrt{\sum_1^n (n-\bar{n})^2}}{\sqrt{n-1}}$$

$$\sigma = \frac{\sqrt{58{,}18033}}{\sqrt{3}}$$

$$\sigma = \frac{7{,}6276}{1{,}732} = 4{,}40378$$

Ukuran ≡ δ; Ralat ≡ δ'

$$\delta = \frac{500}{116} \times 39{,}63528 = 170{,}84172\ \mu m$$

$$\delta' = \frac{500}{116} \times 4{,}40378 = 18{,}9818\ \mu m$$

Tabel 2. Pengukuran butir terkecil

Pengulangan	n (piksel)	$(n-\bar{n})$	$(n-\bar{n})^2$
1	4,12311	-0,49803	0,24803
2	5,09902	0,47789	0,22838
3	5,65686	1,03572	1,07272
4	3,60555	-1,01558	1,03141

Rata-rata =	4,62113	Jumlah =	2,58053

Standar Deviasi ≡ σ

$$\sigma = \frac{\sqrt{\sum_1^n (n - \bar{n})^2}}{\sqrt{n-1}}$$

$$\sigma = \frac{\sqrt{2{,}58053}}{\sqrt{3}}$$

$$\sigma = \frac{1{,}6064}{1{,}732} = 0{,}92748$$

Ukuran ≡ δ; Ralat ≡ δ'

$$\delta = \frac{500}{116} \times 4{,}62113 = 19{,}91866\ \mu m$$

$$\delta' = \frac{500}{116} \times 0{,}92748 = 3{,}97189\ \mu m$$

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BIODATA PENULIS

Penulis memiliki nama lengkap Rayhan Kurnia Hafiyanda, dengan nama panggilan Rayhan. Penulis dilahirkan di Mataram, 4 Juli 1998, merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Semasa kecil penulis menmpuh pendidikan formal anatara lain di TK Pembina Mataram, SDN 7 Mataram, SMPN 1 Mataram, SMAN 2 Ngawi. Setelah lulus SMA penulis menempuh pendidikan di Departemen Fisika ITS pada tahun 2016.

Selama duduk di bangku kuliah, penulis aktif mengikuti kegiatan perkuliahan dan organisasi seperti berperan sebagai staff dan staff pimpinan departemen dalam negeri Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMASIKA) ITS, lalu mengikuti UKM IFLS sebagai tentor. Di Departemen Fisika ini, penulis mengambil bidang studi advanced material dengan dosen pembimbing Prof. Dr. Darminto, M. Sc. Penulis juga pernah menjadi asisten laboratorium Fisika Dasar 1. Penulis melakukan kerja praktek dan penelitian di Pusat Unggulan Iptek-Sistem Kontrol Otomasi ITS. Penulis juga aktif dalam bidang trading card game yugioh dan vanguard dan pernah menjuarai tingkat regional Surabaya untuk kedua game. Penulis dapat dihubungi via email: Rayhankurnia34ixa@gmail.com