



TUGAS AKHIR – SF 184801

**SINTESIS Fe-N BERBASIS Fe_3O_4 MENGGUNAKAN
MEDIA GAS NH_3 DENGAN VARIASI SUHU PROSES
NITRIDASI**

**RAKHASONI FIRMAN SYAH
NRP 01111640000037**

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

**DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Sains dan Analitik Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2020**



TUGAS AKHIR – SF 184801

**SINTESIS Fe-N BERBASIS Fe₃O₄ MENGGUNAKAN
MEDIA GAS NH₃ DENGAN VARIASI SUHU PROSES
NITRIDASI**

**RAKHASONI FIRMAN SYAH
NRP 0111164000037**

**Dosen Pembimbing I
Prof. Dr. Darminto, M. Sc.**

**Dosen Pembimbing II
Indra Sidharta S.T., M.Sc.**

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



FINAL PROJECT - SF 184801

**SYNTHESIS OF Fe_3O_4 BASED Fe-N ON USING THE
MEDIUM OF NH_4 GASES WITH VARIATIONS IN
TEMPERATURE OF NITRIDATION PROCESS**

**RAKHASONI FIRMAN SYAH
NRP 0111164000037**

**Supervisor I
Prof. Dr. Darminto, M. Sc.**

**Supervisor II
Indra Sidharta S.T., M.Sc.**

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

LEMBAR PENGESAHAN

**SINTESIS Fe-N BERBASIS Fe_3O_4 MENGGUNAKAN
MEDIA GAS NH_3 DENGAN VARIASI SUHU PROSES
NITRIDASI**

TUGAS AKHIR

**Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada**

**Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

Oleh:

**RAKHASONI FIRMAN SYAH
NRP 0111164000037**

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir
Prof. Dr. Darminto, M. Sc.
NIP. 19600303198701.1.002



Indra Sidharta S.T., M.Sc.
NIP. 19800619200604.1.004



Surabaya, Agustus 2020

DEPARTEMEN
FISIKA

SINTESIS Fe-N BERBASIS Fe₃O₄ MENGGUNAKAN MEDIA GAS NH₃ DENGAN VARIASI SUHU PROSES NITRIDASI

Nama : Rakhasoni Firman Syah
NRP : 0111164000037
Jurusan : Fisika, FSAD-ITS
Pembimbing : Prof. Dr. Darminto, M. Sc.
Indra Sidharta S.T., M.Sc.

Abstrak

Fe-N (Besi Nitrida) mempunyai beberapa jenis fasa yang dapat terbentuk. Sintesis Fe-N menggunakan basis Fe₃O₄ (magnetite) dari pasir besi komersial dilakukan dengan proses nitridasi. Sintesis serbuk Fe₃O₄ diproses menggunakan metode kopresipitasi yaitu dengan dilarutkan pasir besi komersial dengan larutan HCl dan dititrasi dengan larutan NH₄OH. Proses nitridasi dilakukan dengan serbuk Fe₃O₄ dialiri oleh gas NH₃ dengan tekanan 5 Psi dan flow 100 mL/min, serta variasi suhu 500°C, 600°C, dan 700°C selama holding time 3 dan 4 jam. Hasil serbuk dari sintesis Fe-N dikarakterisasi menggunakan XRD untuk menganalisis pembentukan fasa, SEM untuk mengetahui bentuk morfologi, dan EDS untuk menganalisis komposisi atom yang terkandung. Dari Hasil penelitian menunjukkan bahwa pembentukan fasa dan morfologi partikel dipengaruhi oleh variasi suhu pada proses nitridasi. Pada penelitian ini Fe₃N terbentuk dari sintesis menggunakan proses nitridasi pada variasi suhu 600°C dan 700°C. Didapatkan komposisi Fe₃N 75,9 %wt pada suhu 700°C dan 56,7 %wt pada suhu 600°C. Morfologi Fe₃N yang terbentuk memiliki model sponge-like.

Kata kunci: *Besi Nitrida, Kopresipitasi, Magnetite, Nitridasi, Pasir Besi*

SYNTHESIS OF Fe_3O_4 BASED Fe-N ON USING THE MEDIUM OF NH_4 GASES USING WITH VARIATIONS IN TEMPERATURE OF NITRIDATION PROCESS

Name : Rakhasoni Firman Syah
NRP : 01111640000037
Major : Physics, FSAD-ITS
Advisor : Prof. Dr. Darminto, M. Sc.
Indra Sidharta S.T., M.Sc.

Abstract

Fe-N (Iron Nitride) has several types of phases that can be formed. The synthesis of Fe-N using Fe_3O_4 (magnetite) base from commercial iron sand is carried out by nitriding process. The synthesis of Fe_3O_4 powder was processed using the coprecipitation method by dissolving commercial iron sand with HCl solution and titrating with NH_4OH solution. The nitriding process was carried out with Fe_3O_4 powder flowed by NH_3 gas with a pressure of 5 Psi and flow of 100 mL / min, as well as temperature variations of 500°C, 600°C, and 700°C during holding time of 3 and 4 hours. The results of the powder from Fe-N synthesis were characterized using XRD to analyze phase formation, SEM to determine the morphological form, and EDS to analyze the composition of the atoms contained. From the results of the study showed that the formation of phase and particle morphology was influenced by temperature variations in the nitriding process. In this study Fe_3N was formed from synthesis using a nitriding process at a temperature variation of 600°C and 700°C. The composition of Fe_3N 75,9 %wt at 700°C and 56,7% at 600°C was obtained. The Fe_3N morphology formed has a sponge-like model.

Keyword: Iron Nitride, Iron Sand, Coprecipitation, Magnetite, Nitriding

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan berkah, rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir. Tidak lupa Sholawat serta salam kepada junjungan Nabi Muhammad SAW. Tugas Akhir (TA) ini penulis susun sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar sarjana di jurusan Fisika FSAD ITS dengan judul **“Sintesis Fe-N Berbasis Fe₃O₄ Menggunakan Media Gas NH₃ Dengan Variasi Suhu Proses Nitridasi”**. Tulisan ini diharapkan dapat membantu mahasiswa maupun warga Indonesia lainnya. Penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih secara khusus kepada :

1. Keluarga tercinta, kedua orang tua serta saudara yang selalu memberikan do'a serta dukungan moral maupun spiritual tiada henti selama masa perkuliahan hingga menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Bapak Prof. Dr. Darminto, M.Sc. selaku dosen pembimbing I tugas akhir yang telah memberi bimbingan, wawasan dan nasehat hingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dengan baik.
3. Bapak Indra Sidharta S.T., M.Sc. selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan izin untuk mengikuti penelitian disertasi serta membimbing dan memberikan arahan, waktu, dan tenaga kepada penulis untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
4. Bapak Dr. Gatut Yudoyono, MT. selaku Kepala Departemen Fisika Fakultas Sains ITS yang telah memberikan kemudahan sarana selama kuliah sampai terselesainnya Tugas Akhir ini.
5. Bapak Dr. Sungkono selaku dosen wali penulis yang telah memberikan bimbingan dan saran kepada penulis.

6. Bapak Dr.rer.nat Tri wikantoro, M.Si selaku Kepala Laboratorium Material 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.
7. Bapak Dr. Bambang Sudarmanta, ST., MT. selaku Kepala Pusat Unggulan IPTEK Sistem Kontrol Otomotif ITS yang telah memberikan izin untuk mengambil data menggunakan alat tube furnace Molina ITS.
8. Teman-teman lanangan sholeh Eka, Yusuf, Deo, Gutivan, Afif MKP, Ryan, Eden, dan penghuni grup kajian yang membantu penulis dalam pengerjaan draft.
9. Teman-teman Fisika Angkatan 2016 Sirius yang telah memberikan dukungan dan bantuan kepada penulis.
10. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan ini masih terdapat kesalahan. Mohon kritik dan saran pembaca guna menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga laporan Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, 5 Agustus 2020

Penulis
rakhasoni110@gmail.com

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
COVER PAGE.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
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
1.6 Sistematika Penulisan	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Pasir Besi	5
2.2 <i>Magnetite</i> (Fe ₃ O ₄)	6
2.3 Nitridasi	9
2.4 Besi Nitrida (Fe-N).....	10
BAB III METODOLOGI.....	13
3.1 Peralatan dan Bahan	13

3.1.1 Peralatan.....	13
3.1.2 Bahan.....	13
3.2 Prosedur Kerja.....	13
3.2.1 Separasi Pasir Besi	13
3.2.2 Tahap Sintesis Fe ₃ O ₄	13
3.2.3 Tahap Nitridasi.....	14
3.3 Karakterisasi Fe-N.....	15
3.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)	15
3.3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS).....	16
3.4 Flowchart Penelitian.....	18
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Analisis Karakterisasi Pasir Besi.....	21
4.2 Analisis Perlakuan Sintesis Kopresipitasi Fe ₃ O ₄	23
4.3 Analisis Pengaruh Variasi Suhu Proses Nitridasi Dalam Sintesis Fe-N	24
4.4 Analisis Morfologi SEM dan SEM-EDS Fe-N	29
BAB V KESIMPULAN.....	35
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran.....	35
DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN.....	41
BIODATA PENULIS	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Fe_3O_4	7
Gambar 2.2 Gambar STM Fe_3O_4 (111) dari film (size $300 \times 300 \text{ nm}^2$) dengan ukuran atomik sebesar $3 \times 3 \text{ nm}^2$	8
Gambar 2. 3 Diagram Fasa Sistem Fe-N	11
Gambar 3.1 Peralatan XRD	16
Gambar 3.2 Peralatan SEM.....	17
Gambar 3.3 Flowchart Penelitian.....	19
Gambar 4.1 Hasil analisis uji XRD kandungan pasir besi yang telah diseparasi magnet	22
Gambar 4.2 Hasil analisis XRD kandungan serbuk Fe_3O_4 ...	24
Gambar 4.3 Pola Difraksi Sinar-X pada variasi suhu holding time 3 jam	25
Gambar 4.4 Pola Difraksi Sinar-X pada variasi suhu holding time 4 jam	28
Gambar 4.5 Grafik perbandingan presentase komposisi Fe_3N pada variasi suhu.....	29
Gambar 4.6 Morfologi Fe_3O_4 berdasarkan pengamatan SEM	30
Gambar 4.7 Morfologi sampel pada suhu (a) 500°C , (b) 600°C , (c) 700°C	31
Gambar 4.8 Hasil EDS sampel pada spot yang ditunjukkan suhu (a) 500°C , (b) 600°C , (c) 700°C	32

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil Analisis XRF Kandungan Logam Pasir Alam	6
Tabel 4.1 Perbandingan jumlah fasa yang terbentuk pada setiap variasi menggunakan analisis Maud.....	26

“Halaman ini sengaja dikosongkan “

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Magnet merupakan material yang sangat penting untuk berbagai aplikasi teknologi pada industri saat ini. Contoh aplikasi yang membutuhkan magnet antara lain, untuk otomotif menggunakan magnet untuk generator penggerak pada motor listrik. Pada bagian motor listrik terdapat suatu komponen penggerak yaitu core yang digunakan untuk stator di dalam motor listrik. Hingga saat ini, Indonesia masih impor magnet dari china untuk kebutuhan magnet pada motor listrik. Untuk mengurangi angka impor material magnet, maka dilakukan penelitian riset mengenai produksi magnet menggunakan bahan baku yang terdapat di Indonesia

Salah satu bahan baku yang dapat digunakan untuk pembuatan magnet dari hasil riset sebelumnya yaitu menggunakan pasir besi. Pasir besi pada umumnya di Indonesia masih digunakan sebagai bahan bangunan. Dari hasil riset sebelumnya (Susilawati et al., 2018) diketahui bahwa endapan pasir besi terdapat mineral-mineral magnetik seperti *magnetite* (Fe_3O_4), *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan *maghemite* ($\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$) yang berpotensi untuk bahan industri misalnya keramik, katalis, *energy storage*, *magnetic data storage*, sebagai pewarna serta campuran (*filler*) untuk cat dan sebagai bahan dasar magnet pada motor listrik. Namun dari banyaknya potensi pasir besi di Indonesia ini belum benar-benar diketahui jumlah dan sebarannya dikarenakan kurangnya informasi dan belum dilakukannya pemetaan lebih detailnya, sehingga pemanfaatan dan pengembangan pasir besi kurang optimal (Syah et al., 2018).

Alternatif dalam pembuatan magnet pada motor listrik adalah dengan menggunakan material besi nitrida (Fe-N). Material Fe-N umumnya bersifat ferromagnet pada suhu kamar dan memiliki karakter konduktor listrik. Berbagai metode

sintesis dikembangkan untuk menghasilkan material Fe-N dalam bentuk utuh (*bulk*), lapisan film (*thin film*), dan serbuk. Dari penelitian sebelumnya, didapatkan bahwa besi nitrida (Fe-N) memiliki potensi untuk digunakan sebagai soft magnet. Material soft magnet merupakan suatu material magnetik yang memiliki medan magnet koersif yang kecil, hal ini menunjukkan bahwa soft magnet dengan mudah termagnetisasi dan mengalami demagnetisasi sehingga cocok untuk digunakan sebagai bahan penyusun magnet pada motor listrik. Walaupun dapat diketahui jika besi nitrida dapat digunakan untuk material magnet, namun proses sintesa yang masih dikembangkan masih kompleks. Sintesis pembuatan material Fe-N dalam bentuk serbuk digunakan karena pada metode ini menggunakan material awal Fe_3O_4 meliputi proses sintesis untuk mendapatkan serbuk dengan ukuran nano kemudian dilanjutkan dengan proses nitridasi (Monson et al., 2018).

Oleh sebab itu, dilakukan penelitian tugas akhir pembuatan material besi nitrida yang dapat disintesis dari material Fe_3O_4 hasil olahan pasir besi melalui analisis hasil pengujian *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan *Energy Dispersive of X-Ray Spectroscopy (EDX)*.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana proses dan cara pembuatan Fe-N?
2. Berapa kandungan fasa Fe-N yang diperoleh pada masing-masing variasi suhu proses nitridasi?
3. Bagaimana pengaruh variasi suhu proses nitridasi pada pembentukan fasa Fe-N dan morfologinya?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian tugas akhir ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui proses dan cara pembuatan material Fe-N
2. Memperoleh fasa Fe-N yang terbentuk pada masing-masing variasi suhu proses nitridasi
3. Mengetahui pengaruh variasi suhu pada proses nitridasi terhadap pembentukan fasa dan morfologi Fe-N

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini antara lain adalah sebagai berikut:

1. Sintesis Fe-N menggunakan proses nitridasi serbuk Fe_3O_4 dari pasir besi dengan metode kopresipitasi.
2. Bahan dasar pasir besi yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini.
3. Karakter dan performa yang dihasilkan melalui analisis hasil pengujian *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan *Energy Dispersive of X-Ray Spectroscopy (EDX)*.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dilakukan agar dapat bermanfaat yang diharapkan dapat memberikan informasi, ilmu pengetahuan dan wawasan perihal proses sintesis, pengaruh variasi suhu dan waktu pada mikrostruktur material Fe-N yang disintesis menggunakan proses nitridasi sehingga ilmu yang diperoleh dapat berguna dan dikembangkan kedepannya.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan laporan Tugas Akhir ini terdiri atas abstrak yang menjabarkan tentang gambaran umum dari penelitian. Bab I Pendahuluan tersusun dari latar belakang, perumusan masalah, batasan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian dan sistematika penulisan. Bab II Tinjauan Pustaka berisi dasar-dasar teori dan kajian pustaka sebagai

acuan penelitian laporan Tugas Akhir ini. Bab III Metodologi Penelitian menjabarkan tentang metode pengambilan data laporan Tugas Akhir. Bab IV menjabarkan hasil dan pembahasan dari penelitian. Bab V mengenai kesimpulan dan saran.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Besi

Pasir merupakan bahan alam yang tersedia sangat melimpah di Indonesia. Pasir umumnya hanya digunakan untuk bahan baku bangunan campuran semen. Sedangkan pasir besi adalah sejenis pasir yang memiliki kandungan besi yang tinggi. Pasir besi biasanya berwarna abu-abu gelap atau berwarna kehitaman. Pasir besi umumnya ditambang diareal sungai/dasar sungai atau tambang pasir (*quarry*) di pegunungan, tetapi hanya beberapa daerah pegunungan di Indonesia yang memiliki kandungan pasir besi (Sholihah, 2010).

Pasir besi alam pada umumnya mempunyai komposisi mineral-mineral magnetik seperti hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), *magnetite* (Fe_3O_4) sebagai mineral utama (senyawa dominan) (Afdal, 2013) dan *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), silikon oksida (SiO_2), alumina (Al_2O_3), rutil (TiO_2) (Ibrahim et al., 2012) dan *ilmitite* (FeTiO_3) sebagai senyawa minor. Perbedaan kadar kandungan mineral disebabkan oleh tatanan geologi dan proses mineralisasi pada setiap daerah. Dari penelitian sebelumnya didapatkan hasil kandungan logam pada pasir besi yang ditampilkan dalam Tabel 2.1 (Susilawati et al., 2018).

Tabel 2.1 Hasil Analisis XRF Kandungan Logam Pasir Alam (Susilawati et al., 2018)

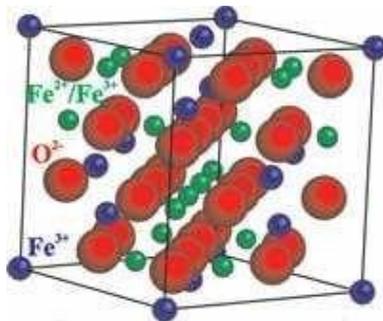
No	Jenis Logam	Persentase Kandungan (%)			
		GD	LB	PAG	AMP
1.	Na	0,480	0,813	0,405	0,837
2.	Mg	1,25	1,40	0,949	0,828
3.	Al	3,90	6,13	3,24	4,49
4.	Si	8,14	16,3	6,22	11,6
5.	P	0,774	0,820	0,940	0,837
6.	S	0,128	0,121	0,117	0,211
7.	Cl	0,285	0,0989	0,124	0,393
8.	K	0,544	1,16	0,509	0,911
9.	Ca	2,43	3,59	1,77	2,08
10.	Ti	7,14	6,17	7,14	6,71
11.	V	0,490	0,366	0,591	0,412
12.	Mn	0,829	0,846	0,827	0,759
13.	Fe	73,4	62,1	76,8	69,8
14.	Zn	0,0889	0,0947	0,117	0,0977
15.	Sr	0,0178	0,0309	-	-
16.	W	0,145	-	0,207	-
17.	Ga	-	-	-	0,0185

2.2 Magnetite (Fe₃O₄)

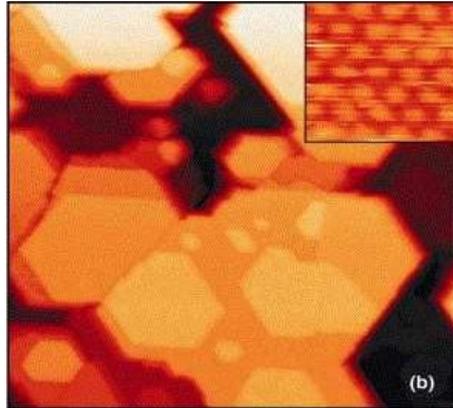
Magnetite merupakan mineral ferimagnetik dengan rumus kimia Fe₃O₄ dan mempunyai struktur spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, di mana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe²⁺ dan Fe³⁺ seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.1. Nama kimia *magnetite* menurut IUPAC adalah besi (II, III) oksida dan nama kimia secara umum adalah ferit oksida (*ferroud-ferit oxide*). Dalam ukuran nano partikel, *magnetite* bersifat superparamagnetik, memiliki nilai medan koersivitas yang tinggi dan suhu Curie yang rendah (Coey, 2010). *Magnetite* memiliki sifat magnetik yang kuat dari beberapa mineral. *Magnetite* biasanya dapat ditemukan pada batuan sedimen, batuan igneous (*igneous rock*), dan pada pasir

pantai yang biasa disebut pasir besi (*iron sands*) atau pasir hitam (*black sands*) (Bilalodin et al., 2013).

Magnetite dalam bentuk makroskopik (*bulk*) memiliki sifat ferrimagnetik dengan suhu curie yang tinggi ($T_c = 850$ K). Namun, sifat ferimagnetik pada bahan tersebut dapat mengalami perubahan yang signifikan bila diameter butir partikel *magnetite* berubah drastis hingga mencapai orde nanometer (< 20 nm) hasil struktur mikroskopik *magnetite* ditunjukkan Gambar 2.2 (Daoush, 2017; Riyanto, 2019). Dalam orde tersebut, *magnetite* dapat memperlihatkan sifat superparamagnetik yaitu koersivitas dan magnetisasi remanen bahan tersebut bernilai nol (*zero coersivity*) dan memiliki magnetisasi saturasi yang tinggi dikarenakan dalam setiap butir nanopartikel hanya tersusun atas satu domain magnetik saja (Riyanto, 2019).



Gambar 2.1 Struktur Fe₃O₄ (Sholihah, 2010)



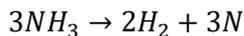
Gambar 2.2 Gambar STM Fe_3O_4 (111) dari film (size $300 \times 300 \text{ nm}^2$) dengan ukuran atomik sebesar $3 \times 3 \text{ nm}^2$ (Sholihah, 2010).

Adanya sifat superparamagnetik pada nanopartikel *magnetite* beserta sifat-sifat *magnetite* terutama ukuran partikel, penyebaran partikel dan respon terhadap medan magnet sangat mempengaruhi dari aplikasi *magnetite* itu sendiri. Didukung dengan sifat-sifat yang lain, seperti sifat yang tidak beracun (*non-toxin*) dan tak ada penolakan pada tubuh (*biocompatible*) (Zeinali et al., 2016). *Magnetite* dapat diaplikasikan sebagai sistem pengangkutan obat-obatan, agen pencerah pada MRI (*magnetic resonance imaging*), dan agen pelokalisir dalam kemoterapi. *Magnetite* yang dicampurkan pada suatu bahan dapat meningkatkan kualitas dari bahan, biosensor, pelapisan *magneite* yang dicampur dengan glukosa oksida pada bio sensor dapat meningkatkan sensitifitas dari sensor dan meningkatkan resistifitasnya sedangkan *magnetite* cair (*ferrofluid*) yang ditambahkan pada minyak oli dapat menurunkan suhu dan tekanan pada mesin (Basith et al., 2012).

2.3 Nitridasi

Nitridasi adalah suatu proses pengerasan permukaan dengan menambahkan unsur nitrogen pada permukaan benda kerja. Proses nitridasi umumnya menggunakan paduan gas N_2 dan H_2 pada $460^\circ C$ - $600^\circ C$ dan diterapkan untuk pengerasan baja karbon rendah dan baja paduan sehingga membentuk senyawa nitrida logam. Senyawa tersebut bersifat keras dan sebagai *protective layer* yang dapat meningkatkan kekerasan permukaan, ketahanan aus dan ketahanan korosi (Suprpto et al., 2010). Pada proses nitridasi konvensional ada beberapa yang digunakan yaitu proses nitridasi menggunakan gas (gas nitriding), nitridasi menggunakan cairan (*liquid nitriding*), dan nitridasi menggunakan ion/plasma (*ion/plasma nitriding*). Namun dari beberapa metode nitridasi seperti nitridasi plasma, nitridasi gas, nitridasi cair/ larutan memiliki kelemahan diantaranya membutuhkan proses yang rumit, menghasilkan limbah yang berbahaya, dan membutuhkan biaya yang sangat besar untuk menghasilkan tebal lapisan nitrida yang diinginkan (Rahayu et al., 2017).

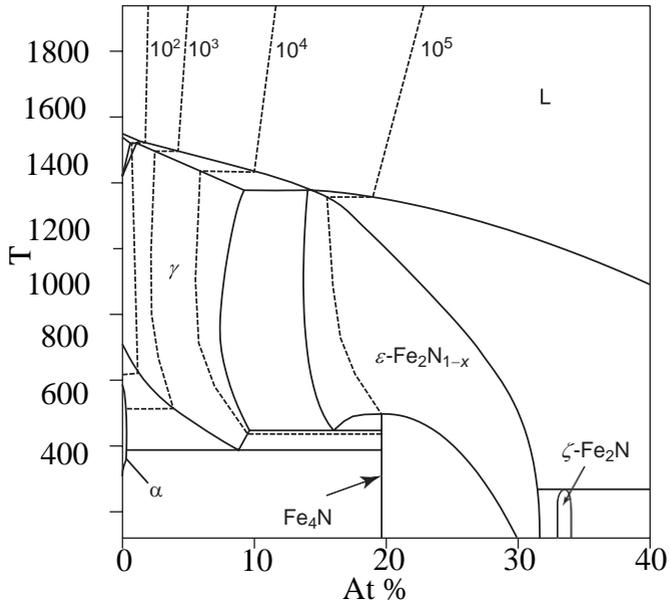
Dalam nitridasi gas menggunakan gas amonia (NH_3), nitridasi dilakukan di dalam tanur (*furnace*) pada suhu antara $460^\circ C$ s/d $600^\circ C$. Pada suhu ini amonia akan berdesosiasi sehingga menghasilkan atom hidrogen dan nitrogen dengan reaksi sebagai berikut.



Dari desosiasi ini selanjutnya atom nitrogen larut pada permukaan benda yang dinitridasi sehingga membentuk nitrida logam. Penggunaan metode ini umumnya untuk pena piston, cincin piston, roda gigi (*gear* dan *pinion*), *spiral springs*, *valve guide*, dan *valve setting* (Visuttipitukul et al., 2009).

2.4 Besi Nitrida (Fe-N)

Material besi nitrida merupakan suatu material logam transisi nitrida yang umumnya bersifat ferromagnet pada suhu kamar dan memiliki karakter konduktor listrik. Besi nitrida memiliki beberapa fasa yang dapat terbentuk ketika berupa padatan utuh (*bulk*), lapisan tipis (*thin film*), dan serbuk. Hal ini menyebabkan besi nitrida dikatakan memiliki fasa metastabil. Pada besi nitrida dapat menjadi beberapa senyawa tergantung pada konsentrasi nitrogen yang digunakan (Bhattacharyya, 2015). Pada gambar 2.3 ditunjukkan bahwa pada konsentrasi 50% at. N terbentuk senyawa γ'' -FeN, pada konsentrasi sekitar 33% at. N terbentuk ζ -Fe₂N, pada konsentrasi sekitar 25% at. N terbentuk ε -Fe₃N, pada konsentrasi sekitar 20% at. N terbentuk γ' -Fe₄N, serta pada konsentrasi sekitar 11% at. N dapat terbentuk Fe₈N atau α'' -Fe₁₆N₂. Material besi nitrida yang dapat digunakan untuk aplikasi industri adalah yang berbentuk senyawa ε -Fe₃N, γ' -Fe₄N, Fe₈N dan α'' -Fe₁₆N₂. ε -Fe₃N dan γ' -Fe₄N dan Fe₈N memiliki karakteristik magnet lunak (*soft magnet*), sedangkan α'' -Fe₁₆N₂ berkarakter magnet kuat (*hard magnet*) (Hasa, 2005).



Gambar 2. 3 Diagram Fasa Sistem Fe-N (Lengauer: 2017)

“Halaman ini sengaja dikosongkan “

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam sintesis Fe-N dari serbuk Fe_3O_4 menggunakan proses nitridasi yaitu ayakan 70 mesh, gelas beker, gelas ukur, pipet tetes, mortar, batang pengaduk, timbangan digital, vacuum pump, *erlenmeyer*, corong *buchner*, *magnetic stirrer*, *furnace*, dan *tube furnace*.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu pasir besi, larutan HCl, larutan NH_4OH , aquadest, dan gas NH_3 .

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Separasi Pasir Besi

Pada penelitian ini, sample pasir besi 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 sudah selesai diayak menggunakan ayak 70 mesh.

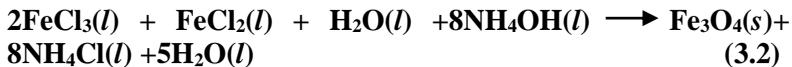
3.2.2 Tahap Sintesis Fe_3O_4

Pada tahap sintesis Fe_3O_4 dilakukan menggunakan metode kopresipitasi. Pertama, disiapkan pasir yang sudah diseparasi dengan massa 12 gram dengan 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 sebesar 1000 RPM. Pada proses ini terjadi reaksi sebagai berikut.



Setelah larutan terbentuk, kemudian dilakukan penyaringan dengan kertas saring untuk memisahkan pasir dengan larutan yang sudah terbentuk. Larutan NH_4OH ditambahkan dengan cara titrasi dalam larutan sambil diaduk dengan magnetic stirrer yang berputar sebesar 1000 RPM pada suhu 25°C selama 30 menit hingga larutan berubah warna menjadi hitam kental.

Pada proses ini terjadi reaksi sebagai berikut.



Hasil titrasi yang dihasilkan kemudian difiltrasi dengan kertas filter. Selama proses filtrasi sampel, sampel dicuci menggunakan aquades sebanyak tiga kali pencucian dengan corong buchner dan Erlenmeyer yang dipompa dengan vacuum pump untuk mempercepat proses filtrasi sampel. Selanjutnya campuran tersebut dikeringkan pada suhu 100°C di dalam furnace selama 4 jam. Setelah campuran selesai dikeringkan kemudian digerus menggunakan mortar sehingga akan berbentuk serbuk.

3.2.3 Tahap Nitridasi

Setelah sintesi Fe_3O_4 , sampel dibagi menjadi 6 sampel yang tiap sampelnya bermassa 10 gram. Proses selanjutnya adalah proses Nitridasi. Perlakuan nitridasi dilakukan menggunakan *tube furnace* di Laboratorium Molina Pusat Unggulan IPTEK-Sistem Kontrol Otomotif (PUI-SKO) ITS. Pada penelitian ini dilakukan proses nitridasi dengan memanaskan sampel Fe_3O_4 pada variasi suhu 500°C , 600°C , dan 700°C dengan waktu 3 jam dan 4 jam, dalam aliran gas NH_3 sebesar 100 mL/min untuk mempertahankan tekanan gas NH_3 sebesar 5 Psi. Pendinginan dilakukan dalam lingkungan gas NH_3 sampai produk hasil nitridasi mencapai suhu 100°C kemudian aliran gas dihentikan, kemudian sampel dapat

diambil. Dikarenakan proses ini menggunakan gas NH_3 , maka untuk pembuangan gas yang mengalir dalam tube furnace ditempatkan dalam drum yang berisi air agar gas NH_3 yang keluar bereaksi dengan air sehingga meminimalisir bau dari gas NH_3 tersebut. Selanjutnya produk nitridasi tersebut akan diuji dengan beberapa metode karakterisasi untuk mengetahui karakteristik produk yang dihasilkan.

3.3 Karakterisasi Fe-N

3.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi bahan dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) untuk menganalisis komposisi fasa, parameter kisi, dan tipe struktur bahan. Dengan menggunakan rentang sudut 2θ dari 20° - 90° . Pengujian dilakukan menggunakan XRD Merk PanAnalytical type Xpert Pro di Laboratorium Sentral Mineral Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang.



Gambar 3.1 Peralatan XRD (Sumber : <http://central-laboratory.um.ac.id/category/peralatan-lab-sentral-um>)

Analisis data keluaran hasil XRD dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Match!* Dalam analisis puncak difraksi menggunakan perangkat lunak *Match!*, ada 3 karakter dasar puncak difraksi yang memberikan gambaran mengenai kondisi pengukuran dan sifat – sifat kristal yaitu posisi, tinggi, dan lebar dan bentuk puncak difraksi. Masing – masing memiliki karakter yang berbeda, dari posisi puncak dapat diidentifikasi fasa kristal, struktur kristal dan parameter kisi. Namun, pada penelitian ini analisis dibatasi hanya untuk mengetahui komposisi fasa yang terbentuk dalam sintesis Fe-N.

3.3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

Pengamatan morfologi partikel secara detail dilakukan menggunakan alat HITACHI FLEX SEM 1000 yang juga

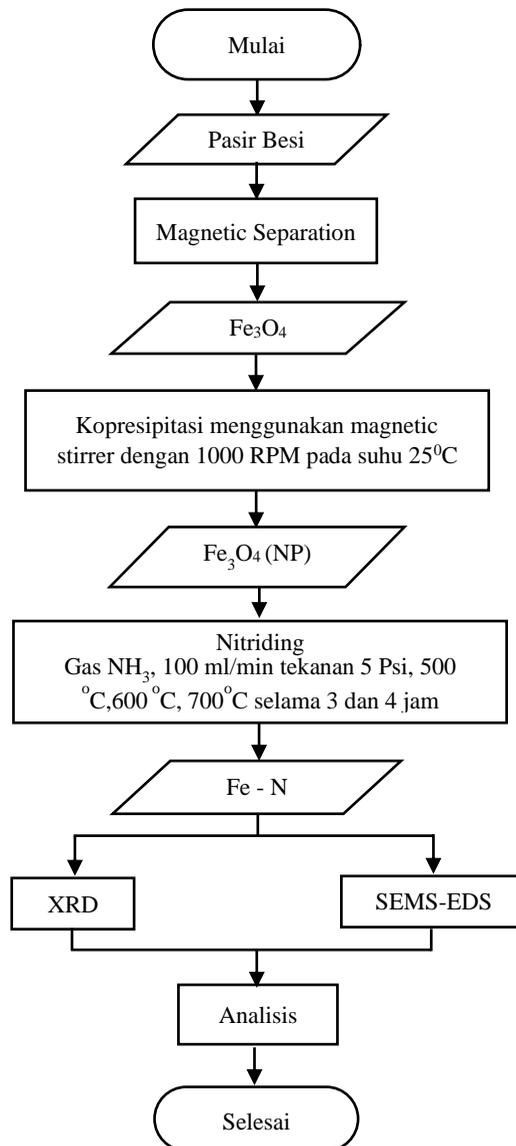
dilengkapi dengan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS) di Departemen Teknik Mesin Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Karakterisasi ini hanya dilakukan pada sampel yang dianggap perlu. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) adalah alat yang digunakan untuk mengetahui morfologi atau struktur mikro zat padat melalui proses scan dengan menggunakan pancaran energi yang tinggi dari elektron dalam suatu pola scanraster. Pada karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menggunakan pembesaran 1000x, 3000x, dan 5000x. Sedangkan untuk uji karakterisasi *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* adalah alat yang digunakan untuk menentukan komposisi atom pada sampel melalui proses pelacakan dan pengukuran dari sifat-sifat sinar-X yang dibangkitkan oleh elektron-elektron cepat.



Gambar 3.2 Peralatan SEM (Sumber : <https://www.its.ac.id/tmesin/en/facilities/scanning-electron-microscope-sem/>)

3.4 Flowchart Penelitian

Skema rancangan penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.3 dibawah ini



Gambar 3.3 Flowchart Penelitian

“Halaman ini sengaja dikosongkan “

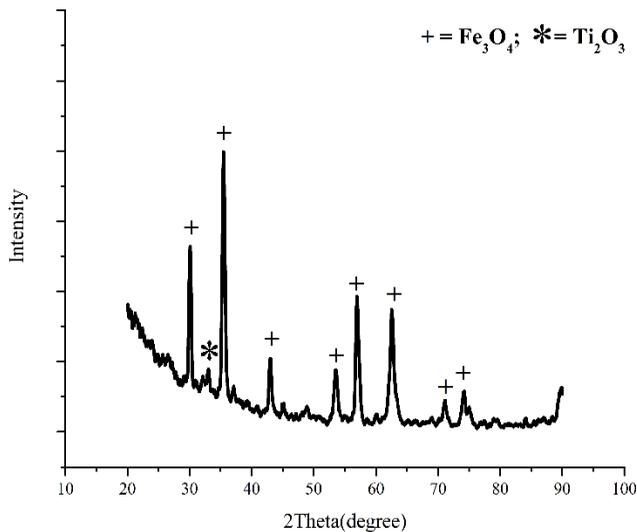
BAB IV

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Penelitian sintesis Fe-N ini untuk mengetahui pengaruh suhu pada proses nitridasi di tinjau dari perubahan fasa dan morfologi Fe-N yang terbentuk. Berdasarkan penelitian Sholihah (2010) metode kopresipitasi digunakan untuk memproses pasir besi menjadi serbuk Fe_3O_4 . Setelah serbuk Fe_3O_4 terbentuk, dilakukan proses nitridasi untuk memperoleh Fe-N dengan variasi suhu 500°C , 600°C , dan 700°C .

4.1 Analisis Karakterisasi Pasir Besi

Pada penelitian ini, menggunakan bahan dasar dari pasir besi. Pasir besi kemudian dilakukan separasi magnet agar menghasilkan kandungan Fe yang tinggi pada pasir besi. Separasi magnet dilakukan dengan memisahkan pasir yang dapat ditarik oleh magnet dengan pasir yang tidak ditarik oleh magnet, jika pasir tertarik oleh magnet menunjukkan bahwa terdapat kandungan Fe pada pasir tersebut. Proses separasi magnet pada pasir besi dilakukan sebanyak lima kali. Penelitian ini dilakukan karakterisasi XRD pada pasir besi. Hasil karakterisasi XRD kemudian dilakukan identifikasi fasa yang terkandung dengan analisis kualitatif menggunakan aplikasi *Match!* dan analisis kuantitatif menggunakan aplikasi Maud. Dari hasil analisis tersebut diperoleh kandungan kimia pasir yang di cantumkan pada Gambar 4.1.

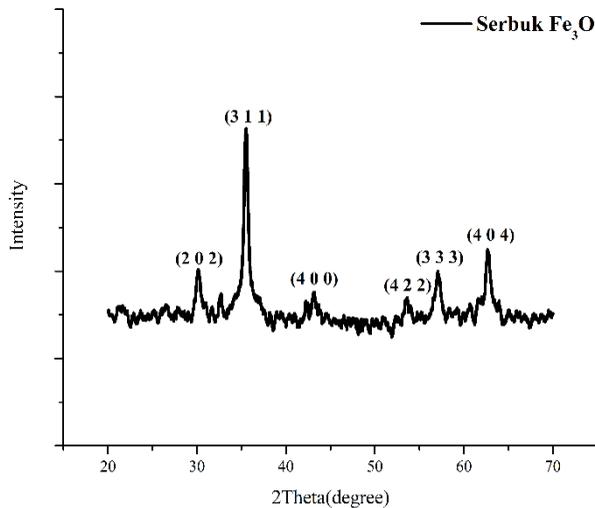


Gambar 4.1 Hasil analisis uji XRD kandungan pasir besi yang telah dipisahkan magnet

Pada Gambar 4.1 menunjukkan hasil bahwa pasir besi yang sudah dilakukan separasi menghasilkan besi oksida (*iron oxide*) yang dominan berupa *magnetite* serta terdapat pengotor dengan fasa *titanium oxide* dalam bentuk Ti_2O_3 . Dari hasil analisis menggunakan Maud didapatkan komposisi dari fasa *iron oxide* (Fe_3O_4) 85,6% dan dengan pengotor Ti_2O_3 14,4%. Dari hasil analisis XRD pada pasir besi menunjukkan terdapat dua unsur yang diidentifikasi yaitu Fe dan Ti. Hal ini dikarenakan pada proses separasi magnet memisahkan material magnetik dalam pasir besi sehingga didapatkan kedua unsur. Pada penelitian sebelumnya Sufiandi (2015) menjelaskan adanya pengotor dari unsur Ti pada separasi pasir besi menggunakan magnet disebabkan adanya ikatan *interlock* antara besi dengan titanium dan pada penelitian Ghofur (2015) didapatkan fasa Ti_2O_3 dari proses reduksi TiO_2 dengan gas CO.

4.2 Analisis Perlakuan Sintesis Kopresipitasi Fe₃O₄

Dari hasil karakterisasi XRD pada pasir besi yang telah dipisahkan didapatkan beberapa fasa, salah satunya fasa *magnetite* atau dalam rumus kimianya disebut Fe₃O₄. Pasir besi disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan tujuan untuk mendapatkan serbuk Fe₃O₄. Pada metode kopresipitasi, pasir besi dilarutkan pada larutan HCl 37% menghasilkan senyawa-senyawa menurut reaksi pada persamaan (3.1). Dari hasil reaksi pelarutan pasir besi dengan larutan HCl terbentuk ion-ion Fe²⁺ dan Fe³⁺, kemudian dilakukan pengendapan dengan titrasi dari larutan NH₄OH dan terjadi reaksi pada persamaan (3.2). Dari reaksi titrasi larutan NH₄OH, terbentuk endapan (presipitat) berwarna hitam saat titrasi awal dari larutan reaksi pada persamaan (3.1) dengan larutan basa. Pada reaksi ini dapat menghasilkan partikel Fe₃O₄ berukuran nano dikarenakan reaksi pembentukan yang cepat pada berlangsungnya proses sintesis Fe₃O₄. Penambahan larutan HCl dan NH₄OH pada sintesis kopresipitasi ini tidak sesuai dengan perhitungan stoikiometri. Hal ini dikarenakan larutan hasil reaksi pada persamaan (3.1) tidak mengendap sepenuhnya jika menggunakan volume larutan NH₄OH sesuai dengan perhitungan stoikiometri. Pada proses pembentukan serbuk Fe₃O₄, pemanasan endapan hasil titrasi dilakukan lebih dari 4 jam dikarenakan endapan setelah dipanaskan masih belum kering sehingga perlu dipanaskan lagi untuk menghasilkan endapan yang benar-benar kering dan mendapatkan hasil serbuk Fe₃O₄ yang diinginkan.



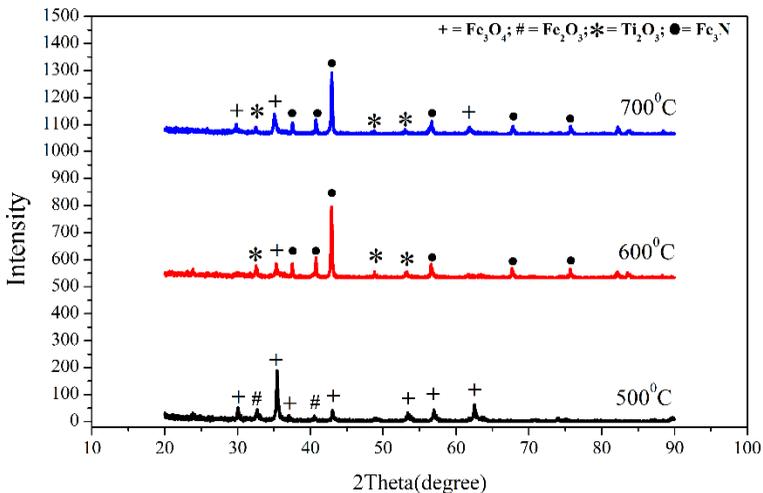
Gambar 4.2 Hasil analisis XRD kandungan serbuk Fe_3O_4

Berdasarkan hasil uji XRD (*X-Ray Diffraction*) yang diamati pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk setelah pasir besi disintesis memiliki fasa *magnetite* (Fe_3O_4). Data yang cocok dalam searchmatch memiliki kode CIF-9009769. Dari hasil XRD juga digunakan untuk menentukan ukuran kristal pada sampel menggunakan *software* Maud. Didapatkan hasil refine menggunakan *software* Maud dari serbuk Fe_3O_4 dengan fasa *magnetite* memiliki parameter kisi 8.3367 \AA dan ukuran kristal $23,7 \text{ nm}$. Pada penelitian sebelumnya Sunaryono (2015), didapatkan hasil *magnetite* yang tidak memiliki puncak pengotor hal ini dikarenakan dengan menggunakan laju pengadukan pada 1000 rpm dengan temperatur ruang dapat menghasilkan pembentukan *magnetite* lebih optimal.

4.3 Analisis Pengaruh Variasi Suhu Proses Nitridasi Dalam Sintesis Fe-N

Besi nitrida (Fe-N) mempunyai beberapa fasa diantaranya γ'' -FeN, ζ - Fe_2N , ε - Fe_3N , γ' - Fe_4N , Fe_8N , dan α'' - Fe_{16}N_2 . Perubahan

fasa yang terjadi pada besi nitrida dipengaruhi oleh konsentrasi nitrogen yang digunakan. Pembentukan fasa dan morfologi pada sintesis Fe-N sangat dipengaruhi oleh konsentrasi nitrogen yang digunakan. Pada penelitian ini digunakan variasi suhu yaitu 500°C, 600°C, dan 700°C yang disintesis selama 3 dan 4 jam pada *holding time* proses nitridasi. Berdasarkan variasi suhu yang dilakukan didapatkan bahwa fasa yang terbentuk juga berbeda-beda. Dari hasil XRD tersebut dilakukan analisis kualitatif menggunakan *software Match!* dan analisis kuantitatif menggunakan *software Maud* untuk mendapatkan perbandingan komposisi fasa yang terbentuk pada sampel.



Gambar 4.3 Pola Difraksi Sinar-X pada variasi suhu *holding time* 3 jam

Dari hasil uji XRD variasi suhu pada *holding time* 3 jam ditunjukkan Gambar 4.3. Pola difraksi setelah dianalisis kualitatif menggunakan *software Match!* dan analisis kuantitatif menggunakan *software Maud*, pada suhu 500°C terbentuk Fe₃O₄ dengan fasa *magnetite* yang lebih tinggi yaitu dengan komposisi lain yaitu Fe₂O₃ fasa *hematite*. Pada pola difraksi diatas suhu

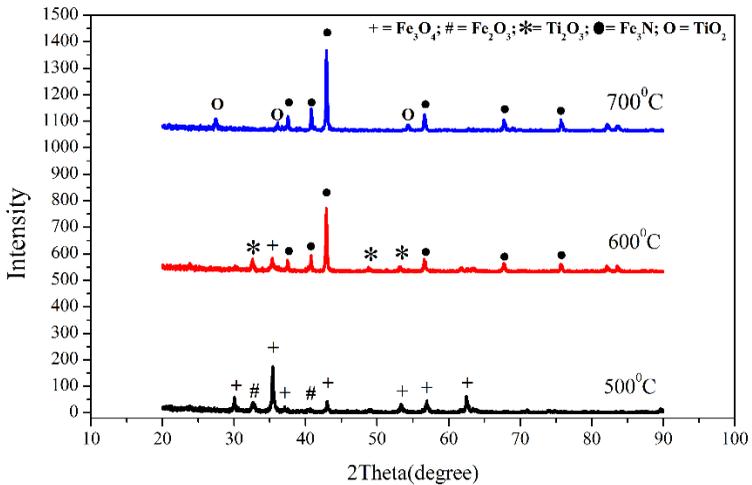
600°C, Fe-N dengan fasa Fe_3N terbentuk dan pengotor pada sampel yaitu Ti_2O_3 serta masih terdapat komposisi Fe_3O_4 sisa dari proses sebelumnya. Hasil analisis menggunakan *software* Maud ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbandingan jumlah fasa yang terbentuk pada setiap variasi menggunakan analisis Maud

Suhu	Holding Time	Perbandingan		
		% Wt		
500	3 jam	Fe_3O_4	Fe_2O_3	
		68,5	31,5	
600	3 jam	Fe_3N	Fe_3O_4	Ti_2O_3
		57,7	10,1	32,2
700	3 jam	Fe_3N	Fe_3O_4	Ti_2O_3
		69,9	7,6	22,5
500	4 jam	Fe_3O_4	Fe_2O_3	
		70,3	29,7	
600	4 jam	Fe_3N	Fe_3O_4	Ti_2O_3
		56,7	12	31,3
700	4 jam	Fe_3N	TiO_2	
		75,9	24,1	

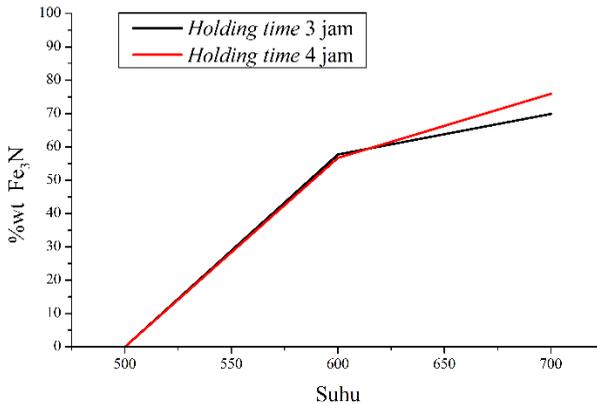
Kemudian hasil uji XRD variasi suhu pada *holding time* 4 jam ditunjukkan Gambar 4.4. Dari hasil analisis kualitatif dan kuantitatif, pola difraksi pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa pada suhu 500°C yang terbentuk memiliki komposisi yaitu Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 dengan komposisi yang tinggi ditunjukkan oleh fasa Fe_3O_4 . Pada pola difraksi suhu 600°C terbentuk fasa Fe_3N dan terdapat pengotor yaitu Fe_3O_4 dan Ti_2O_3 . Pada suhu 700°C terbentuk fasa Fe_3N dengan komposisi dengan pengotor yaitu TiO_2 . Penelitian yang dilakukan Bhattacharyya (2015) didapatkan

pengotor Fe_2O_3 dikarenakan reaksi pada proses nitridasi yang tidak sempurna. Pada hasil data yang telah dianalisis dapat diketahui jika masih terdapat pengotor Ti_2O_3 yang diperkirakan berasal dari pasir besi kemudian terbentuk selama proses nitridasi. Penelitian Okamoto (2011) menjelaskan pada suhu 460°C fasa Ti_2O_3 sudah mulai terbentuk tetapi pada penelitian ini fasa Ti_2O_3 terbentuk pada suhu 600°C . Hal ini diperkirakan pada suhu 500°C presentase oksigen untuk terbentuknya fasa Ti_2O_3 masih kurang karena oksigen masih berikatan dengan atom Fe pada Fe_3O_4 . Terjadi fenomena saat proses nitridasi suhu diatas 600°C terdapat uap hingga tekanan pada *tube furnace* bertambah dan setelah selesai proses nitridasi terdapat hasil endapan yang menjadi kristal di penutup sampel. Hal ini menyebabkan desosiasi nitrogen dan difusi atom nitrogen pada permukaan Fe_3O_4 tidak dapat terbentuk dengan sempurna. Adanya perubahan fasa Ti_2O_3 menjadi TiO_2 disebabkan oleh bertambahnya presentase oksigen akibat dari bereaksinya atom Fe dengan nitrogen kemudian terjadi reaksi oksidasi antara Ti_2O_3 dan oksigen sehingga menghasilkan fasa TiO_2 (Okamoto, 2011).



Gambar 4.4 Pola Difraksi Sinar-X pada variasi suhu *holding time* 4 jam

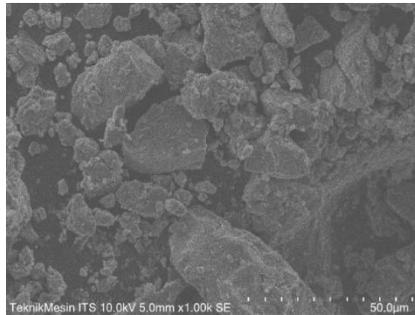
Pengaruh suhu pada penelitian sebelumnya Ye and Cao (2016) didapatkan pada suhu diatas 550°C sudah mulai terbentuk fasa Fe₃N dan terdapat sisa fasa Fe₃O₄. Pada penelitian ini pembentukan fasa Fe₃N 600°C terbentuk fasa Fe₃N dan pada suhu 700°C terbentuk fasa Fe₃N yang lebih tinggi hal ini dikarenakan tingkat difusi nitrogen yang dipengaruhi oleh suhu, laju aliran gas NH₃, durasi reaksi, dan karakteristik bahan oksida yang digunakan. Ukuran partikel yang lebih besar menurunkan reaktivitas Fe₃O₄ karena energi disosiasi ikatan Fe–O sekitar ~409 kJ, diperlukan suhu yang tinggi untuk atom nitrogen agar dapat berdifusi dan menggantikan oksigen di dalam kisi (Bhattacharyya, 2015). Pada Gambar 4.5 ditunjukkan seiring dengan bertambahnya suhu pada proses nitridasi hasil presentase komposisi dari Fe₃N meningkat seiring dengan berkurangnya presentase dari Fe₃O₄.



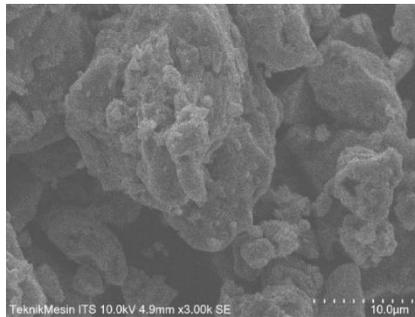
Gambar 4.5 Grafik perbandingan presentase komposisi Fe₃N pada variasi suhu

4.4 Analisis Morfologi SEM dan SEM-EDS

Karakterisasi SEM-EDS dilakukan pada sampel hasil sintesis Fe-N dengan variasi suhu dengan holding time 4 jam dan serbuk Fe₃O₄ hanya dilakukan uji SEM. Hasil yang diperoleh pada pengujian SEM berupa morfologi sampel dan data ukuran partikel dan pada pengujian EDS berupa komposisi atom yang terkandung dalam sampel pada spot yang ditunjukkan. Pengujian SEM menggunakan pembesaran 1000x, 3000x, dan 5000x. Serbuk Fe₃O₄ pada fasa *magnetite* memiliki struktur kristal kubik, sedangkan Fe-N memiliki beberapa fasa yang masing-masing fasa memiliki morfologi tersendiri.



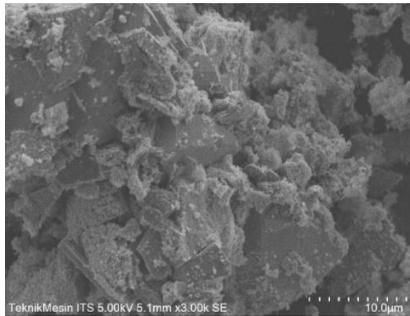
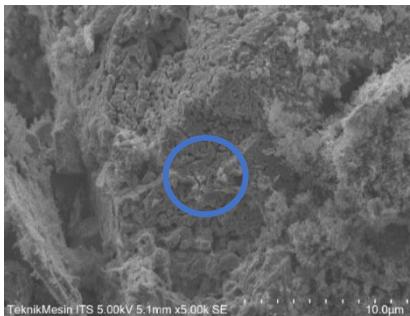
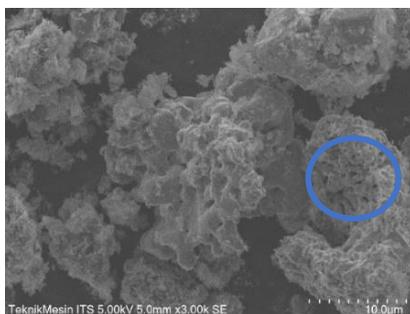
(a)



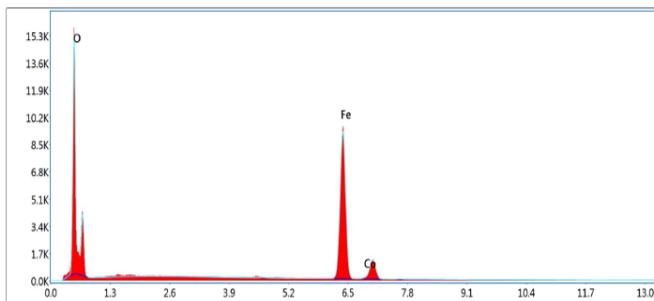
(b)

Gambar 4.6 Morfologi Fe_3O_4 berdasarkan pengamatan SEM

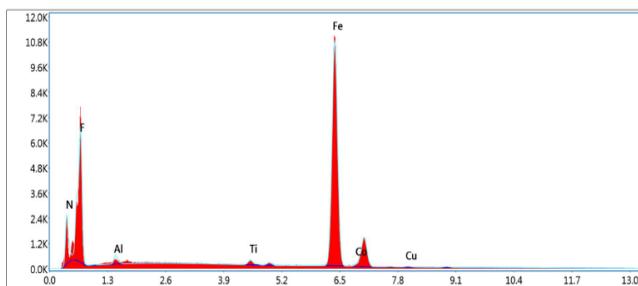
Karakterisasi morfologi sampel serbuk Fe_3O_4 menggunakan pengujian SEM ditunjukkan pada Gambar 4.5. Pada penelitian sebelumnya Sunaryono (2016) dari proses sintesis Fe_3O_4 terbentuk morfologi Fe_3O_4 bulat kecil. Morfologi partikel nanopartikel *magnetite* yang dihasilkan dari penelitian ini dengan pembesaran 3000x, masih belum terlihat bentuk struktur dari serbuk Fe_3O_4 hal ini dikarenakan dengan ukuran kristal dari hasil refinement menggunakan software Maud sebesar 23,7 nm sehingga belum bisa untuk memastikan struktur morfologi dari serbuk Fe_3O_4 dengan skala yang digunakan dari hasil SEM masih terlalu besar jika dibandingkan dengan ukuran kristal dari serbuk Fe_3O_4 .

**(a)****(b)****(c)**

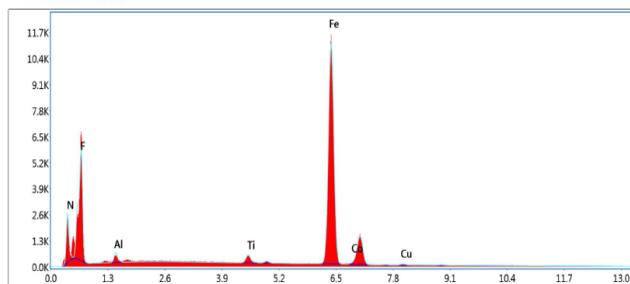
Gambar 4.7 Morfologi sampel pada suhu (a) 500°C, (b) 600°C, (c) 700°C



(a)



(b)



(c)

Gambar 4.8 Hasil EDS sampel pada spot yang ditunjukkan suhu (a) 500°C, (b) 600°C, (c) 700°C

Dari hasil SEM sintesis Fe-N pada suhu 500°C, 600°C, dan 700°C dengan waktu *holding time* 4 jam ditunjukkan pada Gambar 4.6. Analisis dari hasil SEM pada suhu 500°C masih memiliki struktur yang hampir sama dengan struktur serbuk Fe₃O₄. Berdasarkan hasil analisis pada suhu 500°C sesuai dengan hasil uji XRD yang menunjukkan masih terdapat fasa Fe₃O₄. Pada Gambar 4.7 ditunjukkan pada hasil EDS terdapat unsur Fe serta unsur O sehingga dapat diketahui masih belum terbentuk fasa Fe₃N. Kemudian pada morfologi suhu 600°C cukup sulit dilihat perubahan struktur yang terjadi sehingga pada pembesaran 5000x dapat terlihat adanya sedikit pengikisan pada struktur yang berbentuk garis garis kecil pada struktur sampel, jika dibandingkan dengan hasil XRD pada sampel dengan suhu 600°C terbentuk fasa Fe₃N sehingga dapat diprediksi bahwa jika terjadi pengikisan struktur maka fasa Fe-N sudah mulai terbentuk. Dari hasil EDS pada sampel suhu 600°C ditunjukkan bahwa terdapat unsur N yang masih sedikit serta adanya pengikisan struktur yang masih sedikit sehingga dapat diidentifikasi jika fasa Fe₃N yang terbentuk masih belum tinggi komposisinya. Pada penelitian (Bhattacharyya, 2015) pada suhu 700°C terbentuk morfologi besi nitrida model *sponge-like* yang menunjukkan meningkatnya aktifitas dan stabilitas dalam desosiasi NH₃ serta difusi atom nitrogen yang terjadi pada proses nitridasi. Morfologi pada suhu 700°C, struktur kristal yang terbentuk mengalami pengikisan struktur yang lebih signifikan dari morfologi pada suhu 600°C dan memiliki model seperti *sponge-like*.

“Halaman ini sengaja dikosongkan “

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Sintesis Fe-N berhasil dilakukan dengan menggunakan serbuk Fe_3O_4 melalui proses nitridasi gas NH_3 terbentuk fasa Fe_3N pada suhu 600°C dan suhu 700°C
2. Pembentukan fasa sampel dipengaruhi oleh suhu pada proses nitridasi. Pada suhu 600°C hingga 700°C , peningkatan suhu diikuti oleh peningkatan terbentuknya jumlah fasa: pada suhu 600°C dengan *holding time* 3 jam dan 4 jam terbentuk fasa Fe_3N 57,7 %wt dan 69,9 %wt. Pada suhu 700°C dengan *holding time* 3 jam dan 4 jam sama-sama menghasilkan fasa Fe_3N 56,7 %wt dan 75,9 %wt serta terdapat kandungan pengotor yaitu Fe_2O_3 , Ti_2O_3 , dan TiO_2 .
3. Morfologi sampel pada suhu 600°C terdapat perubahan pada struktur kristal sampel dari suhu 500°C yaitu terjadi pengikisan struktur. Dan seiring dengan bertambahnya suhu proses nitridasi, pengikisan struktur meningkat secara signifikan dan memiliki morfologi model *sponge-like*.

5.2 Saran

Pada penelitian ini hasil dari Fe-N yang terbentuk masih memiliki banyak pengotor pada sampel. Kedepannya agar untuk proses nitridasi menggunakan tube furnace yang bersih sehingga tidak menimbulkan kontaminasi sampel dan fasa Fe-N yang terbentuk memiliki tingkat kemurnian yang tinggi. Serta menggunakan peralatan glove box agar sampel tidak teroksidasi dengan oksigen. Untuk proses separasi magnet sebaiknya menggunakan alat separasi agar proses pengerjaan pembuatan pasir besi sebagai bahan dasar Fe_3O_4 lebih mudah. Pada penelitian selanjutnya diharapkan dapat memperoleh fasa

Fe-N yang tinggi dengan menggunakan metode yang sama yaitu nitridasi dengan menggunakan variasi suhu dan basis yang berbeda, yaitu fasa hematite atau fasa yang terdapat pada kandungan pasir besi.

DAFTAR PUSTAKA

- Afdal, A., 2013. Karakterisasi Sifat Magnet Dan Kandungan Mineral Pasir Besi Sungai Batang Kuranji Padang Sumatera Barat. *J. Ilmu fis. Univ. Andalas* 5, 24–30.
- Basith, A., Taufiq, A., Sunaryono, S., Darminto, D., 2012. Pengaruh Pemanasan Pada Struktur Kristal Dan Sifat Kemagnetan Fe_3O_4 dari Pasir Besi. *J. Fis. Dan apl.* 8.
- Bhattacharyya, S., 2015. Iron Nitride Family at Reduced Dimensions: A Review of Their Synthesis Protocols and Structural and Magnetic Properties. *J. Phys. Chem. C* 119,
- Bilalodin, U., sunardi, U., Effendy, M., 2013. Analisis Kandungan Senyawa Kimia Dan Uji Sifat Magnetik Pasir Besi Pantai Ambal. *J. Fis. Indones.* Xvii, 29–31.
- Coe, J.M.D., 2010. Magnetism and Magnetic Materials. *Magn. Magn. Mater.* 9780521816144, 1–617.
- Daoush, W.M., 2017. Co-Precipitation and Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles for Potential Biomedical Applications. *J. Nanomedicine res.*
- Ghofur, A., 2015. Study of The Effect of Power Variation on The Extraction Process of TiO_2 (Rutile) from The Iron Sand by Utilizing Microwave Heating and Followed by Hydrochloric Acid Leaching.
- Hasa, M.H.A., 2005. Perlakuan Permukaan Paduan Baja Dengan Proses Termokimia. *J. Sains dan Teknol. Nukl. Indones.* 4, 12.
- [Http://central-laboratory.um.ac.id/category/peralatan-lab-sentral-um](http://central-laboratory.um.ac.id/category/peralatan-lab-sentral-um)
- [Https://www.its.ac.id/tmesin/en/facilities/scanning-electron-microscope-sem/](https://www.its.ac.id/tmesin/en/facilities/scanning-electron-microscope-sem/)
- Ibrahim, A., Yusuf, I., Yunus, A., 2012. Identifikasi Senyawa Logam Dalam Pasir Besi Di Provinsi Aceh 7, 44–51.

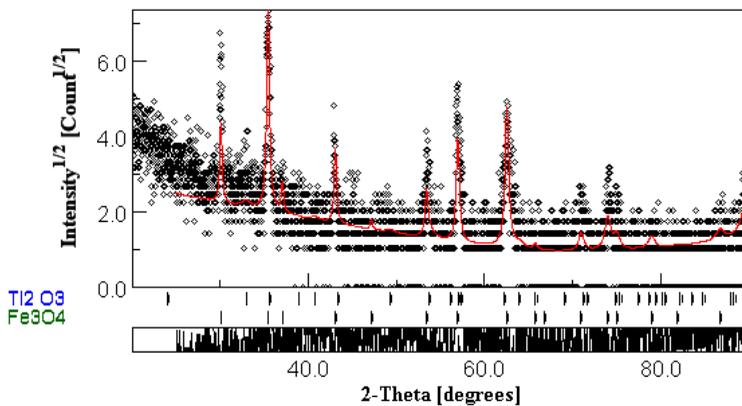
- Kurniawan, C., Nainggolan, M.M., Sebayang, K., Ginting, M., Sebayang, P., 2017. Preparation and Characterization of Fe-Mn-Doped Barium Hexaferrite Permanent Magnet. *J. Phys. Conf. Ser.* 817.
- Lengauer, W., 2015. Nitrides: Transition Metal Solid-State Chemistry, In: Scott, R.A. (Ed.), *Encyclopedia of Inorganic and Bioinorganic Chemistry*. John Wiley & Sons, Ltd, Chichester, UK, pp. 1–24.
- Mehedi, M., Jiang, Y., Suri, P.K., Flannigan, D.J., Wang, J.P., 2017. Minnealloy: A New Magnetic Material with High Saturation Flux Density and Low Magnetic Anisotropy. *J. Phys. Appl. Phys.* 50.
- Monson, T., Lavernia, E.J., Zheng, B., Zhou, Y., 2018. Method to Synthesize Bulk Iron Nitride (No. 9,963,344). Sandia National Laboratories (snl), Albuquerque, nm, and Livermore, ca (United States).
- Okamoto, H., 2011. O-Ti (Oxygen-Titanium). *J. Phase Equilibria Diffus.*
- Rahayu, S., Setiawan, N., Virhdian, S., Suhendi, E., 2017. Pengaruh Proses Powder Nitriding Terhadap Perubahan Kekerasan Dan Tebal Lapisan Difusi Pada Pahat Bubut High Speed Steel. *Met. Indones.* 39
- Riyanto, A., 2019. Preparasi Dan Karakteristik Fisis Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4). *J. Fis. Flux j. Ilm. Fis. Fmipa Univ. Lambung Mangkurat* 16, 35.
- Scepaniak, J.J., Vogel, C.S., Khusniyarov, M.M., Heinemann, F.W., Meyer, K., Smith, J.M., 2011. Synthesis, Structure, And Reactivity of An Iron(V) Nitride. *Science* 331, 1049–1052
- Sholihah, L.K., 2010. Sintesis Dan Karakterisasi Partikel Nano Fe_3O_4 Yang Berasal Dari Pasir Besi Dan Fe_3O_4 Bahan Komersial (Aldrich). *Inst. Teknol. Sepuluh novemb.*

- Sufiandi, D., 2015. Konsentrasi Pasir Besi Titan Dari Pengotornya Dengan Cara Magnetik. *Metalurgi* 26, 15.
- Sunaryono, U., Taufiq, A., Putra, E.G.R., Okazawa, A., Watanabe, I., Kojima, N., Rugmai, S., Soontaranon, S., Zainuri, M., Triwikantoro, U., Pratapa, S., Darminto, U., 2016. Small-Angle X-Ray Scattering Study on PVA/Fe₃O₄ Magnetic Hydrogels. *Nano* 11
- Suprpto, S., Sudjatmoko, S., Sujitno, T., 2010. Pengaruh Nitridasi Plasma Terhadap Kekerasan Aisi 304 Dan Baja Karbon Rendah. *Ganendra maj. Iptek nukl.* 13
- 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. *J. Pendidik. Fis. Dan teknol.* 4.
- Syah, A.F., Sudarti, S., Harijanto, A., 2018. Uji Sifat Magnetik Pasir Besi Pantai Di Kabupaten Lumajang Melalui Induksi Elektromagnetik. *Fkip e-proceeding* 3, 279–283.
- Visuttipitukul, P., Yongvanich, N., Kuwahara, H., 2009. Effect of Pulse Width on The Microstructure and Hardness of Plasma Nitrided H13 Tool Steel. *Proc. 17th ifhtse Congr.* 1, 308–311.
- Ye, S., Cao, Y., 2016. Structure of iron nitrides under different nitridation temperatures.
- Zeinali, S., Nasirimoghaddam, S., Sabbaghi, S., 2016. Investigation of The Synthesis of Chitosan Coated Iron Oxide Nanoparticles Under Different Experimental Conditions. *Int. J. Nanosci. Nanotechnol.* 12, 183–190.
- Zhu, M., Yu, M., Mao, Q., Li, F., Wang, C., 2016. Synthesis and Electromagnetic Properties of Nanodendritic Γ' -Fe₄N. *Funct. Mater. Lett.* 9.

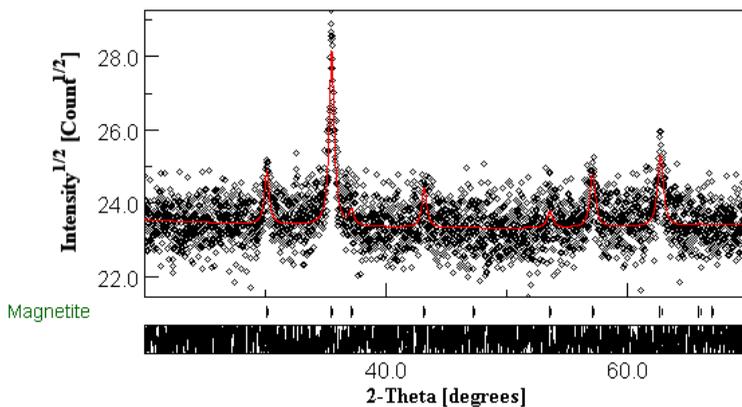
“Halaman ini sengaja dikosongkan “

LAMPIRAN

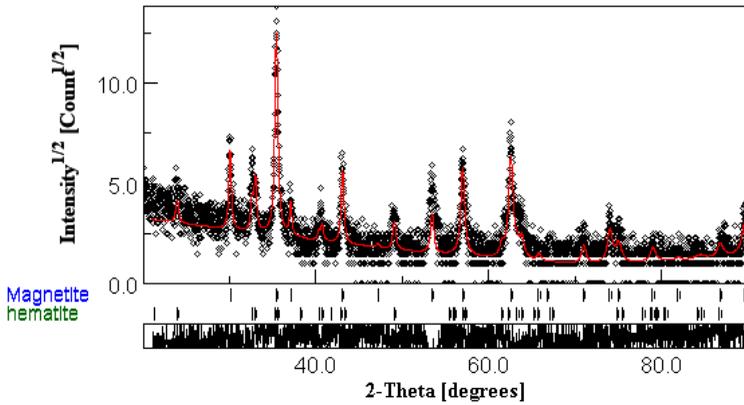
A. Hasil Pengolahan *Refinement* Data XRD Menggunakan *Software* Maud



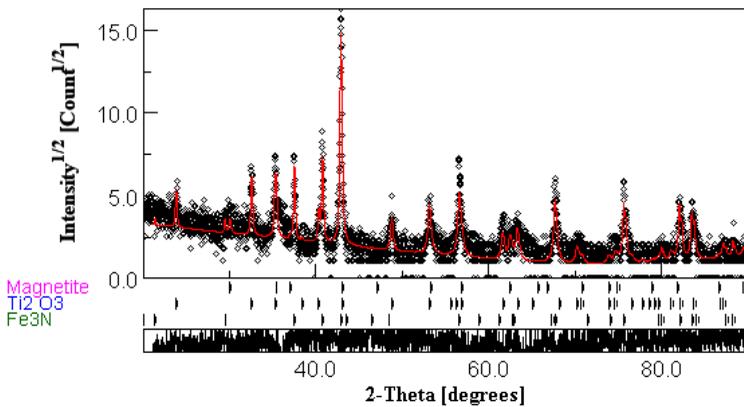
Gambar 1. Hasil Plot *Refinement* sampel Pasir Besi



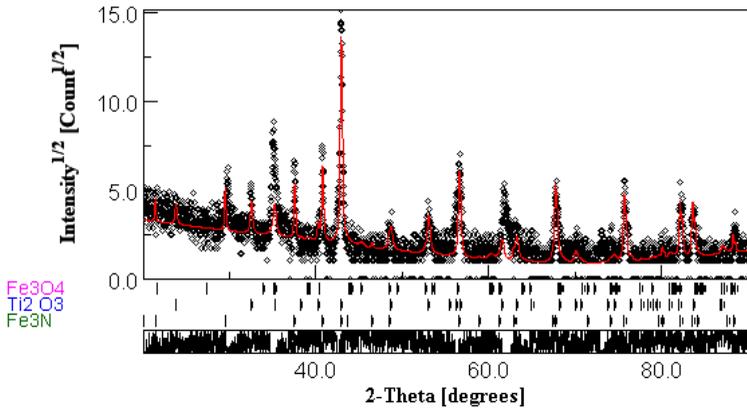
Gambar 2. Hasil Plot *Refinement* sampel Serbuk Fe₃O₄



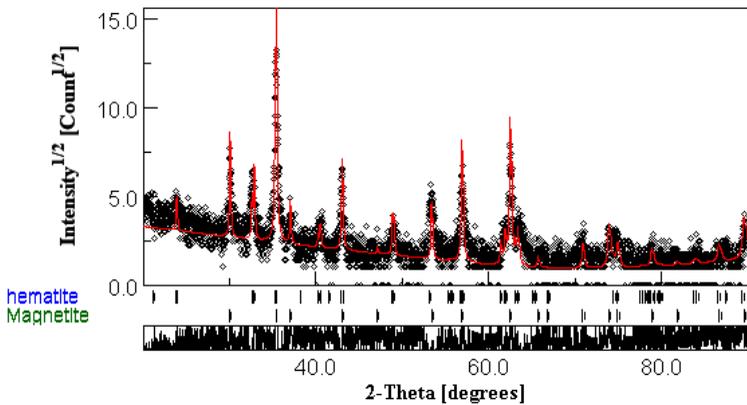
Gambar 3. Hasil Plot *Refinement* sampel pada suhu 500°C dengan waktu *holding time* 3 jam



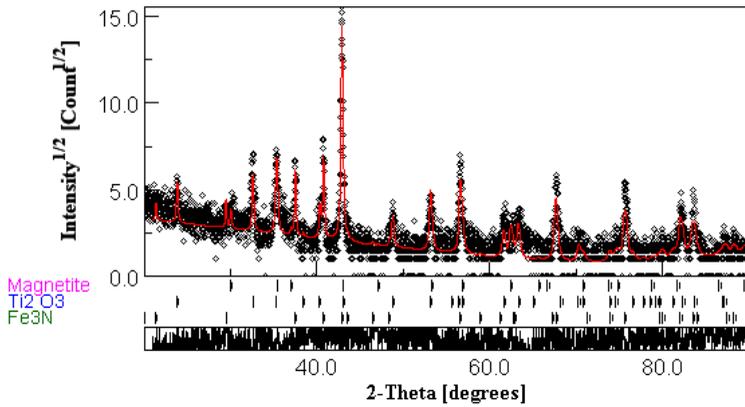
Gambar 4. Hasil Plot *Refinement* sampel pada suhu 600°C dengan waktu *holding time* 3 jam



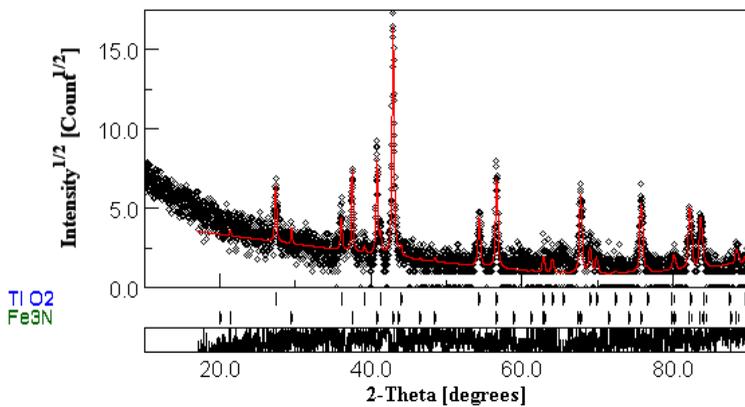
Gambar 5. Hasil Plot *Refinement* sampel pada suhu 700°C dengan waktu *holding time* 3 jam



Gambar 6. Hasil Plot *Refinement* sampel pada suhu 500°C dengan waktu *holding time* 4 jam



Gambar 7. Hasil Plot *Refinement* sampel pada suhu 600°C dengan waktu *holding time* 4 jam

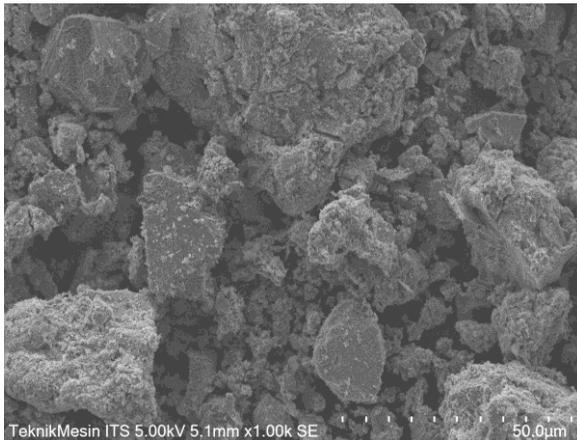


Gambar 8. Hasil Plot *Refinement* sampel pada suhu 700°C dengan waktu *holding time* 4 jam

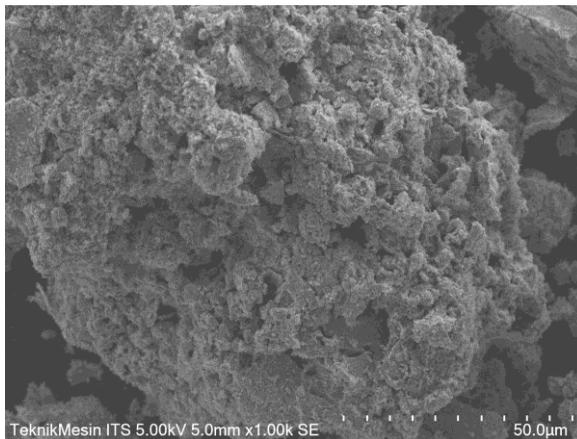
Tabel 1. Parameter kecocokan Analisis Sampel Menggunakan aplikasi Maud

Sampel	Sig	R_w	R_{wnb}	R_b	R_{exp}
Pasir besi	0,9146606	47,688572	75,44013	45,95276	52,138
Fe ₃ O ₄	1,065034	4,5069366	74,33404	3,586744	4,23173
500°C 3 jam	1,1156721	41,45604	61,15464	33,32018	37,15791
600°C 3 jam	1,1079338	41,30237	58,65904	33,16569	37,27873
700°C 3 jam	1,2807735	47,981438	69,9127	39,05678	37,46286
500°C 4 jam	1,2629495	46,63597	69,5728	39,44952	36,92624
600°C 4 jam	1,1365995	42,563	60,98036	33,67688	37,44767
700°C 4 jam	1,0764515	40,887424	59,27367	41,20805	37,98352

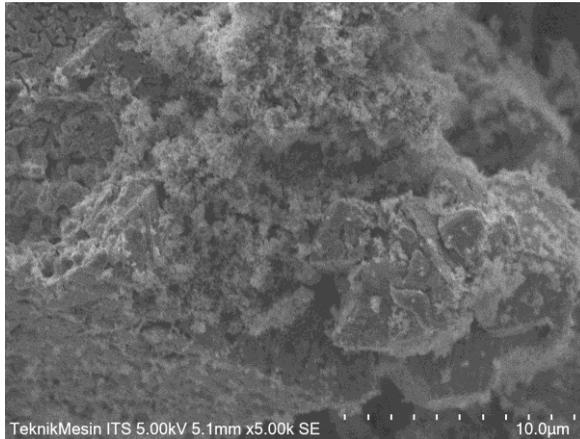
B. Hasil Uji SEM dan SEM-EDS



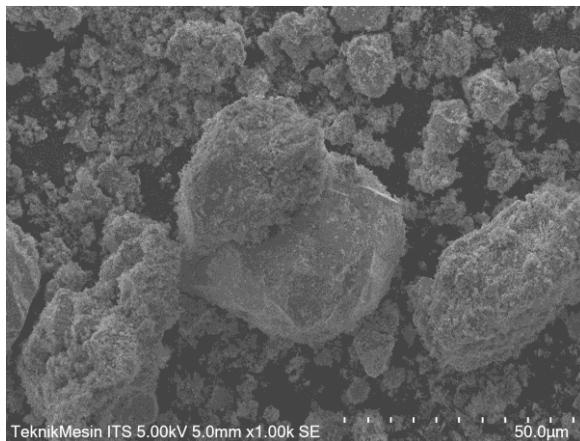
Gambar 9. Hasil Uji SEM sampel suhu 500°C dengan *holding time* 4 jam pada pembesaran 1000x



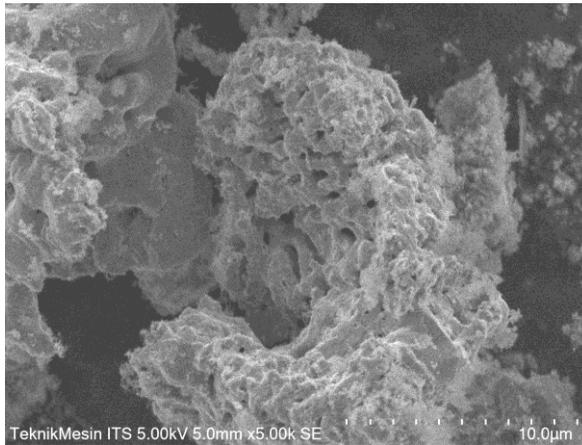
Gambar 10. Hasil Uji SEM sampel suhu 600°C dengan *holding time* 4 jam pada pembesaran 1000x



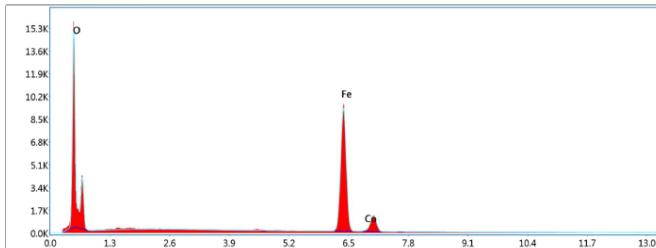
Gambar 11. Hasil Uji SEM sampel suhu 600°C dengan *holding time* 4 jam pada pembesaran 5000x



Gambar 12. Hasil Uji SEM sampel suhu 700°C dengan *holding time* 4 jam pada pembesaran 1000x



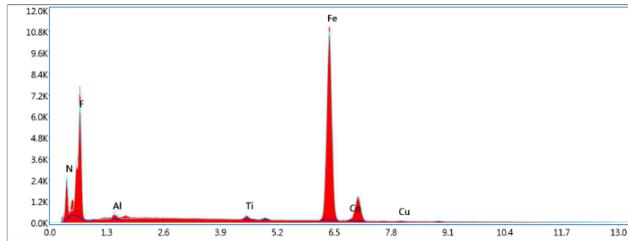
Gambar 13. Hasil Uji SEM sampel suhu 700°C dengan *holding time* 4 jam pada pembesaran 5000x



Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	31.19	61.29	1045.47	5.98	0.1925	1.1685	0.5282	1.0000
FeK	67.71	38.12	1364.29	1.76	0.6248	0.9121	1.0082	1.0035
CaK	1.10	0.59	19.00	17.86	0.0099	0.8918	0.9979	1.0059

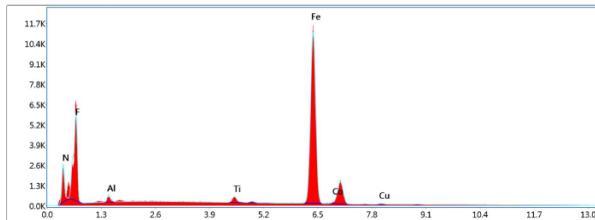
Gambar 14. Hasil Uji EDS sampel pada suhu 500°C dengan *holding time* 4 jam



Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
N K	11.90	32.67	152.60	9.36	0.0459	1.2369	0.3117	1.0000
F K	4.22	8.54	140.36	7.90	0.0213	1.1309	0.4452	1.0000
Al K	1.40	2.00	35.34	10.64	0.0050	1.0895	0.3240	1.0017
Ti K	0.83	0.67	28.22	8.17	0.0084	0.9625	0.9718	1.0818
Fe K	79.89	55.00	1580.76	1.68	0.7643	0.9514	1.0030	1.0025
Co K	1.22	0.80	20.60	15.27	0.0113	0.9306	0.9915	1.0048
Cu K	0.54	0.33	6.25	24.80	0.0045	0.9153	0.9133	1.0117

Gambar 15. Hasil Uji EDS sampel pada suhu 600°C dengan *holding time* 4 jam



Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
N K	11.23	31.32	147.68	9.51	0.0431	1.2397	0.3095	1.0000
F K	3.92	8.05	133.32	7.99	0.0196	1.1335	0.4413	1.0000
Al K	1.62	2.35	42.10	10.80	0.0057	1.0920	0.3233	1.0017
Ti K	1.42	1.16	49.49	6.93	0.0144	0.9648	0.9712	1.0797
Fe K	79.91	55.90	1631.69	1.66	0.7656	0.9538	1.0018	1.0027
Co K	1.19	0.79	20.77	15.84	0.0111	0.9329	0.9906	1.0050
Cu K	0.71	0.44	8.59	27.19	0.0061	0.9176	0.9127	1.0116

Gambar 16. Hasil Uji EDS sampel pada suhu 700°C dengan *holding time* 4 jam

“Halaman ini sengaja dikosongkan “

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Jember pada tanggal 15 Juni 1998. Alamat tempat tinggal penulis yaitu Dusun Kandangrejo RT/RW 002/017 Umbulsari. Penulis berdomisili di Jl. Kejawan Putih Tambak XIV no. 4a, Kota Surabaya. Penulis telah menempuh Pendidikan formal di SD

Muhammadiyah 01 Kencong, SMPN 1 Kencong dan SMAN 2 Jember. Setelah lulus dari SMA pada tahun 2016, penulis diterima di Jurusan Fisika Fakultas Sains ITS dan terdaftar sebagai mahasiswa dengan NRP 01111640000037.

Selama duduk di bangku kuliah, penulis aktif mengikuti kegiatan perkuliahan dan aktif di UKM Resimen Mahasiswa 802 ITS. Penulis pernah aktif sebagai Komandan Satuan di Resimen Mahasiswa 802 ITS. Selama menempuh perkuliahan, penulis telah mengikuti beberapa kegiatan Menwa seperti Diklatsar Menwa Mahawarman, Pendidikan Provos Menwa, dan pelatihan menembak. Di Departemen Fisika ITS, penulis mengambil bidang minat studi Material dengan bimbingan Prof. Dr. Darminto, M. Sc. Penulis pernah menjadi asisten laboratorium. Kerja Praktek dan penelitian penulis dilakukan di Pusat Unggulan IPTEK- Sistem Kontrol Otomasi ITS

E-mail : rakhasoni110@gmail.com