

IDENTIFIKASI FASE KOMPOSIT OKSIDA BESI - ZEOLIT ALAM HASIL PROSES *MILLING*

Yosef Sarwanto, Grace Tj.S., Mujamilah

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir - BATAN
Kawasan Puspipstek Serpong, Tangerang 15314.
Telp. 62 21 7560922,
e-mail: yosef@batan.go.id

ABSTRACT

Iron oxide – nature zeolite composite has been obtained by using milling process with varied milling time of 1.5 hours, 4.5 hours, 9 hours, and 13.5 hours. Weight ratio of iron oxide to nature zeolite was set to 1:1. The result of milling process was identified using X-ray diffraction (XRD) technique, then compared the pattern to JCPDS-ICDD (Joint Committee on Powder Diffraction Standard - International Centre for Diffraction Data) data base. XRD pattern of the composite showed that $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ phase growth with increasing milling time from 1.5 hours to 13.5 hours milled as a result of Fe_3O_4 oxidizing. Visual observation was done to know the binding of iron oxide to nature zeolite by immersing the composite in water media and attracting with magnetic field.

Keywords: Iron oxides; Zeolites; X-Ray diffraction; Milling (machining)

PENDAHULUAN

Zeolit umumnya didefinisikan sebagai kristal alumina silika berstruktur tiga dimensi. Ia yang terbentuk dari tetrahedral alumina dan silika dengan rongga-rongga di dalam berisi ion-ion logam, biasanya alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas.¹

Mineral zeolit alam yang paling umum dijumpai adalah klinoptilolit, dengan rumus kimia $(\text{Na}_3\text{K}_3)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72})24\text{H}_2\text{O}$. Ion Na^+ dan K^+ merupakan kation yang dapat dipertukarkan, sedangkan atom Al dan Si merupakan struktur kation dan oksigen yang akan membentuk struktur tetrahedron pada zeolit alam.²

Zeolit alam dikenal memiliki sifat-sifat utama, yaitu dehidrasi (melepaskan molekul H_2O) apabila dipanaskan, adsorben dan penyaring molekul, katalisator dan penukar ion. Sifat zeolit sebagai adsorben dan penyaring molekul, dimungkinkan karena struktur zeolit alam yang berongga, sehingga mampu menyerap sejumlah besar molekul yang berukuran lebih kecil atau sesuai dengan ukuran rongganya.³ Selain itu,

kristal zeolit alam yang telah terdehidrasi merupakan adsorben yang selektif dan mempunyai efektivitas adsorpsi yang tinggi.¹

Dari segi aspek pemanfaatan, karena sifat-sifat zeolit alam yang demikian, membuat bahan mineral ini dapat dimanfaatkan di berbagai bidang. Dalam bidang industri misalnya, zeolit alam dapat digunakan sebagai bahan pengolah limbah, termasuk limbah nuklir.⁴

Dengan adanya sifat-sifat utama yang unik ini, zeolit alam banyak menarik perhatian para peneliti untuk mempelajari dan melakukan penelitian di berbagai bidang. Demikian juga dengan perkembangan penelitian teknologi bahan magnet sudah banyak dilakukan para peneliti. Seiring dengan perkembangan teknologi proses, dimungkinkan bahan magnet oksida besi dibuat dalam ukuran nanometer. Penambahan atau penggabungan nanopartikel magnet oksida besi dengan mineral zeolit alam diharapkan dapat menghasilkan suatu bahan baru yang mempunyai dua sifat utama, yaitu sifat adsorpsi berasal dari zeolit, yang berfungsi sebagai penyerap

kontaminan dalam air dan bersifat magnet dari nanopartikel magnet yang terkomposit di dalam struktur jaringan zeolit alam. Sifat magnet itu sendiri digunakan untuk mengumpulkan kembali partikel komposit yang terlarut dalam cairan dengan menggunakan prinsip magnetisasi sederhana.⁵

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan komposit oksida besi-zeolit alam dengan proses *milling* dan hasil proses diidentifikasi fasenya menggunakan teknik difraksi sinar-X. Identifikasi fase bertujuan untuk mengetahui perubahan fase yang terjadi pada bahan komposit berdasarkan data hasil analisis difraksi sinar-X. Untuk mengetahui telah terjadi ikatan dalam bahan komposit oksida besi-zeolit alam dilakukan pengamatan secara visual dengan menggunakan prinsip magnetisasi sederhana.

METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam klinoptilolit yang didapatkan dari PT Minata Mineral Perdana Bandar Lampung. Oksida besi yang digunakan adalah Fe_3O_4 , 99,99% produk ALDRICH.

Pembuatan komposit oksida besi-zeolit alam dilaksanakan pada tanggal 17 sampai dengan 26 Februari 2009 menggunakan alat *High Energy Milling* (HEM) dan di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir - BATAN dengan perbandingan berat antara zeolit alam dan oksida besi 1 : 1. Bahan oksida besi-zeolit alam sebanyak 10 g dimasukkan ke dalam *vial* 50 cc, dan ditambahkan sejumlah bola sehingga diperoleh perbandingan berat bola dan bahan 2 : 1. Proses *milling* dilakukan selama 13,5 jam dan dilakukan pencuplikan sebagian serbuk pada beberapa interval waktu seperti yang ditampilkan pada Tabel 1, untuk melihat efek waktu *milling* terhadap komposit yang terbentuk.

Identifikasi fase dari oksida besi, zeolit alam, dan komposit oksida besi-zeolit alam dilakukan dengan teknik difraksi sinar-X menggunakan Difraktometer Sinar-X Philips PW1817 di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir - BATAN. Pengukuran dilakukan pada arus 20 mA dan tegangan 40 kV serta rentang sudut (2θ) dari 15° sampai dengan 80° menggunakan target

Cu-K_α yang mempunyai panjang gelombang $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$.

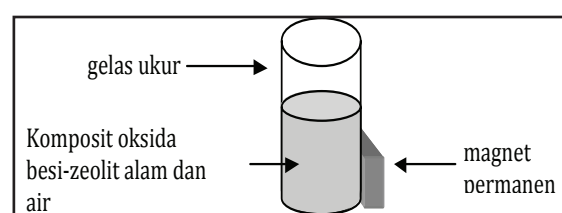
Pengamatan secara visual dilakukan untuk mengetahui apakah telah terjadi ikatan yang kuat antara bahan komposit oksida besi dengan zeolit alam. Dengan menggunakan cara yang sederhana, di mana bahan komposit oksida besi-zeolit alam untuk masing-masing variasi waktu *milling* diambil sebagian (Tabel 2) dan dimasukkan ke dalam gelas ukur yang telah diberi air sebanyak 100 ml dan diaduk rata. Kemudian, gelas ukur tersebut diletakkan di sisi magnet permanen (Gambar 1) dan dilakukan pengamatan selama 30 detik untuk masing-masing sampel. Untuk memudahkan penyimpanan maka masing-masing bahan uji sebanyak 20 ml dimasukkan ke dalam botol sampel yang ditutup rapat dan dilakukan pengamatan visual kembali.

Tabel 1. Interval Waktu dan Jumlah Komposit Pencuplikan

No.	Milling (jam)	Komposit Oksida besi - Zeolit Alam (gram)
1.	1,5	2,0066
2.	4,5	2,0243
3.	9	2,0340
4.	13,5	3,5733

Tabel 2. Berat Sampel untuk Pengamatan Visual

No.	Milling (jam)	Komposit Oksida besi - Zeolit Alam (gram)
1.	1,5	0,5087
2.	4,5	0,5107
3.	9	0,5310
4.	13,5	0,5160

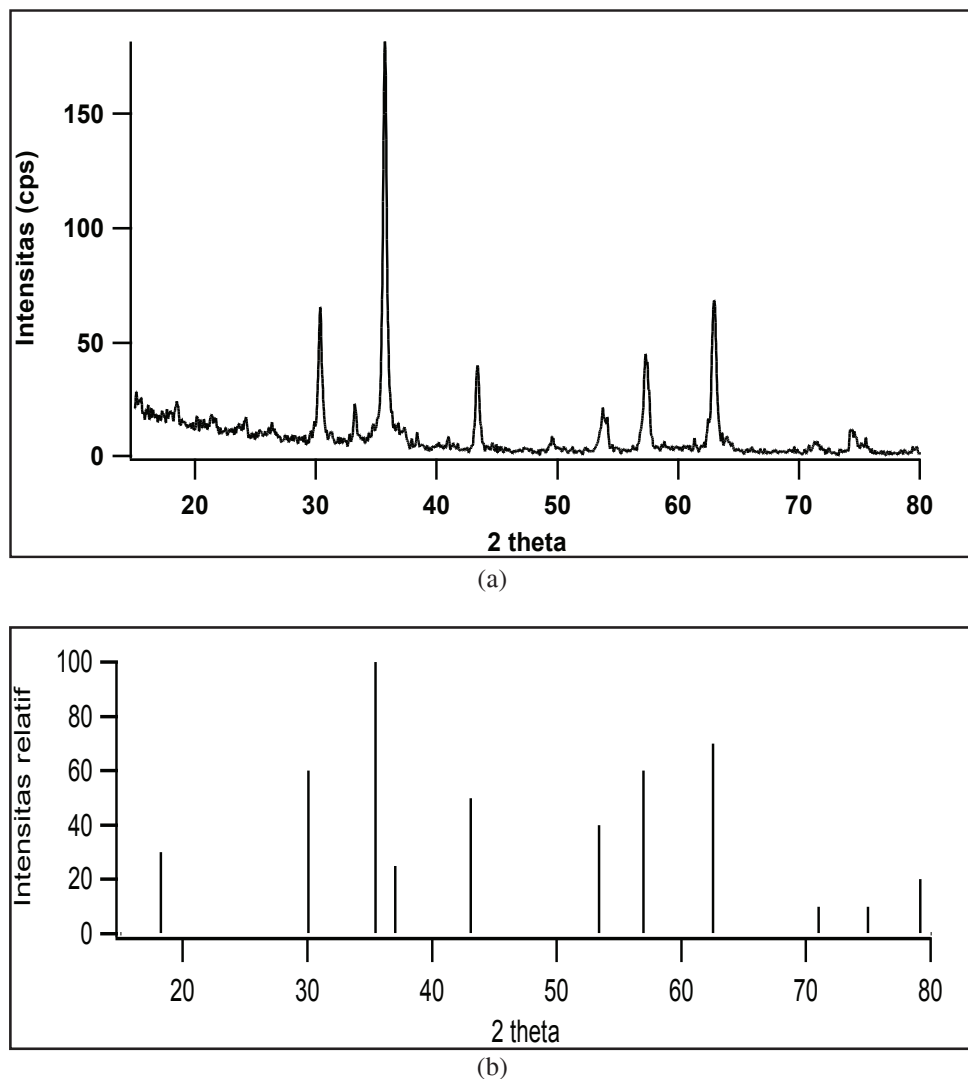


Gambar 1. Pengamatan Secara Visual Komposit Oksida Besi-zeolit Alam

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraksi sinar-X dari oksida besi dapat dilihat pada Gambar 2a. Identifikasi fase pola difraksi sinar-X ini dilakukan dengan cara membandingkan data hasil pengukuran difraksi sinar-X dengan data yang ada pada JCPDS-ICDD (*Joint Commitee on Powder Diffraction Standard - International Centre for Diffraction Data*). Dari hasil perbandingan tersebut didapatkan bahwa puncak-puncak pada bahan oksida besi hasil dari analisis difraksi sinar-X adalah sama atau mendekati data yang ada pada JCPDS-ICDD No. 07-0322 (Tabel 3) untuk fase Fe_3O_4 . Namun, ada dua puncak yang bukan dimiliki oleh oksida Fe_3O_4 , yaitu pada sudut (2θ) 33,22 dan pada sudut (2θ) 49,54 yang berdasarkan data pada JCPDS-

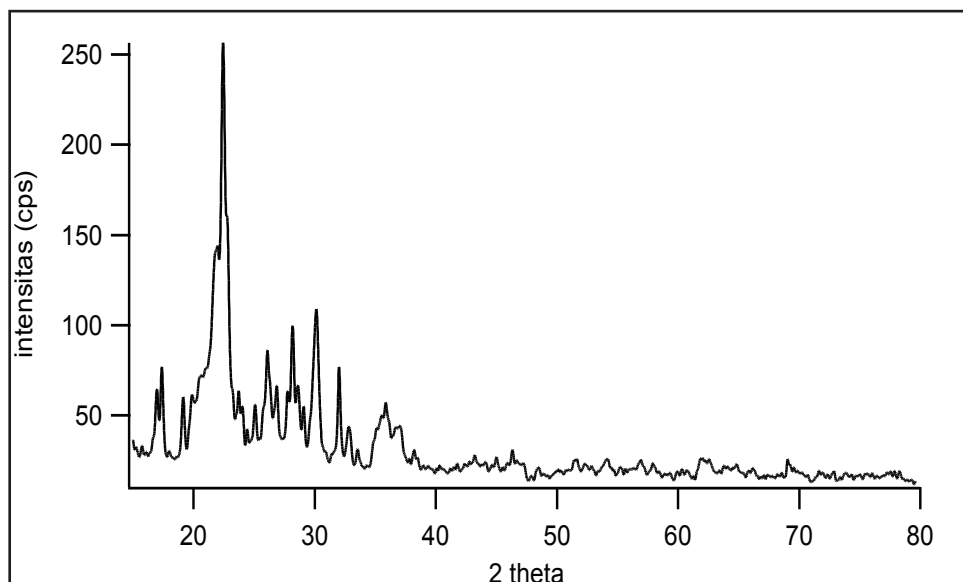
ICDD No.13-0534 (Gambar 2b) adalah puncak yang dimiliki oleh fase $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Demikian juga halnya dengan mineral zeolit alam dengan menggunakan cara yang sama seperti pada identifikasi fase oksida besi di mana tiga puncak tertinggi sama atau mendekati data pada JCPDS-ICDD No. 25-1349 (Tabel 4) yang menyatakan mineral zeolit fase klinoptilolit. Adapun puncak lainnya yang berbeda adalah akibat tingkat impuritas dari bahan mineral zeolit alam. Pola difraksi sinar-X hasil analisis dan pola difraksi sinar-X berdasarkan data JCPDS-ICDD ditunjukkan pada Gambar 3.



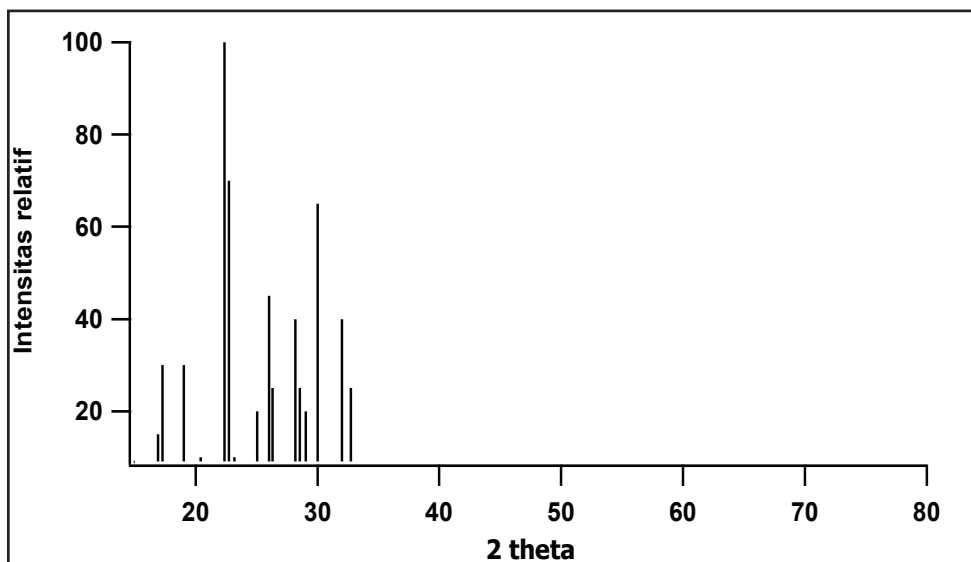
Gambar 2. Pola Difraksi Sinar-X: (a) Oksida besi Fe_3O_4 (Aldrich); (b) Oksida besi Fe_3O_4 pada JCPDS-ICDD No. 07-0322

Tabel 3. Perbandingan Data Pola Difraksi Oksida Besi Hasil Pengukuran dan Data JCPDS-ICDD No. 07-0322 untuk Fe_3O_4

No.	2 Theta (Derajat)	
	Data Pola Difraksi Hasil Pengukuran	Data Jcpds-Icdd
1.	35,451	35,735
2.	30,063	30,420
3.	43,101	43,450



(a)

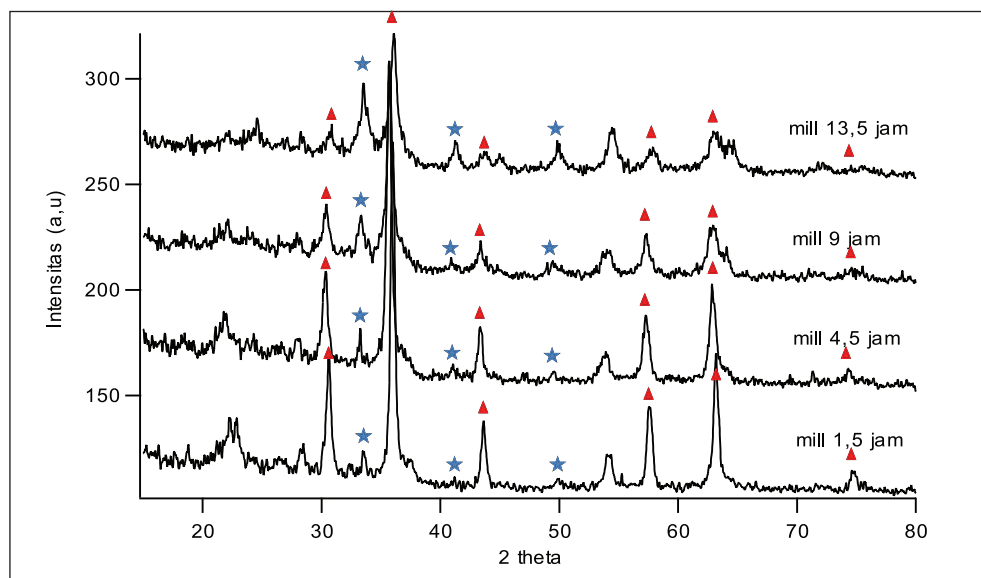


(b)

Gambar 3. Pola Difraksi Sinar-X: (a) Zeolit alam klinoptilolit, (b) Zeolit klinoptilolit pada JCPDS-ICDD No. 25-1349

Tabel 4. Perbandingan Data Pola Difraksi Zeolit Alam Hasil Pengukuran dan Data JCPDS-ICDD No. 25-1349 untuk Zeolit Fasa Klinoptilolit

No.	2 Theta (Derajat)	
	Data Pola Difraksi Hasil Pengukuran	Data Jcpds-Icdd
1.	22,379	22,425
2.	22,723	22,830
3.	30,001	30,170



Gambar 4. Pola Difraksi Sinar-X Komposit Oksida Besi-zeolit Alam dengan Berbagai Variasi Waktu *Milling* dan Hasil Identifikasi Puncaknya (★: $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$; ▲: Fe_3O_4)

Pola difraksi sinar-X untuk masing-masing komposit oksida besi-zeolit alam dengan variasi waktu *milling* dapat dilihat pada Gambar 4. Secara umum pada masing-masing variasi waktu *milling* pada komposit oksida besi-zeolit alam terjadi perubahan tinggi dan posisi puncak-puncak difraksi. Puncak-puncak bahan awal makin menghilang dan muncul puncak-puncak baru yang makin tinggi intensitasnya dengan makin lamanya waktu *milling*. Perubahan intensitas dari puncak-puncak komposit oksida besi-zeolit alam diakibatkan oleh proses tumbukan antara bola-bola dengan bahan komposit sehingga terjadi perubahan partikel.

Dari Gambar 4, terlihat jelas bahwa fase dari oksida besi lebih dominan dibandingkan dengan fase zeolit alam. Hal ini terjadi karena bahan oksida besi yang masuk dalam golongan unsur logam mempunyai sifat kekerasan yang lebih tinggi dari zeolit alam yang masuk dalam unsur mineral sehingga pada saat proses *milling*

akan lebih tahan terhadap tumbukan dari *ball mill*. Berbeda halnya dengan mineral zeolit alam yang lebih lunak sehingga akan lebih cepat terjadi perubahan partikelnya menjadi lebih kecil atau halus dari pada bahan oksida besi. Dengan adanya perubahan partikel tersebut maka terjadi pula perubahan struktur kristalnya.

Hasil analisis pola difraksi sinar-X (Gambar 4) menunjukkan pada proses *milling* dari 1,5 jam sampai dengan 13,5 jam terjadi peningkatan intensitas puncak pada sudut (2θ) 33,22 dan pada sudut (2θ) 49,54 dan muncul puncak baru pada sudut (2θ) 41,24. Mengacu pada JCPDS-ICDD No. 13-0534 puncak-puncak tersebut diidentifikasi sebagai fase $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Di sisi lain, puncak-puncak Fe_3O_4 makin menurun dengan bertambahnya waktu *milling*. Hasil ini menunjukkan proses *milling* komposit oksida besi-zeolit alam telah mengakibatkan terjadinya oksidasi pada bahan oksida besi yang diakibatkan oleh meningkatnya suhu di dalam *vial* sebagai akibat dari tumbukan bola-bola.

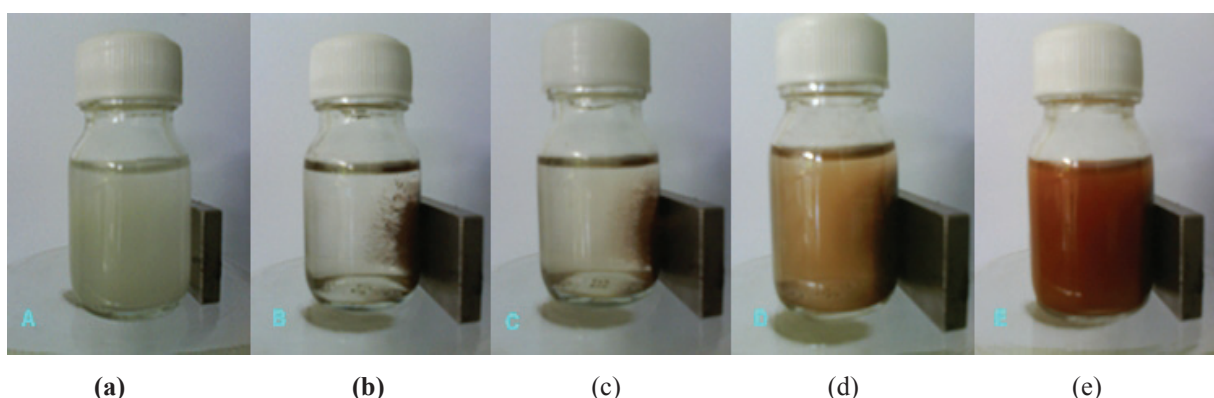
Hasil dari pengamatan secara visual pada Gambar 5 menunjukkan bahwa masing-masing serbuk dari variasi waktu *milling* berbeda dalam hal sifat magnetiknya yang diperlihatkan sebagai perbedaan respons komposit pada gaya tarik dari magnet permanen. Sebagai perbandingan, bahan mineral zeolit alam sebanyak 0,5081 g yang dimasukkan ke dalam air dapat larut sempurna di mana air berwarna putih jernih berubah menjadi putih pekat (Gambar 5a) dan tidak dapat ditarik oleh magnet permanen.

Komposit oksida besi-zeolit alam dengan proses *milling* selama 1,5 jam (Gambar 5b) terlihat jelas bahwa partikelnya terkumpul di satu sisi dekat medan magnet dan airnya berubah jadi jernih. Adapun untuk komposit dengan proses *milling* selama 4,5 jam semua partikelnya tidak dapat terkumpul di dekat medan magnet dan airnya sedikit keruh (Gambar 5c). Demikian seterusnya untuk komposit oksida besi-zeolit alam dengan proses *milling* yang lain, semakin lama proses *milling* maka semakin sedikit partikel yang dapat terkumpul dekat medan magnet dan airnya menjadi lebih keruh (Gambar 5d dan 5e). Fenomena ini terjadi karena adanya perubahan sifat magnetik dari bahan komposit oksida besi-zeolit alam yang akan semakin berkurang sifat magnetiknya dengan makin lamanya proses *milling*. Sesuai dengan pembahasan pembentukan fase di atas, penurunan sifat magnetik ini terjadi

karena semakin banyak fase Fe_3O_4 yang berubah menjadi fase $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan sifat magnetik yang lebih rendah dari Fe_3O_4 . Hasil pengamatan visual ini juga menunjukkan bahwa fase magnetik telah tercampur dalam sistem zeolit dan membentuk sistem komposit yang tidak terpisahkan dalam proses pelarutan kembali pada medium air. Fakta ini penting untuk diketahui yang membuka kemungkinan pemakaian bahan ini sebagai penyerap kontaminan dengan sistem pemisahan berbasis medan magnet.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini didapatkan bahwa proses *milling* zeolit alam dengan oksida besi menghasilkan sistem komposit. Dengan bertambahnya waktu *milling*, fase $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ makin bertambah akibat proses oksidasi Fe_3O_4 . Ikatan pada komposit ini dapat terlihat dalam uji visual komposit yang ditebar dalam media air, kemudian diberi medan magnet. Komposit hasil proses *milling* 1,5 jam mempunyai sifat magnetik yang paling kuat terhadap medan magnet permanen yang diberikan. Penelitian ini akan dilanjutkan dengan pengujian sifat magnet dan morfologi komposit oksida besi-zeolit alam.



Gambar 5. Pengamatan Visual Komposit Oksida Besi-zeolit Alam, a. bahan zeolit alam; b. komposit oksida besi Fe_3O_4 *milling* 1,5 jam; c. komposit oksida besi Fe_3O_4 *milling* 4,5 jam; d. komposit oksida besi Fe_3O_4 *milling* 9 ja; e. komposit oksida besi Fe_3O_4 *milling* 13,5 jam

DAFTAR PUSTAKA

- ¹ Setiadi dan Astri P. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Untuk Konversi Senyawa ABE Menjadi Hidrokarbon. *Prosiding Kongres dan Simposium Nasional Kedua MKICS ISSN : 0216-4183*. Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. <http://staff.ui.edu/internal/131668156/publikasi>., diakses tanggal 10 Maret 2009
- ² Sinly E.P. 2006 Zeolit sebagai Mineral Serba Guna. <http://www.chem-is-try.org>., diakses tanggal 10 Maret 2009
- ³ Suyitno. 2000. Pengkajian Hasil Penelitian Mineral Alam Zeolit 01 P2PLR Dalam Rangka Menuju Aplikasi. <http://www.batan.go.id/ptlr>., diakses tanggal 23-4-2009
- ⁴ Thamzil L. 2006. Potensi Zeolit untuk Mengolah Limbah Industri dan Radioaktif. <http://www.batan.go.id/ptlr>., diakses tanggal 23-4-2009
- ⁵ Adel F., Mujamilah, Grace Tj.S. 2009. Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit Oksida Besi-Bentonit. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Edisi Februari 2009.