

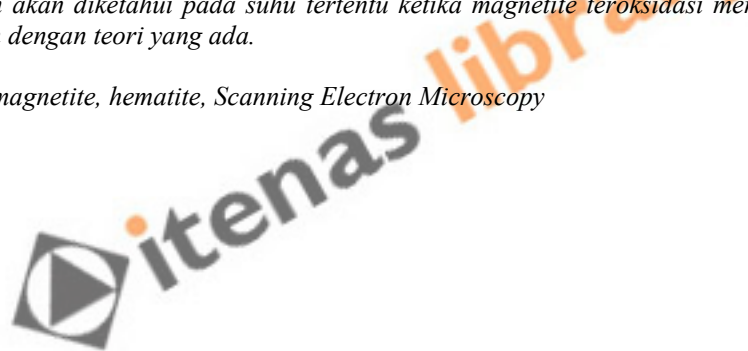
Analisa SEM (Scanning Electron Microscopy) dalam Pemantauan Proses Oksidasi Magnetite Menjadi Hematite

Nuha Desi Anggraeni
Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Nasional
Jl. PKH. Mustapha No. 23, Bandung 40124
nuha@itenas.ac.id

Abstract

Magnetite [Fe₃O₄] adalah salah satu mineral magnetik yang paling dominan ditinjau dari sifat-sifat magnetik dan kelimpahannya di alam. Dalam persamaan kimia sederhana, jika magnetite [Fe₃O₄] dioksidasi, maka akan menjadi hematite [Fe₂O₃]. Menarik untuk diamati adalah proses oksidasi magnetite menjadi hematite. Untuk menganalisa proses oksidasi magnetite menjadi hematite, maka digunakan serangkaian metoda non-magnetik. Metoda non-magnetik yang digunakan dalam penelitian ini adalah metoda SEM (scanning electron microscopy) dan EDS (energy dispersive spectroscopy). Melalui metoda SEM ini, dapat diketahui komposisi bahan dan morfologi dari proses transisi magnetite menjadi hematite. Sehingga akan teramati proses transisi dari magnetite menjadi hematite, dan akan diketahui pada suhu tertentu ketika magnetite teroksidasi menjadi hematite bila dibandingkan dengan teori yang ada.

Key words : magnetite, hematite, Scanning Electron Microscopy



1. Pendahuluan

Kemagnetan batuan adalah ilmu yang mempelajari tentang magnetisasi dan mineral magnetik pada batuan, di dalam laboratorium maupun di alam. Kemagnetan batuan meliputi teknik aplikasi magnetik dan non-magnetik terhadap batuan dan mineral pada situasi yang memungkinkan terjadi transportasi, deposisi, dan transformasi bulir magnetik yang disebabkan oleh proses lingkungan di atmosfer, hidrosfir, dan litosfir. [Verosub & Robert, 1995].

Mineral magnetik alami utama dalam batuan dan sedimen adalah oksida-oksida besi titanium, hidroksida-hidroksida besi, dan sulfida-sulfida besi seperti *magnetite* (Fe_3O_4), oksida-oksida besi titanium *ulvospinel* (Fe_3TiO_4), *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), *ilmenite* (FeTiO_4), dan *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Sulfida-sulfida besi termasuk *pyrite* (FeS_2) dan *pyrrhotite* (Fe_7S_8), sedangkan hidroksida-hidroksida besi utama adalah *goethite* ($\alpha\text{-FeOOH}$). Walaupun umumnya mineral magnetik yang dijumpai adalah golongan non-organik, tapi penelitian menunjukkan ditemukannya beberapa mineral magnetik golongan organik. [Bijaksana, 1996].

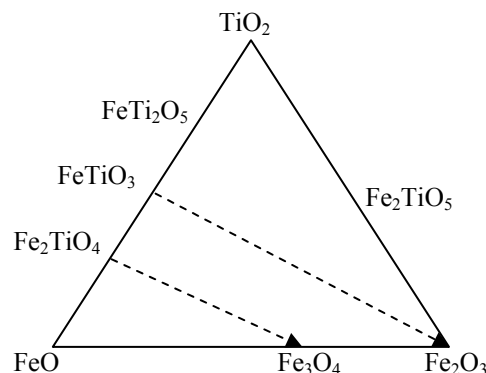
Hal yang menarik untuk diamati adalah proses perubahan mineral magnetik dari *magnetite* menuju *hematite* melalui proses oksidasi. Menjadi menarik karena dengan menggunakan persamaan kimia sederhana jika *magnetite* (Fe_3O_4) dioksidasi maka akan menghasilkan *hematite* (Fe_2O_3). Tidak dapat diketahui proses oksidasi yang terjadi dalam persamaan kimia tersebut. Melalui metoda non-magnetik SEM (*scanning electron microscopy*), dapat diamati proses oksidasi *magnetite* menjadi *hematite*.

Selain metoda SEM, masih ada metoda non-magnetik lain misalnya difraksi sinar-X. Namun digunakan metoda SEM karena dengan menggunakan metoda ini, akan diketahui komposisi bahan dan morfologi dari *magnetite* dan hasil oksidasinya. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menelaah transisi mineral magnetik dari *magnetite* menuju *hematite* melalui proses oksidasi baik dalam komposisi bahan maupun secara morfologi. Untuk mengamati transisi *magnetite* menuju *hematite* digunakan metoda SEM dengan alat JEOL-2200 series yang berlokasi di Pusat Pengembangan dan Penelitian Geologi. Dengan menggunakan alat ini akan diperoleh hasil berupa bentuk bulir dan ukuran bulir dari bahan yang diamati selain itu juga berupa komposisi dari bahan yang diamati.

Setelah memperoleh hasil dari pengamatan data, maka akan dapat diketahui morfologi dan komposisi bahan dari transisi *magnetite* menuju *hematite*.

2. Magnetite dan Hematite sebagai Mineral-mineral Magnetik Alamiah

Ditinjau dari sifat-sifat magnetik dan kelimpahannya, keluarga besi-titanium oksida dapat dianggap sebagai mineral-mineral magnetik yang paling dominan. Sifat-sifat magnetik dari anggota keluarga ini jauh lebih besar dibanding mineral-mineral dari keluarga yang lain. Keluarga oksida ini dapat digambarkan melalui diagram segitiga (*ternary diagram*) $\text{TiO}_2\text{-FeO-Fe}_2\text{O}_3$ seperti diperlihatkan pada gambar 1. Posisi dari kiri ke kanan menandakan meningkatnya rasio Fe^{3+} terhadap Fe^{2+} , sementara dari bawah ke atas menandakan meningkatnya rasio Ti^{4+} terhadap besi.



Gambar 1. Diagram segitiga (*ternary diagram*) untuk sistem $\text{TiO}_2\text{-FeO-Fe}_2\text{O}_3$.

Meskipun mineral anggota keluarga besi-titanium-oksida dapat mempunyai sembarang komposisi, dari segi kemagnetan biasanya hanya dua deret komposisi (*solid solution series*) yang betul-betul penting. Kedua deret tersebut adalah *titanomagnetite* ($\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$) yang mempunyai kisaran antara

ulvospinel ($x=1$) dan *magnetite* ($x=0$) serta *titanohematite* ($\text{Fe}_{2-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$) yang mempunyai kisaran *ilmenite* ($x=1$) dan *hematite* ($x=0$).

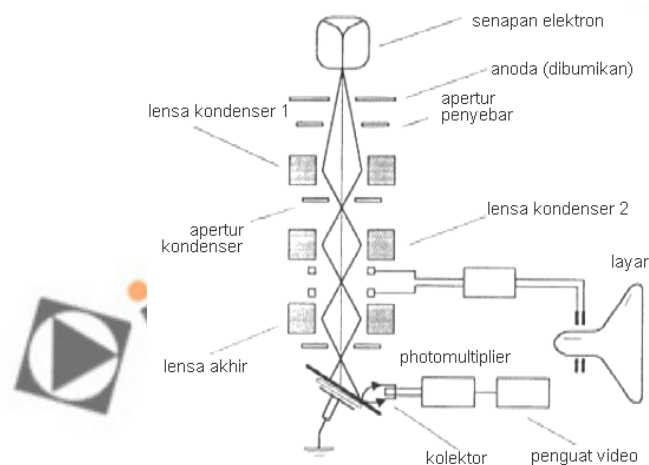
Magnetite mempunyai komposisi Fe_3O_4 . Berwarna hitam mengkilat dengan permukaan kebiru-biruan. Kompak dan massanya berbutir-butir dengan warna kebiru-biruan. Batuannya keras dan sangat berat, tidak terbelah-belah, namun menunjukkan bagian-bagian oktahedral. Tidak tembus cahaya dan menunjukkan kilauan logam. [Klein, 1993].

Hematite, nama kimianya ialah oksida besi (Fe_2O_3). Bentuk butirannya heksagonal, tampilan batuannya bulat, kristal batuan membentuk daun bunga mawar. Secara umum berbentuk masif, massanya berisi butiran-butiran, pepadat permukaannya berwarna-warni. Warna batuan mineralnya merah kecoklat-coklatan. [Klein, 1993]. *Hematite* mempunyai dua bentuk yaitu hitam dan partikel polikristalin dan dibagi-bagi sebagai pelapis partikel matriks yang lain atau sebagai pengisi celah antara batuan. Warna *hematite* ini bervariasi mulai dari kuning-coklat sampai oranye merah dan ungu. [Klein, 1993].

3. Peralatan SEM

SEM terdiri dari sebuah senapan elektron yang memproduksi berkas elektron pada tegangan dipercepat sebesar 2 – 30 kV. Berkas elektron tersebut dilewatkan pada beberapa lensa elektromagnetik untuk menghasilkan image berukuran $\sim 10\text{nm}$ pada sampel yang ditampilkan dalam bentuk film fotografi atau ke dalam tabung layar. [Trewin, 1988].

Diagram skematik dan cara kerja SEM digambarkan sebagai berikut :



Gambar 2. Diagram skematik fungsi dasar dan cara kerja SEM.

SEM sangat cocok digunakan dalam situasi yang membutuhkan pengamatan permukaan kasar dengan pembesaran berkisar antara 20 kali sampai 500.000 kali. Sebelum melalui lensa elektromagnetik terakhir *scanning raster* mendeflesikan berkas elektron untuk men-*scan* permukaan sampel. Hasil scan ini tersinkronisasi dengan tabung sinar katoda dan gambar sampel akan tampak pada area yang di-*scan*. Tingkat kontras yang tampak pada tabung sinar katoda timbul karena hasil refleksi yang berbeda-beda dari sampel.

Sewaktu berkas elektron menumbuk permukaan sampel sejumlah elektron direfleksikan sebagai *backscattered electron* (BSE) dan yang lain membebaskan energi rendah *secondary electron* (SE). Emisi radiasi elektromagnetik dari sampel timbul pada panjang gelombang yang bervariasi tapi pada dasarnya panjang gelombang yang lebih menarik untuk digunakan adalah daerah panjang gelombang cahaya tampak (*cathodoluminescence*) dan sinar-X.

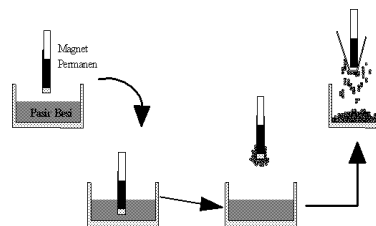
Elektron-elektron BSE dan SE yang direfleksikan dan dipancarkan sampel dikumpulkan oleh sebuah *scintillator* yang memancarkan sebuah pulsa cahaya pada elektron yang datang. Cahaya yang dipancarkan kemudian diubah menjadi sinyal listrik dan diperbesar oleh *photomultiplier*. Setelah melalui proses pembesaran sinyal tersebut dikirim ke bagian *grid* tabung sinar katoda.

Scintillator biasanya memiliki potensial positif sebesar 5 – 10 kV untuk mempercepat energi rendah yang dipancarkan elektron agar cukup untuk mengemisikan cahaya tampak ketika menumbuk

scintillator. *Scintillator* harus dilindungi agar tidak terkena defleksi berkas elektron utama yang memiliki potensial tinggi. Pelindung metal yang mengandung metal *gauze* terbuka yang menghadap sampel memungkinkan hampir seluruh elektron melalui permukaan *scintillator*.

4. Proses Pemurnian Magnetite

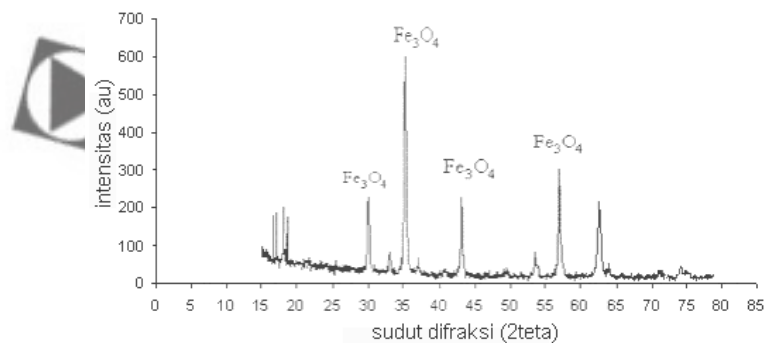
Proses pemurnian *magnetite* dilakukan melalui dua tahapan. Pertama, setelah dilakukan penggerusan bahan magnetik yang ada pada pasir besi dipisahkan (diekstrak) secara manual (Gambar 3). Kemudian setelah diekstrak secara manual *magnetit* pasir besi digerus lagi sehingga memiliki ukuran butiran lebih kecil. Selanjutnya hasil gerusan kedua ini dimurnikan dengan menggunakan alat separator bahan magnetik, yang bekerja berdasar prinsip gaya sentrifugal.



Gambar 3. Skema proses ekstraksi secara manual.

Proses ekstraksi secara manual dapat menghasilkan *magnetite* dengan tingkat kemurnian sekitar 70%. Setelah dilakukan tahapan kedua pemurnian dengan menggunakan alat separator bahan magnetik, telah diperoleh *magnetite* pasir besi dengan tingkat kemurnian 86%.

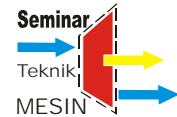
Magnetite pasir besi hasil pemurnian memiliki tingkat kemurnian yang tinggi. Sebagai perbandingan, *equant magnetite* produk Pfizer (Amerika) memiliki tingkat kemurnian 68%, sedangkan *magnetite* produk India yang dijual di pasaran memiliki tingkat kemurnian 82%. Untuk memastikan bahwa mineral magnetik yang diperoleh melalui proses pemurnian pasir besi, telah dilakukan analisis difraksi sinar-X (Gambar 5).



Gambar 4. Difraktogram sinar-X pasir besi hasil pemurnian 2 tahap.

5. Proses Oksidasi Magnetite

Proses oksidasi yang telah dilakukan dengan menggunakan bahan *magnetite* yang diperoleh dari pemurnian pasir besi Pantai Bayuran Jepara Jawa Tengah (86%). Oksidasi dilakukan berdasarkan fungsi temperatur yaitu pada temperatur 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, 600°C, 700°C dan 800°C dengan tujuan mengubah bahan *magnetite* menjadi *maghemite* dan *hematite*. Berdasarkan referensi *maghemite* dicapai pada suhu 400°C dan pada hasil akhir dari oksidasi adalah 100% *hematite*. [Franco, 1965]. Dalam penelitian ini waktu yang digunakan untuk proses oksidasi adalah 15 jam dan 7,5 jam untuk suhu 800°C dipilih berdasarkan percobaan awal dengan melakukan oksidasi pada suhu 300°C selama 3 jam dan 500°C selama 5 jam ternyata pada penampakan fisik belum menunjukkan perubahan fisik yang signifikan.



Setelah waktu yang diinginkan tercapai proses oksidasi dihentikan dan didinginkan hingga suhu kamar sebelum bahan *magnetite* yang dioksidasi diambil dari alat oksidasi. Kemudian hasil oksidasi tersebut dikarakterisasi dengan metoda SEM dan EDS.

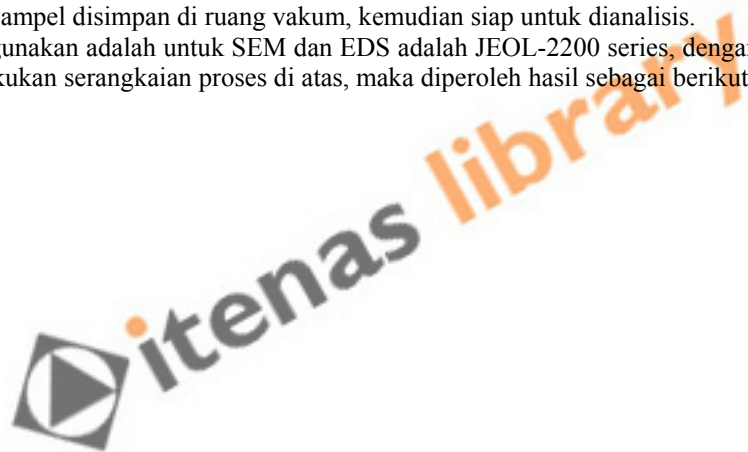
Setelah melakukan serangkaian proses di atas maka diperoleh sampel sebagai berikut:

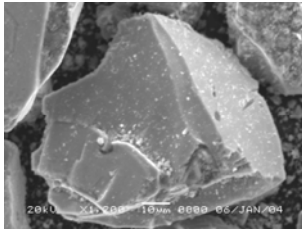
- Sampel A, *magnetite* dioksidasi pada suhu 200°C selama 15 jam.
- Sampel B, *magnetite* dioksidasi pada suhu 300°C selama 15 jam.
- Sampel C, *magnetite* dioksidasi pada suhu 400°C selama 15 jam.
- Sampel D, *magnetite* dioksidasi pada suhu 500°C selama 15 jam.
- Sampel E, *magnetite* dioksidasi pada suhu 600°C selama 15 jam.
- Sampel F, *magnetite* dioksidasi pada suhu 700°C selama 15 jam.
- Sampel G, *magnetite* dioksidasi pada suhu 800°C selama 7,5 jam.
- Sampel H, *hematite*

6. Hasil Sampel untuk Metoda SEM dan EDS.

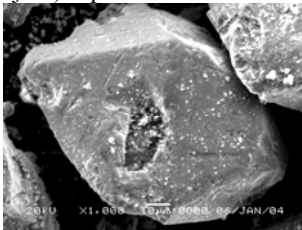
Setelah dilakukan serangkaian proses pemurnian dan oksidasi pada sampel, maka untuk menggunakan metoda SEM dan EDS, perlu dilakukan serangkaian proses. Sampel yang akan dianalisis ditempelkan dengan menggunakan *conducting glue* pada tempat bahan. *Hand blower* digunakan pada sampel agar sampel dapat menempel dengan baik pada *conducting glue* yang ada di tempat bahan. Lalu dilakukan *coating*, proses *coating* ini untuk melapisi sampel dengan Pt dan Au agar sampel tidak rusak saat *discanning*. Sampel disimpan di ruang vakum, kemudian siap untuk dianalisis.

Alat yang digunakan adalah untuk SEM dan EDS adalah JEOL-2200 series, dengan tegangan 20 kV.. Setelah melakukan serangkaian proses di atas, maka diperoleh hasil sebagai berikut:

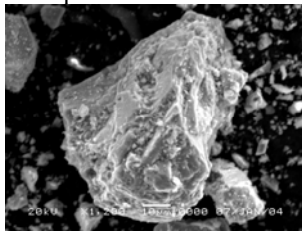




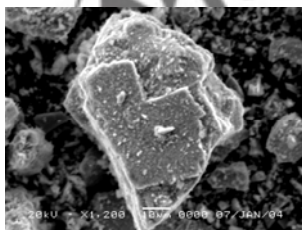
Gambar 5. Bulir pada sampel A (200°C, 15 jam) diperbesar 1200 kali.



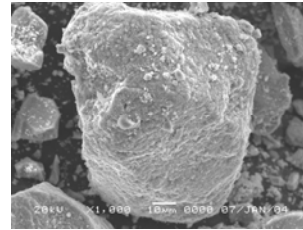
Gambar 6. Bulir pada sampel B (300°C, 15 jam) diperbesar 1000 kali.



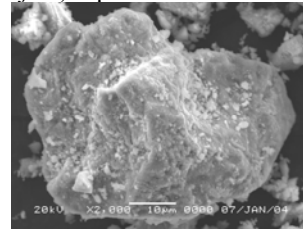
Gambar 7. Bulir pada sampel C (400°C, 15 jam) diperbesar 1200 kali.



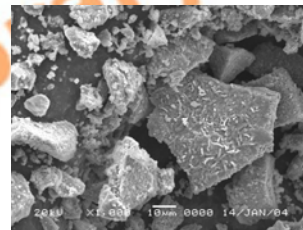
Gambar 8. Bulir pada sampel D (500°C, 15 jam) diperbesar 1200 kali.



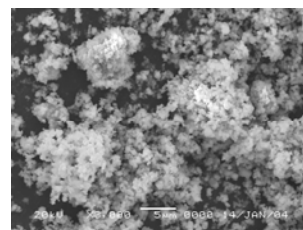
Gambar 9. Bulir pada sampel E (600°C, 15 jam) diperbesar 1000 kali.



Gambar 10. Bulir pada sampel F (700°C, 15 jam) diperbesar 2000 kali.



Gambar 11. Bulir pada sampel G (800°C, 7,5 jam) diperbesar 1000 kali.

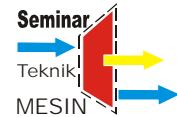


Gambar 12. Sampel H (*hematite*) diperbesar 3000 kali.

7. Kesimpulan dan Saran

Berdasarkan hasil pengamatan dengan menggunakan metoda SEM dan EDS pada mineral magnetik *magnetite* dan *hematite* serta hasil oksidasi dari *magnetite*, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Bentuk bulir yang relatif bulat dari sampel akan lebih mudah dioksidasi dibandingkan dengan bentuk bulir yang lonjong.
2. Oksidasi tidak menimbulkan unsur baru, hanya menimbulkan senyawa baru hasil disosiasi mineral-mineral yang sudah terkandung di dalam *magnetite*.
3. Bentuk tepi bulir yang kaku sebelum dioksidasi, relatif membulat setelah dioksidasi.



4. Mineral pengotor hampir merata di setiap sampel, namun selalu terdapat unsur Ti.
5. Dengan menggunakan metode EDS dan SEM belum dapat ditentukan apakah pada proses oksidasi *magnetite* berubah sepenuhnya menjadi *hematite*.
6. Dengan menggunakan EDS, dapat diketahui komposisi bahan dari sampel yang diuji.
7. Perubahan warna sampel hasil oksidasi memperlihatkan bahwa terjadi perubahan sampel setelah dioksidasi.
8. Perlu dilakukan analisis lain untuk menentukan jenis mineral hasil oksidasi.

Saran

1. Perlu dilakukan uji tambahan dengan menggunakan metode non-magnetik lain untuk dapat menentukan transisi dari *magnetite* menuju *hematite* pada proses oksidasi ini. Misalnya dengan menggunakan metode XRD (difraksi sinar-X), karena metode ini dapat menentukan jenis mineral dengan memperhatikan kisi kristal dari mineral magnetik terkait.
2. Perlu juga dilakukan uji mineralogi untuk memastikan prosentase dari mineral-mineral magnetik yang terkandung di dalam sampel. Sehingga diperoleh informasi lengkap dari sampel yang dianalisis.

Daftar Pustaka

- [1] Bijaksana, S., *Rock Magnetic Methods for Environmental Studies*. ASEANIP Regional Seminar on the Physics of Metals and Alloys, 12-14 Dec 1996.
- [2] Dunlop, D.J., *Magnetism in Rock*. Journal in Geophysical Research 100, B2, 1995, 2161-2174.
- [3] Halliday, P., Resnick, J., and K. Krane, *Physics 4th edition*. Vol 2. John Willey and Sons, 1994, 947-1002.
- [4] Klein, Cornelis, *Manual of Mineralogy*, John Willey and Sons, 1993, New York, USA.
- [5] Tucker, Maurice, *Techniques in Sedimentology*, Blackwell Scientific Publication, 1988, Oxford/London, England.
- [6] Verosub, K. L., and A. P. Roberts, *Environmental Magnetism Past, Present and Future*. Journal of Geophysical Research 100, b2, 1995, 2175-2192.