

IDENTIFIKASI MINERAL MAGNETIK PADA TINTA KERING (TONER)

Muhammad Irvan^{*)}, Satria Bijaksana^{**)}, dan Hamdi^{*)}

^{*)}Staf Pengajar Jurusan Fisika FMIPA UNP, email: irvan_nostrand@yahoo.com

^{**)}Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan ITB

ABSTRACT

Magnetite (Fe_3O_4) is one of the most important magnetic mineral for scientific and industrial purpose. The magnetic characterization from each mineral is depend on the grain size. In this research, we have done a series of analysis to identify the presence of magnetite as Pigment or filler in industrial materials, this industrial materials were the toner from cartridge of Canon photocopy Type NP-1010 and Laser Printer's of Hewlett Packard Type C3906F. We have done some characterization, the magnetic characterization and non-magnetic characterization. In magnetic method, we measure anisotropy magnetic susceptibility (AMS), anisotropy of anhysteretic susceptibility (AAS) and isothermal remanent magnetization (IRM). In non-magnetic method, we use scanning electron microscopy (SEM). The result of this analyze showed that the two materials contain of magnetite mineral with the grain size smaller than $0,1\mu m$ for toner from printer laser and $0,1\mu m - 0,2\mu m$ for toner from Canon photocopy. The results from SEM method showed the presence of iron oxide that we predicted as magnetite. The role of magnetite as pigment is fairly obvious provides the coloring (black, in a monochrome printer) that fills in the text and images, this pigment is blended into other material that is domination of carbon.

Keywords: magnetization, magnetic method, SEM, toner

PENDAHULUAN

Magnetite (Fe_3O_4) merupakan mineral magnetik yang banyak ditemukan berada dalam aneka macam batuan, dan memiliki sifat kemagnetan yang paling kuat. Dalam bidang ilmu geofisika, mineral *magnetite* dapat merekam arah medan magnetik bumi yang ada pada batuan. Selain memberikan informasi mengenai variasi nilai medan magnetik bumi melalui rekaman ini, kita juga dapat mengetahui orientasi suatu pulau dimasa jutaan tahun yang silam.

Dalam sejarahnya *magnetite* digunakan sebagai bahan dasar untuk membuat kompas, dan saat ini *magnetite* (Fe_3O_4) merupakan salah satu mineral magnetik yang sering digunakan untuk kepentingan ilmiah maupun kepentingan industri. Penggunaan *magnetite* di kalangan industri sangat banyak, diantaranya sebagai bahan da

sar pembuatan tinta kering (*toner*) pada mesin photocopy dan printer laser.

Sifat magnetik dari setiap mineral ini sangat ditentukan oleh intensitas kandungan mineral magnetik yang dimilikinya, dan ukuran bulir magnetik tersebut. Untuk bulir magnetik yang berukuran kecil, cenderung memiliki domain magnetik tunggal (*single domain*) atau domain tunggal semu (*pseudo single domain*), magnetisasi pada bulir-bulir seperti ini cenderung stabil. Sebaliknya, bulir magnetik yang berukuran besar akan memiliki domain magnetik jamak (*multi domain*) yang bersifat tidak stabil (Tarling, 1993).

Dalam penelitian ini, akan diidentifikasi mineral magnetik pada bahan industri *toner*, yaitu *toner* dengan tipe NP-1010 dan C3906F. NP-1010 merupakan bubuk dari tinta kering photocopy Canon dan C3906F

merupakan bubuk dari tinta kering printer laser Hewlett Packard.

Untuk mengamati mineralogi dan granulometri dari mineral magnetik tersebut, perlu dilakukan serangkaian metode magnetik dan non-magnetik. Metode-metode magnetik yang digunakan antara lain yaitu saturasi *isothermal remanent magnetization* (IRM), *anisotropy suseptibilitas magnetic* (AMS) dan *anisotropy of anhysteric susceptibility* (AAS). Metode-metode non magnetik yang lazim digunakan adalah *scanning electron microscopy* (SEM).

METODE PENELITIAN

Untuk melakukan pengukuran magnetik maka kita bentuk bahan dalam bentuk silinder. Hal yang dilakukan adalah membagi tiap bahan menjadi lima bagian, dengan massa 20 mg, 30 mg, 40 mg, 50 mg dan 60 mg. Setelah itu mencampurkan tiap bagian dengan silikon yang bermassa 12 gram. Setelah kedua bahan diaduk, hingga distribusi *toner* di dalam silikon tampak merata, campuran dimasukkan ke dalam cetakan yang berbentuk silinder dengan diameter 2,54 cm dan tinggi sekitar 2,2 cm. Setelah bahan dimasukkan kedalam cetakan, bahan didinginkan selama 24 jam pada suhu kamar. Kemudian sampel dapat diukur.

Sampel yang telah dicetak kemudian menjalani serangkaian pengukuran magnetik, diantaranya pengukuran suseptibilitas magnetik (low field or DC magnetic susceptibility), serta pengukuran IRM (*isothermal remanent magnetization*). Pengukuran suseptibilitas magnetik pada Sampel memberikan indikasi tentang seberapa magnetik sampel tersebut. Jika pengukuran suseptibilitas magnetik digabungkan antara pengukuran intensitas ARM maka dapat diketahui ukuran bulir-bulir magnetik pada sampel (Dunlop dan Ozdemir, 1997). Sementara itu pengukuran nilai saturasi IRM dapat mengindikasikan jenis mineral magnetik pada Sampel.

Pengukuran *anisotropy suseptibilitas magnetic* (AMS) dilakukan terlebih dahulu sebelum sampel didemagnetisasi karena jika dilakukan setelah demagnetisasi maka harga suseptibilitas magnetik akan berubah sehingga sifat anisotropinya tidak dapat di amati lagi. *anisotropy suseptibilitas magnetic* (AMS) diukur dengan menggunakan peralatan *Bartington Susceptibility Meter* (*Bartington Instrument Ltd., Oxford, United Kingdom*) tipe MS2 dengan sensor bertipe MS2B yang menggunakan Medan magnetik sebesar 80 A/m rms dan frekuensi 465 Hz. Tegangan yang diberikan pada rangkaian osilator akan menimbulkan Medan magnetik bolak-balik dengan intensitas rendah. Sampel akan menyebabkan perubahan frekuensi osilator, sehingga dengan membandingkan frekuensi osilator sebelum dan sesudah diletakan sampel akan diperoleh nilai suseptibilitas magnetiknya. Nilai suseptibilitas magnetik dihitung per satuan volume tiap sampel, dalam satuan SI atau cgs.

Untuk pengukuran *Anisotropy of Anhysteric susceptibility* (AAS), pertama kita memberikan Medan pada arah tertentu dengan *Molspin AF Demagnetizer* terhadap sampel, setelah itu kita ukur sampel dengan *Minispin Magnetometer*.

Pengukuran IRM bertujuan untuk mendapatkan keadaan saturasi dari sampel yang diuji. Pengukuran ini dilakukan dengan meletakkan sampel di antara dua kutub magnet, kemudian diberikan Medan yang dihasilkan *Elektromagnet Weiss* dengan tahanan listrik 6,6 ohm. *Elektromagnetik Weiss* dapat menerima arus searah maksimum 16 Ampere dengan tegangan 120 Volt dari power suplai DC. Kuat Medan yang dihasilkan oleh *Elektromagnetik Weiss* ditentukan oleh besar arus searah yang diberikan, dan jarak antara kedua kutubnya. Hasil pengukuran ini memiliki korelasi yang linier antara Medan magnet dan arus. Dari pengukuran didapatkan hubungan arus dan Medan magnet yang dapat dirumuskan: $M = 80,26 i + 12,03$. selanjutnya, untuk mengukur intensitas IRM, digunakan

Molspin Magnetometer. Intensitas magnetisasi yang ditunjukkan oleh *Molspin Magnetometer* merupakan intensitas magnetik yang disebabkan oleh induksi Medan magnet *Elektromagnetik weiss* terhadap sampel. Selanjutnya lakukan langkah yang sama seperti diatas hingga tercapai saturasi. Koersifitas yang dimiliki hematite biasanya lebih besar dari yang dimiliki magnetite. Saat dilakukan saturasi IRM, magnetite tersaturasi lebih cepat pada Medan dibawah 300 mT, sedangkan hematite tersaturasi lebih lambat pada medan diatas Medan 300 mT, sehingga dari kurva saturasi IRM, kita dapat mendeteksi keberadaan magnetite. Jika magnetite merupakan mineral yang dominan pada bahan ini maka sampel akan tersaturasi dibawah medan 300 mT pada kurva saturasi tersebut.

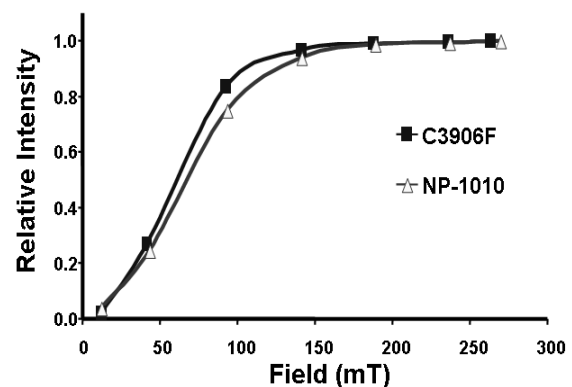
Metode yang cepat untuk mengidentifikasi variasi ukuran bulir relatif *magnetite* (King, dkk., 1982) bergantung dari dua parameter, yaitu parameter suseptibilitas an histeretik (χ_{ARM}) yang diperoleh dalam medan tinggi dan sensitif secara khusus untuk bulir yang *single domain* (SD) dan *pseudo single-domain* (PSD). Parameter kedua adalah suseptibilitas medan rendah (χ_{AMS}) yang secara relatif lebih sensitif terhadap bulir yang lebih besar dari *pseudo-singledomain* (PSD) dan lebih kecil dari bulir *multidomain* (MD). Dari hasil penelitian yang telah ada, Bulir yang lebih cenderung bersifat *single domain* (SD), sedangkan bulir yang lebih besar berkelakuan *pseudo-single-domain* (PSD) atau *multidomain* (MD). Dari gradien yang kita peroleh, kita dapat mencocokkannya dengan kurva standar King (King, dkk., 1982), sehingga ukuran bulir dapat diidentifikasi.

Selain pengukuran-pengukuran magnetik, dilakukan juga analisa melalui peralatan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang dilengkapi dengan kemampuan *Energy Dispersion Spectroscopy* (EDS). Sampel tinta kering tipe NP-1010 dan C3906F dianalisa dengan SEM model Jeol JSM-6360LA di Laboratorium Pusat Pengembangan

Teknologi Mineral (PPTM), Bandung. Analisa SEM difokuskan pada moda BSE (backscattering electron) karena pada moda ini bulir-bulir oksida besi menunjukkan penampakan yang sangat kontras dibanding mineral-mineral lainnya. Sejumlah bulir yang diduga oksida besi dianalisa lebih lanjut dengan EDS.

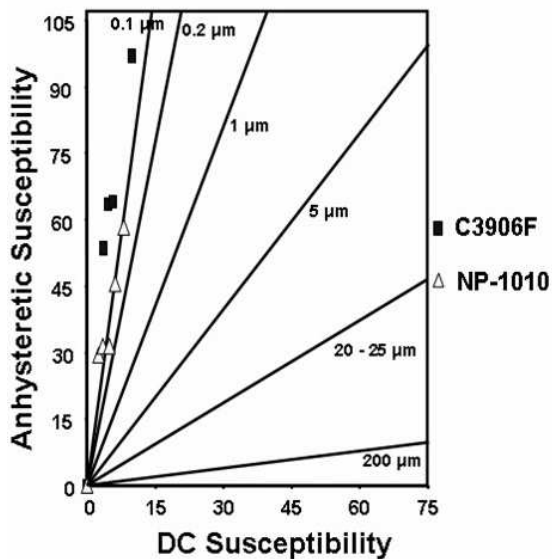
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengukuran mineral magnetik *toner* yang berasal dari *toner* tipe NP-1010 dan tipe C3906F menunjukkan bahwa kandungan mineral magnetiknya adalah *magnetite* (Fe_3O_4). Penentuan mineral ini dibuktikan dengan hasil interpretasi kurva saturasi IRM pada kedua sampel yang berada pada Gambar 1. Dari kurva saturasi IRM pada kedua bahan dapat ditunjukkan bahwa kedua bahan tersebut telah mencapai saturasi pada medan magnetik sekitar 150 mT, hal ini mendukung keberadaan *magnetite*. Mineral *magnetite* akan mengalami saturasi pada medan magnetik ≤ 300 mT. Perbedaan nilai medan magnetik saturasi ini, mengidentifikasikan bahwa bahan C3960F memiliki ukuran bulir magnetik yang relatif lebih halus dibandingkan bulir magnetik bahan NP-1010.



Gambar 1. Saturasi IRM pada Bahan C3906F dan NP-1010, dari pengukuran saturasi IRM bahan NP-1010, saturasi terjadi pada medan 141,249 mT. Untuk bahan C3906F, saturasi terjadi pada medan 92,290mT.

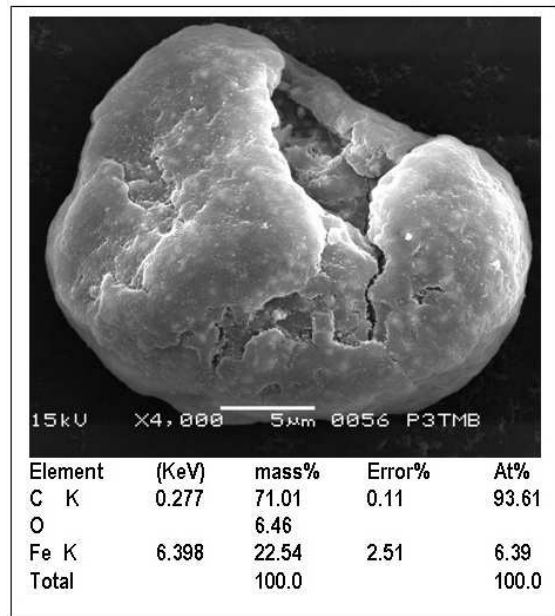
Distribusi ukuran bulir dari kedua sampel juga dapat diduga melalui plot suseptibilitas magnetik versus suseptibilitas atau intensitas ARM. Plot serupa ini dipopulerkan oleh King dkk. (1982) sehingga kerap disebut sebagai *King's plot*. Gambar 2 memperlihatkan hasil plot *anisotropy suseptibilitas magnetic* (AMS) terhadap *Anisotropy of Anhysteretic susceptibility* (AAS). Dari gambar terlihat bahwa Mineral Jenis NP-1010 ini sebagian besar memiliki ukuran bulir magnetiknya 0,1-0,2 μm , gradien distribusi bulir bahan tersebut lebih kecil dari gradien ukuran bulir 0,1 μm dan lebih besar dari gradien distribusi bulir 0,2 μm . Untuk mineral jenis C3906F memiliki ukuran bulir $< 0,1 \mu\text{m}$, karena gradien distribusi bulir bahan tersebut lebih besar dari gradien dengan ukuran bulir 0,1 μm . Dari hasil metode *King's plot* tersebut tampak kalau ukuran bulir C3906F cenderung lebih halus dari ukuran bulir NP-1010.



Gambar 2. Plot grafik *anisotropy suseptibilitas magnetic* (AMS) terhadap *Anisotropy of Anhysteretic susceptibility* (AAS) untuk mengestimasi bulir pada Mineral Jenis NP-1010 dan C3906F dengan metode *King's plot*.

Pada gambar 3 dari hasil analisis EDS (x-ray mapping) dengan pembesaran 4000 kali dari bahan NP-1010, bahwa persenta

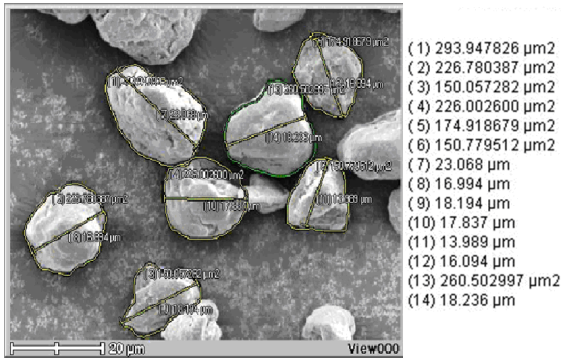
se massa terbesar yang dimiliki oleh bulir tersebut adalah senyawa FeO setelah unsur Karbon (C). Persentase FeO yang tampak pada gambar tidak lah terlalu besar, hal ini disebabkan oleh lingkungan disekitar bulir tersebut banyak mengandung karbon, karena karbon merupakan pemberi pigment pada toner berwarna hitam. Berdasarkan hasil dari data saturasi IRM yang telah dilakukan, ternyata FeO dalam karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) ini diidentifikasi sebagai *magnetite* (Fe_3O_4).



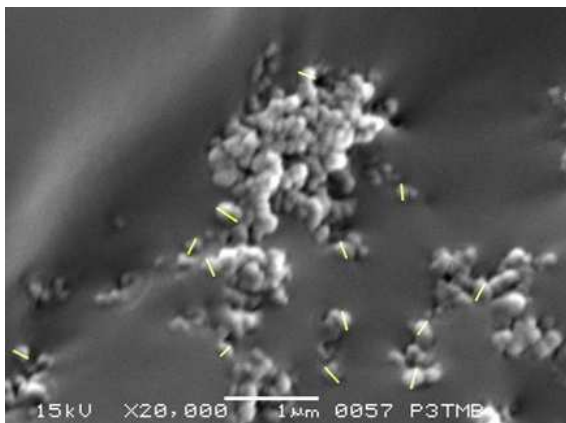
Gambar 3. Hasil analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang dilengkapi dengan kemampuan *Energy Dispersion Spectroscopy* (EDS) dengan pembesaran 4000 kali dari bahan NP-1010.

Pada gambar 4, rata-rata ukuran bulir bahan NP-1010 tersebut adalah sekitar 17 μm . Dari gambar tampak bahwa ukuran bulirnya kebanyakan adalah diatas 17 μm , tampak bahwa ukuran bulir toner ini hampir homogen. Pada gambar 5, dengan pembesaran 20.000 kali terlihat bahwa butiran tersebut memadat pada bagian luar (kulit), sedangkan pada bagian dalamnya terdapat partikel halus berukuran kurang dari 0,2 μm yang tidak kompak (loose). Hal ini disebabkan pada saat pembuatan bahan tersebut, yang berasal dari butiran halus yang

dicampur dengan bahan polimer sehingga membentuk butiran toner, dalam pengolahan campuran ini mengalami pemanasan untuk beberapa lama setelah itu terjadi pendinginan secara tiba-tiba. Hal ini menyebabkan pengerasan pada bagian luarnya, namun pada bagian dalamnya tidak kompak (loose).



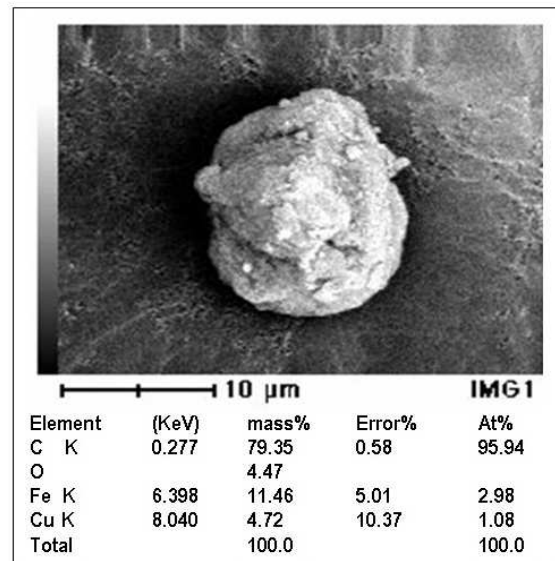
Gambar 4. Hasil analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan pembesaran 1500 kali dengan ukuran beberapa butir dari bahan NP-1010.



Gambar 5. Hasil analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan pembesaran 20.000 kali pada partikel halus dari bahan NP-1010. Partikel halus tersebut berukuran kurang dari 0,2 μm .

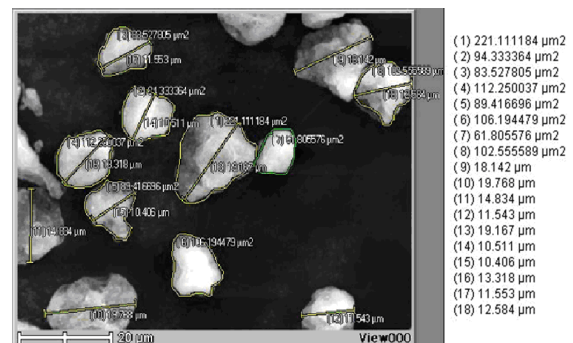
Pada gambar 6, tampak bahwa bahan C3960F juga banyak mengandung senyawa FeO setelah unsur Karbon (C). Unsur karbon masih mendominasi, hal ini disebabkan unsur karbon memberi warna (pigment) terhadap toner tersebut. Berdasarkan hasil saturasi IRM, ternyata FeO dalam ka

rakterisasi SEM ini diidentifikasi sebagai *magnetite* (Fe_3O_4).

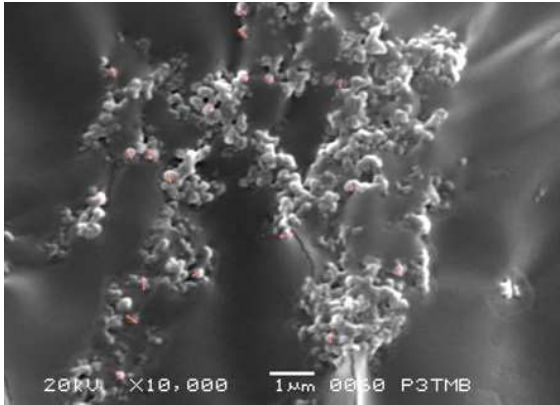


Gambar 6. Hasil analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang dilengkapi dengan kemampuan *Energy Dispersion Spectroscopy* (EDS) dengan pembesaran 4000 kali dari bahan C3960F.

Pada gambar 8, rata-rata ukuran butir bahan C3960F tersebut adalah sekitar 15 μm . Dari gambar, kelihatan bahwa ukuran butir toner tidak jauh berbeda dengan bahan NP-1010, kelihatannya hampir homogen tetapi ukurannya cenderung lebih halus. Sama halnya dengan bahan NP-1010, pada bahan ini juga terdapat partikel yang lebih halus disekeliling partikel besar. Pada gambar berikut ini tampak kalau partikel halus tersebut juga berukuran kurang dari 0,2 μm .



Gambar 7. Hasil analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan pembesaran 1500 kali dengan ukuran beberapa bulir dari bahan C3960F.



Gambar 8. Hasil analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan pembesaran 10.000 kali pada partikel halus dari bahan C3960F.

Berdasarkan eksperimen dengan metode magnetik dan metode SEM yang telah dilakukan, diperoleh perbandingan hasil sebagai berikut:

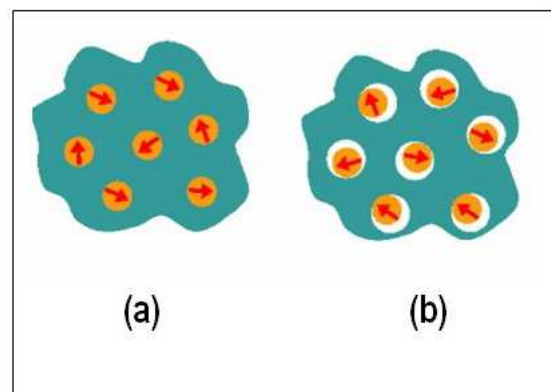
Tabel 1. Data ukuran bulir untuk kedua bahan dari hasil metode magnetik dan metode *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

		Sampel NP-1010	Sampel C3960F
Metode Magnetik		0,1 μm – 0,2 μm	0,1 μm
Metode SEM	Bulir Halus	0,2 μm	0,2 μm
	Bulir Besar	± 17 μm	± 15 μm

Berdasarkan eksperimen dengan metode magnetik dan metode non magnetik yang telah dilakukan, ternyata *toner* mengandung mineral magnetik oksida besi dan berwarna hitam. Alasan digunakannya mineral magnetik dalam pembuatan tinta kering ini adalah, agar tinta tersebut dapat dikontrol konsentrasinya dan menghasilkan hasil yang terbaik.

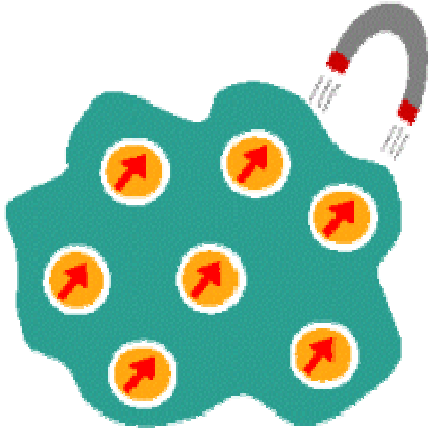
Dari hasil pengukuran, tampak bahwa *toner* terdiri dari serbuk halus yang berukuran kecil dan dibungkus oleh mantel tipis yang juga mengandung oksida besi. Berdasarkan pengukuran magnetik yang telah dilakukan, serbuk halus tersebut memiliki kandungan oksida besi yaitu *magnetite* dengan ukuran berada sekitar 0,1 μm untuk C3906F dan 0,1 μm-0,2 μm untuk NP-1010. Dari hasil pengukuran, tampak kalau bulir tersebut memiliki ukuran yang sangat halus dengan domain magnetik single domain.

Pada pembuatan *toner*, bubuk *magnetite* yang dicampur dengan polimer dipanaskan pada suhu tertentu, dibentuk dengan ukuran tertentu dan didinginkan secara tiba-tiba. Karena pendinginan tiba-tiba ini terjadi pengerasan pada bagian luarnya, tetapi pada bagian dalamnya masih tidak kompak, sehingga masih terdapat kekosongan berupa rongga-rongga didalamnya.



Gambar 9. (a) Distribusi bulir magnetik pada bagian mantel (kulit) toner setelah proses pendinginan. Setelah proses pendinginan, pada bagian mantel akan terbentuk kulit yang keras, dengan hampir tidak terdapat rongga padanya. (b) Distribusi bulir halus pada bagian dalam bulir toner setelah proses pendinginan, pada bagian dalam mantel, masih banyak terdapat kekosongan atau rongga-rongga. Sehingga, domain magnetik tunggal mendominasi bagian dalam bulir ini.

Setelah proses pendinginan, pada bagian dalam mantel, masih banyak terdapat kekosongan atau rongga-rongga. Sehingga, domain magnetik tunggal mendominasi bagian dalam bulir ini. Apa bila bulir ini diberi gangguan magnetik dari luar maka akan terjadi magnetisasi.



Gambar 10. Distribusi bulir-bulir magnetik pada bagian dalam toner setelah diberi medan gangguan dari luar.

Fenomena inilah yang digunakan printer laser untuk bekerja:

1. Karena bulir halus (*Single Domain*) yang terdapat pada bagian dalam toner, akan menempel pada area bermuatan negatif pada drum pemutar yang telah diberi muatan negatif citra listrik statis oleh laser.
2. Setelah itu selembar kertas digiling oleh drum. Sebelumnya, kertas diberi muatan negatif oleh kawat corona, muatan itu lebih besar dari muatan negatif citra listrik statis sehingga kertas dapat menarik serbuk toner.
3. Karena berputar dengan kecepatan yang sama dengan perputaran drum, kertas menyalin citra yang ada di drum pemutar.
4. Kertas yang telah menyalin citra itu di lewatkan pada fuser, yakni sepasang penggulung yang dipanaskan. Saat melewati fuser, serbuk toner yang mengandung polimer akan meleleh dan menempel kuat pada serat kertas.

5. Setelah citra listrik statis pada drum dipindahkan ke kertas, drum melewati lampu pembebasan (*discharge lamp*). Sorotan lampu yang terang menghapus citra listrik statisnya.

Berdasarkan pewarna (*iron black pigment*) dari Wuxi Magnetic Materials Factory di China, memiliki ukuran partikel 0,2 - 0,3 μm (Yang, 2003). Hasil yang kami peroleh juga di bandingkan dengan Hashimoto (2002), menurut Hashimoto (2002) serbuk magnetik yang digunakan dalam toner memiliki ukuran rata-rata antara 0,01 μm dan 1,0 μm bahkan antara 0,05 μm dan 0,5 μm . meskipun metode yang telah digunakan dalam penelitian ini dapat diaplikasikan pada mineral magnetik yang lain, literatur plot anisotropy suseptibilitas magnetic (AMS) terhadap Anisotropy of Anhysteric susceptibility (AAS) hanya dapat diaplikasikan pada magnetite (Fe_3O_4) seperti hal yang dilakukan Bijaksana, dkk (2001).

KESIMPULAN

Dari dua bahan yang diuji dengan metode *Scanning Electron Microscopy* (SEM) bahan tersebut mengandung oksida besi (karena SEM hanya dapat mendeteksi oksida besi dan bukan senyawanya), dan hasil saturasi *Isothermal Remanent Magnetization* (IRM) menunjukkan bahwa kedua bahan tersebut mengandung magnetite (Fe_3O_4) yang terlihat dari saturasi yang terjadi pada medan yang kurang dari 300 mT. Dari hasil pengujian dengan metode magnetik (*King's plot*) diperoleh ukuran bulir magnetik (*grain size*) untuk bahan C3906F kurang dari 0,1 μm , dan bahan NP-1010 berkisar antara 0,1 μm dan 0,2 μm .

Dari metode *Scanning Electron Microscopy* (SEM), diperoleh bahwa kedua bahan tersebut terdiri dari serbuk halus yang merupakan mineral magnetite (Fe_3O_4) yang berukuran sekitar 0,2 μm dan dibungkus oleh mantel tipis yang

merupakan cangkang yang besar dengan ukuran belasan mikrometer.

(<http://www.freepatentsonline.com/6465144.html>).

DAFTAR PUSTAKA

- Bijaksana, S., Y. Azis, and T. Priyoutomo. (2001). **A combined method for identification and grain size determination of magnetite (Fe₃O₄)**. *Kontribusi Fisika Indonesia*, vol. 11, no. 4, p 105-108.
- Dunlop, D.J., and O. Ozdemir. (1997). **Rock Magnetism: Fundamental and Frontiers**. Cambridge University Press, p 573.
- Hashimoto, A., Okado, K., Kukimoto, T., Nakamura, T., Takiguchi, T., Chiba, T., Magome, M., Komoto, K. (2002). **Magnetic toner, process for production thereof, and image forming method, apparatus and process cartridge using the toner**. US Patent Issued on October 15, 2002. (<http://www.freepatentsonline.com/6465144.html>).
- King, J., Banerjee, S.K., Marvin, J., and Ozdemir, O. (1982). **A Comparison of Different Magnetic Methods for Determining the Relative Grain Size of Magnetite in Natural Material: Some Result from Lake Sediment**. *Earth Planetary Science Letter*, v. 59, p 404-419.
- Tarling, D. H. , Hrouda, F. (1993). **The Magnetic Anisotropy of Rocks**. Chapman & Hall, p 217, London.
- Yamazaki, T., and Ioka, N. (1997). **Cautionary note on magnetic grain-size estimation using the ratio of ARM to magnetic susceptibility**. *Geophysical Research Letters*, 24, p 751-754.
- Yang, J., Wang, T., -J., He, H., Wei, F., Jin, Y. (2003). **Particle Size Distribution and Morphology of in Situ Suspension Polymerized Toner**. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 42 (22), p 5568-5575, DOI: 10.1021/ie0301029.