

Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Hematit (α -Fe₂O₃) dari Pasir Besi Kabupaten Sijunjung, Sumatera Barat, Indonesia

Ahmad Fajri Soekansa¹, Nafis Sudirman², Syamsi Aini*³

^{1,2,3}Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar Padang, Indonesia

*syamsiaini@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Hematite red pigment has been successfully synthesized from natural iron sand originating from the Sijunjung area, West Sumatra, Indonesia. The purified natural iron sand contains magnetic dioxide particles to produce ferric ions (Fe³⁺) which can be used as precursors for the synthesis of the red pigment hematite. Hematite red pigment synthesis was carried out by coprecipitation method with NaOH precipitating agent. The red pigment hematite was synthesized by varying the mass solubility of 1 g, 1.5 g, and 2 g which were reacted with 4 M, 5 M, and 6 M HCl to produce a precursor with the highest ferric ion solubility. The precursor with the highest ferric ion solubility was formed from the reaction between 1 g of pure iron sand and 6 M HCl. The second variation was the increase in calcination temperature, namely 650°C, 700 °C, 750°C, and 800°C, with a calcination temperature of 800°C producing the brightest red pigment hematite. The higher the calcination temperature causes an increase in the brightness of the synthetic red pigment hematite. The characterization was carried out using XRD to see the crystal structure of the product and UV-Vis to see the absorption wavelength.

Keywords — Iron Sand, Hematite red pigment

I. PENDAHULUAN

Indonesia memiliki sumber daya alam melimpah misalnya pasir besi alam. Pasir besi di alam terdapat di sepanjang pantai, sungai dan daerah hasil degradasi batuan ledakan vulkanik. Tercatat pada tahun 2013 hasil produksi dari tambang indonesia sebanyak 19.000 ton. Hasil ini tidak begitu besar bila dilihat dari ketersediaan cadangan pasir besi alam Indonesia yang mencapai 1,0 miliar ton [1]. Sumatera barat termasuk daerah dengan kandungan pasir besi yang melimpah, misalnya di daerah Pesisir selatan, Pasaman, Pariaman dan Sijunjung [2].

Pasir besi umumnya terdapat dalam bentuk teroksidasi seperti magnetit (Fe₃O₄), maghemit (γ -Fe₂O₃), dan hematit (α -Fe₂O₃). Salah satu pemanfaatan pasir besi dengan nilai jual yang lebih tinggi adalah dimanfaatkan untuk sintesis pigmen (Wahyuni, 2013).

Hematit (α -Fe₂O₃) memiliki sifat sukar terkorosi sehingga cocok untuk aplikasi seperti sensor gas, katalis, baterai lithium ion dan pigmen. Keunggulan pigmen hematit diantaranya rendah polusi lingkungan, tidak beracun, stabilitas kimia, kemampuan pewarnaan yang tinggi, daya penutup dan ketahanan yang baik [3].

Oleh karena itu, perlu dikembangkan penelitian terkait pigmen merah hematit (α -Fe₂O₃) berbahan pasir besi alam, sehingga menjadi material anorganik yang lebih berharga dan memiliki nilai ekonomis yang lebih tinggi.

Hematit (α -Fe₂O₃) merupakan salah satu oksida besi yang sangat stabil dan memiliki sifat antiferomagnetik dengan struktur rombohedral atau hexagonal close packed (hcp). Partikel kristal hematit akan berwarna merah bata ketika berukuran sangat kecil dan akan berwarna hitam mengkilap jika berukuran cukup besar. Tiap sel satuan hematit memiliki bentuk heksagonal dengan $a = 0,5034$ nm dan $c = 1,375$ nm, dengan enam unit formula per unit sel [4].

Nanopartikel hematit dapat disintesis dengan berbagai metode diantaranya sol-gel, hidrotermal, microwave-kalsinasi, dekomposisi termal, hidrolisis garam, dan kopresipitasi [12]. Dibandingkan dengan metode lain, kopresipitasi relatif lebih sederhana, relatif mudah dan relatif murah dimana hasil pemanasan, lama penggilangan, dan ekstraksi relatif lebih optimal [5].

Kopresipitasi bekerja dengan cara mereaksikan garam dengan basa hidroksida atau karbonat sehingga didapatkan endapan yang diinginkan dan kemudian dikalsinasi. Metoda ini merupakan salah satu metoda yang banyak digunakan dalam mensintesis zat warna karena memiliki kelebihan dalam proses preparasi lebih sederhana, energi yang dibutuhkan lebih rendah dan produk yang didapat murni [6].

Hematit dengan skala ukuran nanometer memiliki sifat yang sesuai ukuran partikelnya. Oleh sebab itu, untuk dapat menghasilkan hematit dengan ukuran nanopartikel yang seragam merupakan inti masalah dalam mensintesis nanopartikel. Ukuran nanopartikel dapat lebih seragam dan

terkontrol dengan metode sonikasi (ultrasound irradiation) [7]. Prinsip kerja metode ini adalah dengan menggetarkan larutan menggunakan gelombang ultrasonik dengan frekuensi yang sangat tinggi sehingga terjadi radiasi ke dalam larutan dan mengakibatkan tumbukan dan gesekan antar partikel penyusun larutan. Tumbukan dan gesekan partikel penyusun inilah yang menghasilkan pemecahan partikel hematit menuju ukuran nanopartikel yang lebih kecil [8].

Lamanya waktu sonikasi juga mempengaruhi ukuran nanopartikel. Semakin lama sonikasi, maka akan dihasilkan ukuran partikel nano yang semakin kecil dan seragam. Akhirnya didapatkan hasil ukuran nanopartikel yang lebih stabil dengan penggumpalan yang rendah disebabkan getaran ultrasound menghalangi proses penggumpalan. Getaran metode sonikasi dengan frekuensi tinggi misalnya 20 kHz atau 50 kHz dapat memecah partikel-partikel logam sehingga mempercepat proses pertumbuhan kristal dan menghindari partikel amorf karena getaran frekuensi tinggi menghalangi oksidasi pada ion-ion logam [9].

Variasi massa pasir besi dan perbedaan konsentrasi HCl yang digunakan perlu dilakukan untuk memperoleh prekursor FeCl_3 dengan persentase besi oksida terlarut paling tinggi. Variasi suhu kalsinasi dilakukan untuk melihat pengaruh peningkatan suhu kalsinasi terhadap kecerahan warna produk. Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) hasil sintesis dianalisis menggunakan XRD untuk melihat struktur kristal produk dan UV-Vis untuk melihat panjang gelombang penyerapan.

II. METODA PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu lumpang dan alu, ayakan 200 mesh, neraca analitik, gelas kimia, labu ukur, pipet tetes, pipet gondok, batang pengaduk, spatula, kertas saring, instrumen spektrofotometer UV-Vis, dan XRD.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu pasir besi Kabupaten Sijunjung Sumatera Barat, aquademineral, HCl 6 M, dan NaOH 1 M.

B. Persiapan Bahan Baku

Pasir besi dicuci dengan aquades dan dijemur dibawah sinar matahari selama 24 jam. Pasir besi kering ditarik dengan magnet untuk memisahkan serbuk besi dengan senyawa lain yang tidak dibutuhkan pada penelitian ini. Serbuk besi yang diperoleh dihaluskan dan diayak dengan ayakan berukuran 200 mesh agar diperoleh serbuk besi Fe_3O_4 berukuran 74μ [2;10].

C. Sintesis Pigmen Merah Hematit

Pigmen merah hematit disintesis dengan cara mereaksikan 1,5 gram, 2 gram dan 2,5 gram serbuk besi murni dengan 10 ml larutan HCl 4 M, 5M dan 6 M, kemudian didiamkan selama 24 jam. Setelah di diamkan selama 24 jam kemudian disonikasi selama 4 jam. Sehingga didapatkan larutan prekursor FeCl_3 berwarna kuning kecoklatan. Kemudian larutan ini disaring. Hasil saringan ditambah dengan aquademineral sebanyak 100 ml, sedangkan pasir yang tidak bereaksi akan ditimbang. Pengendapan nanopartikel Fe_2O_3 dengan cara di teteskan

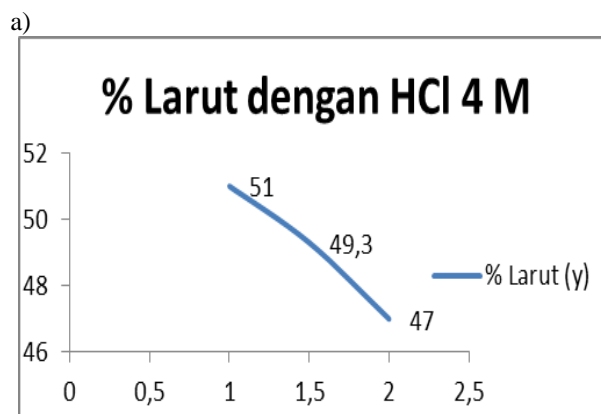
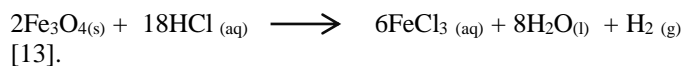
lautan NaOH 1 M kedalam larutan prekursor FeCl_3 yang telah disaring hingga pH 6 sambil tetap disonikasi dan terbentuk endapan. Endapan dicuci dengan aquademineral, disentrifugasi dan kemudian dipanaskan dalam oven dengan suhu 105 °C selama 19 jam. Sampel kemudian dikalsinasi dengan suhu 650 °C, 700 °C, 750°C dan 800 °C selama 2 jam [2,11].

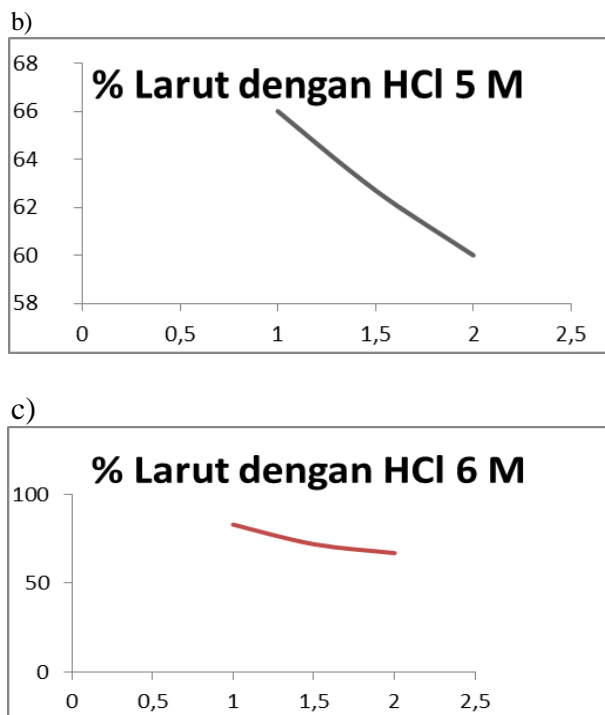
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis dan karakterisasi pigmen merah hematit berbahan pasir besi alam dilakukan dengan metode kopresipitasi. NaOH digunakan sebagai zat kopresipitat. Sintesis pigmen merah hematit dilakukan dalam beberapa tahap, yang pertama yaitu pemurnian pasir besi alam. Pasir besi alam yang digunakan mengandung oksida-oksida selain besi. Pasir besi ditarik dengan magnet untuk memisahkan partikel magnetik dan partikel nonmagnetic. Sintesis pigmen merah hematit pada penelitian ini menggunakan metode kopresipitasi. Variasi suhu kalsinasi dibuat untuk melihat perbedaan warna dari hematit yang dihasilkan.

A. Pengaruh variasi massa serbuk besi dan konsentrasi HCl terhadap persentase kelarutan besi oksida

Variasi perbandingan massa pasir besi dilakukan untuk mengetahui persentase pasir besi yang bereaksi dengan larutan HCl paling tinggi. Pada penelitian yang telah dilakukan, prekursor ferri disintesis dengan cara mereaksikan pasir besi murni dengan HCl volume yang sama yaitu masing-masing 10 mL, massa pasir besi murni yang berbeda yaitu 1 g, 1,5 g, dan 2 g, molaritas HCl yang berbeda yaitu 4 M, 5 M dan 6 M.





Gambar 1. Perbandingan massa serbuk besi dan konsentrasi HCl a). HCl 4 M, b). HCl 5 M, c) HCl 6 M.

Kelarutan tertinggi berada pada massa 1 g dengan 10 mL HCl 6 M yaitu bereaksi sebanyak 83%. Hal ini terjadi karena semakin sedikit massa yang akan direaksikan akan meningkatkan persentase kelarutan, dan semakin tinggi konsentrasi HCl juga meningkatkan kelarutan pasir besi sehingga menghasilkan pigmen merah hematit yang lebih banyak dengan kemurnian lebih tinggi [14].

Pengujian kualitatif terhadap adanya ion Fe^{3+} yaitu dengan menambahkan larutan natrium hidroksida yang akan menghasilkan endapan coklat kemerahan sebagaimana reaksi :



Gambar 2. Identifikasi ion Fe^{3+}

B. Pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap kecerahan warna pigmen merah hematit

Variasi suhu kalsinasi dilakukan untuk mengetahui efek peningkatan suhu kalsinasi terhadap kecerahan warna. Pigmen merah hematit yang telah disintesis kemudian dikalsinasi dengan variasi suhu 650 °C, 700 °C, 750 °C dan 800 °C. Berdasarkan pengamatan morfologi secara visual, suhu

kalsinasi berbanging lurus dengan kecerahan pigmen, yang mana pada pigmen merah hematit hasil sintesis ini dengan tingkat warna merah tertinggi berada pada suhu kalsinasi 800 °C.

a)



b)



c)

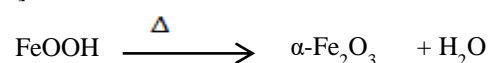


d)



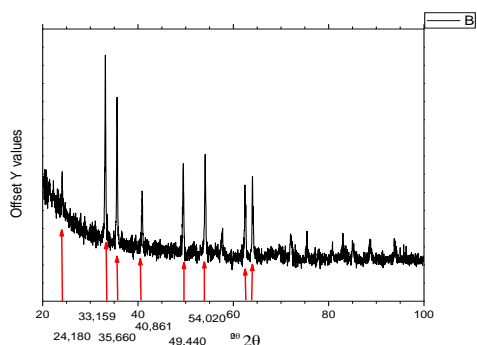
Gambar 3. Pigmen merah hematit yang dikalsinasi pada suhu a). 650 °C, b). 700 °C, c). 750 °C, dan d). 800 °C.

Tujuan kalsinasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah mendehidrasasi fasa $FeOOH$ menjadi fasa hematit ($\alpha-Fe_2O_3$) [17].

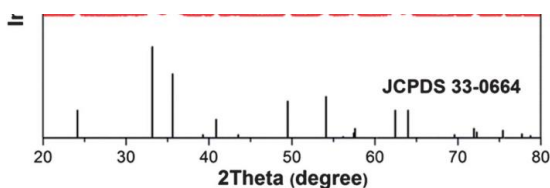


C. Analisis XRD

Karakterisasi menggunakan XRD ditujukan untuk melihat struktur kristal pigmen merah hematit yang telah disintesis dan memastikan puncak-puncak 2θ yang terdapat pada pigmen hasil sintesis. Berdasarkan hasil pengujian pigmen merah hematit yang telah disintesis diperoleh puncak tertinggi yang menunjukkan hematit pada puncak 33,159 [18].



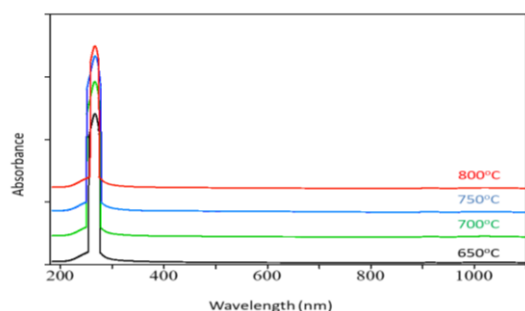
Gambar 5. Peak XRD hematit hasil sintesis



Gambar 6. Peak XRD hematit Standar JCPDS 33-0664 [18]

D. Spektrofotometri UV-Vis

Karakterisasi pigmen merah hematit menggunakan UV-Vis ditujukan untuk melihat panjang gelombang yang diserap oleh pigmen merah hematit hasil sintesis. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis, pigmen merah hematit hasil sintesis memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang 268 nm. Pigmen merah hematit akan menyerap pada rentang panjang gelombang 200 – 400 nm (wilayah 1) disebabkan transisi elektron, transisi transfer muatan ligan ke logam dan morfologi dari nanopartikel hematit [11].



Gambar 7. Analisis UV-Vis hematit dengan variasi suhu

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Perbedaan massa pasir besi dan konsentrasi HCl menghasilkan prekursor FeCl_3 dengan persentase kelarutan besi oksida berbeda. Kelarutan besi oksida tertinggi berada pada variasi 1g massa pasir besi yang direaksikan dengan 10 mL HCl 6 M yaitu sebanyak 83%.
2. Suhu kalsinasi memberikan pengaruh terhadap warna pigmen merah hematit yang dihasilkan. Semakin tinggi suhu kalsinasi, semakin cerah warna pigmen yang dihasilkan. Suhu kalsinasi maksimal berada pada suhu 800 °C.

REFERENSI

- [1] S. dkk Salomo, "Sifat Magnetik Dan Ukuran Partikel Magnetik Serta Komposisi Material Pasir Besi Pantai Kata Pariaman Sumatera Barat Di Sintesa Dengan Iron Sand Separator Dan Ball Milling," *J. Online Phys.*, vol. 3, no. 2, pp. 11–14, 2018, doi: 10.22437/jop.v3i2.5730.
- [2] Hilman, P. M., Suprpto, S. J., Sunuhadi, D. N., Tampubolon, A., Wahyuningsih, R., Widhayatna, D., Pardianto, B., Gunradi, R., Franklin, Yudawinata, K., Sutisna, D. T., Dinarsih, D., Sukaesih, Yuningsih, E. T., Candra, Oktaviani, P., Rahmawati, R., Ulfa, R. M., Sukmayana, I., & Ostman, I. (2014). PASIR BESI DI INDONESIA Geologi, Eksplorasi dan Pemanfaatannya. Pusat Sumber Daya Geologi - Badan Geologi Kementerian Energi Dan Sumber Daya Mineral, 1–141.
- [3] A. Yulianto, S. Bijaksana, W. Loeksmanto, and K. Daniel, "produksi hematit (alfa- Fe_2O_3) dari pasir besi pemanfaatan potensi alam sebagai bahan industri berbasis sifat kemagnetan," *Jurnal Sains Materi Indonesia*, vol. 5, no. 1, pp. 51–54, 2003.
- [4] M. Fitriawan, U. N. Semarang, R. Ikono, I. N. Foundation, D. W. Nugroho, and I. N. Foundation, "Characterization of Black Pigment Based on Iron Oxide from Mill Scale by Simple Burning Method," *Unnes Phys. J.*, vol. 5, no. 2, pp. 27–31, 2016.
- [5] C. s Hurlbut and C. Klein, *Manual of Mineralogy*, Edisi ke-2. Wiley-VCH Verlag GmbH, Co.KgaA, 1985.
- [6] G. Buxbaum and G. Pfaff, *Industrial Inorganic Pigments*. Germany: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KgaA, 2005.
- [7] R. Lara-Rico, E. M. Múquiz-Ramos, C. M. López-Badillo, U. M. García-Pérez, and B. R. Cruz-Ortiz, "Goethite-titanium composite: Disinfection mechanism under UV and visible light," *RSC Adv.*, vol. 9, no. 5, pp. 2792–2798, 2019, doi: 10.1039/c8ra08412b.
- [8] Y. Sakamoto *et al.*, "First principles calculations of surface dependent electronic structures: A study on $\beta\text{-FeOOH}$ and $\gamma\text{-FeOOH}$," *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 21, no. 34, pp. 18486–18494, 2019, doi: 10.1039/c9cp00157c.
- [9] S. Goldberg and G. Sposito, "A Chemical Model of Phosphate Adsorption By Soils: I Reference Oxide Minerals," *Soil Sci. Soc. Am. J.*, vol. 48, no. 4, pp. 772–778, 1984.
- [10] T. Kusumawati, A., "Sintesis Nanopartikel Pigmen Oksida Besi Hitam, Merah, dan Kuning berbasis asir Besi Tulungagung," *J. Jur. Fis. Univ. Negeri Malang*, 2013.
- [11] F. M. A. Saputra, "Sintesis Pigmen Magnetik Copper Ferrite Berbahan Dasar Pasir Besi Menggunakan Metode Kopresipitasi," 2017.
- [12] D. N. Jayanti, *Optimalisasi Parameter pH pada Sintesis Nanosilika dari Pasir Besi Merapi dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kopresipitasi*, Skripsi. Yogyakarta, 2014.
- [13] M. Mohapatra and S. Anand, "Science and Technology," *Int. J. Eng.*, vol. 8, pp. 12–146, 2010.
- [14] S. Aini, U. K. Nizar, F. Azra, A. Cahyadi, U. N. Padang, and A. Tawar, "The Characterization of West Sumatera Iron Sand as a Raw Material to Synthesize Magnetic Nanoparticles," vol. 5, no. 3, pp. 1–7, 2020.
- [15] M. A. Legodi and D. de Waal, "The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste," *Dye. Pigment.*, vol. 74, no. 1, pp. 161–168, 2007, doi: 10.1016/j.dyepig.2006.01.038.

- [16] S. Krehula, S. Popovi, and S. Musić, "Synthesis of acicular α -FeOOH particles at a very high pH," *Mater. Lett.*, vol. 54, no. 2–3, pp. 108–113, 2002, doi: 10.1016/S0167-577X(01)00546-8.
- [17] Sunardi, "Potency of Use Ferrous Sulphate from Iron Waste Wworkshop Bubut for Raw Material Pharmacy," *Maj. Farm. Indones.*, vol. 20, no. 3, pp. 151–155, 2009.
- [18] J. Nadeak, "Asam, Basa dan Garam," 2019.
- [19] H. F. Chen *et al.*, "Large-scale synthesis of hierarchical alpha-FeOOH flowers by ultrasonic-assisted hydrothermal route," *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 22, no. 3, pp. 252–259, 2011, doi: 10.1007/s10854-010-0124-9.
- [20] H. Garnit and S. Bouhlef, "Petrography, mineralogy and geochemistry of the Late Eocene oolitic ironstones of the Jebel Ank, Southern Tunisian Atlas," *Ore Geol. Rev.*, vol. 84, no. January, pp. 134–153, 2017, doi: 10.1016/j.oregeorev.2016.12.026.
- [21] CAMEO, "Material Database," 2019.