

PEMBUATAN α -Fe₂O₃ DARI HASIL PENGOLAHAN BIJIH BESI PRIMER JENIS HEMATIT UNTUK BAHAN BAKU BATERAI LITHIUM

Agus Budi Prasetyo^{1,*}, Puguh Prasetyo¹ dan Indira Matahari²

¹Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI dan ²Universitas Lambung Mangkurat

¹Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan

²Jalan Brigjen Haji Hasan Basri, Kota Banjarmasin, Kalimantan Selatan

E-mail : *chencen_abp@yahoo.com

Masuk tanggal : 11-09-2014, revisi tanggal : 16-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

Intisari

PEMBUATAN α -Fe₂O₃ DARI HASIL PENGOLAHAN BIJIH BESI PRIMER JENIS HEMATIT UNTUK BAHAN BAKU BATERAI LITHIUM. Telah dilakukan percobaan peningkatan kadar Fe₂O₃ dari pengolahan bijih besi primer jenis hematit (Fe₂O₃) dari Bajuin, Kalimantan Selatan. Tujuan dari percobaan ini untuk membuat α -Fe₂O₃ agar memenuhi standar untuk bahan baku katoda baterai lithium, yaitu LiFePO₄. Untuk mendapatkan α -Fe₂O₃, dilakukan percobaan untuk meningkatkan kadar Fe₂O₃ sampai diperoleh kadar Fe₂O₃ > 90%. Percobaan dilakukan dengan beberapa tahapan untuk mendapatkan bahan baku α -Fe₂O₃ yang memenuhi standar. Tahap pertama dilakukan preparasi bijih besi primer dengan cara peremukan, dan penggerusan sampel sampai ukuran 100# (mesh). Tahap kedua dilakukan pelindian (*leaching*) dengan menggunakan HCl untuk melarutkan besi, dan memisahkan pengotor-pengotor yang tidak larut dalam HCl. Langkah selanjutnya dilakukan hidrolisis atau pengendapan terhadap filtrat (larutan) hasil pelindian, yaitu dengan menambahkan amoniak. Variabel yang diamati pada percobaan ini antara lain konsentrasi HCl, waktu dan temperatur pemanggangan. Hasil percobaan menunjukkan bahwa untuk variasi konsentrasi HCl, diperoleh hasil optimum pada konsentrasi HCl 1:1. Pada kondisi ini diperoleh hasil percobaan dengan massa padatan yang cukup besar, yaitu α -Fe₂O₃ dengan kadar Fe₂O₃ > 90%. Sedangkan untuk variabel waktu diperoleh hasil terbaik pada percobaan selama 4 jam, namun kurang optimum karena akan membutuhkan energi berlebih. Pada percobaan perbedaan temperatur pemanggangan, semakin tinggi temperatur belum tentu ada peningkatan kadar Fe₂O₃. Sehingga dilihat dari segi efisiensi dan ekonomis, maka temperatur dengan suhu 500 °C sudah mencukupi untuk proses pembuatan α -Fe₂O₃.

Kata kunci : Hematit, α -Fe₂O₃, Pelarutan, Pengendapan, Pemanggangan

Abstract

PRODUCTION OF α Fe₂O₃ FROM HEMATITE OF PRIMARY IRON ORE FOR RAW MATERIALS BATTERY LITHIUM. Have performed experiments Fe₂O₃ increased levels of primary iron ore processing type hematite (Fe₂O₃) from Bajuin, South Kalimantan. The purpose of this experiment for creating α -Fe₂O₃ to meet the standards for lithium battery cathode materials, namely LiFePO₄. To obtain α -Fe₂O₃, conducted an experiment to increase the levels of Fe₂O₃ to Fe₂O₃ obtained levels > 90%. Experiments performed with several stages to obtain α -Fe₂O₃ raw materials that meet the standards. The first stage of the preparation is done by way of primary iron ore crushing, and grinding the sample to a size of 100# (mesh). The second stages leaching by using HCl to dissolve iron, and separating impurities insoluble impurities in HCl. The next step is done hydrolysis or precipitation of the filtrate (solution) leaching results, namely by adding ammonia. The variables were observed in this experiment include the concentration of HCl, roasting time and temperature roasting. The results showed that for the variation of the concentration of HCl, obtained optimum results in the concentration of HCl 1: 1. In this condition the experimental results obtained with a fairly large residual mass, namely α -Fe₂O₃ to Fe₂O₃ content of > 90%. As for the time variable obtained the best results in the experiments for 4 hours, but less than optimal because it would require excessive energy. In the experiment roasting temperature difference, the higher the temperature is not necessarily increased levels of Fe₂O₃. So in terms of efficiency and economy, then the temperature with a temperature of 500°C is sufficient to the manufacture of α -Fe₂O₃.

PENDAHULUAN

Bijih besi merupakan bahan mineral yang ketika dipanaskan dan dikontakkan dengan suatu reduktor, biasanya karbon atau gas hidrogen, akan menghasilkan logam besi (Fe)^[1]. Bijih besi biasanya sangat kaya oksida besi (Fe_3O_4 dan Fe_2O_3). Bijih besi kebanyakan berwarna abu-abu gelap dan berkarat berwarna merah serta memiliki densitas yang tinggi. Dua jenis utama bijih besi yang digunakan untuk membuat besi adalah magnetit (Fe_3O_4) dan hematit (Fe_2O_3).

Bijih besi terdiri atas oksigen dan atom besi yang berikatan bersama dalam molekul. Besi merupakan logam kedua yang paling banyak di bumi ini setelah aluminium. Karakter dari endapan bijih besi ini bisa berupa endapan logam yang berdiri sendiri namun sering kali ditemukan berasosiasi dengan mineral logam lainnya. Dari mineral-mineral bijih besi, magnetit adalah mineral dengan kandungan Fe paling tinggi, tetapi terdapat dalam jumlah kecil. Sementara hematit merupakan mineral bijih utama yang dibutuhkan dalam industri besi. Bijih besi yang terdapat di alam pada umumnya mengandung kadar besi Fe masih sangat rendah yaitu sekitar 25 – 37% Fe. Bijih besi Fe berbentuk besi oksida Fe_2O_3 atau Fe_3O_4 bercampur dengan material-material ikutan seperti *silicone dioxide* (SiO_2), *aluminium trioxide* (Al_2O_3), *calcium oxide* (CaO), *magnesium oxide* (MgO), *titanium dioxide* (TiO_2), *chromium trioxide* (CrO_3), NiO_2 , *phosphorus* (P), S dan H_2O ^[2].

Bijih besi *hematit* Fe_2O_3 kandungan Fe-nya bervariasi (*low-high grade*) biasanya terdapat bersama pengotor *silica* dan *alumina*. Proses pengolahan untuk peningkatan kadar Fe biasanya melalui metoda flotasi. Untuk mempermudah pemisahan melalui proses kering dengan magnetik separator, pada umumnya bijih besi hematit diubah menjadi bersifat magnetit melalui proses pemanggangan

atau proses oksidasi. Bijih besi magnetit mempunyai sifat magnet kuat, sehingga proses pengolahannya menggunakan magnetik separator. Dengan teknik ini maka bijih *magnetit* dengan kadar Fe di bawah 30% bisa diolah secara ekonomis^[3].

Bijih besi primer jenis hematit mempunyai struktur kristal yang sama dengan magnetit dan juga termasuk ferit spinel serta bagian dari feromagnetik. Sifat fisik dari bijih besi ini mempunyai warna abu-abu (*grey shade*), putih dan coklat. Hematit mempunyai bentuk struktur kristal yang *isometric*^[4]. Terdapat beberapa fasa pada bijih besi (Fe_2O_3), yaitu fasa alpha (α - Fe_2O_3), fasa beta (β - Fe_2O_3), fasa gamma (γ - Fe_2O_3), fasa epsilon (ϵ - Fe_2O_3). Fasa alpha (α - Fe_2O_3) memiliki struktur rhombohedral dan terjadi secara alami sebagai mineral hematit yang merupakan hasil utama dari penambangan, dan memiliki sifat antiferromagnetik. Fasa alpha mudah dibuat menggunakan *thermal decomposition* dan presipitasi pada fasa cair. Sifat magnetiknya bergantung pada beberapa faktor; yaitu tekanan, ukuran partikel, dan intensitas medan magnetik. Fasa beta (β - Fe_2O_3) memiliki struktur kristal FCC, bersifat metastabil, pada suhu 500 °C berubah menjadi fasa alpha. Dapat dibuat dengan mereduksi hematit dengan menggunakan karbon, pyrolysis dari larutan besi (III) klorida, atau *thermal decomposition* dari besi (III) sulfat. Fasa gamma (γ - Fe_2O_3) memiliki struktur kristal kubik, bersifat metastabil, berubah menjadi fasa alpha pada temperatur yang tinggi. Di alam berbentuk sebagai maghemit. Bersifat ferrimagnetik, dan pada ukuran partikel yang ultra halus yang lebih kecil daripada 10 nm bersifat superparamagnetik. Fasa gamma bisa dibuat dengan metode *thermal dehydration*. Partikel yang ultra halus bisa dibuat dengan *thermal decomposition* dari besi (III) oksalat. Fasa Epsilon (ϵ - Fe_2O_3) memiliki struktur kristal rhombik, menunjukkan sifat antara fasa alpha dan gamma, sehingga tidak dapat dibuat dari

bentuk murni. ϵ -Fe₂O₃ selalu merupakan campuran antara fasa alpha dan fasa gamma. Bahan dengan perbandingan fasa epsilon yang tinggi dapat dibuat dengan *thermal transformation* dari fasa gamma. Fasa epsilon bersifat metastabil, berubah menjadi fasa alpha pada suhu antara 500-750°C. Dapat juga dibuat dari oksidasi besi dengan *electric arc* atau dengan presipitasi sol-gel dari besi (III) nitrat^[5].

Pada industri sekarang ini, hematite dalam bentuk alpha (α -Fe₂O₃) yang berukuran nano dapat digunakan untuk berbagai kegunaan aplikasi. Aplikasi hematit jenis α -Fe₂O₃ pada industri banyak digunakan dalam industri elektronika seperti untuk pembuatan bahan baku katoda pada pembuatan baterai lithium, sensor gas etanol, maupun superkapasitor^[6]. Pada pemanfaatan α -Fe₂O₃ dalam industri baterai litium, α -Fe₂O₃ digunakan sebagai bahan kimia campuran untuk pembuatan katoda lithium besi fosfat (LiFePO₄)^[7]. Aplikasi lain dari hematit jenis α -Fe₂O₃ juga digunakan dalam dunia biomedis dan dapat dijadikan pigmen besi oksida yang berfungsi sebagai salah satu komponen dasar pembuatan cat. Sehingga dengan banyaknya kegunaan dari hematit dalam bentuk alpha (α -Fe₂O₃), maka pengolahan bijih besi primer jenis hematit untuk dijadikan dalam bentuk α -Fe₂O₃ mempunyai nilai ekonomis yang tinggi.

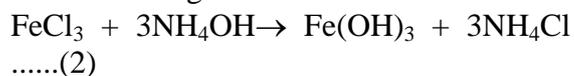
PROSEDUR PERCOBAAN

Preparasi dilakukan dengan peremukan sampel bijih besi jenis hematit menjadi berukuran lebih kecil dengan menggunakan alat *crusher*. Hasil dari pengecilan sampel kemudian digerus dengan menggunakan *disk mill* untuk mendapatkan ukuran yang diinginkan. Dari sampel awal tersebut dianalisis dengan menggunakan XRF (*x-ray fluorescence*) untuk mengetahui komposisi dan kadar mineral yang terkandung di dalam bijih besi dan XRD untuk mengetahui komposisi senyawa yang terkandung di

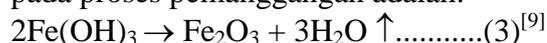
dalam bijih besi. Proses berikutnya yaitu konsentrasi, pemisahan konsentrat dengan *tailing* dengan menggunakan alat magnetik separator. Hasil preparasi dengan ukuran butir 100 mesh diambil sebanyak 25 gram untuk setiap variasi percobaan. Kemudian material tersebut dicampurkan HCl dan aquades dengan perbandingan yang bervariasi yaitu 1:1 ; 1:3 ; dan 1:5 sampai total larutan masing-masing yaitu 200 ml. Larutan hasil pelindian tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring untuk memisahkan antara *filtrate* (larutan FeCl₃) yang kaya akan besi dan residu (*tailing*) yang mengandung banyak pengotor. Reaksi yang terjadi pada proses pelarutan dengan HCl sebagai berikut :



Larutan yang dihasilkan kemudian dihidrolisis dengan menggunakan larutan amonia secukupnya agar Fe yang terkandung dalam larutan tersebut dapat terikat atau menggumpal. Reaksi yang terjadi pada proses hidrolisis dengan amoniak sebagai berikut :



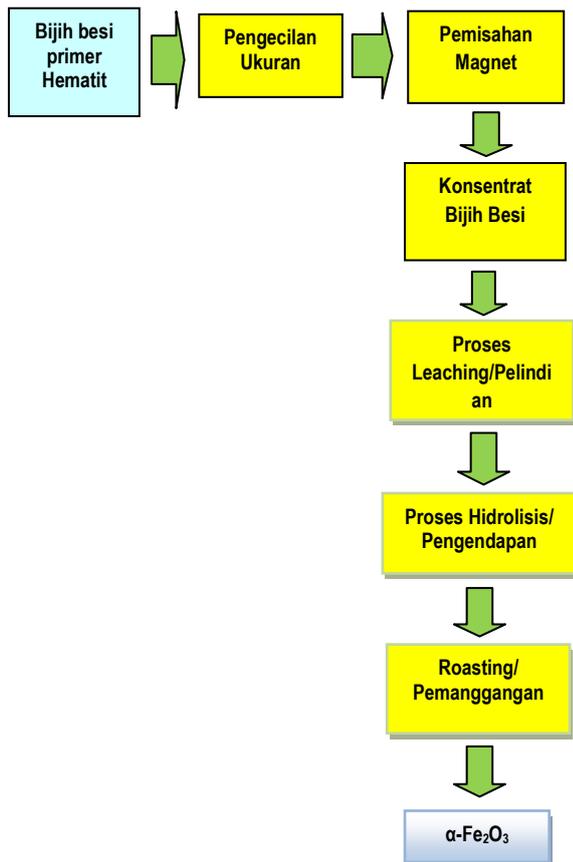
Larutan ammonia ini berfungsi untuk menetralkan larutan yang telah menjadi asam tersebut. Proses penetralan dapat dicapai pada pH 6-7^[8]. Setelah selesai penyaringan kembali, maka diperoleh padatan gel Fe(OH)₃ yang siap untuk dipanggang dengan suhu tertentu sedangkan filtrat (larutan ammonium chlorida) yang dihasilkan tersebut dibuang karena tidak digunakan kembali untuk proses selanjutnya. Endapan yang terjadi kemudian dipanggang pada temperatur tertentu untuk mendapatkan bahan kimia hematit (α Fe₂O₃). Reaksi yang terjadi pada proses pemanggangan adalah:



Proses pemanggangan dengan suhu tinggi antara 400°C sampai 700°C yang bertujuan untuk mengubah gel Fe(OH)₃ menjadi α Fe₂O₃ dengan waktu tertentu^[10]. Hasil dari

proses pemanggangan tersebut berupa α Fe_2O_3 yang berwarna merah kecoklatan.

Variabel yang divariasikan yaitu konsentrasi HCl, waktu pemanggangan dan temperatur pemanggangan. Hasil dari proses berupa serbuk kimia α Fe_2O_3 , kemudian dikarakterisasi dengan melakukan analisa-analisa dari produk tersebut.



Gambar 1. Diagram alir percobaan pembuatan α - Fe_2O_3

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis XRF Bijih Besi Dan Hasil Percobaan

Hasil analisis XRF terhadap bahan baku sampel bijih besi jenis hematit dari Bajuin Kalimantan Selatan, dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis XRF terhadap bijih besi hematit dari Bajuin Kalimantan Selatan

No	Unsur	Satuan	Hasil
1	Chromium (Cr)	ppm	419
2	Lead (Pb)	ppm	189
3	Cooper (Cu)	ppm	1054
4	Vanadium (V)	ppm	153
5	Zinc (Zn)	ppm	62
6	Tin (Sn)	ppm	35
7	Silicon (Si)	%	6,73
8	Aluminium (Al)	%	8,19
9	Iron (Fe)	%	38,43
10	Calcium (Ca)	ppm	8314
11	Magnesium (Mg)	ppm	4774
12	Sulfur (S)	ppm	641
13	Sodium (Na)	ppm	< 100
14	Potassium (K)	ppm	334
15	Titanium (Ti)	ppm	2217
16	Manganese (Mn)	Ppm	3468
17	Phosphorous (P)	Ppm	197
18	Chlorine (Cl)	ppm	105
	Loss on Ignition	% wt	11,89

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa kandungan terbesar pada bijih besi hematit adalah Fe sebesar 38,43 % (kadar $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 54,9$ %), selebihnya ada kandungan unsur-unsur yang lain berupa Al, Si, Mg, Ca, Mn dan lain-lain. Setelah melakukan percobaan berdasarkan prosedur yang ditunjukkan pada Gambar 1 di atas, diperoleh produk bahan kimia serbuk α Fe_2O_3 . Untuk mengetahui peningkatan kadar besi oksida (Fe_2O_3) dari hasil percobaan maka serbuk tersebut dianalisa dengan menggunakan XRF. Untuk menghasilkan produk α - Fe_2O_3 yang memenuhi syarat untuk bahan baku baterai

lithium yaitu kadar $\text{Fe}_2\text{O}_3 > 90\%$ dan dalam fasa alpha, maka dilakukan beberapa percobaan laboratorium dengan tiga variabel. Dari percobaan diharapkan diperoleh hasil yang optimum, yaitu produk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang memenuhi syarat untuk bahan baku katoda baterai lithium. Adapun variabel yang digunakan adalah konsentrasi HCl, waktu pemanggangan dan temperatur pemanggangan.

Hasil perolehan massa dan kadar Fe_2O_3 selama percobaan dengan berbagai variabel dapat dilihat pada Tabel 2 - 4.

Tabel 2. Hasil perolehan massa dan kadar Fe_2O_3 pada variabel perbedaan konsentrasi HCl, dengan variabel tetap $t_{\text{pemanggangan}} = 2$ jam dan $T = 500^\circ\text{C}$

No	Massa Sampel Awal (gram)	Variasi Percobaan		Massa Fe_2O_3 (gram)	Kadar Fe_2O_3 (%)
		Vol HCl (ml)	Vol Aquades (ml)		
1	25	100	100	17,45	91,47
2	25	50	150	10,17	91,63
3	25	33,33	166,65	6,48	86,15

Percobaan dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi HCl sedangkan variabel tetap adalah waktu pelindian selama 1 jam, waktu pemanggangan selama 2 jam, dan temperatur pemanggangan 500°C . Pada hasil percobaan diketahui bahwa massa serta kadar serbuk Fe_2O_3 yang dihasilkan pada variasi konsentrasi HCl perbandingan HCl : $\text{H}_2\text{O} = 1:1$, menghasilkan massa serbuk Fe_2O_3 sebanyak 17,45 gram dan kadar Fe_2O_3 sebesar 91,47%. Pada variasi percobaan dengan konsentrasi HCl perbandingan HCl : $\text{H}_2\text{O} = 1:3$, menghasilkan massa serbuk Fe_2O_3 sebanyak 10,17 gram dan kadar Fe_2O_3 sebesar 91,63%. Pada percobaan dengan penggunaan konsentrasi HCl perbandingan HCl : $\text{H}_2\text{O} = 1:5$, menghasilkan massa serbuk Fe_2O_3 sebanyak 6,48 gram dan kadar Fe_2O_3 sebesar 86,15%.

Tabel 3. Hasil perolehan massa dan kadar Fe_2O_3 pada variabel perbedaan waktu pemanggangan, dengan variabel tetap konsentrasi HCl 1:1 dan temperatur 500°C

No	Massa Sampel Awal (gram)	Variasi Percobaan	Massa Fe_2O_3 (gram)	Kadar Fe_2O_3 (%)
		$t_{\text{pemanggangan}}$ (jam)		
1	25	1	17,98	91,26
2	25	2	17,45	91,47
3	25	3	17,77	92,46
4	25	4	17,87	94,02

Hasil yang didapatkan dari percobaan dengan variasi waktu pemanggangan dengan variabel tetap konsentrasi HCl perbandingan HCl : $\text{H}_2\text{O} = 1:1$ dan temperatur pemanggangan 500°C , dapat dilihat pada Tabel 3 di atas. Percobaan dengan waktu pemanggangan selama 1 jam, diperoleh massa serbuk Fe_2O_3 sebanyak 17,98 gram dan kadar serbuk Fe_2O_3 sebesar 91,26 %. Percobaan dengan waktu pemanggangan 2 jam, dihasilkan massa serbuk Fe_2O_3 sebanyak 17,45 gram dan kadar serbuk Fe_2O_3 sebesar 91,47 %. Percobaan dengan waktu pemanggangan 3 jam, dihasilkan massa serbuk Fe_2O_3 sebanyak 17,77 gram dan kadar Fe_2O_3 sebesar 92,46 %. Percobaan dengan waktu pemanggangan 4 jam, dihasilkan massa serbuk Fe_2O_3 sebanyak 17,87 gram dan kadar Fe_2O_3 sebesar 94,02 %.

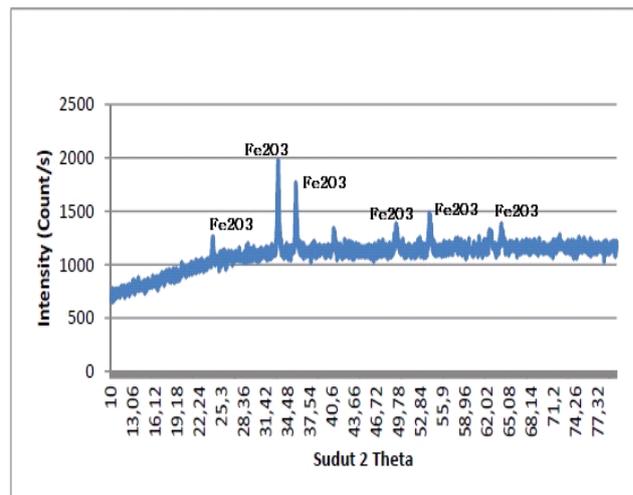
Tabel 4. Hasil perolehan massa dan kadar Fe_2O_3 pada variabel perbedaan temperatur pemanggangan, dengan variabel tetap konsentrasi HCl 1:1 dan waktu pemanggangan 2 jam

No	Massa Sampel Awal (gram)	Variasi Percobaan	Massa Fe_2O_3 (gram)	Kadar Fe_2O_3 (%)
		Temperatur Pemanggangan ($^\circ\text{C}$)		
1	25	400	17,51	89,84
2	25	500	17,32	91,47
3	25	600	17,17	91,44
4	25	700	17,65	91,65

Hasil percobaan dengan variasi temperatur pemanggangan menggunakan variabel tetap konsentrasi HCl perbandingan 1:1, waktu pelindian (*leaching*) selama 1 jam, dan waktu pemanggangan selama 2 jam, dapat dilihat pada Tabel 4 di atas. Percobaan dengan temperatur pemanggangan 400°C, dihasilkan massa sebanyak 17,51 gram dan kadar Fe₂O₃ sebesar 89,84%. Percobaan dengan temperatur pemanggangan 500°C, dihasilkan massa serbuk Fe₂O₃ sebanyak 17,45 gram dan kadar Fe₂O₃ sebesar 91,47%. Percobaan dengan temperatur pemanggangan 600°C, dihasilkan massa serbuk Fe₂O₃ sebanyak 17,17 gram dan kadar Fe₂O₃ sebesar 91,44%. Pada percobaan dengan temperatur pemanggangan 700°C, dihasilkan massa serbuk Fe₂O₃ sebanyak 17,65 gram dan kadar Fe₂O₃ sebesar 91,65%.

Analisis XRD Bijih Besi Hematit

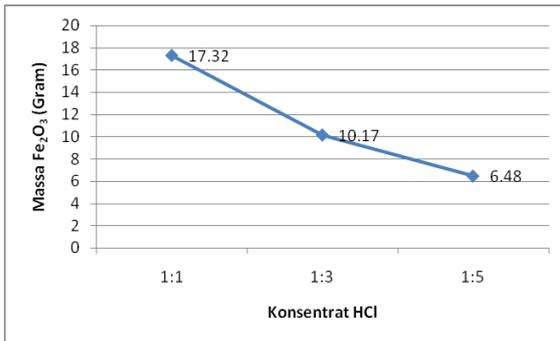
Hasil XRD memperlihatkan bahwa mineral dominan yang terdapat pada sampel adalah Hematit (Fe₂O₃). Data yang cocok pada *searchmatch* ini adalah JCPDS (*joint committee on powder diffraction standar*) nomor 33-0664^[11]. Struktur kristal untuk pola XRD tersebut adalah *hexagonal*, dimana pada analisa terlihat space group yang terbentuk adalah R-3c. Ini terbukti dari puncak tertinggi pada sudut 2θ adalah 33,1924°. Hal ini didukung dengan adanya puncak-puncak lainnya pada sudut 2θ yaitu 35,6657° dan 54,1350°. Namun berdasarkan pembacaan hasil analisa, terdapat fasa lain yang terdapat pada sampel tersebut, yaitu mineral Plustite dengan rumus kimia FeO sesuai dengan JCPDS nomor 6-0615^[11].



Gambar 2. Grafik hasil XRD bijih besi jenis Hematit

Perolehan Massa

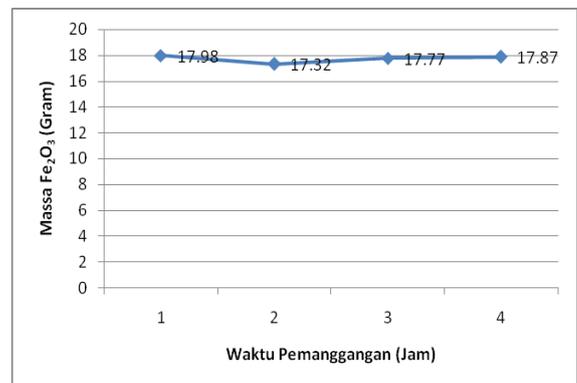
Pada Gambar 3, diketahui bahwa untuk perolehan massa, semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka semakin banyak unsur Fe yang terlarut dalam proses pelindian. Dengan perbandingan konsentrasi 1:1 perolehan massa hasil produk sebanyak 17,32 gram yang dihasilkan dari 25 gram sampel awal. Akan tetapi seiring dengan berkurangnya konsentrasi maka perolehan massa semakin berkurang, dengan perbandingan 1:3 menghasilkan perolehan massa 10,17 gram. Demikian pula untuk perbandingan konsentrasi 1:5, maka semakin sedikit pula unsur Fe yang terlarut dalam proses pelindian, sehingga massa akhir yang didapatkan juga lebih sedikit. Hal ini disebabkan karena dengan semakin tingginya konsentrasi HCl maka tumbukan antar ion-ion Cl semakin tinggi, sehingga akan semakin banyak material yang akan larut dan akhirnya jumlah massa setelah diendapkan kembali akan semakin banyak.



Gambar 3. Grafik perbandingan konsentrasi HCl terhadap massa Fe₂O₃ yang dihasilkan

Pada Gambar 4 terlihat bahwa perolehan massa mengalami penurunan selama selang waktu 1 sampai 2 jam, kemudian mengalami kenaikan massa pada interval waktu 3 menuju ke 4 jam. Pada umumnya penambahan waktu pemanggangan akan memperbesar kehilangan uap air yang ada dalam gel Fe(OH)₃. Waktu pemanggangan yang semakin lama akan semakin banyak material yang akan bereaksi dengan oksigen di *muffle furnace* sehingga membentuk α-Fe₂O₃ yang lebih banyak. Akan tetapi penambahan waktu pemanggangan tidak selamanya mempermudah proses penguraian hidroksida, dan menurunkan perolehan massa serbuk α-Fe₂O₃ yang dihasilkan. Pada perlakuan pemanggangan selama 3 dan 4 jam, perolehan massa lebih meningkat dari perlakuan selama 2 jam. Hal ini disebabkan karena saat dilakukan pemanggangan terjadi pembentukan padatan atau senyawa baru yang berasal dari oksigen (yang berada di *muffle furnace*) dengan unsur-unsur yang terdapat pada padatan. Unsur-unsur tersebut terikat oleh oksigen seiring dengan bertambahnya waktu pemanggangan. Hal tersebut menyebabkan bertambahnya massa serbuk α-Fe₂O₃ yang dihasilkan. Sedangkan saat dilakukan pemanggangan selama dua (2) jam belum sempat terjadi interaksi antara oksigen (yang terdapat pada *muffle furnace*) dengan unsur yang terdapat pada padatan. Sehingga yang terjadi hanya penguraian hidroksida saja, tanpa adanya proses oksidasi. Akan tetapi dari variasi

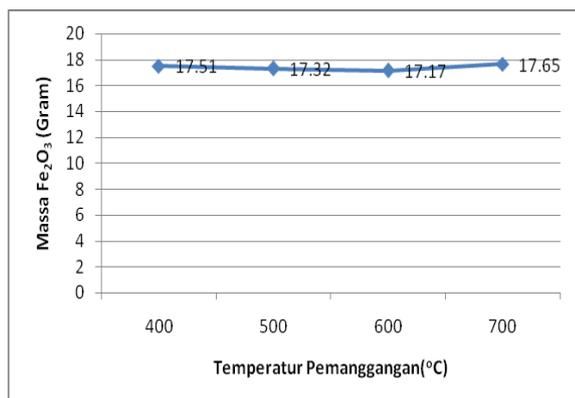
waktu ini perbedaan massa yang dihasilkan tidak terlalu signifikan dari mulai 1 sampai 4 jam waktu pemanggangan. Pada variasi waktu pemanggangan, massa yang paling banyak dihasilkan pada waktu kalsinasi selama 1 jam. Karena kondisi sampel pada pemanggangan selama satu (1) jam, dihasilkan produk dengan kondisi masih lembab dan kurang kering. Sehingga hasil serbuknya masih menggumpal. Hal ini disebabkan waktu pemanggangan yang terlalu cepat berakibat hidroksida yang terkandung belum mengurai secara sempurna. Pada kondisi waktu pemanggangan selama dua (2) jam, hidroksida sudah mengurai sempurna sehingga tidak terjadi gumpalan-gumpalan.



Gambar 4. Grafik perbandingan waktu pemanggangan dengan massa Fe₂O₃ yang dihasilkan

Pada Gambar 5 terlihat bahwa untuk perolehan massa, terjadi penurunan pada percobaan temperatur 400°C ke 600°C yang disebabkan telah terurainya kandungan air atau hidroksida dalam gel Fe(OH)₃. Semakin tinggi temperatur maka energi penguraian akan semakin besar sehingga proses penghambatannya semakin kecil pula. Namun pada saat pemanggangan dengan temperatur 700°C, terjadi kenaikan massa kembali sebanyak 0,48 gram. Hal tersebut menyebabkan hasil penguraian yang melalui lapisan Fe(OH)₃ yang terbentuk berlangsung lambat, karena gas mengisi pori-pori sampel tersebut. Akibatnya terjadi akumulasi pada sampel serta pori-pori yang naik lebih besar, bersamaan dengan meningkatnya tekanan

yang diberikan akibat temperatur pemanggangan yang terlalu tinggi. Dengan adanya hal tersebut membuat partikel padatan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ tidak reaktif secara maksimal sehingga massa serbuk Fe_2O_3 yang dihasilkan menjadi meningkat. Akan tetapi pada percobaan variabel temperatur ini tidak memberikan perbedaan pendapatan akhir massa yang signifikan karena sangat sedikit sekali perbedaan massa yang didapatnya.

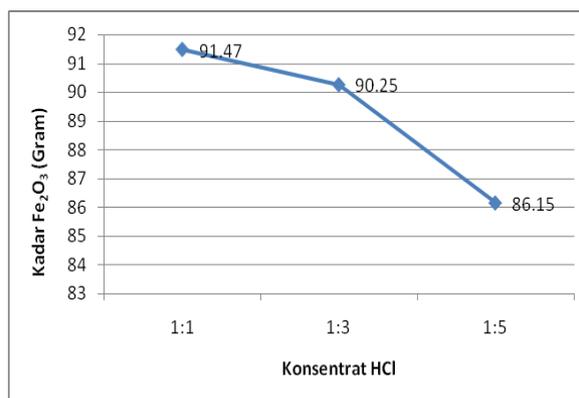


Gambar 5. Grafik perbandingan temperatur pemanggangan dengan massa Fe_2O_3 yang dihasilkan

Perolehan Kadar

Hasil dari percobaan dengan variasi konsentrasi HCl menunjukkan percobaan dengan konsentrasi HCl 1:5, tidak menghasilkan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang memenuhi syarat sebagai bahan baku baterai lithium. Karena syarat agar $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dapat dijadikan bahan baku baterai lithium kadar Fe_2O_3 harus di atas 90 %. Sedangkan untuk variabel konsentrasi HCl dengan perbandingan 1:1 dan 1:3, telah diperoleh produk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang memenuhi syarat untuk dijadikan sebagai bahan baku baterai lithium. Karena Fe_2O_3 yang dihasilkan kadarnya yang telah melebihi 90 %. Pada Gambar 6 ditunjukkan bahwa percobaan dengan konsentrasi HCl 1:1 menghasilkan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ kadar lebih tinggi dibandingkan percobaan lainnya. Tingginya kadar tersebut disebabkan karena semakin pekat larutan, unsur besi terlarut lebih banyak dan terikat dengan ion-ion Cl yang

membentuk ikatan FeCl_3 . Jika dibandingkan dengan konsentrasi 1:3 dan 1:5, pada konsentrasi 1:1 dihasilkan serbuk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ tingkat kemurnian lebih tinggi dan pengotor lebih sedikit. Jika dilihat dari massa yang dihasilkan, percobaan dengan perbandingan konsentrasi HCl 1:1 menghasilkan produk serbuk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ lebih banyak. Produk tersebut juga telah memenuhi standar untuk bahan baku baterai lithium, yaitu Fe_2O_3 berkadar 91,47 %.



Gambar 6. Grafik perbandingan konsentrasi HCl dengan % kadar Fe_2O_3

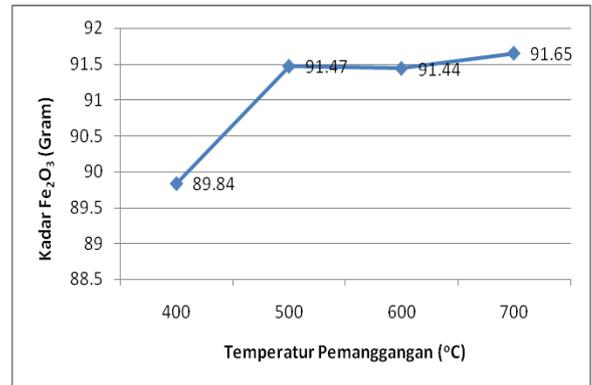
Pada percobaan dengan variasi waktu pemanggangan dengan semakin lama waktu pemanggangan, maka semakin tinggi pula kadar Fe_2O_3 yang dihasilkan. Seperti yang ditunjukkan Gambar 7 variabel perbedaan waktu pemanggangan akan memberikan kecenderungan terhadap peningkatan persen perolehan besi oksidanya. Hal ini karena gas-gas oksida yang dihasilkan akan semakin banyak, dan waktu kontak semakin lama, sehingga semakin lama waktu pemanggangan akan semakin meningkatkan kadar besi oksida yang terkandung. Peningkatan kadar yang paling tinggi terjadi pada proses pemanggangan selama 4 jam yaitu menghasilkan 94,02% kadar Fe_2O_3 . Namun percobaan dengan waktu pemanggangan selama 4 jam dengan kadar Fe_2O_3 tertinggi, tidak dapat dikatakan sebagai hasil yang optimum dan efisien. Karena waktu pemanggangan yang lama mempengaruhi biaya dan energi yang

dibutuhkan sehingga tidak efisien. Dikarenakan target produk Fe_2O_3 untuk bahan baku pembuatan katoda baterai lithium $> 90\%$, maka dengan pemanggangan selama 1 samapi 2 jam sudah menghasilkan kadar Fe_2O_3 di atas 90%.



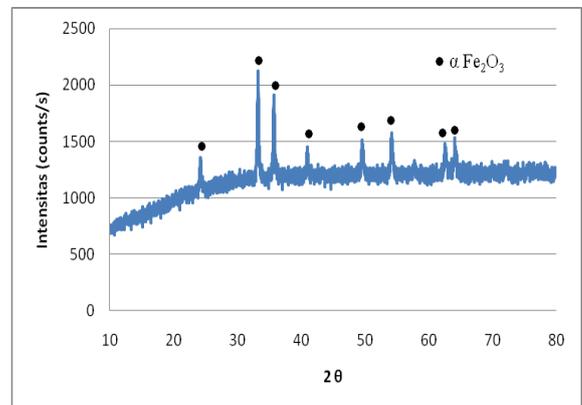
Gambar 7. Grafik perbandingan waktu pemanggangan dengan % kadar Fe_2O_3

Pada percobaan dengan variasi temperatur pemanggangan dapat dilihat pada Gambar 8, dimana semakin tinggi temperatur, maka semakin tinggi pula kadar yang dihasilkan. Hal ini disebabkan semakin tinggi temperatur proses akan semakin banyak gas yang dapat bereaksi dengan oksida-oksida logam Fe yang ada dalam bijih. Sehingga kadar Fe_2O_3 akan semakin meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur pemanggangan. Hal ini juga membuktikan bahwa garam klorida yang masih terkandung dalam sampel yang terbentuk pada proses pelindian dan pengendapan akan semakin habis dengan meningkatnya temperatur yang digunakan. Peningkatan signifikan terjadi pada kenaikan temperatur 400°C ke temperatur 500°C yaitu dari $89,84\%$ menjadi $91,47\%$ kadar Fe_2O_3 . Akan tetapi peningkatan pada temperatur 500°C ke temperatur 700°C tidak terlalu signifikan. Sehingga untuk percobaan dengan temperatur 600 dan 700°C kurang efisien dan membutuhkan energi yang besar. Dengan demikian hasil percobaan pada temperatur 500°C dianggap paling efisien dan sudah memenuhi standar bahan baku sebagai katoda baterai lithium.



Gambar 8. Grafik perbandingan temperatur pemanggangan dengan % kadar Fe_2O_3

Analisis XRD Dari Hasil Proses



Gambar 9. Pola difraksi hasil analisis XRD terhadap serbuk hasil proses

Dari salah satu serbuk hasil percobaan yang dianggap paling optimum yaitu percobaan yang menggunakan konsentrasi HCl 1:1 dengan waktu pemanggangan selama 2 jam pada temperatur 500°C dilakukan karakterisasi produk dengan menggunakan XRD. Hasil yang didapat dari analisis XRD pada hasil yang optimum dapat dilihat pada Gambar 9. Pada Gambar 9 memperlihatkan puncak-puncak tertinggi $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pada sudut 2θ yaitu $24,26^\circ$; $33,28^\circ$; $35,74^\circ$; $40,96^\circ$; $49,6^\circ$; $54,22^\circ$; $62,7^\circ$; dan $64,12^\circ$. Apabila dibandingkan dengan hasil XRD sampel awal bijih besi pada Gambar 1, memperlihatkan bahwa produk hasil percobaan menunjukkan peningkatan intensitas yang lebih tinggi dan lebih tajam. Hampir semua struktur puncak difraksi sesuai dengan kartu JCPDS No.

33-0664 yang menunjukkan struktur kristal α -Fe₂O₃^[11]. Bentuk grafik memperlihatkan puncak yang tajam dan intensitas besar, mengindikasikan bahwa derajat kristalinitasnya cukup tinggi^[11].

KESIMPULAN

1. Proses pengolahan bijih besi hematit menjadi α -Fe₂O₃ pada variasi konsentrasi HCl menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi HCl yang digunakan, semakin banyak pula massa Fe₂O₃ yang dihasilkan. Untuk mendapatkan kadar Fe₂O₃ yang memenuhi standar untuk bahan baku baterai lithium, diperlukan penggunaan konsentrasi HCl minimum 1:3.
2. Pada variasi waktu pemanggangan menunjukkan bahwa waktu pemanggangan tidak berpengaruh signifikan terhadap massa Fe₂O₃ yang dihasilkan. Sedangkan untuk kadar Fe₂O₃ menunjukkan bahwa semakin lama waktu pemanggangan, kadar α -Fe₂O₃ yang dihasilkan semakin tinggi.
3. Pada variasi temperatur pemanggangan menunjukkan bahwa temperatur pemanggangan tidak berpengaruh secara signifikan terhadap massa α -Fe₂O₃ yang dihasilkan. Namun variasi temperatur menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur yang digunakan maka semakin tinggi pula kadar Fe₂O₃ yang dihasilkan.
4. Diperoleh α -Fe₂O₃ yang terbaik dan paling optimum, apabila menggunakan konsentrasi HCl 1:1 dengan waktu pemanggangan selama 2 jam pada temperatur 500°C.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Wang, Hua., Ping Hu, De'an Pan, Jianjun Tian, Shengen Zhang, Alex A. Volinsky. 2010., Carbothermal reduction method for Fe₃O₄ powder synthesis". *Journal of Alloys and Compounds*, vol 502, pp. 338–340.
- [2] Darezereshki, Esmaeel., Fereshteh Bakhtiari, Mostafa Alizadeh, Ali

Behradvakylabad, Mohammad Ranjbar. 2012., Direct thermal decomposition synthesis and characterization of hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles". *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol 15, pp. 91–97.

- [3] E, Sanwani. 2010., Pengolahan Bahan Galian". *Hand Out Kuliah PBG Rekayasa Pertambangan ITB*, Bandung.
- [4] Morel, Mauricio., Francisco Edgar Martínez, Mosquera. 2013., Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles from mineral magnetite". *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol 343, pp. 76–81.
- [5] Khalil, Nagy M., Elhadi E. Saad and M. M. S. Wahsh. 2012., Extraction of Nanosized α -Fe₂O₃ Particles from Hematite Ore". *3rd International Conference on Chemistry and Chemical Engineering IPCBEE*, vol. 38 IACSIT Press, Singapore.
- [6] Liu, Hao., Guoxiu Wang, Jinsoo Park, Jiazhao Wang, Huakun Liu, Chao Zhang. 2009., Electrochemical performance of α -Fe₂O₃ nanorods as anode material for lithium-ion cells". *Electrochimica Acta*, vol 54, pp. 1733–1736, Elsevier.
- [7] Wang, F., X.F. Qin, Y.F. Meng, Z.L. Guo, L.X. Yang, Y.F. Ming. 2013., Hydrothermal synthesis and characterization of α -Fe₂O₃ nanoparticles". *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol 16, pp. 802–806 Elsevier.
- [8] Wu, Yuanting., Xiufeng Wang. 2011., Preparation and characterization of single-phase α -Fe₂O₃ nano-powders by Pechini sol-gel method". *Materials Letters*, vol 65, pp. 2062–2065, Elsevier.
- [9] Prasetyo, P dkk. 2013., Laporan Kemajuan Tahap I Program Intensif Sinas Kemenristek Peningkatan Kadar Hematite (Fe₂O₃) dari Bijih

Besi Primer Kalimantan Selatan”.
Pusat Penelitian Metalurgi Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Serpong.

- [10] Prita P. Sarangi, Bhanudas Naik, N.N.2009., Ghosh, Low temperature synthesis of single-phase α -Fe₂O₃ nano-powders by using simple but novel chemical methods”. *Powder Technology*, vol 192, pp. 245–249 Elsevier.
- [11] The Joint Committee on Powder Diffraction Standards.” *Powder Diffraction File. Inorganic Series*. 1601 Park Lane, Swarthmore, Pennsylvania 19081, USA.

