



## Efek Penambahan $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$ Terhadap Sifat Fisis dan Mekanik $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

Eko Arief Setiadi<sup>1,a)</sup>, Wini Rahmawati<sup>2,b)</sup>, Pulung Karo Karo<sup>2</sup>,  
Muhammad Yunus<sup>1</sup>, dan Perdamean Sebayang<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Kawasan Puspiptek Gd 440-442, Serpong, Tangerang Selatan, Banten

<sup>2</sup>Jurusan Fisika Universitas Negeri Lampung, Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro, Bandar Lampung, Lampung

E-mail: <sup>a)</sup>eko.arief.setiadi@lipi.go.id, <sup>b)</sup>akhmadmuiz@gmail.com

Masuk : 23 Februari 2017    Direvisi : 1 Maret 2017    Disetujui : 10 April 2017

**Abstrak:** Preparasi dan karakterisasi pellet  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dengan penambahan 0, 2, 5 dan 10 %wt.  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  berbasis pada material alam telah berhasil dilakukan. Proses pencampuran serbuk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  dilakukan dengan menggunakan HEM. Kemudian campuran serbuk dikasinasi pada suhu 1000 °C, dikompaksi pada 69 Pa hingga menjadi pellet dan disinter pada suhu 1000 °C. Karakterisasi XRD menunjukkan adanya fasa dominan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dan fasa baru  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Densitas dan kekerasan sampel meningkat secara linier seiring dengan kenaikan komposisi  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  yang ditambahkan. Sampel optimum diperoleh pada sampel  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/10$  %wt.  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  dengan nilai *bulk density* dan kekerasan masing-masing 4,98 g/cm<sup>3</sup> and 994,94 HV. Sampel ini termasuk dalam klasifikasi hard magnet dengan nilai magnetisasi saturasi, remanen dan koersivitas masing-masing sebesar 24,0 emu/g, 10,3 emu/g dan 571,8 Oe.

**Kata kunci:**  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$ , densitas, kekerasan, sifat magnetik

**Abstract:** Preparation and characterization of  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  pellet with the addition of 0, 2, 5 and 10 %wt.  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  based on natural materials have been successfully carried out. The process of mixing powder of  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  was performed using HEM. Then, the mix powders were calcined at temperature of 1000 °C. After that, the powders were compacted at 69 Pa into pellet and sintered at temperature of 1000°C. Characterization of XRD shows that the samples have major phase of  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and new phases of  $\text{MnO}_2$  and  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . The density and hardness samples increase linearly with increasing of  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  composition. The optimum sample with  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/10$  %wt.  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  has bulk density and hardness value of 4.98 g/cm<sup>3</sup> and 994.94 HV respectively. This sample is classified as semi-hard magnet with magnetization saturation, remanence and coercivity value of 24.0 emu/g, 10.3 emu/g dan 571.8 Oe respectively.

**Keywords:**  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$ , density, hardness, magnetic properties

### PENDAHULUAN

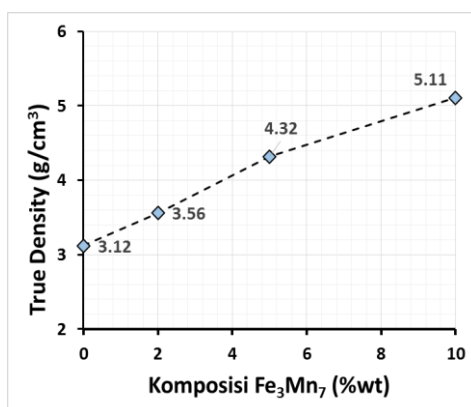
Material hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) merupakan oksida yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi. Beberapa aplikasi diantaranya seperti pada sensor gas, agen katalis, baterai lithium ion [1], *photoelectrochemical* [2], perangkat biomedis, pigmen, [3] dan lainnya. Beberapa metode digunakan untuk preparasi  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  diantaranya metode sol gel, *force hydrolysis*, mikroemulsi, presipitasi, *direct oxidation*, thermal decomposisi, sonokimia, hidrotermal, solvotermal, elektrokimia dan sebagainya [4]. Dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan dan karakterisasi pellet  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dengan penambahan *Iron Manganese* ( $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$ ) dengan metode metalurgi serbuk yang dilanjutkan dengan kalsinasi, kompaksi dan sintering. Metode ini dipilih karena mudah dan dapat dilakukan untuk skala besar. Dalam penelitian ini juga akan dilakukan analisa pengaruh penambahan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  pada sifat fisis yang meliputi struktur fasa, densitas dan sifat magnetiknya, serta analisa sifat mekanik yaitu kekerasan sampel. Dengan penambahan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  ini diharapkan akan dapat meningkatkan densitas, kekerasan dan sifat magnetiknya.

## METODOLOGI

Bahan dasar  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  yang dipakai dalam penelitian ini berbentuk bongkahan dari alam yang dihaluskan menjadi serbuk sampai lolos ayakan 200 mesh. Proses selanjutnya yaitu proses *mixing* bahan utama  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  teknis dan penambahan aditif  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  dengan cara dimilling menggunakan *High Energi Milling (HEM) shaker mill* PPF selama 1 jam. Penambahan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  divariasi untuk empat sampel berbeda dengan variabel komposisi  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  sebanyak 0, 2, 5, dan 10 % wt. yang nantinya masing-masing akan disebut sebagai sampe FM0, FM2, FM5 dan FM10. Hasil *mixing* tersebut dikarakterisasi true density dengan menggunakan piknometer. Selanjutnya keempat sampel tersebut dikalsinasi pada temperatur 1000°C. Hasil kalsinasi tersebut dikompaksi dengan tekanan sebesar 69 Pa. Dari hasil kompaksi diperoleh sampel berupa pellet. Pellet tersebut disintering pada temperatur 1000°C dengan lama penahanan 1 jam. Pellet kemudian diukur *bulk density* dengan menggunakan prinsip Archimedes. Selain itu sampel juga dikarakterisasi menggunakan *X-ray diffraction (XRD - Rigaku SmartLab* dengan panjang gelombang Cuka 1,5406), *Microhardness Tester (MHT – Leco 100AT)* dan *Vibrating Sampel Magnetometer (VSM – Electromagnetic VSM 250)*.

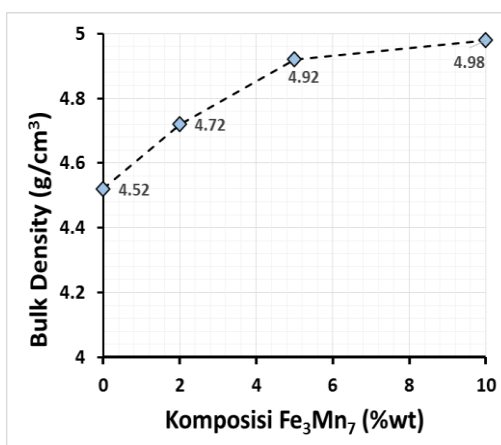
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengukuran *true density* dari serbuk hasil milling ditunjukkan oleh Gambar 1. Pada Gambar 1 menunjukkan adanya hubungan yang linier antara penambahan komposisi  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  terhadap nilai *true density*. Semakin banyak  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  yang ditambahkan terhadap serbuk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  maka nilai *true density* akan semakin besar. Hal ini dikarenakan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  standart memiliki *true density* lebih tinggi dibandingkan *true density* serbuk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ .  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  standart memiliki densitas sebesar 7,431  $\text{g/cm}^3$  sedangkan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  standar memiliki densitas sebesar 5.258  $\text{g/cm}^3$  [5]. Pada sampel tanpa penambahan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  diperoleh *true density* sebesar 3,12  $\text{g/cm}^3$  dan pada penambahan 10 % wt.  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  *true density* meningkat menjadi 5,11  $\text{g/cm}^3$ . Serbuk terbaik diperoleh pada sampel dengan 10 % wt.  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  dengan densitas tertinggi yaitu 5.11  $\text{g/cm}^3$ .



Gambar 1. Hubungan true density terhadap komposisi  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$ .

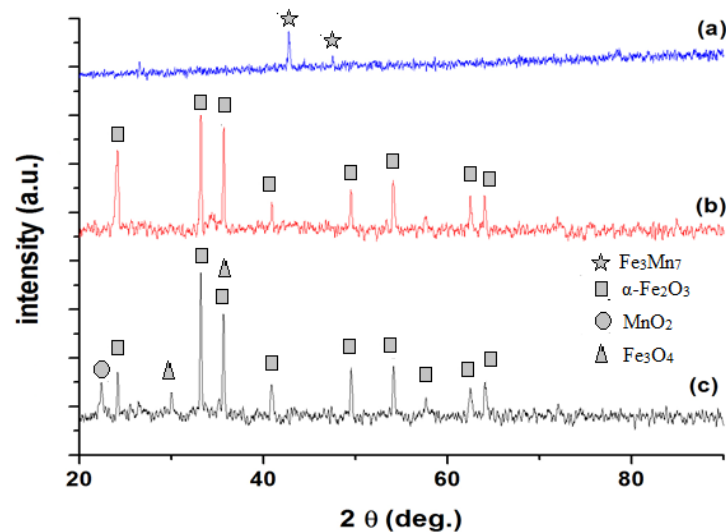
Pada Gambar 2 merupakan hasil pengukuran *bulk density* sampel setelah dikompaksi dalam bentuk pellet dan kemudian disinter pada suhu 1000 °C.



Gambar 2. Hubungan *bulk density* terhadap komposisi  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$ .

Pada Gambar 2 menunjukkan nilai *bulk density* yang diperoleh dari penambahan 0, 2, 5 dan 10 % wt.  $Fe_3Mn_7$  berkisar 4,52-4,98  $g/cm^3$  terjadi pola yang sama antara *bulk density* dengan nilai *true density* sampel. Semakin tinggi komposisi  $Fe_3Mn_7$  yang ditambahkan maka nilai *bulk density* juga semakin naik. Besarnya *bulk density* sangat dipengaruhi oleh suhu sintering dan komposisi. Pada proses sintering terjadi densifikasi sehingga sampel akan semakin padat dengan rongga akan semakin berkurang [6]. Seperti pada nilai *true density*, bahwa nilai densitas  $Fe_3Mn_7$  lebih tinggi dibanding  $\alpha-Fe_2O_3$  sehingga kerapatan sampel meningkat dengan makin banyaknya  $Fe_3Mn_7$  yang ditambahkan.

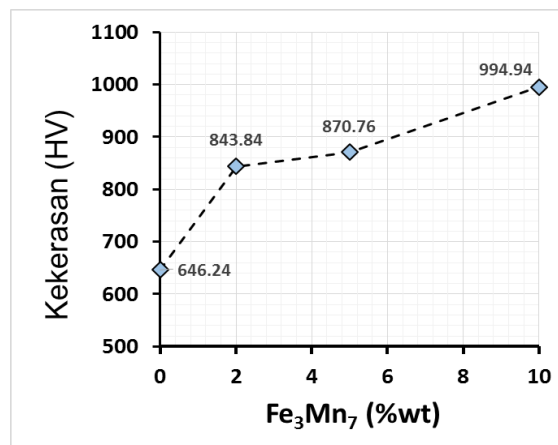
Hasil analisa fasa sampel dengan menggunakan XRD ditunjukkan oleh Gambar 3. Pada pola difraksi (a) merupakan bahan dasar  $Fe_3Mn_7$ , (b) merupakan bahan dasar  $\alpha-Fe_2O_3$ , sedangkan (c) pola difraksi sampel Fm10 yang telah melalui proses kalsinasi 1000 °C, dicetak dalam bentuk pellet pada tekanan 69 Pa dan disinter pada 1000 °C. Sampel Fm10 dipilih karena sampel ini memiliki densitas yang paling baik dari sampel lainnya.



Gambar 3. Pola difraksi (a)  $Fe_3Mn_7$ , (b)  $\alpha-Fe_2O_3$ , dan (c) sampel  $\alpha-Fe_2O_3$  dengan 10% wt.  $Fe_3Mn_7$ .

Pada Gambar 3 (a) hasil analisa XRD menunjukkan adanya fasa dominan  $Fe_3Mn_7$  dengan struktur kubik dan parameter kisi  $a = b = c = 3,668 \text{ \AA}$ . Sedangkan pada pola (b) menunjukkan pola puncak-puncak difraksi dari fasa dominan rhombohedral  $\alpha-Fe_2O_3$  dengan parameter kisi  $a = b = 5,032 \text{ \AA}$  dan  $c = 13,733 \text{ \AA}$ . Sedangkan pada pola difraksi (c) merupakan pola difraksi dari pellet FM10. Dari pola difraksi menunjukkan adanya tiga fasa, dimana fasa dominan adalah fasa  $\alpha-Fe_2O_3$  dan adanya dua fasa baru  $MnO_2$  dan fasa  $Fe_3O_4$ . Dua fasa baru ini muncul akibat adanya penambahan  $Fe_3Mn_7$  yang ditambahkan dan telah mengalami perubahan fasa akibat perlakuan termal. Fasa  $MnO_2$  merupakan oksida mangan dengan struktur oktahedral dengan parameter kisi  $a = 9,322 \text{ \AA}$ ,  $b = 4,453 \text{ \AA}$  dan  $c = 2,848 \text{ \AA}$ , sedangkan  $Fe_3O_4$  merupakan fasa dengan struktur kubik dengan parameter kisi  $a = b = c = 8,39 \text{ \AA}$  [9].

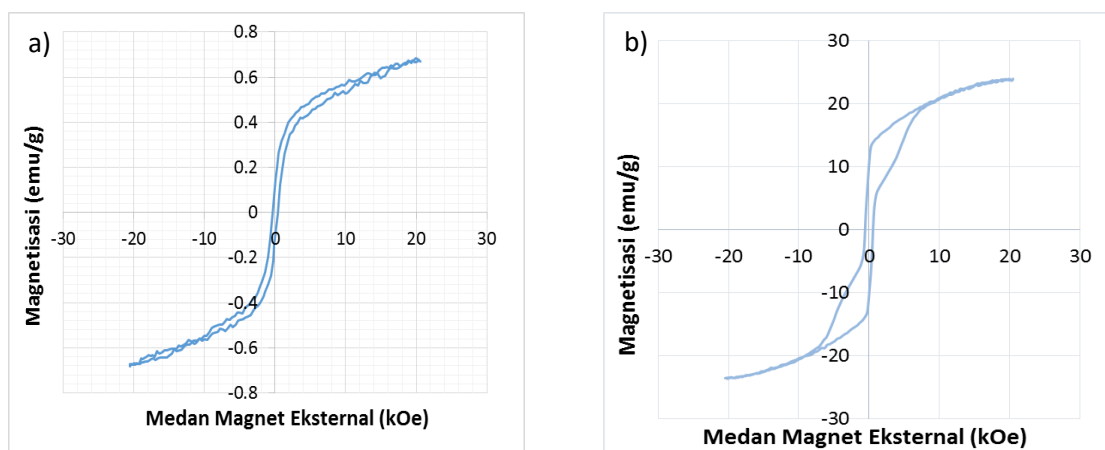
Pengujian kekerasan sampel dengan metode Vickers pada load 300 gF dan waktu penahanan 13 detik. Hasil pengujian kekerasan ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hubungan kekerasan dengan komposisi  $Fe_3Mn_7$

Pada Gambar 4 menunjukkan bahwa semakin banyaknya komposisi  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  yang ditambahkan maka nilai kekerasannya juga semakin meningkat. Hal ini berkaitan dengan nilai *bulk density* sampel. Untuk material sejenis semakin tinggi *bulk density* sampel maka nilai kekerasannya akan semakin besar [7]. Semakin tinggi penambahan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  maka nilai densitas semakin besar, kerapatan partikel pada pellet semakin meningkat, sehingga nilai kekerasan semakin tinggi.

Hasil pengujian sifat magnet menggunakan Vibrating Sample Magnetometer (VSM), seperti diperlihatkan pada Gambar 5 dan Tabel 1. Kurva histeresis Gambar 5 (a) merupakan kurva dari bahan dasar serbuk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  tanpa penambahan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  dan belum melalui proses kalsinasi, kompaksi dan sintering sedangkan kurva (b) merupakan kurva sampel pellet FM10 yang merupakan sampel dengan nilai *bulk density* dan kekerasan paling tinggi. Dari kurva histeresis dapat dilihat nilai magnetisasi saturasi ( $\sigma_s$ ), magnetisasi remanensi ( $\sigma_r$ ) dan medan koersivitas ( $jH_c$ ) sebagai akibat perubahan medan magnet luar.



Gambar 4. Kurva histeresis (a) bahan baku  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dan (b) sampel  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/10\% \text{ wt. Fe}_3\text{Mn}_7$ .

Tabel 1. Hasil uji VSM sampel setelah heat treatment pada suhu  $1000^\circ\text{C}$ .

Sampel	Komposisi $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$ (% wt)	Magnetisasi Saturasi (emu/g)	Magnetisasi Remanen (emu/g)	Koersivitas (Oe)
Bahan dasar $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	-	0,7	0,1	372,2
FM10	10	24,0	10,3	571,8

Berdasarkan Gambar 5 dan Tabel 1 dapat dilihat bahwa bahan dasar  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  merupakan bahan dengan nilai magnetisasi saturasi, magnetisasi remanensi, dan medan koersivitas masing-masing yaitu 0,7 emu/g, 0,1 emu/g, dan 372,2 Oe. Hematite adalah antiferomagnetik dibawah suhu Néel  $T_N = 955 \text{ K}$ . Pada suhu Morin,  $T_M = 260 \text{ K}$ , terjadi transisi fase magnetik dimana sumbu antiferomagnetik mengalami pergeseran [8], sehingga bahan ini akan memiliki respon yang sangat kecil pada medan magnet. Sedangkan pada sampel FM10 diperoleh nilai magnetisasi saturasi, magnetisasi remanensi, dan medan koersivitas masing-masing yaitu 24,0 emu/g, 10,3 emu/g, dan 571,7 Oe. Nilai ini sangat jauh lebih besar dibanding nilai bahan dasar  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Hal ini terjadi karena adanya penambahan  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  menyebabkan adanya dua fasa baru  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  seperti yang terlihat dari analisa XRD. Meski fasa dominan pada sampel pellet FM10 adalah  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  yang bersifat antiferomagnetik, namun kemunculan  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ternyata merubah sifat magnet cukup signifikan.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang merupakan oksida besi yang tergolong feromagnetik [9]. Sifat magnetik suatu material dipengaruhi beberapa faktor seperti derajat kristalinitas, ukuran partikel, dan adanya pengaruh fasa sekunder [10]. Berdasarkan kurva hysteresis, sampel pellet FM10 merupakan sampel yang bersifat feromagnetik dan termasuk dalam klasifikasi *semi-hard magnet*. Bahan *semi-hard magnet* memiliki koersivitas di antara 10-400 kA/m atau 125-5026 Oe yang sering digunakan sebagai media *recording* [11].

## KESIMPULAN

Telah berhasil dibuat pellet dari bahan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan penambahan 0, 2, 5 dan 10 %wt.  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  dengan metode metalurgi serbuk, kalsinasi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$ , kompaksi 69 Pa dan sintering  $1000^\circ\text{C}$ . Hasil analisa menunjukkan sampel pellet dengan penamabahan 10 %wt.  $\text{Fe}_3\text{Mn}_7$  memiliki fasa dominan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dan

dua fasa baru MnO<sub>2</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hasil pengukuran *true density*, *bulk density*, dan kekerasan menunjukkan semakin tinggi komposisi Fe<sub>3</sub>Mn<sub>7</sub> yang ditambahkan pada sampel. Dalam penelitian ini, nilai sampel optimum diperoleh pada sampel α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan penambahan 10 %wt. Fe<sub>3</sub>Mn<sub>7</sub> dengan nilai *bulk density* sebesar 4,52 g/cm<sup>3</sup> dan kekerasan sebesar 994,94 HV. Sampel ini tergolong sebagai sampel *semi-hard* magnet dengan nilai magnetisasi saturasi, remanen, dan koersivitas sebesar 24,0 emu/g, 10,3 emu/g, dan 571,8 Oe.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. X. Zhang, Y. Niu, Y. Li, X. Hou, Y. Wang, R. Bai, dan J. Zao, "Synthesis, optical, and magnetic properties of α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles with various shapes," *Materials Letters*, vol. 99, hal. 111-114, 2013.
- [2]. M. Chirita dan T. Grozescu, "Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-nanoparticles, physical properties and their photochemical and photoelectrochemical application," *Chem. Bull. Politehnica univ Timisoara*, vol. 54, no. 68, hal. 1-8, 2009.
- [3]. I. A. Kadir dan A.B. Aliyu, "Some wet routes for synthesis of hematit nanostructures," *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, vol. 7, no.3, hal. 114-121, 2013.
- [4]. S. Bagheri, K.G. Candrappa, dan S. B. A. Hamid, "Generation of hematite nanoparticles via sol gel method," *Research Journal Chemical Sciences*, vol. 3, no. 7, hal. 62-68, 2013.
- [5]. H. Jacobsen, Magnetic properties of nano-scale hematite: theory, experiments and simulations, Thesis, Copenhagen: University of Copenhagen, Denmark, 2014.
- [6]. G. Dutta dan D. Bose, "Effect of sintering temperature on density, porosity and hardness of a powder metallurgy component," *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*, vol. 2, hal. 121-123, 2012.
- [7]. A. K. Biruu, K. Shiva, dan S. G. S David, "Study on density and hardness of reinforced zinc oxide," *Proceedings 2 Materials Today*, hal. 4402- 4406, 2015.
- [8]. Z. D. Pozun dan G. Henkelman, "Hybrid density functional theory band structure engineering in hematite," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 134, hal. 224706, 2011.
- [9]. E. A. Setiadi, P. Sebayang, M. Ginting, A. Y. Sari, C. Kurniawan, C. S. Saragih, dan P. Simamora, "The synthesization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles based on natural iron sand by co-precipitation method for the used of the adsorption of Cu and Pb ions," *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 776, 012020, 2016.
- [10]. E. A. Setiadi, C. Kurniawan, P. Sebayang, dan M. Ginting, "Microstructures, physical and magntic properties of BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> permanent magnets with the addition of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MnO", *Journal of Physics: Conf. Series*, Vol. 817, 012054, 2017.
- [11]. J. M. D. Coey, *Magnetism and Magnetic Materials*, New York: Cambridge University Press, 2010.