



## EFEK DISTRIBUSI PARTIKEL DAN PERLAKUAN PANAS PADA PENGOLAHAN BESI OKSIDA DARI LIMBAH INDUSTRI BAJA

Candra Kurniawan<sup>1,a</sup>, A. Bahtiar<sup>2</sup>, A. Maulana S. Sebayang<sup>3</sup>, Perdamean Sebayang<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Fisika – LIPI

Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan, Banten, INDONESIA

<sup>a</sup>cand002@lipi.go.id

<sup>2</sup>Program Studi Teknik Mesin, Fak. Teknik, Univ. Sultan Ageng Tirtayasa

Jl. Raya Jakarta KM. 4, Pakupatan, Serang, Banten, INDONESIA

<sup>3</sup>Program Studi Teknik Mesin, Fak. Teknik, Univ. Pamulang

Jl. Surya Kencana, No. 1, Pamulang, Tangerang Selatan, Banten, INDONESIA

**Abstrak** - Dalam penelitian ini telah dipejari efek distribusi partikel dan perlakuan panas pada serbuk besi-oksida dari limbah industri baja. Sebagai bahan baku dalam eksperimen digunakan limbah Mill Scale dan nickel pig iron (NPI). Bahan baku disaring dengan variasi nomor penyaring standar #50, #100, dan #200 mesh. Serbuk hasil penyaringan tersebut dipanaskan di dalam furnace dengan variasi suhu 900 dan 1000 °C selama 1 jam kemudian dicetak dengan tekanan sebesar 40 kgf/cm<sup>2</sup>. Dari analisis XRF ditunjukkan bahwa komposisi dasar dari limbah Mill Scale dan limbah NPI terdiri atas unsur besi masing-masing sebanyak 98 dan 52 wt%. Efek distribusi partikel menunjukkan bahwa semakin kecil partikel yang digunakan maka densitas serbuk menjadi semakin besar. Densitas padatan Mill Scale sebanding terhadap ukuran partikel sedangkan densitas padatan limbah NPI berbanding terbalik terhadap ukuran partikelnya. Efek perubahan struktur kristal pada bahan baku akibat efek pemanasan berpengaruh terhadap perubahan sifat magnetik bahan. Semakin banyak komposisi magnetik FeO dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> maka semakin tinggi kemagnetannya. Sedangkan semakin tinggi komposisi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan SiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> maka sifat magnetik bahan menjadi semakin kecil. Pemahaman mengenai pemanfaatan pengolahan limbah besi oksida dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku material magnetik berbasis oksida (Ferrite).

**Kata kunci:** Mill Scale, Nickel Pig Iron, Limbah Industri, mikrostruktur, histeresis magnetik

**Abstract** - The effect of particle size and heat treatment on the iron oxide powder from industrial waste have been studied in this research. Hot rolling Mill Scale and nickel pig iron (NPI) waste were used in the experiment. The raw materials were screened using standard test sieve No. #50, #100, and #200 mesh. The filtered powder was heat treated using high temperature furnace in different temperature of 900 and 1000 °C for 1 hour then compacted under the pressure of 40 kgf/cm<sup>2</sup>. The XRF analysis shows that the Mill Scale and NPI were consisted of Iron element of 98 and 52 wt%, respectively. The particle size distribution effect shows that the true density was increased as the particle size decreased. The bulk density of Mill Scale was increased as the particle size increases. In contrary, the bulk density of NPI was decreased as the particle size increases. The microstructure effect of raw material as the effect of heat treatment was affected to the changing of magnetic properties. The magnetization was increased as the FeO and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> phases increase. On the other hand, the magnetization was reduced as the increasing of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and SiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> phases. The understanding of the iron waste manufacturing is a basic step to be applied as the oxide based magnetic material (ferrite).

**Keywords :** Mill Scale, Nickel Pig Iron, Industrial Waste, microstructure, magnetic hysteresis

### I. PENDAHULUAN

Perbaikan manajemen pengolahan limbah dari pabrik besi baja merupakan isu yang sangat penting karena adanya pengetatan regulasi limbah yang terjadi di seluruh dunia. Di sisi yang lain, pengolahan limbah baja dapat mengurangi sampah metal yang berbahaya bagi lingkungan serta meningkatkan efisiensi dari penggunaan bahan besi dan turunannya [1].

Limbah baja (*Mill Scale*) merupakan sisa pembuatan baja dari proses *hot rolling* dan *cold rolling*. Limbah *Mill Scale* masuk dalam kategori limbah bahan berbahaya dan beracun (B3). Tahun 2010 produksi limbah baja di Indonesia sekitar 800 ribu ton per tahun, jika dibandingkan dengan Jepang yang mencapai 20 juta ton. Setiap ton produksi baja menghasilkan 20 % limbah baja [2].



Kandungan senyawa yang ada di dalam *Mill Scale* berupa material besi oksida dalam bentuk (magnetit, hematit dan wustit) [3]. Dalam aplikasinya, limbah *Mill Scale* dapat dimanfaatkan antara lain sebagai bahan baku pembuatan magnet permanen barium heksaferit, dibuat nano- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  untuk material biomedis, dan material material penyaring logam berat [3–6]. Dengan demikian upaya alternatif pengolahan limbah *Mill Scale* sangat diperlukan untuk meningkatkan nilai ekonomi bahan tersebut mengingat jumlah limbah *Mill Scale* sangat besar dan masih diekspor dalam bentuk bahan mentah.

Di sisi yang lain, produksi *nickel pig iron* (NPI) dengan kandungan nikel antara 1% dan 10% digunakan sebagai bahan baku untuk mengembangkan baja seri-200. Bahan baku yang digunakan dapat menggunakan bijih nikel laterit kadar rendah ( $\text{Ni} < 1,6\%$ ). Saat ini, NPI diperoleh melalui dua proses yaitu menggunakan mini *blast furnace* dan menggunakan tanur listrik [7,8]. Namun demikian, slag atau limbah padatan dari produksi NPI belum termanfaatkan dengan baik, padahal dengan kandungan silica yang cukup tinggi dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan semen.

Pada penelitian ini, telah dipelajari efek distribusi partikel dan perlakuan panas pada proses pengolahan limbah industri baja dari bahan limbah *Mill Scale* dan limbah *nickel pig iron* (NPI). Efek variasi ukuran partikel pada proses pengolahan dianalisis menggunakan pengukuran densitas padatan dan serbuk, analisis XRF, XRD, dan VSM.

## II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini berupa *Mill Scale* dan limbah *Nickel Pig Iron* didapatkan dari perusahaan pengolah baja di Cilegon, Banten dalam bentuk serbuk kasar. Semua bahan baku pertama-tama digerus menggunakan *rotary ball milling* dengan perbandingan serbuk dan bola sebesar 1:5 sehingga dapat melewati penyaring dengan ukuran mesh standar #50 - #200. Bahan serbuk yang telah disaring memiliki distribusi partikel tertentu sehingga didapatkan ukuran partikel dengan variasi dari 75 – 300  $\mu\text{m}$ .

Bahan yang telah dihomogenisasi tersebut kemudian dipanaskan menggunakan *high temperature furnace* pada suhu 900 °C selama 2 jam. Setelah pemanasan tersebut, serbuk dicampur dengan polivinil butiral (PVB) sebanyak 3 wt.% kemudian dicetak menggunakan metode pencetakan hidrolik uniaksial pada tekanan sebesar 40  $\text{kgf/cm}^2$  dan disinter pada suhu 1250 °C selama 1 jam.

Analisis yang dilakukan pada penelitian ini meliputi pengukuran densitas serbuk dan padatan menggunakan metode picnometri dan Archimedes, analisis unsur kimia bahan menggunakan Fluoresensi sinar X (XRF), analisis mikrostruktur menggunakan Difraksi sinar X (XRD), dan analisis sifat magnetic menggunakan Vibrating Sample Magnetometer (VSM).

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Bahan baku dari *Mill Scale* dan limbah NPI dianalisis kandungan kimianya menggunakan alat Fluoresensi sinar X (XRF) dan hasilnya ditunjukkan pada Tabel 1. Dari tabel tersebut diketahui bahwa material *Mill Scale* terdiri atas 98,7 % besi dengan pengotor lainnya sebanyak 1,3 %. Sedangkan material limbah NPI memiliki kandungan besi, silicon, magnesium, nikel dan aluminium berturut-turut sebanyak 52%, 25,1%, 10%, 7,8%, dan 2,3%, dengan pengotor lainnya sebanyak 2,8%.

Berdasarkan data tersebut terlihat bahwa material *Mill Scale* memiliki kadar besi yang jauh lebih banyak dibandingkan dengan limbah NPI. Dengan demikian dibutuhkan proses pengolahan lanjutan seperti perlakuan panas untuk menghasilkan kadar besi yang lebih tinggi pada limbah NPI pada pengolahan serbuk besi oksida.

Setelah dianalisis kandungan unsur penyusunnya, bahan baku kemudian disaring menggunakan penyaring standar. Penyaringan serbuk dengan variasi ukuran bukaan membagi ukuran partikel menjadi beberapa tingkatan, #50 mesh, #100 mesh, dan #200 mesh untuk ukuran partikel ( $d$ ) berturut-turut 150 – 300  $\mu\text{m}$ , 75 – 150  $\mu\text{m}$ , dan  $< 75 \mu\text{m}$ .



Tabel 1. Analisis XRF bahan baku *Mill Scale* dan limbah NPI.

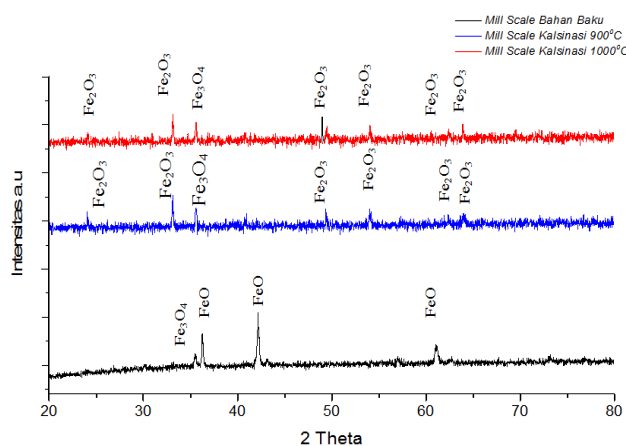
No	Unsur	Mill Scale	Unsur	Limbah NPI
		Komposisi (%)		Komposisi (%)
1	Fe	98,7	Fe	52,0
2	Lainnya	1,3	Si	25,1
3			Mg	10,0
4			Ni	7,8
5			Al	2,3
6			Lainnya	2,8
<b>Total</b>		<b>100</b>		<b>100</b>

Proses perlakuan panas dengan variasi suhu dilakukan pada kedua bahan baku tersebut dengan suhu masing 900 dan 1000 °C yang ditahan selama 2 jam. Hasil pemanasan dan bahan baku awal kemudian dianalisis komposisi kristalnya menggunakan difraksi sinar X pada sudut ( $2\theta$ ) 20 - 80° dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 1 dan 2. Analisis komposisi kristal dilakukan menggunakan software Match! dari Crystal Impact dengan database struktur dari COD rev17273. Komposisi kristal awal dari bahan *Mill Scale* seperti ditunjukkan pada Gambar 1 terdiri atas dua buah fasa, yaitu FeO dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan komposisi berturut-turut sebesar 68 dan 32 %. Proses pemanasan pada material *Mill Scale* menunjukkan terjadinya proses oksidasi pada bahan besi oksida (FeO dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) sehingga dihasilkan fasa stabil Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (magnetite) dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hematite). Variasi suhu pemanasan menghasilkan komposisi magnetite dan hematite yang beragam. Pada suhu pemanasan 900 °C, dihasilkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 33,6 % dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 66,4 %. Sedangkan pada suhu pemanasan 1000 °C, dihasilkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 29,2 % dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 70,8 %.

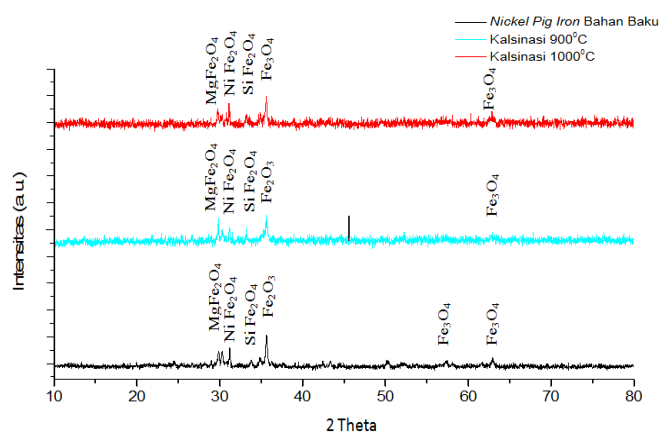
Hasil berbeda ditunjukkan pada analisis XRD material limbah NPI. Hasil analisis XRD yang ditunjukkan pada Gambar 2, terlihat bahwa komposisi limbah NPI terdiri atas 5 fasa utama, yaitu MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, SiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Pada bahan baku limbah NPI diketahui bahwa komposisi mayor terdiri atas Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, SiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan masing-masing sebesar 34,7 %, 30,3 %, 15,4 %, dan 14,5 %. Komposisi minor ditunjukkan oleh NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebesar 5,1 %. Proses pemanasan pada limbah NPI seperti ditunjukkan pada Gambar 2 menunjukkan bahwa terjadi perubahan komposisi kristal yang terbentuk dari bahan baku. Pemanasan pada suhu 900 °C menghasilkan komposisi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, SiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, dan NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> berturut-turut sebesar 13 %, 44,4 %, 20,4 %, 16,5 %, dan 5,7 %. Sedangkan pemanasan dengan suhu 1000 °C menghasilkan komposisi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, SiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, dan NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> berturut-turut sebesar 13,3 %, 70,3 %, 12,2 % dan 4,1 %.

Serbuk yang telah disaring menggunakan penyaring standard #50 - #200 mesh kemudian diukur densitas serbuknya (*true density*) menggunakan metode picnometri. Hasil pengukuran *true density* ditunjukkan pada Tabel 2.

Berdasarkan data pada Tabel 2, ditunjukkan bahwa proses pemanasan pada suhu tinggi meningkatkan densitas serbuk dari *Mill Scale* dan limbah NPI. Namun demikian, peningkatan yang terjadi pada *Mill Scale* jauh lebih besar dibandingkan dengan limbah NPI. Sedangkan efek distribusi partikel menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran partikel maka densitas serbuknya juga menjadi semakin tinggi yang ditunjukkan oleh kedua jenis limbah yang digunakan. Pada serbuk dengan distribusi ukuran partikel < 75 µm (#200 mesh) menunjukkan nilai densitas paling tinggi dibandingkan dengan serbuk yang ukurannya lebih besar (#50 dan #100 mesh).



Gambar 1. Analisis XRD bahan *Mill Scale* sebelum dan setelah pemanasan



Gambar 2. Analisis XRD bahan limbah NPI sebelum dan setelah pemanasan.

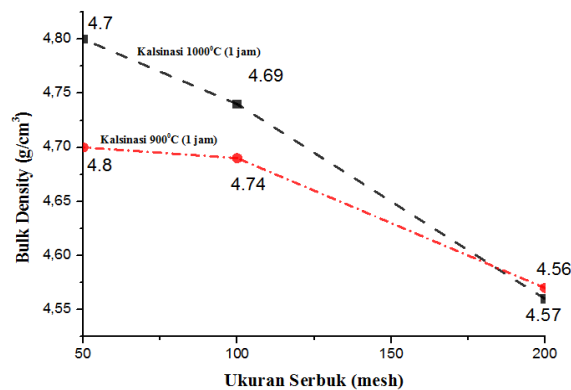
Tabel 2. Hasil pengukuran true density serbuk *Mill Scale* dan NPI

Nomor Mesh	True Density (g/cm <sup>3</sup> )					
	Mill Scale			Nickel Pig Iron (NPI)		
	Awal	900	1000	Awal	900	1000
50	2,64	5,43	4,93	2,23	2,66	2,74
100	2,67	5,45	4,95	2,23	2,71	3,1
200	2,68	5,48	4,99	2,23	3,49	3,34

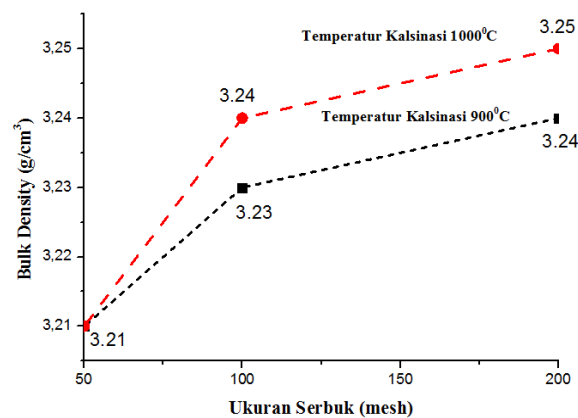
Peningkatan densitas serbuk terhadap suhu ini dapat dipahami berdasarkan perubahan fasa yang terjadi dan proses penumbuhan kristal pada material. Semakin tinggi suhu perlakuan panas terjadi penurunan nilai densitas pada kedua serbuk. Hal ini terjadi karena ada proses penumbuhan kristal pada suhu yang lebih tinggi sehingga ukuran butir menjadi lebih besar dan memperkecil densitas serbuk tersebut.

Serbuk *Mill Scale* dan limbah NPI yang telah dikompaksi kemudian disinter pada suhu 1250 °C selama 1 jam kemudian diukur kembali densitasnya menggunakan metode pengukuran Archimedes sesuai dengan ASTM C373. Hasil pengukuran densitas padatan tersebut ditunjukkan pada Gambar 3 dan 4. Pada gambar 3 ditunjukkan bahwa semakin kecil ukuran partikel dari *Mill Scale*, maka densitas padatannya menjadi semakin kecil. Sedangkan pada Gambar 4 pada limbah NPI, densitas padatannya menjadi semakin tinggi pada ukuran partikel yang lebih kecil. Perbedaan

karakteristik ini terjadi karena adanya proses munculnya pori dalam padatan yang mengakibatkan adanya ruang kosong yang mengurangi kepadatan material.

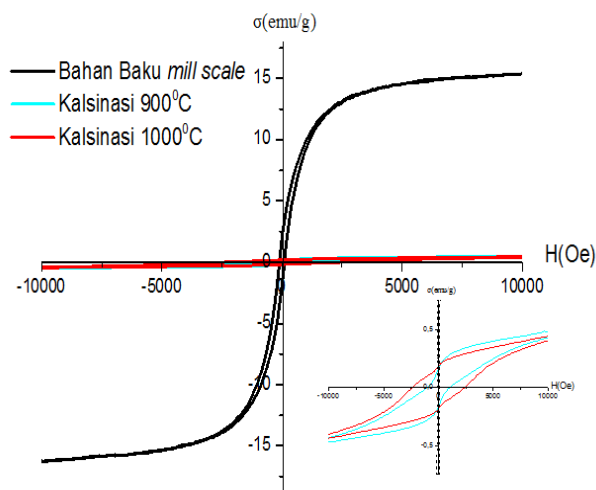


Gambar 3. Grafik pengukuran densitas padatan (bulk density) dari *Mill Scale* setelah proses sintering.

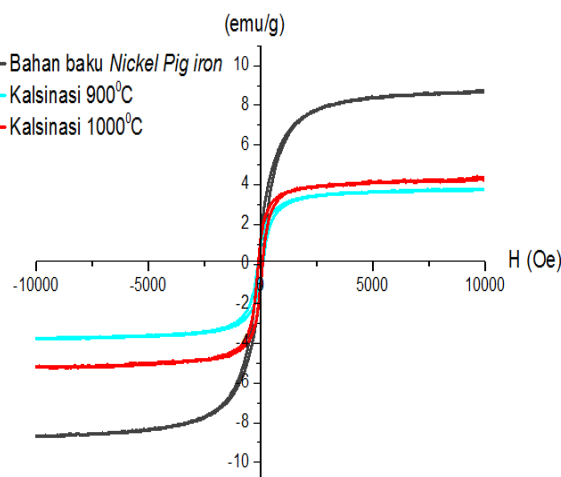


Gambar 4. Grafik pengukuran densitas padatan (bulk density) dari limbah NPI setelah proses sintering.

Karakterisasi sifat magnetik bahan *Mill Scale* dan limbah NPI dilakukan menggunakan VSM dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 5 dan 6. Pada Gambar 5 ditunjukkan bahwa proses pemanasan pada bahan *Mill Scale* mengubah sifat kemagnetannya berbanding terbalik dengan peningkatan suhu. Semakin tinggi suhu pemanasan maka sifat magnetic dari *Mill Scale* menjadi semakin kecil. Hal ini dapat dipahami karena adanya perubahan fasa kristal dari fasa  $\text{FeO-Fe}_3\text{O}_4$  yang teroksidasi menjadi fasa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Fasa  $\text{FeO}$  yang memiliki magnetik saturasi yang tinggi teroksidasi menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang memiliki magnetik saturasi yang rendah, sehingga secara keseluruhan dengan fasa dominan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sifat kemagnetan dari *Mill Scale* menjadi semakin kecil sebanding dengan komposisi fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada bahan.



Gambar 5. Kurva hysteresis *Mill Scale* sebelum dan setelah dikalsinasi pada suhu 900 dan 1000 °C



Gambar 6. Kurva hysteresis limbah NPI sebelum dan setelah dikalsinasi pada suhu 900 dan 1000 °C.

Perubahan fasa pada bahan *Mill Scale* juga berkontribusi pada peningkatan nilai koersivitas bahan. Semakin tinggi komposisi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang terbentuk maka nilai koersivitas bahan menjadi semakin tinggi. Nilai koersivitas untuk bahan baku *Mill Scale*, *Mill Scale* (900 °C), dan *Mill Scale* (1000 °C) berturut-turut memiliki nilai sebesar 103 Oe, 1,05 kOe, dan 2,38 kOe.

Pada bahan limbah NPI, sifat kemagnetan akibat proses perlakuan panas seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6, tampak bahwa efek perlakuan panas berpengaruh pada penurunan magnetic saturasi dari bahan NPI. Namun demikian nilai koersivitas dari bahan NPI tidak berubah secara signifikan terhadap suhu pemanasan. Koersivitas dari bahan baku NPI, NPI (900 °C), dan NPI (1000 °C) berturut-turut memiliki nilai 95,5 Oe, 105,7 Oe, dan 94 Oe. Penurunan sifat magnetic ini diakibatkan peningkatan jumlah fasa dari Silikon-Ferrite ( $\text{SiFe}_2\text{O}_4$ ) pada sistem bahan NPI, sehingga nilai magnetic saturasi menjadi semakin kecil.

#### IV. KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dilakukan proses pengolahan besi oksida dari bahan limbah *Mill Scale* dan nickel pig iron (NPI). Efek distribusi ukuran partikel dan perlakuan panas terhadap sifat fisis dan magnetik dibahas melalui analisis unsur penyusun, pengukuran densitas serbuk, densitas padatan, analisis XRD, dan kurva hysteresis magnetik. Dari analisis XRF ditunjukkan bahwa komposisi dasar dari limbah *Mill Scale* dan limbah NPI terdiri atas unsur besi masing-masing



sebanyak 98 dan 52 %. Efek distribusi partikel menunjukkan bahwa semakin kecil partikel yang digunakan maka densitas serbuk menjadi semakin besar. Densitas padatan *Mill Scale* sebanding terhadap ukuran partikel sedangkan densitas padatan limbah NPI berbanding terbalik terhadap ukuran partikelnya. Efek perubahan struktur kristal pada bahan baku akibat efek perlakuan panas berpengaruh terhadap perubahan sifat magnetik bahan. Semakin banyak komposisi magnetik FeO dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> maka semakin tinggi kemagnetannya. Sedangkan semakin tinggi komposisi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan SiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> maka sifat magnetik bahan menjadi semakin kecil. Pemahaman mengenai pemanfaatan pengolahan limbah besi oksida dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku material magnetik berbasis oksida (Ferrite).

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Mamdouh Eissa, Azza Ahmed, and Mohamed El-Fawkhry, "Conversion of *Mill Scale* Waste into Valuable Products via Carbothermic Reduction", *Journal of Metallurgy*, Volume 2015, <http://dx.doi.org/10.1155/2015/926028>.
- [2]. Gunawan dkk., *Pemanfaatan Slag Baja untuk Teknologi Jalan yang Ramah Lingkungan*, Kementerian Pekerjaan Umum: Bandung, 2011.
- [3]. Arie Fiandimas dan Azwar Manaf, "Pembuatan Magnet Permanen Barium Heksaferit Berbahan Baku *Mill Scale* dengan Teknik Metalurgi Serbuk", *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol. 5, No. 1, 2003, hal. 45-50.
- [4]. Ardita Septiani, Novrita Idayanti, dan Tony Kristiantoro, "Preparation of Barium Hexaferrite Powders Using Oxidized Steel Scales Waste", *AIP Conf. Proc.* 1711, 020002-1–020002-5; doi:10.1063/1.4941611.
- [5]. Ibrahim Sharifi, H. Shokrollahi, S. Amiri, "Ferrite-based magnetic nanofluids used in hyperthermia applications", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 324, 2012, 903–915.
- [6]. Ming Hua, Shujuan Zhang, Bingcai Pan, Weiming Zhang, Lu Lv, Quanxing Zhang, "Heavy metal removal from water/wastewater by nanosized metal oxides: A review", *Journal of Hazardous Materials* 211–212, 2012, 317–331.
- [7]. Hernández F., Medina O., Escuarda R., Acas B. Ventanilla K. Sanchez Sh., *NPI production in small blast furnace. PGMC – Mindanao Philippines*, Metallurgical Process & Technical Consultant, May 2008.
- [8]. Widi Astuti, Zulfiadi Zulhan, Achmad Shofi, Kusno Isnugroho, Fajar Nurjaman, Erik Prasetyo, "Pembuatan Nickel Pig Iron (NPI) dari Bijih Nikel LAterit Indonesia menggunakan Mini Blast Furnace", *Prosiding InSINas 2012* 0404, Hal. MT66-MT71.