

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI PIGMEN WARNA HITAM, MERAH DAN KUNING BERBAHAN DASAR PASIR BESI

## SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF BLACK, RED AND YELLOW PIGMENT MADE FROM IRON SANDS

Bilalodin<sup>1</sup>, Zarah Irayani, Sebah, Sugito

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Jenderal Soedirman Purwokerto

Email: <sup>1</sup>bilalodin.unsoed@gmail.com

### ABSTRAK

Sintesis dan karakteristik pigmen warna hitam, merah dan kuning berbahan dasar pasir besi telah dilakukan. Tujuan penelitian ini adalah sintesis dan karakterisasi pigmen menggunakan bahan baku pasir besi menggunakan metode kalsinasi. Pembuatan pigmen warna hitam dilakukan dengan mencampurkan pasir besi dengan larutan NaOH dan NH<sub>4</sub>OH lalu dipanaskan pada suhu 800 °C. Pigmen merah dibuat dengan melarutkan pasir besi dalam larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan dipanaskan pada suhu 650 °C. Sedangkan pigmen kuning dibuat dari serbuk pigmen merah lalu dilarutkan ke dalam larutan HCl serta dipanaskan pada suhu 250 °C. Serbuk pigmen dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDX dan PSA dan Crommometer. Hasil penelitian menunjukkan bahwa serbuk pigmen warna hitam, merah dan kuning memiliki struktur kristal kubik dengan bentuk morfologi permukaan dan ukuran butir sebagai berikut: pada pigmen hitam partikel berbentuk butiran bulat seragam dengan ukuran butir 926,4 nanometer, pigmen merah memiliki bentuk butiran bulat seragam dengan ukuran butir 72,2 nm dan pigmen warna kuning memiliki bentuk butiran bulat seragam dengan ukuran 349 nm. Kandungan utama unsur pigmen hitam, merah dan kuning adalah besi (Fe) dan oksigen (O). Serbuk pigmen warna hasil uji *colorimetri koordinat* L\*a\*b\* yaitu pada pigmen warna hitam nilai L\*a\*b\* dan ΔE adalah 23,76; 1,35; 1,43 dan 2,34, pigmen merah 43,23; 16,00; 17,30 dan 9,89, dan pigmen warna kuning 66,76; 14,84; 49,95 dan 4,862. Pigmen warna yang dihasilkan telah sesuai dengan standar.

**Kata Kunci:** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeOOH, kalsinasi, pasir besi, pigmen

### ABSTRACT

Synthesis and characteristics of the black, red and yellow pigment made from iron sand have been done. The purpose of this research is performing the synthesis and characterization of pigments using raw materials of iron sands using calcination methods. The manufacture of black pigment was done by mixing iron sand with a solution of NaOH and NH<sub>4</sub>OH then heating them at a temperature of 800 °C. The red pigment was made by dissolving iron sand in a solution of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and it was heated at a temperature of 650 °C. While the yellow pigment was made of red pigment powder dissolved into a solution of HCl and heated at a temperature of 250 °C. Pigment powders were characterized by using XRD, SEM-EDX and PSA and Crommometer. The results showed that the black, red and yellow powder pigment have a cubic crystal structure with the form of the surface morphology and grain size as follows: the particles of the black pigment is uniform spherical granules with a grain size of 926.4 nm, the red pigment granules have a spherical shape with grain size of 72.2 nm and yellow pigments have a spherical shape with grain size of 349 nm. The main elements of black, red and yellow pigment are iron (Fe) and

oxygen (O). From the result of pigment powder test using Crommometer it was found that  $L^* a^* b^*$  and  $\Delta E$  coordinat of black pigment were 23.76, 1.35, 1.43, 2.339, red pigment are 43.23, 16, 17.3 and 9.893, and yellow pigment are 66.76, 14.84, 49.95 and 4.862. The pigment colors produced are in accordance with standards.

**Keywords.** Iron sand, pigment,  $Fe_3O_4$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $FeOOH$ , Calcination

## PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara penghasil pasir besi terbesar, namun hingga kini masih belum dimanfaatkan untuk mendukung industri nasional. Menurut Kememprin, (2007), sumber mineral pasir besi di Indonesia tersebar di Sumatera, Nusa Tenggara Barat dan sepanjang pantai pulau Jawa dan lainnya (Nurul, dkk, 2012). Pasir besi mengandung bahan utama yaitu bijih besi. Hasil tambang yang besar di Indonesia, pada tahun 2006 tercatat 392.818.138,95 ton bijih besi yang dihasilkan. Bijih besi alam biasanya dalam bentuk magnetite ( $Fe_3O_4$ ), hematite ( $\alpha Fe_2O_3$ ) atau maghemite ( $\gamma Fe_2O_3$ ) yang mengandung silikon, titanium dan unsur- unsur lain dengan kadar sedikit (Harianto, 2008). Produk nyata yang dapat dibuat dari bijih besi adalah, baja, besi dan pigmen. Seiring dengan kemajuan IPTEK dan dengan modal sumber daya alam yang melimpah mendorong pengolahan bijih besi menjadi pigmen supaya meningkatkan nilai tambah sehingga mendukung industri dalam negeri (Cornell, and Scwertman 2003).

Pigmen menjadi salah satu komponen dasar dalam pembuatan cat yang fungsinya sebagai pewarna dan penutup (*hiding power*) pada cat. Penggunaan pigmen setiap tahunnya selalu meningkat sejalan dengan pertumbuhan industri-industri penyerapan pigmen seperti industri: keramik, gelas, tekstil, plastik, *coating* dan cat. Pigmen besi oksida memiliki beberapa keunggulan diantaranya lebih ramah lingkungan, *nontoxicity*, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan daya tahan baik (Buxbaum, and Pfaff 2005). Pada umumnya suplai pigmen di

Indonesia kebanyakan masih impor.

Usaha pembuatan pigmen dari bijih besi menjadi pigmen telah dilakukan diantaranya oleh Nurul (2012). Pigmen yang dihasilkan memiliki potensi untuk diaplikasikan sebagai pigmen anti korosi. Sedangkan Septiyana (2013) berhasil mensintesis pigmen hematit ( $\alpha Fe_2O_3$ ). Berdasarkan data tersebut penelitian terkait sistesis pigmen berbasis bijih besi yang berasal dari pasir besi masih sangat terbatas. Mengingat Indonesia memiliki sumber daya alam yang melimpah berupa bijih besi, maka perlu adanya penelitian lanjutan terkait pembuatan pigmen supaya mendorong industri dalam negeri supaya tidak bergantung produk luar negeri.

Penelitian ini dimaksudkan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi pigmen warna hitam, merah dan kuning menggunakan bahan dasar pasir besi dengan menggunakan metode presipitasi dan oksidasi (Gupta and Gupta, 2005). Hasil akhir diharapkan produk pigmen warna hitam, merah dan kuning yang dihasilkan dari pasir besi.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah neraca digital, mortal, cawan porselin, masker, ayakan 120 mes, magnet permanen, sendok keramik, spatula, *bollmill*, *furnace termolyne* 1300, *high energy milling* E3D, seperangkat alat XRD, SEM, EDX, PSA dan Crommometer

Bahan yang digunakan dalam peneltian ini meliputi pasir besi yang diperoleh dari Desa Widara Payung Kecamatan Binangun Kabupaten Cilacap,

air (*aquades*), NaOH, NH<sub>4</sub>OH, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan HCl.

**Prosedur Penelitian**

**Penyiapan Bahan Baku Pigmen dari Oksida Besi**

Pasir besi yang digunakan sebagai sampel pada penelitian ini berasal dari Desa Widara Payung. Pasir besi disaring dengan saringan dan dicuci dengan air (*aquades*), agar pengotor terpisah dari pasir. Pasir besi yang sudah dicuci dikeringkan dengan cara dijemur dan dipisahkan dengan menggunakan magnet permanen agar diperoleh pasir besi dengan kandungan utama Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Sampel pasir besi tersebut dihaluskan menggunakan teknik *miling* agar diperoleh ukuran nano (Akbar, 2012).

**Pembuatan Pigmen Warna Oksida Besi dan Karakterisasi**

**a. Pigmen warna hitam**

Pembuatan pigmen warna hitam dilakukan dengan cara pasir besi dengan kandungan besi oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) sebanyak 30 gram dicampur dengan NaOH 20 gram dan ammonia hidroksida (NH<sub>4</sub>OH) 5 mL. Kemudian dikalsinasi pada temperatur 800 °C dan lama kalsinasi 2 jam menggunakan tungku (*furnace*). Untuk mendapatkan warna hitam yang bervariasi dari warna hitam yang paling terang hingga warna hitam yang paling tajam menggunakan formulasi bahan campurannya yang berbeda.

**b. Pigmen warna merah**

Pembuatan pigmen warna merah dilakukan dengan cara pasir besi sebanyak 30 gram dicampurkan dengan asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 2 mL dan dipanaskan pada temperatur 650 °C selama 3 jam, menggunakan tungku (*Furnace*).

**c. Pigmen Warna Kuning**

Pembuatan pigmen warna kuning dilakukan dengan cara mencampurkan pigmen berwarna merah sebanyak 25 gram dengan bahan HCl. Lalu dipanaskan pada temperatur 250 °C selama 4 jam, menggunakan tungku (*furnace*).

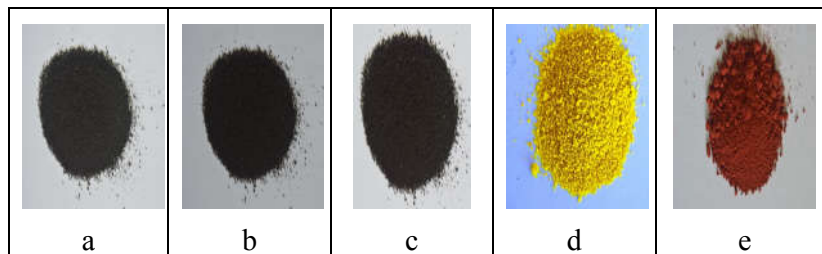
**d. Karakterisasi**

Selanjutnya pigmen yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk, *Energy Dispersi X-ray* (EDX) untuk mengetahui kandungan unsur unsur penyusun, *Secaning Electron Macroscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan, *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran butir dan Cromameter untuk mengetahui kualitas warna yang dihasilkan.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Pembuatan Pigmen Warna Hitam, Merah, dan Kuning**

Hasil pigmen hitam, merah dan kuning dengan bahan baku utama pasir besi diperlihatkan pada **Gambar 1**.



**Gambar 1.** Pigmen warna yang dibuat dari bahan baku pasir besi.

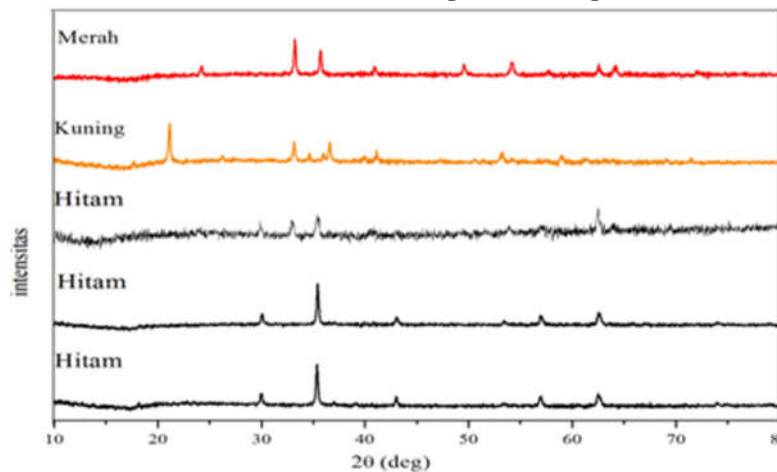
Keterangan: a, b, c : pigmen warna hitam  
 d : pigmen warna kuning  
 e : pigmen warna merah

Berdasarkan **Gambar 1** terlihat bahwa larutan NaOH dan NH<sub>4</sub>OH mempengaruhi warna sampel yang dihasilkan. Pigmen warna hitam dengan formulasi pasir besi 10 gram, NaOH 3,3 gram dan NH<sub>4</sub>OH 2 mL memiliki warna yang paling tajam. Menurut Nurul dkk, (2012), larutan NH<sub>4</sub>OH berpengaruh dalam pembuatan pigmen hitam. Sedangkan hasil sintesis pigmen warna merah dan kuning diperoleh warna yang menyolok. Sesuai pigmen yang ada di pasaran.

### Karakterisasi XRD

Berdasarkan hasil pengujian XRD terhadap pigmen warna hitam dan diolah menggunakan program JCPDS diperoleh bahwa pigmen hitam memiliki senyawa Magnetite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan bidang kristal

(110), (220), (311), (222), (400), (422), (511), (440) dan (533). Hasil uji XRD terhadap pigmen warna merah diperoleh senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan bidang kristal (012), (104), (110), (024), (110), (214), (300) dan (101). Hasil pengolahan data XRD menggunakan GSAS pada serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diperoleh nilai parameter kisi a=b=c 4,833 nm. Sedangkan hasil XRD pigmen warna kuning diperoleh senyawa FeOOH dengan bidang kristal (200), (001), (201), (301), (210),(110), (210), (401), (410), (112), (212), (402), (012), (311), (020) dan (010). Hasil pengolahan data XRD menggunakan GSAS pada serbuk pigmen kuning (FeOOH) diperoleh nilai parameter kisi a=b=c 3,688 nm. Hasil XRD pigmen warna hitam, merah dan kuning diperlihatkan pada **Gambar 2**.



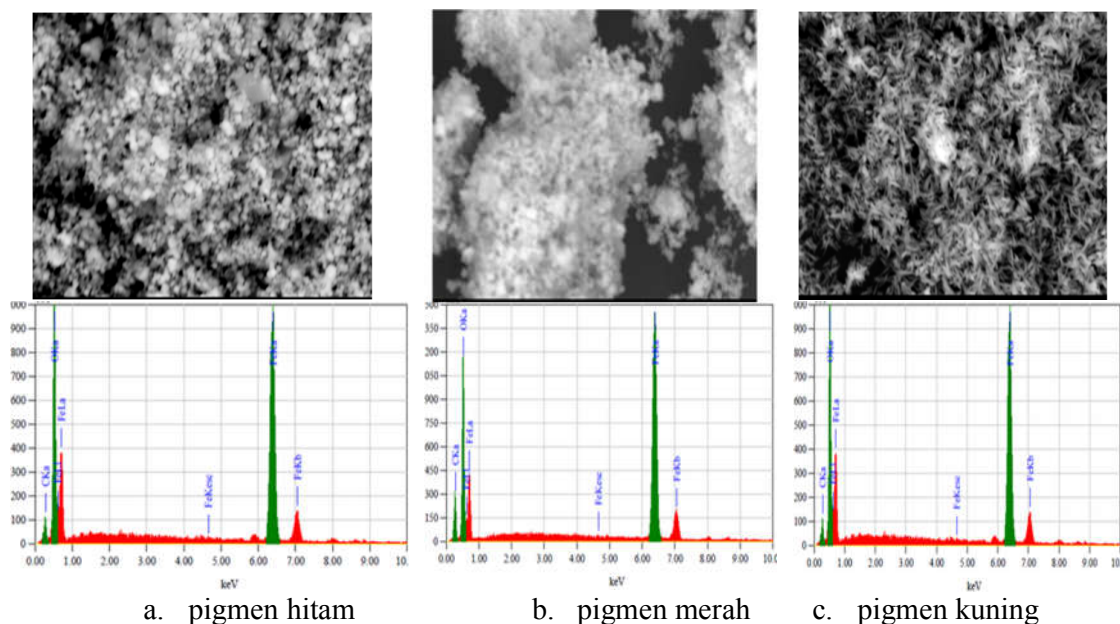
**Gambar 2.** Hasil uji XRD pigmen warna hitam, merah dan kuning.

### Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Hasil analisis SEM terhadap serbuk pigmen warna hitam, merah dan kuning menunjukkan pigmen memiliki partikel berbentuk butiran bulat seragam dengan ukuran semakin mengecil disertai adanya lubang pori-pori. Struktur pori yang terlihat umumnya adalah struktur pori antar partikel sedangkan struktur pori dalam partikel tidak terlihat karena keterbatasan alat. Kandungan pigmen hitam berdasarkan uji EDX menunjukkan kandungan utama

unsur besi dan oksigen. Hasil pengujian SEM dan EDX diperlihatkan **Gambar 3**.

Berdasarkan hasil analisis ukuran partikel pigmen hitam menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*) diperoleh ukuran rata rata diameter pigmen hitam sebesar 926,4 nanometer dengan polidispersiti indeks 0,851. Hal ini menandakan bahwa larutan dengan bahan pasir besi campuran variasi NaOH dan NH<sub>4</sub>OH ternyata homogen. Sedangkan ukuran butir pigmen warna merah dan kuning berturut turutt 72,4 nm dan rata rata 349,7 nm.



**Gambar 3.** Hasil analisis SEM-EDX dari serbuk pigmen warna hitam, merah dan kuning

**Karakterisasi Warna**

Hasil uji warna menggunakan *chromaticity* terhadap pigmen hitam, merah, dan kuning diperlihatkan pada **Tabel 2**, sedangkan untuk standar pigmen warna hitam, merah, dan kuning diperlihatkan pada **Tabel 1**. Dengan

membanding nilai  $\Delta E$  hasil pengujian dan standar diperoleh warna merah lebih mendekati standar karena memiliki nilai selisih  $\Delta E < 0.1$ . Secara umum kualitas pigmen warna yang dihasilkan memiliki kualitas yang lebih baik.

**Tabel 1.** Nilai  $L^*a^*b^*$  pigmen Standar (Cornell and Scwertman, 2000)

Sampel Standar	Standar Pigmen Warna			
	$L^*$	$a^*$	$b^*$	$\Delta E$
Pigmen Hitam $Fe_3O_4$	23,37	2,73	1,66	5,27
Pigmen Merah $Fe_2O_3$	45,02	23,81	20,86	9,47
Pigmen Kuning $FeOOH$	64,53	13,84	45,55	11,13

**Tabel 2.** Nilai  $L^*a^*b^*$  pigmen warna

Sampel Pengukuran	Pengukuran Pigmen Warna			
	$L^*$	$a^*$	$b^*$	$\Delta E$
Pigmen Hitam $Fe_3O_4$	23,76	1,35	1,43	2,34
Pigmen Merah $Fe_2O_3$	43,23	16,00	17,30	9,89
Pigmen Kuning $FeOOH$	66,76	14,84	49,95	4,86

**KESIMPULAN DAN SARAN**

**Kesimpulan**

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

1. Serbuk pigmen warna hitam telah berhasil dibuat menggunakan metode kalsinasi dari pasir besi alam pada temperatur dan lama kalsinasi 800 °C selama 2 jam, pigmen warna merah suhu 650 °C selama 2 jam, sedangkan

- pigmen warna kuning 250 °C selama 4 jam.
2. Serbuk pigmen warna hitam, merah dan kuning memiliki struktur kristal kubik dengan bentuk morfologi permukaan dan ukuran butir sebagai berikut : pada pigmen hitam partikel berbentuk butiran bulat seragam dengan ukuran 926,4 nanometer, pigmen merah memiliki bentuk butiran bulat seragam dengan ukuran 72,2 nm dan pigmen warna kuning memiliki bentuk butiran bulat seragam dengan ukuran 349 nm. Kandungan utama unsur pigmen hitam, merah dan kuning adalah besi (Fe) dan oksigen (O).
  3. Serbuk pigmen warna hasil uji *colorimetri koordinat L\*a\*b\** yaitu pada pigmen warna hitam nilai *L\*a\*b\** dan  $\Delta E$  adalah 23,76; 1,35; 1,43 dan 2,34, pigmen merah 43,23; 16,00; 17,30 dan 9,89, dan pigmen warna kuning 66,76; 14,84; 49,95 dan 4,86. Pigmen warna merah lebih sesuai dengan standar.

#### Saran

Untuk memperoleh hasil yang lebih baik maka disarankan penghalusan bahan dengan menggunakan HEM (High Energy Milling) yang berfungsi untuk memperkecil ukuran partikel sehingga menjadi serbuk yang berukuran yang lebih halus, sehingga dimungkinkan akan diperoleh pigmen warna yang lebih baik.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Akbar, S. 2012, High Energy Milling (HEM) Sebuah Pendekatan Sintesa Mikro dan Nanopartikel, *Workshop Nanomaterial*, Universitas Jenderal Soedirman.
- Buxbaum, G. and Pfaff, G., 2005, *Industrial inorganic pigments*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KgaA, Germany.
- Cornell, .R.M., and Scwertman. U., 2000. *Iron Oxides in Laboratory*, WILEY-VCH GmbH &Co. KgaA, Weinheim, Germany.
- Cornell, .R.M., and Scwertman. U., 2003. *The Iron Oxides : Structure, Reaction, Occurences and Uses*, WILEY-VCH GmbH&Co. KgaA, Weinheim, Germany..
- Gupta, A.K. and Gupta M., 2005. Synthesis and surface engineering of iron oxide nano particles for biomedical applications, *Biomaterial* Vol. 26, No. 18, pp. 3995-4021.
- Hariato, E., 2008, Studi Pemanfaatan Bijih Besi (Hematit dan Magnetit Low Grade dan Grade di Indonesia sebagai Bahan Baku Pembuatan Besi Cor, *Prosiding pertemuan ilmiah ilmu pengetahuan dan teknologi bahan*, Vol 12 hal 169-172.
- Nurul, T. R., Sukarto, A., Mardiyati, Haryono S., Rivai A. K., 2012, "Review Pengembangan Teknologi Pengolahan Sumber Daya Pasir Besi Menjadi produk Besi/Baja, Pigmen, Bahan Keramik, Magnet, Kosmetik, dan Fotokatalistik dalam Mendukung Industri Nasional", *Prosiding InSINas.*, hal 85-91.
- Septiyana, D. K., Priyono, Nurul, T. R., Yuswono, Rahman, p. T., Nugroho, W. D., Ikono, R., Nofrizal, Maulana, N. N., 2013, Sistesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ( $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi, *Yongster Physics Journal*, Vol 1, No 4 hal 95-100.