

BAB IV

DATA HASIL PENELITIAN

4.1. DATA KARAKTERISASI BAHAN BAKU

Proses penelitian ini diawali dengan karakterisasi sampel batu besi yang berbentuk serbuk. Sampel ini berasal dari Kalimantan Selatan. Karakterisasi dilakukan dengan metode X-RAY Diffraction (XRD) untuk mengetahui unsur/senyawa apa saja yang terdapat dalam sampel batu besi tersebut.

Berikut ini tabel data unsur/senyawa yang terdapat pada sampel :

Tabel 4.1 Unsur/Senyawa pada Sampel Batu Besi

Unsur / Senyawa	Ada	Tidak
Fe_3O_4	√	
Fe_2O_3	√	
FeO		√
Fe		√
SiO_2	√	

4.2. DATA HASIL REDUKSI LANGSUNG

4.2.1. Hasil Penelitian pada Temperatur 600 °C

Pengujian pada temperatur 600 °C dilakukan terhadap sampel yang memiliki perbandingan batu besi dengan batu bara 1:1, 1:3, dan 1:5 dengan variasi waktu proses 5 menit, 10 menit, dan 20 menit. Setelah direduksi, sampel dikarakterisasi dengan XRD. Berikut ini adalah data yang didapat dari pengujian XRD :

Tabel 4.2 Data Hasil Reduksi Langsung Batu Besi pada Temperatur 600 °C

Temperatur 600 °C												
Waktu (Menit)	Perbandingan Serbuk Batu Besi dan Batu Bara											
	Perbandingan 1 : 1				Perbandingan 1 : 3				Perbandingan 1 : 5			
	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe
5	√	√	-	-	√	√	-	-	√	√	-	-
10	√	√	-	-	√	√	-	-	√	√	-	√
20	√	√	-	-	√	√	-	√	√	√	-	-

4.2.2. Hasil Penelitian Penelitian pada Temperatur 800 °C

Pengujian pada temperatur 800 °C dilakukan terhadap sampel yang memiliki perbandingan batu besi dengan batu bara 1:1, 1:3, dan 1:5 dengan variasi waktu proses 5 menit, 10 menit, dan 20 menit. Setelah direduksi, sampel dikarakterisasi dengan XRD. Data yang diperoleh terdapat pada tabel 4.3 dibawah ini :

Tabel 4.3 Data Hasil Reduksi Langsung Batu besi pada Temperatur 800 °C

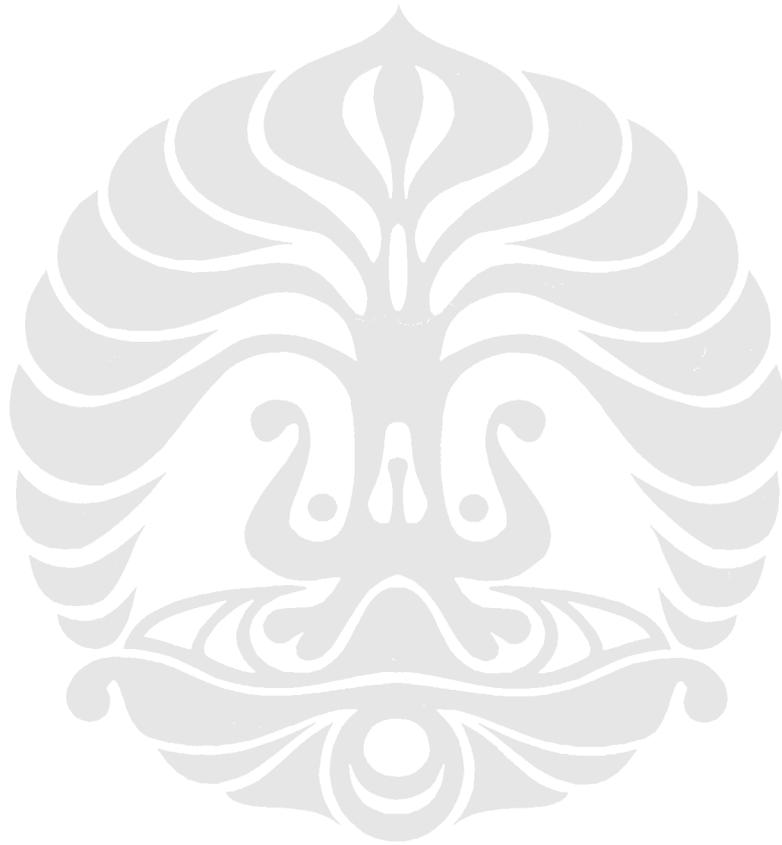
Temperatur 800 °C												
Waktu (Menit)	Perbandingan Serbuk Batu Besi dan Batu Bara											
	Perbandingan 1 : 1				Perbandingan 1 : 3				Perbandingan 1 : 5			
	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe
5	√	√	-	√	√	√	-	√	√	√	-	√
10	√	-	-	√	√	√	-	√	√	√	-	√
20	√	√	-	√	√	√	-	√	√	√	-	√

4.2.3. Hasil Penelitian pada Temperatur 1000 °C

Pengujian pada temperatur 1000 °C dilakukan terhadap sampel yang memiliki perbandingan batu besi dengan batu bara 1:1, 1:3, dan 1:5 dengan variasi waktu proses 5 menit, 10 menit, dan 20 menit. Setelah direduksi, sampel dikarakterisasi dengan XRD. Hasil yang diperoleh terdapat pada tabel 4.4 dibawah ini :

Tabel 4.4 Data Hasil Reduksi Langsung Batu Besi pada Temperatur 1000 °C

Temperatur 1000 °C												
Waktu (Menit)	Perbandingan Serbuk Batu Besi dan Batu Bara											
	Perbandingan 1 : 1				Perbandingan 1 : 3				Perbandingan 1 : 5			
	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	Fe
5	√	-	-	√	√	√	-	√	√	√	-	√
10	√	√	-	√	√	√	-	√	√	√	-	√
20	√	√	-	√	√	√	-	√	√	√	-	√



BAB V

ANALISA dan PEMBAHASAN

5.1. REDUKSI LANGSUNG PADA TEMPERATUR 600 °C

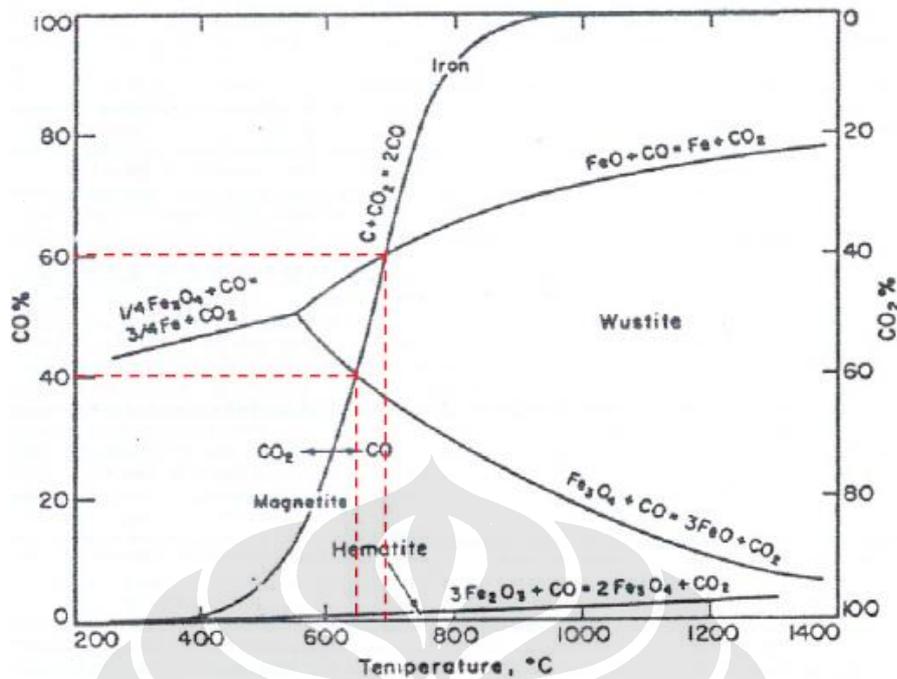
Berdasarkan data yang diperoleh, hasil pengujian pada temperatur 600 °C ternyata menghasilkan Fe pada perbandingan batu besi dengan batu bara 1:3 dan 1:5. Padahal berdasarkan diagram Bouduard, temperatur minimum yang diperlukan untuk mereduksi FeO menjadi Fe adalah 700 °C, yakni pada perpotongan antara garis kesetimbangan wustit/Fe dengan garis kesetimbangan Bouduard.

Setelah mencari pada beberapa literatur, akhirnya masalah munculnya Fe pada temperatur dibawah 700 °C ini dapat dipecahkan. Berdasarkan buku *Direct Reduced Iron (Technology and Economics of Production and Use)* menuliskan bahwa hal ini dapat dijelaskan karena FeO merupakan fasa yang tidak stabil [8]. Di bawah temperatur 570 °C maka FeO akan terdekomposisi menjadi Fe₃O₄ dan Fe, dengan reaksi[8]



Jadi, kemungkinan besar Fe yang terbentuk pada temperatur 600 °C adalah bukan hasil dari proses reduksi langsung, melainkan dekomposisi dari Fe.

Dari Diagram Bouduard[8] terlihat bahwa proses reduksi FeO menjadi Fe terjadi pada perpotongan garis kesetimbangan Bouduard dan garis kesetimbangan Wustit pada 700 °C. Berarti FeO baru akan tereduksi menjadi Fe pada temperatur 700 °C. Sedangkan dibawah temperatur 700 °C yang terjadi adalah reduksi Fe₃O₄ menjadi FeO sebagaimana ditunjukkan oleh perpotongan garis kesetimbangan magnetit/wustit dengan garis kesetimbangan Bouduard pada 650 °C.



Gambar 5.1 Diagram Gaussner – Boudouard [8]

Sedangkan untuk perbandingan kadar karbon yang lain tidak terbentuk Fe, hal ini dikarenakan proses reduksi belum menyentuh temperatur kritis untuk mereduksi FeO dan Fe₃O₄, dimana temperatur kritis tersebut adalah 700 °C.

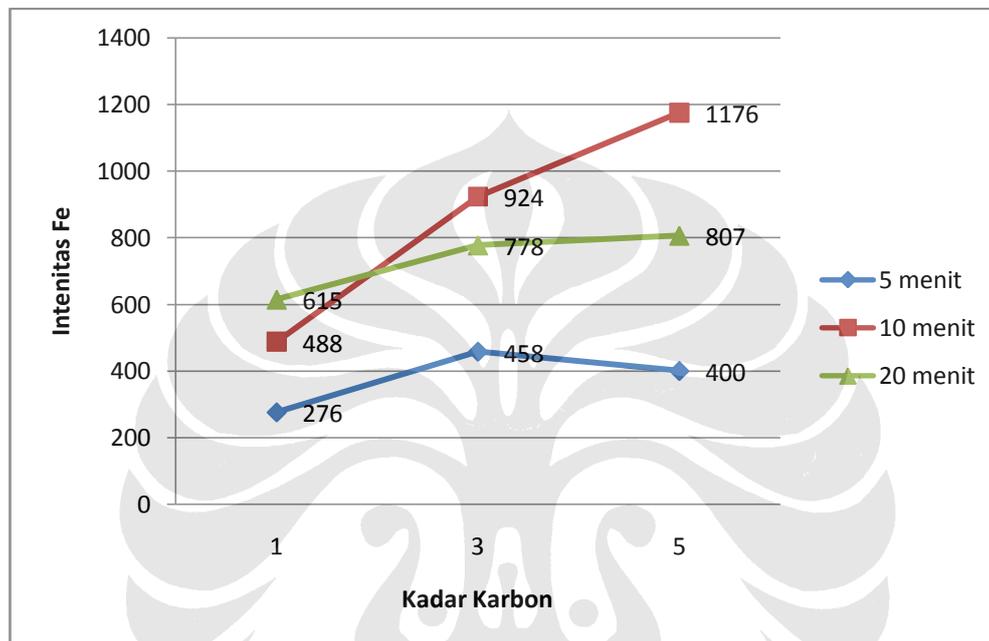
5.2. REDUKSI LANGSUNG PADA TEMPERATUR 800 °C

Pada 800 °C, Fe terbentuk pada semua perbandingan temperatur dan semua perbandingan batu besi dengan batu bara. Ini sesuai dengan diagram Boudouard dimana reduksi FeO menjadi Fe akan terbentuk pada temperatur diatas 700 °C. Proses terbentuknya Fe telah dijelaskan oleh Haque dan Ray [12] dimana proses reduksi terjadi antara padatan Oksida Fe dengan gas CO. Reaksi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut:

- $C + O_2 \rightarrow CO_2$
- $CO_2 + C \rightarrow 2CO$
- $3Fe_2O_3 + CO \rightarrow 2Fe_3O_4 + CO_2$
- $Fe_3O_4 + CO \rightarrow 3FeO + CO_2$
- $FeO + CO \rightarrow Fe + CO_2$

Dibawah temperatur 1000 °C reaksi reduksi yang terjadi adalah dengan menggunakan CO[13]. Sedangkan di atas 1000 °C reaksi yang lebih dominan adalah reaksi reduksi besi oksida dengan karbon. [14].

Berdasarkan penelitian, hasil yang diperoleh antara hubungan penambahan karbon dengan intensitas terbentuknya Fe dapat dilihat pada gambar 5.2.



Gambar 5.2 Grafik Pengaruh Penambahan Karbon vs Intensitas Fe pada Temperatur 800 °C

Peningkatan kadar karbon cenderung meningkatkan intensitas terbentuknya Fe. Peningkatan intensitas Fe terjadi pada waktu tahan 10 menit dan 20 menit. Pada waktu tahan 10 menit, dengan kadar karbon 1:1 didapat intensitas Fe 488, kemudian meningkat pada penambahan kadar karbon 1:3 menjadi 924 dan akhirnya menjadi 1176 ketika penambahan karbon 1:5. Sedangkan pada waktu tahan 20 menit intensitas Fe 615, ketika ditambahkan perbandingan Fe menjadi 1:3 didapat intensitas Fe 778, dan kemudian meningkat menjadi 807 pada 1:5.

Peningkatan kadar Fe disebabkan pengaruh penambahan karbon yang berpengaruh terhadap porositas [8]. Porositas pada sampel sangat berpengaruh pada laju reduksi. Porositas akan meningkat seiring dengan penambahan karbon,

akibatnya laju difusi CO pada sampel akan meningkat sehingga memungkinkan peningkatan jumlah reaksi reduksi yang terjadi antara CO dengan besi oksida.

Penyimpangan terjadi pada waktu tahan 5 menit, dimana intensitas Fe mengalami penurunan pada kadar karbon 1:5 (400). Penurunan intensitas Fe ini disebabkan oleh reaksi oksidasi kembali dari batu besi sesuai dengan reaksi :



Wustit yang dihasilkan dari oksidasi Fe ini akan teroksidasi kembali sesuai dengan persamaan:



Oksidasi dari batu besi ini terjadi karena karbon yang digunakan untuk mereduksi sudah habis, ditambah pula ada kemungkinan masuknya oksigen dari luar furnace, sebab pada pintu furnace terdapat celah yang diakibatkan oleh refraktori yang keropos.

Pada temperatur 800 °C dengan perbandingan batu besi dan batu bara 1:1 dan waktu tahan 10 menit tidak terdapat Fe₃O₄. Tidak terdapatnya Fe₃O₄ ini mungkin disebabkan Fe₃O₄ teroksidasi kembali menjadi Fe₂O₃ sesuai dengan reaksi :



Oksidasi kembali dari Fe₃O₄ ini terjadi dikarenakan karbon yang digunakan untuk mereduksi Fe telah habis sehingga Gas CO yang dihasilkan berkurang dan tidak efektif lagi untuk mereduksi FeO dan Fe₃O₄.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Toru Yamashita dkk. [15] pada temperatur 800 °C tidak akan terjadi reaksi reduksi apabila tekanan parsial antara CO dan CO₂ rendah (0.2). Reduksi mulai terjadi dengan laju yang lambat apabila perbandingan tekanan parsial antara CO dan CO₂ melebihi 0.6

5.3. REDUKSI LANGSUNG PADA TEMPERATUR 1000 °C

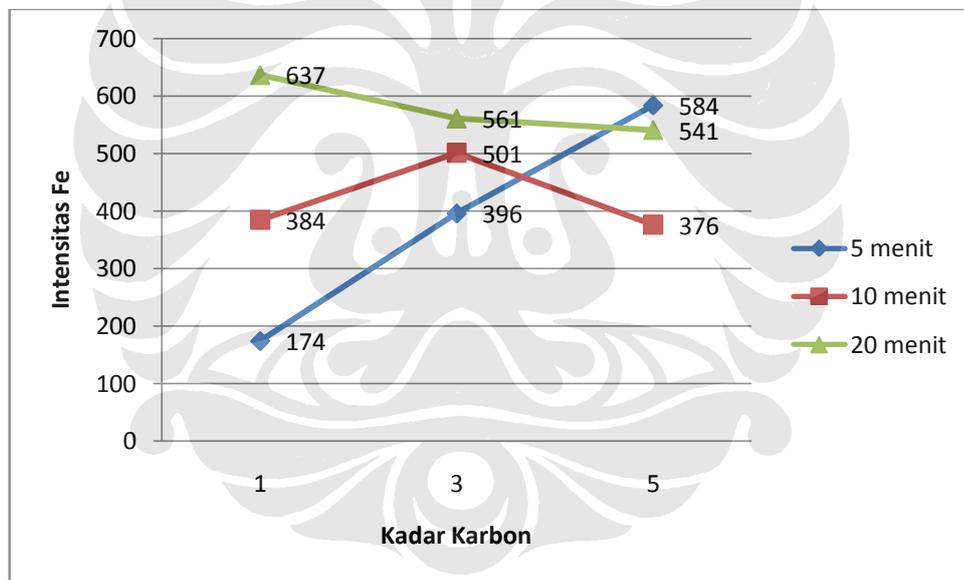
Pada proses reduksi langsung di temperatur 1000 °C berhasil didapatkan Fe pada semua perbandingan batu besi dan batu bara. Hal ini dikarenakan proses reduksi telah berada pada titik temperatur stabil untuk besi. Sehingga proses reduksi dari FeO menjadi Fe akan berjalan dengan baik dan stabil.

Akan tetapi pada perbandingan 1:1 dan waktu tahan 5 menit tidak didapat Fe_3O_4 . Tidak terdapatnya Fe_3O_4 mungkin disebabkan karena teroksidasinya kembali Fe_3O_4 menjadi Fe_2O_3 sesuai dengan reaksi:



Teroksidasinya Fe_3O_4 mungkin dikarenakan oleh ketidakhomogenan sampel. Ketidakhomogenan sampel dapat mengakibatkan kadar karbon pada permukaan karbon lebih sedikit dibandingkan dengan kadar karbon pada bagian dalam. Akibatnya, pada saat bereaksi karbon pada permukaan akan cepat habis sehingga gas CO semakin menipis dan memungkinkan sampel bereaksi dengan oksigen.

Pengaruh penambahan karbon terhadap intensitas Fe pada temperatur 1000 °C dapat dilihat pada grafik dibawah ini :

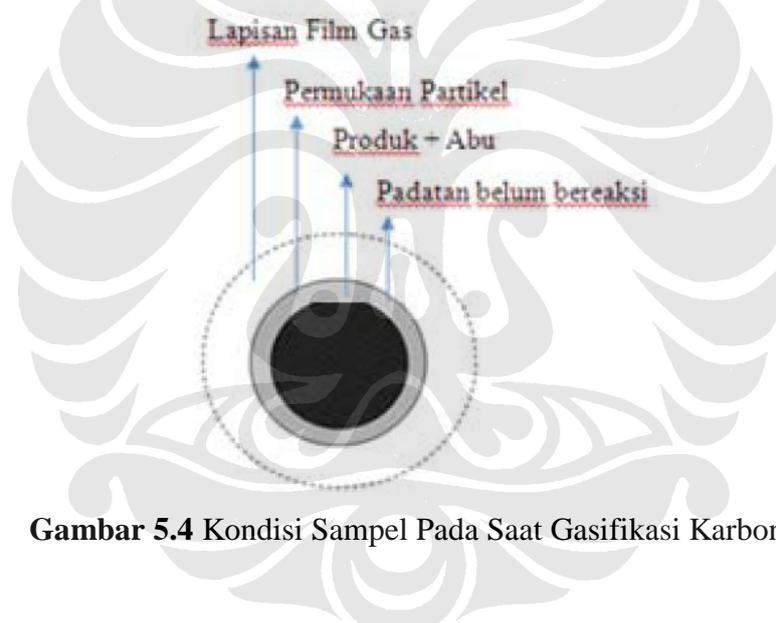


Gambar 5.3 Grafik Pengaruh Penambahan Karbon vs Intensitas Fe pada Temperatur 1000 °C

Berdasarkan grafik diatas, peningkatan kadar karbon pada waktu tahan 5 menit menyebabkan terjadinya peningkatan intensitas Fe secara simultan. Pada waktu tahan 5 menit peningkatan intensitas Fe setiap periode penambahan karbon adalah 174, 396, dan 584. Sedangkan pada waktu tahan 10 menit menunjukkan penurunan intensitas Fe pada saat penambahan karbon 1:5. Pada awalnya

intensitas Fe meningkat dari 384 menjadi 501 sebelum turun ke 376. Bahkan, pada waktu tahan 20 menit penambahan karbon cenderung menurunkan nilai intensitas Fe. Intensitas Fe yang tadinya 637 turun menjadi 561 sebelum turun ke 541. Padahal, literatur mengatakan bahwa peningkatan kadar karbon akan meningkatkan porositas sampel. [8] Porositas sampel ini menyebabkan laju difusi semakin cepat, dan pada akhirnya dapat meningkatkan intensitas Fe yang dihasilkan.

Kemungkinan besar penyebab menurunnya intensitas Fe pada saat reduksi langsung dengan waktu 10 menit dikarenakan karbon yang terdapat pada sampel telah habis terbakar sehingga gas CO yang dihasilkan menipis. Akibatnya gas CO yang sedikit itu tidak dapat mereduksi Fe lebih banyak lagi.



Gambar 5.4 Kondisi Sampel Pada Saat Gasifikasi Karbon [8]

Selain itu, ketidak homogenan pada sampel juga memiliki pengaruh yang cukup besar terhadap reduksi langsung. Sampel yang kadar karbon dibagian permukaannya lebih sedikit tentu akan sulit untuk menghasilkan gas CO yang cukup banyak hingga dapat mereduksi Fe yang berada di bagian dalam.

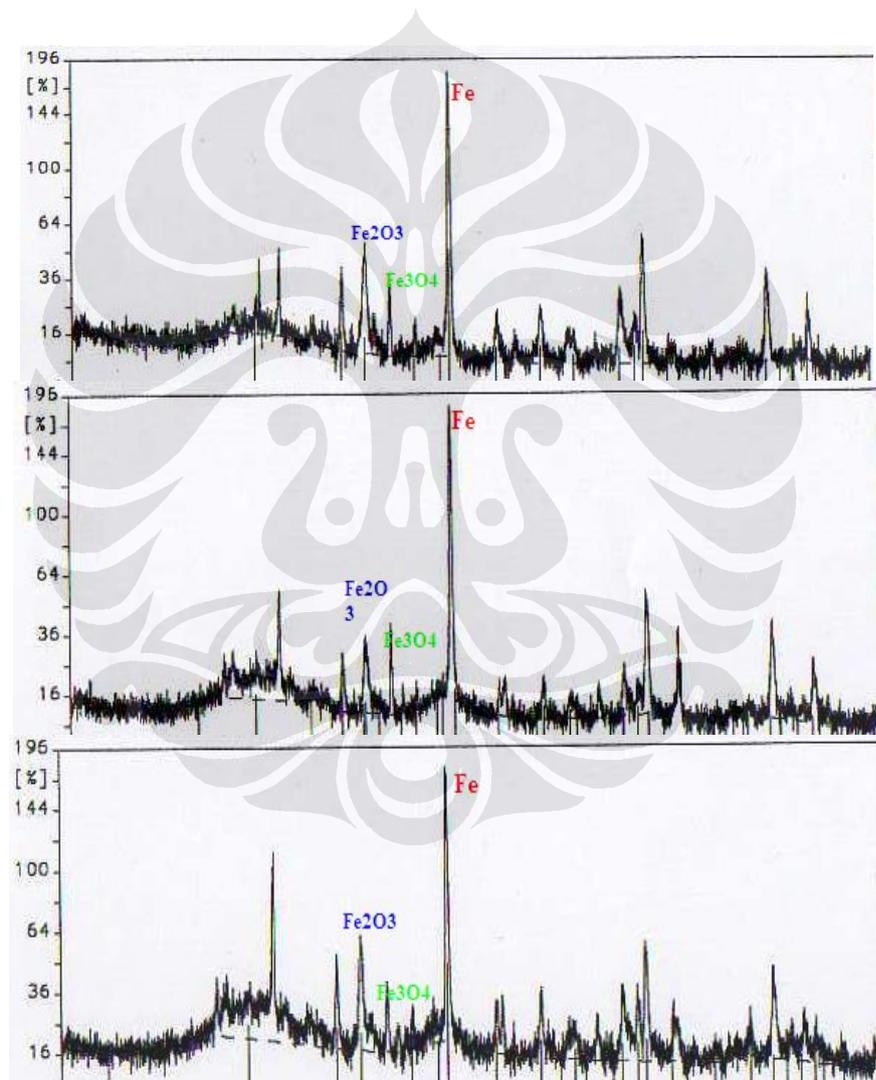
Pada perbandingan 1:3 intensitas Fe yang dihasilkan lebih banyak dibandingkan dengan intensitas Fe pada perbandingan 1:1. Peristiwa ini disebabkan oleh adanya luasan permukaan yang lebih tinggi pada perbandingan 1:3 dibandingkan dengan 1:4. Karena luas permukaannya lebih luas, maka kinetika reaksi reduksi akan berjalan dengan cepat.

Pada proses reduksi langsung ini tidak ditemukan FeO, hal ini dikarenakan FeO bersifat tidak stabil pada temperatur rendah, sehingga dapat terurai kembali menjadi Fe dan Fe₃O₄, sesuai dengan reaksi [8] :



Reaksi di atas menghasilkan Fe₃O₄ dan Fe₂O₃ hasil dari dekomposisi FeO, akibatnya intensitas magnetit dan Fe akan meningkat.

Untuk mengetahui mekanisme yang terjadi pada saat proses reduksi langsung dapat dilihat pada gambar dibawah :



Gambar 5.5 Perubahan Pada Sampel 1000 °C Setiap Penambahan Karbon

Berdasarkan gambar 5.5 dapat kita ketahui fenomena yang terjadi setiap penambahan karbon untuk sampel yang direduksi pada temperatur 1000 °C. pada

gambar tersebut terlihat adanya perubahan ketinggian peak Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 . Walaupun tidak dapat dianalisa secara kuantitatif, namun adanya perubahan pada lebar dan tinggi peak menunjukkan adanya perubahan konsentrasi dan intensitas. Jika peak mengalami penurunan maka intensitasnya mengalami penurunan. Sebagaimana peak Fe_2O_3 mengalami penurunan berarti mengalami penurunan intensitas, berarti Fe_2O_3 telah tereduksi menjadi Fe_3O_4 . Hal ini bisa dilihat dari peak Fe_3O_4 yang mengalami peningkatan atau intensitasnya menjadi lebih tinggi. Kemudian Fe_3O_4 mengalami penurunan peak sedangkan peak Fe tetap, maka fenomena yang terjadi adalah tereduksinya Fe_3O_4 menjadi FeO dan Fe. maka intensitas Fe yang dihasilkan akan semakin meningkat.

