



**PEMANFAATAN LIMBAH MILL SCALE MENJADI MAGNETIT
MENGUNAKAN METODE OKSIDASI SELEKTIF UNTUK APLIKASI
PENGOLAHAN LIMBAH TEKSTIL DAN SINTESA BESI MELALUI
PROSES REDUKSI**

TESIS

Disusun oleh:

Nama : Lukman Faris Nurdiyansah S.T

NIM : 55819010002

Program Studi : Teknik Mesin

**PROGRAM STUDI MAGISTER TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNIK MESIN
UNIVERSITAS MERCUBUANA JAKARTA
JULI 2021**

PENGESAHAN TESIS

Judul : Pemanfaatan Limbah Mill Scale Menjadi Magnetit Menggunakan Metode Oksidasi Selektif Untuk Aplikasi Pengolahan Limbah Tekstil Dan Sintesa Besi Melalui Proses Reduksi
Nama : Lukman Faris Nurdiyansah S.T
NIM : 55819010002
Program Studi : Magister Teknik Mesin
Tanggal : 30 Juli 2021

Mengesahkan,
Pembimbing



(Dr. Eng. Deni Shidqi Khaerudini)

Dekan Fakultas Teknik

Kepala Program Studi Magister Teknik Mesin



(Dr. Ir. Mawardi Amin, M.T.)



(Dafit Feriyanto, M.Eng., Ph.D.)

**LEMBAR PERNYATAAN
ORIGINALITAS**

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Lukman Faris Nurdiyansah, S.T

NIM : 55819010002

Program Studi : Magister Teknik Mesin

Judul Thesis : Pemanfaatan Limbah Mill scale menjadi Magnetit Menggunakan Metode Oksidasi Selektif untuk Aplikasi Pengolahan Limbah Tekstil dan Sintesa Besi melalui Proses Reduksi.

Dengan ini saya melakukan thesis dengan sesungguhnya dan hasil penulisan thesis yang telah saya buat ini merupakan hasil karya saya sendiri dan benar keasliannya. Apabila ternyata penulisan thesis ini merupakan hasil plagiat atau penjiplakan terhadap karya orang lain maka saya bersedia mempertanggung jawabkan sekaligus bersedia menerima sanksi berdasarkan aturan di Universitas Mercu Buana.

Demikian pernyataan saya ini saya buat dengan sadar dan tanpa paksaan.

Jakarta, 30 Juli 2021



(Lukman Faris N, S.T)

PERNYATAAN *SIMILARITY CHECK*

Saya yang bertanda tangan di bawah ini menyatakan, bahwa karya ilmiah yang ditulis oleh

Nama : Lukman Faris Nurdiyansah, ST
NIM : 55819010002
Program Studi : Magister Teknik Mesin

dengan judul

“*Characterization of Iron Production from Mill Scale by Carbothermic Reduction*”,
telah dilakukan pengecekan *similarity* dengan sistem Turnitin pada tanggal
8/September/2021, didapatkan nilai persentase sebesar 22 %.

Jakarta, 9 September 2020
Administrator Turnitin



Arie Pangudi, A.Md

HALAMAN PERSEMBAHAN

Assalamualaikum wr wb,

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas rahmat ridhonya kepada kita, serta sholawat dan salam kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW beserta para pengikutnya. Thesis ini penulis persembahkan kepada kedua orang tua penulis yaitu Bapak Wahyudi dan almarhum Ibu Yasmini. atas jasa- jasa beliau penulis dapat sampai seperti saat ini, istri penulis Nunuk Sutaryani karena dengan kesabaran dan dukungannya selama ini penulis dapat menyelesaikan thesis ini, kedua adik saya Silvia Wahyuningtyas dan Anis Dwi Eryanti yang telah banyak mendukung dan membantu penulis selama ini, seluruh keluarga saya, para guru dan dosen saya, rekan- rekan penulis dan semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu. Semoga thesis ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Wassalamualaikum wr wb.

HALAMAN PENGHARGAAN

Puji Syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan segala nikmat-Nya, sehingga penulis dapat dengan baik menyelesaikan laporan Thesis yang berjudul “Pemanfaatan Limbah Mill Scale menjadi Magnetite menggunakan Metode Oksidasi Selektif untuk Aplikasi Pengolahan Limbah Tekstil dan Sintesa Besi melalui Proses Reduksi”.

Penulisan ini disusun untuk dapat memenuhi salah satu persyaratan kurikulum magister (S2) di Direktorat Pasca Sarjana Jurusan Teknik Mesin Universitas Mercubuana.

Dalam proses pelaksanaan Thesis ini, penulis telah mendapatkan banyak bimbingan, saran dan dukungan dari banyak pihak, Oleh karena itu penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada:

1. Allah SWT, karena dengan izinnya penulis dapat menyelesaikan penulisan Laporan Thesis ini dengan baik.
2. Bapak Sagir Alva S.Si, M.Sc, Ph.D yang telah memberikan ijin kepada penulis untuk studi di Program Magister Teknik Mesin Universitas Mercubuana Jakarta melalui program beasiswa.
3. Bapak Dr. Deni Shidqi Khaerudini sebagai dosen pembimbing yang telah membimbing dengan sangat luar biasa selama penelitian dan penulisan Laporan Thesis ini
4. Kaprodi Magister Teknik Mesin Universitas Mercu Buana Jakarta, Dafit Ferianto Ph.D, yang telah memberikan informasi akademik selama penyusunan Laporan Thesis ini.
5. Kepada seluruh dosen Program Magister Teknik Mesin Universitas Mercubuana Jakarta Reguler 1, tahun akademik 2019/2020 yang telah mengajarkan banyak hal yang menambah pengetahuan dan berkaitan dengan tema Thesis penulis.
6. Seluruh sivitas Universitas Mercubuana Jakarta atas dukungannya selama penulis studi.
7. Pusat Penelitian Fisika LIPI atas dukungan sarana dan prasarana selama

penyusunan Laporan Thesis ini.

8. Serta semua pihak atas dukungan dan perannya dalam menyelesaikan penyusunan thesis ini.

Semoga segala kebaikan yang telah dilakukan untuk membantu penulis dibalas dengan keberkahan yang berlimpah dari Allah SWT.

Penulis juga memohon maaf atas segala kekurangan yang mungkin terjadi dalam penyusunan laporan ini. Semoga laporan ini dapat memberikan manfaat bagi seluruh pihak yang membaca.

Jakarta, 25 Juli 2021



Penulis

ABSTRAK

Proses yang digunakan pada riset ini diawali dengan *milling* serbuk mill scale dan grafit menggunakan *high energy milling (HEM)* untuk menghasilkan serbuk yang homogen dibawah 400 mesh. Selanjutnya, serbuk mill scale yang ditambahkan grafit dikalsinasi pada temperatur 300°C selama 0,5; 1 dan 2 jam. Serbuk yang telah dikalsinasi diuji difraksi sinar-X (*XRD*), *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* dan *Particle Size Analyzer (PSA)*. Selain itu, serbuk magnetit yang dihasilkan, dicampur dan dipisahkan dengan larutan pewarna tekstil dengan perbandingan volume serbuk dan larutan 1:5 melalui sentrifugasi. Cairan yang telah diproses dilihat efisiensi adsorpsinya melalui perbandingan foto. Pada penelitian kedua dilakukan proses reduksi mill scale melalui proses *milling* serbuk mill scale dan grafit dengan perbandingan massa 4:1 menggunakan *High Energy Milling (HEM)* dengan variasi waktu *milling* 4, 6 dan 12 jam. Serbuk yang dihasilkan diuji XRD, VSM dan (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy*) SEM-EDS. Pada penelitian pertama berdasarkan uji XRD diperoleh bahwa pada serbuk yang telah dikalsinasi telah terbentuk fasa utama magnetite serta fasa minor wustite dan hematite. Serbuk yang diproses dengan variasi waktu penahanan kalsinasi 0,5; 1 dan 2 jam memiliki nilai remanensi, koersifitas dan magnetik saturasi sebesar 11,93; 12,35 dan 18,05 emu/g; 436,38; 457,45 dan 765,81 Oe, dan 47,14; 46,3; 48,08 emu/g. Serbuk yang telah dikalsinasi dengan variasi 0,5; 1 dan 2 jam memiliki ukuran partikel berkisar 30-40, 50-60 dan 40-50 μm . Dari perbandingan foto larutan didapat bahwa serbuk mill scale yang telah dikalsinasi efektif untuk adsorpsi pewarna tekstil. Pada penelitian kedua, dari uji XRD diperoleh bahwa serbuk terdiri dari fasa utama Fe_3C dan fasa minor karbon, magnetit, wustit and Fe_2 . Persentase komposisi wustit berbanding terbalik dengan variasi waktu *milling*, sebesar 6,9; 6,9; 5 %, sedangkan persentase komposisi besi meningkat seiring lama waktu *milling* sebesar 6; 10,9; 13 %. Nilai remanensi, koersifitas dan nilai magnetik saturasi serbuk adalah 2,89; 3,39; 4,98 emu/g; 209,58; 188,47, 223,65 Oe dan 22,59, 30,7, 39,15 emu/g. Dari uji SEM-EDS diperoleh bahwa distribusi komposisi Fe semakin seragam seiring dengan lama waktu *milling*.

Kata Kunci: Mill scale, limbah tekstil, oksidasi, reduksi, adsorpsi, besi

ABSTRACT

The process was done with had been milling mill scale and graphite powders had been using high energy milling (HEM) to produce homogeneous powders with sizes below 400 mesh. Next, the mill scale powder which was added graphite then was calcined at a temperature of 300°C for 0.5; 1 and 2 hours. The calcined powder was tested for X-ray diffraction (XRD), Vibrating Sample Magnetometer (VSM) and Particle Size Analyzer (PSA). In addition, the magnetite powder result was mixed and separated with a textile dye solution with 1:5 powder and solution volume ratio by centrifugation method. The processed liquid was seen for its adsorption efficiency through visually with photo comparison. In the second study, the author was carried out a mill scale reduction process through milling process, it was used High Energy Milling (HEM). The mill scale powder and graphite was milled with a mass ratio of 4:1 and 4, 6 and 12 hours milling time variations. The powder that produced was tested by XRD, VSM and (Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy) SEM-EDS. In the first study from the XRD test, it is found that the calcined powder has magnetite as main phase, then wustite and hematite as minor phases. The value of remanence, coercivity and magnetic saturation value of the calcined powder is 11.93, 12.35, 18.05 emu/g; 436.38, 457.45, 765.81 Oe and 47.14, 46.3, 48.08 emu/g. The particle size of the calcined powder is in the range of 30-40, 50-60 and 40-50 μms. From the solutions photo comparison, it can be seen that mill scale powder that has been calcined is effective for absorb textile dyes. In the second study, from XRD test, it is found that the powder with 4; 6 and 12 hours time variations consisted of Fe₃C as the main phase and carbon, magnetite, wustite and Fe₂ as minor phases. The percentage of wustite composition is inversely proportional to the variation of milling time, by 6.9; 6.9; 5% while the iron composition percentage is increase with the milling times, with 6; 10.9; 13%. The value of remanence, coercivity and magnetic saturation of milled powder are 2.89, 3.39, 4.98 emu/g; 209.58, 188.47, 223.65 Oe and 22.59, 30.7, 39.15 emu/g respectively. From the SEM-EDS test, it is found that the distribution of the iron composition become more uniform during the milling time.

Keyword: Mill scale, textile dye, oxidation, reduction, adsorption, iron

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN SIMILARITY CHECK	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
HALAMAN PENGHARGAAN.....	vi
ABSTRAK.....	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Novelty	3
1.5 Batasan Masalah	3
1.6 Sistematika Penulisan	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Mill scale	5
2.2 Sintesa serbuk oksida logam.....	5
2.2.1 Metode kimia	7
2.2.2 Metode fisika (penumbukan)	9
2.3 Reduksi oksida logam (Karbotermik).....	9
2.4 Jenis – jenis pewarna tekstil.....	10
2.4.1 Pewarna Reaktif	10
2.4.2 Pewarna Azo	11
2.4.3 Pewarna Antraquinone	11
2.4.4 Pewarna kationik.....	12
2.5 Teknologi dan material pemurnian air.....	12
2.5.1 Penyaringan.....	13

2.5.2 Sedimentasi	13
2.5.3 Pengapungan	13
2.5.4 Netralisasi.....	13
2.5.5 Perlakuan Biologi.....	13
2.5.6 Penghilangan padatan terlarut	14
2.4.1 Adsorpsi	14
2.4.2 Pertukaran ion	14
2.4.1 Reverse Osmosis	15
2.4.2 Elektrodialisis.....	15
2.4.1 Oksidasi (Klorinasi dan Ozonasi).....	15
2.6 Diffraksi sinar-X.....	16
2.7 Kurva histerisis material magnetik	17
2.8 <i>Scanning Electron Microscope/ Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)</i>	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	20
3.1 Diagram alir percobaan.....	20
3.2 Alat dan bahan	21
3.2.1 Peralatan yang digunakan untuk proses dan karakterisasi	21
3.2.2 Bahan-bahan.....	22
3.3 Percobaan.....	22
3.3.1 Preparasi bahan baku.....	22
3.3.2 Sintesa magnetite dan uji kemampuan adsorpsinya terhadap limbah tekstil.....	22
3.3.2 Sintesa besi.....	24
3.4 Karakterisasi	25
3.4.1 Karakterisasi sifat magnet	25
3.4.2 <i>Scanning Electron Microscope/ Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)</i>	26
3.4.3 Analisa Struktur Kristal dengan Diffraksi Sinar- X	26
3.4.4 Analisa Ukuran Partikel	26
3.4.5 Uji adsorpsi terhadap pewarna tekstil	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Hasil Analisa Diffraksi Sinar- X.....	28

4.2 Hasil Analisa <i>Vibrating Sample Magnetometer</i>	29
4.3 Hasil Analisa Ukuran Partikel	31
4.5 Hasil Analisa Uji <i>SEM-EDS</i>	32
4.4 Hasil Analisa Uji Adsorpsi	36
BAB V PENUTUP	38
5.1 Kesimpulan	38
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
VITA.....	43
LAMPIRAN	44

DAFTAR GAMBAR

- Gambar 2.1 Diagram Fasa Fe-O
- Gambar 2.2 Skema diagram dari teknologi *Top-down* dan *Bottom-Up* material
- Gambar 2.3 Proses yang terjadi pada pewarnaan
- Gambar 2.4 Pewarna karsinogenik 4 aminoazo kuning butter
- Gambar 2.5 Pewarna karsinogenik Disperse Orange 11 [32], Disperse Blue 1 [33] dan mutagenik Disperse Violet 1 [34]
- Gambar 2.6 Pewarna karsinogenik CI Acid Violet 49 [35] dan Ci Basic Red 9 [36], mutagenik Pyronine B [37].
- Gambar 2.7 Mekanisme dasar dari adsorpsi
- Gambar 2.8 Skema diagram difraksi sinar - X oleh kristal [kondisi Bragg]
- Gambar 2.9 Diagram untuk mengisi orbital Sm^{3+} .
- Gambar 2.10 Konfigurasi momen angular dari ion-ion $3d^n$
- Gambar 2.11 Kurva histerisis dari karakteristik magnet yang berbeda
- Gambar 2.12 Elemen utama *electron beam* dari SEM
- Gambar 3.1 Diagram alir percobaan 1
- Gambar 3.2 Diagram alir percobaan 2
- Gambar 3.3 Mill scale lolos ayakan 400 mesh
- Gambar 3.4 Grafit lolos ayakan 400 mesh
- Gambar 3.5 Tungku listrik temperatur tinggi
- Gambar 3.6 *High Energy Milling (HEM)*
- Gambar 4.1 Hasil uji XRD dari oksidasi serbuk mill scale dengan variasi waktu kalsinasi.
- Gambar 4.2 Hasil uji XRD dari reduksi serbuk mill scale dengan variasi waktu *milling*.
- Gambar 4.3 Hasil uji *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* dari serbuk mill scale teroksidasi dengan variasi waktu penahanan kalsinasi.
- Gambar 4.4 Hasil uji *Vibrating Sampel Magnetometer (VSM)* dari serbuk mill scale yang tereduksi. Gambar 4.5 Distribusi ukuran partikel dengan variasi waktu kalsinasi a) 0,5; b) 1 dan c) 2 jam

- Gambar 4.7 Gambar Fe mapping RGB komponen komposit dari a) 4 jam, b) 6 jam, c) 12 jam waktu *milling* serbuk mill scale
- Gambar 4.8 Gambar O mapping RGB komponen komposit dari a) 4, b) 6 dan c) 12 jam waktu *milling* serbuk mill scale
- Gambar 4.9 Gambar C mapping RGB komponen komposit dari a) 4, b) 6, c) 12 jam waktu *milling* serbuk mill scale
- Gambar 4.10 Foto perbandingan dari a) 50 ppm larutan pewarna tekstil dan setelah adsorpsi menggunakan sampel serbuk mill scale setelah kalsinasi b) 0,5; c) 1; dan d) 2 jam

DAFTAR TABEL

Tabel. 1.1 Perbandingan teknik pengolahan air pada pewarna reaktif kain