

Analisis Petrografi Fasa Molybdenum (Mo) dari Oksida Primer Fe_2O_3 Deposit Bontocani dengan Teknik X-Ray Mapping dan Difraksi Sinar-X

Subaer, Nurhayati, Nurhasmi dan Nurfadillah

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Makassar

Email: jzubayir@yahoo.com

Received 30-05-2014 , Revised 28-06-2014, Accepted 22-07-2014 , Published 31-10-2014

ABSTRACT

A research related to petrography analysis of molybdenum (Mo) has been conducted. The main objective of this study is to get quantitative information about the composition of molybdenum (Mo) as a minor phase of primer mineral Fe_2O_3 deposited at Bontocani, District of Bone South Sulawesi. The petrography analysis was performed on 10 samples by means of Tescan Vega3SB Scanning Electron Microscopy (SEM) coupled with Bruker X-Ray Mapping and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). Crystallinity level and chemical composition (phase) mineral constituent were performed by using MiniFlexII X-Ray Diffraction (XRD). The petrography analysis in the form of elemental mapping show the position of Mo along with Fe, S and other elements. The XRD analysis showed that that the Mo mineral of Bontocani deposit is found in the form of pure Mo element with a concentration of 0.2 – 8.0 wt%, compound of $\text{Fe}_{17}(\text{Mo}_3)_{0.1}$ and $\text{Fe}_2(\text{MoO}_4)_3$ with a concentration of 2.04 wt% and 14.0 wt%.

Keywords: molybdenum, petrography, SEM, x-ray diffraction and x-ray mapping.

ABSTRAK

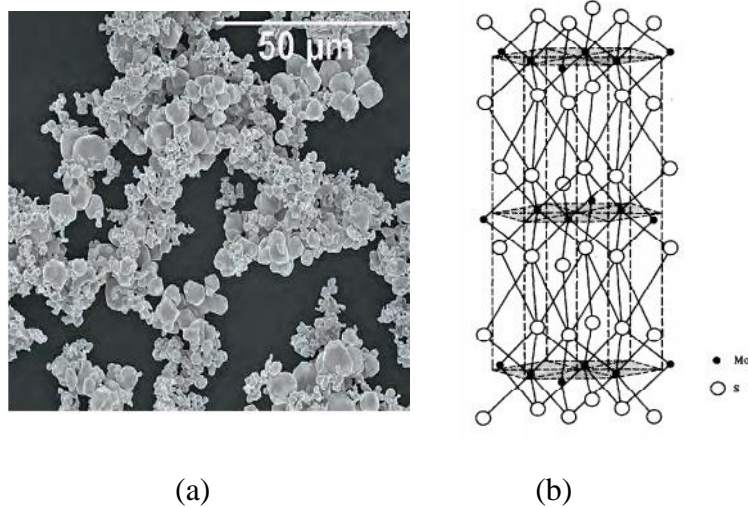
Telah dilakukan penelitian yang berkaitan dengan analisis petrografi fasa mineral molybdenum (Mo). Tujuan utama penelitian ini adalah untuk memperoleh informasi kuantitatif komposisi molybdenum (Mo) sebagai fasa minor oksida (mineral) primer Fe_2O_3 deposit Kecamatan Bontocani, Kabupaten Bone Sulawesi Selatan. Analisis petrografi dilakukan terhadap 10 sampel dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) Tescan Vega3SB yang dilengkapi dengan fasilitas Bruker X-Ray Mapping dan Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). Analisis kekrystalan dan kuantitas komposisi kimia (fasa) penyusun sampel mineral dilakukan dengan Rigaku MiniFlexII X-Ray Diffraction (XRD). Analisis petrografi dalam bentuk pemetaan elemen memperlihatkan posisi Mo bersama mineral lain seperti Fe dan S. Hasil analisis XRD memperlihatkan bahwa fasa Mo dari mineral deposit Kecamatan Bontocani ditemukan dalam bentuk unsur murni Mo dengan konsentrasi antara 0,2 – 8,0 wt% , senyawa $\text{Fe}_{17}(\text{Mo}_3)_{0.1}$ dan oksida $\text{Fe}_2(\text{MoO}_4)_3$ masing-masing dengan konsentrasi sebesar 2,04 wt % dan 14,0 wt%.

Kata kunci: molybdenum, petrografi, SEM, *x-ray diffraction and x-ray mapping*

PENDAHULUAN

Molybdenum (Mo) ditemukan sebagai elemen utama granit. Selain itu, Mo ditemukan juga di dalam mineral *molybdenite* (MoS_2), *ferrimolybdite* ($\text{Fe}_2(\text{MoO}_4)_3$), *wulfenite* (PbMoO_4) dan *powellite* (CaMoO_4) yang ditambang secara komersial^[1]. Dalam dunia industri, Mo digunakan dalam produksi baja dan alloy, filamen, katalis, manufaktur plastik dan pigmen. Potensi aplikasi Mo yang besar disebabkan oleh titik leleh yang tinggi, tahan oksidasi intrinsik, massa jenis relatif rendah dan konduktivitas termal yang tinggi^[2].

Mo termasuk logam refraktori yang penting dan diekstrak dari bijih sulfidanya, *molybdenite*. Gambar 1(a) memperlihatkan serbuk Mo yang diekstrak dari MoS_2 ^[2]. Kelimpahan unsur Mo menempati urutan ke 56 di dalam kerak bumi. Mo merupakan unsur transisi yang berada pada golongan VIb, memiliki sifat kimia yang serupa dengan Cr dan W, dengan nomor atom 42 dan nomor massa 96. Mo adalah logam yang berwarna abu-abu keperakan, sangat keras dan dengan massa jenis sekitar $10,2 \text{ g/cm}^3$ ^[3]. Mo memiliki struktur atom *Body Centered-Cubic* (BCC)^[3] dengan $a = a = 0,31468 \text{ nm}$ pada suhu $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Mo memiliki dua bentuk kristal yaitu hexagonal ($a = 3,16, c = 12,29 \text{ \AA}$) dan rhombohedral ($a = 3,17, c = 18,38 \text{ \AA}$)^[3]. *Molybdenite* (MoS_2) dapat terjadi dalam bentuk hexagonal dengan tipe struktur berlapis dalam rhombohedral^[4,5]. Struktur kristal dari MoS_2 ditunjukkan pada Gambar 1(b).



Gambar 1. (color online) (a) Serbuk Mo dari ekstraksi MoS_2 ^[2], dan (b) Struktur kristal MoS_2 ^[5]

Studi ini berkaitan dengan analisis petrografi fasa Mo yang terkandung di dalam mineral Fe_2O_3 primer deposit Bontocani, Kabupaten Bone Sulawesi Selatan. Bijih besi yang dieksplorasi di daerah tersebut diketahui mengandung berbagai mineral ikutan seperti *pyrite* (FeS_2).



Gambar 2. (color online) Contoh batuan (mineral) deposit Bontocani (sampel MB 11)

Petrografi merupakan teknik analisis mikroskopis yang berkaitan dengan informasi mengenai identitas mineral (batuan) serta komposisi kimianya ^[6]. Dalam penelitian ini analisis petrografi dilakukan terhadap 10 sampel dari titik yang berbeda. Gambar 2 memperlihatkan contoh batuan (mineral) yang diambil dari lokasi penelitian.

Petrografi dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) yang dilengkapi dengan fasilitas *X-Ray Mapping* dan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS). Teknik ini juga dipakai untuk mempelajari isotop sulfur dari mineral pyrite pada tambang emas ^[7].

METODE

Penelitian ini dilakukan melalui dua tahap: (a) eksplorasi lapangan berupa pengumpulan sampel di lokasi pertambangan bijih besi di Kecamatan Bontocani, Kabupaten Bone, Sulawesi Selatan, (b) penelitian laboratoris yang meliputi seleksi sampel, penyiapan sampel untuk pengujian SEM, X-Ray Mapping dan EDS dan XRD. Sampel untuk X-Ray Mapping berukuran 1 cm x 1 cm x 0,1 cm. Permukaan sampel dipoles hingga mencapai kehalusan 50 μm dengan menggunakan *PreciPolish Grinding & polishing*.

Citra SEM diambil dengan menggunakan *Tescan Vega3SB Scanning Electron Microscopy* (SEM) pada tegangan pemercepat 20 kV dengan menggunakan detektor *Back Scattered Electron* (BSE). Detektor ini digunakan karena peka terhadap perbedaan komposisi pada permukaan sampel. X-Ray Mapping dilakukan pada perbesaran 500 – 1000 kali dengan membagi luas citra (*view area*) sebanyak 25 bujur sangkar dan dengan waktu total scan 10 menit. Pengujian elemental dengan EDS dilakukan dengan *Bruker Quantax System* dengan EDS Detector yang dilengkapi dengan software Esprit 1.9.

Fasa kekrystalan sampel diuji dengan *Rigaku MiniFlexII X-Ray Diffraction* (XRD). Sampel berbentuk padatan dengan ukuran 1,5 cm x 1,5 cm x 0,2 cm dan dengan permukaan yang

rata melalui *polishing*. Pengukuran dilakukan pada rentang sudut $10^{\circ} - 80^{\circ} 2\theta$ dengan *scan speed* $0.2^{\circ}/s$. Analisis kualitatif difraktogram sampel dilakukan dengan teknik *search and match* memanfaatkan software bawaan mesin berupa PDXL2 yang dilengkapi dengan kartu ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) ver. 2011. Analisis kuantitatif (wt%) fasa kristal diuji dengan metode RIR (*Reference Intensity Ratio*). Hasil pengukuran XRD selanjutnya dibandingkan dengan hasil pengukuran elemental dengan menggunakan EDS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Citra SEM, *X-Ray Mapping*, Spektrum EDS dan pengukuran dengan XRD dilakukan pada 9 sampel. Gambar 3 memperlihatkan citra SEM sampel MB 11.

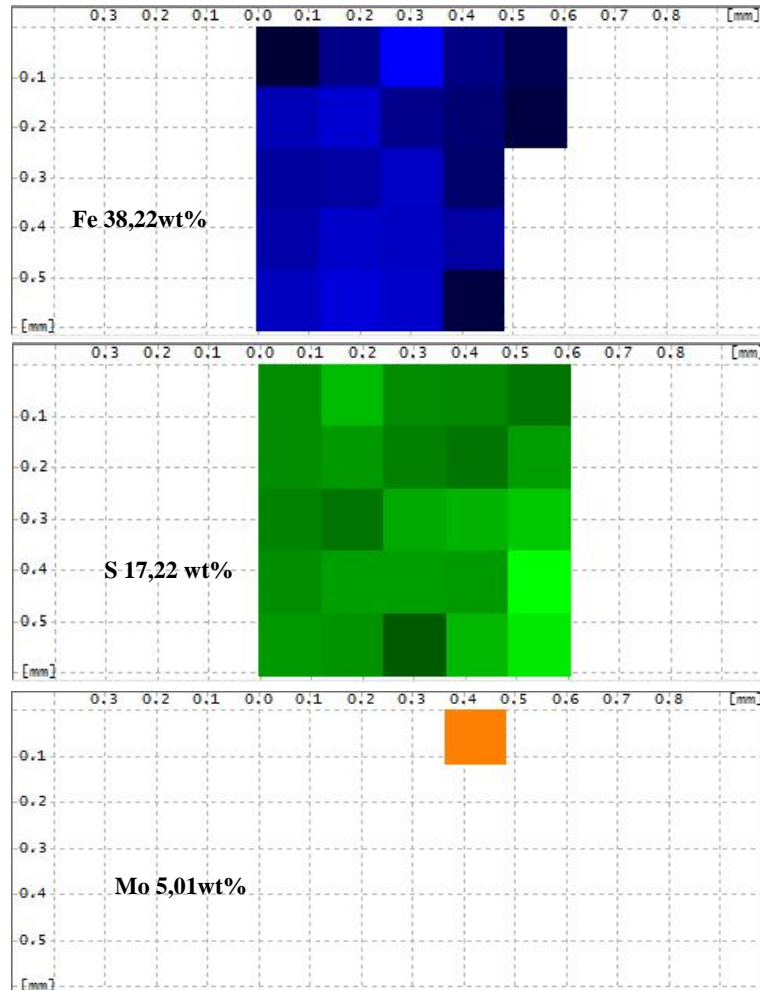
Gambar 3 memperlihatkan permukaan sampel dengan warna (*grey scale*) yang berbeda akibat perbedaan komposisi elemen (unsur atau atom) penyusun. Hasil *X-Ray Mapping* pada citra tersebut diperlihatkan pada Gambar 4. Pada Gambar 4, posisi elemen yang terkandung pada permukaan sampel meliputi unsur Fe, S, Si, Al, Mo, dan Na.



Gambar 3.(color online) Citra SEM (BSE) sampel MB 11 **Gambar 4.** (color online) X-Ray Mapping sampel MB 11

Penelitian ini dilaksanakan untuk mengidentifikasi dan menentukan kuantitas mineral Mo dan senyawa yang menyertainya.

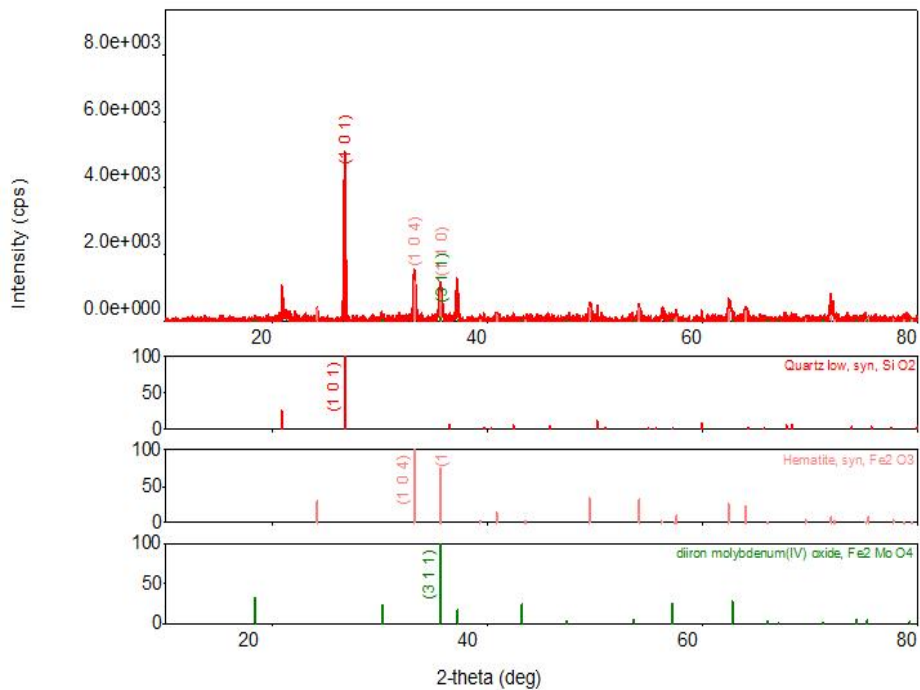
Pada Gambar 5 diperlihatkan pemetaan unsur Fe, S, dan Mo disertai dengan kuantitas komposisi kimia wt% masing-masing unsur tersebut berdasarkan uji EDS. Posisi unsur lain seperti Si, Al, dan Na tidak disertakan pada Gambar 5. Hasil pengujian dengan XRD menunjukkan bahwa sampel MB 11 mengandung unsur Mo dengan konsentrasi tertinggi.



Gambar 5. (color online) X-Ray Mapping pada permukaan sampel MB 11 yang memperlihatkan posisi elemen Fe, S dan Mo masing-masing disertai dengan persen berat (wt%) berdasarkan hasil pengukuran EDS. Peta untuk elemen lainnya tidak diperlihatkan.

Gambar 4 dan 5 memperlihatkan sebaran elemen pada permukaan sampel MB 11. Posisi elemen Mo sebagai fasa minor jelas terlihat pada posisi pada kolom 0,3 – 0,5 mm dan baris 0 – 0,1 mm. Hasil pengukuran EDS secara lengkap menunjukkan bahwa elemen lain dari sampel tersebut adalah Si sebesar 1,03 wt% dan Al 0,47 wt%.

Gambar 6 memperlihatkan hasil analisis difraktogram sampel MB 11. Pada sampel tersebut ditemukan tiga fasa kristal dengan kuantitas yang berbeda yakni *quartz*, *hematite*, *diiron molybdenum(IV) oxide*.



Gambar 6. (color online) Hasil analisis difraktogram sampel MB 11

Hasil pengukuran fasa kristal dan senyawa Mo dengan metode *RIR* berdasarkan data difraktogram setiap sampel yang diuji diperlihatkan pada tabel 1. Fasa kristal elemen dan senyawa lain pada setiap sampel tidak dimasukkan dalam tabel tersebut.

Tabel 1 memperlihatkan bahwa mineral deposit Bontocani mengandung elemen Mo dan senyawa Mo berupa *ferrimolybdenite* yang terdiri atas *iron molybdenum*, *diiron molybdenum (IV) oxide*, dan *diiron molybdenum*. Sampel MB 13 mengandung elemen Mo dengan konsentrasi paling besar, sampel MB 11 dan MB 14 mengandung oksida Fe dan Mo dengan konsentrasi paling besar, masing-masing sebesar 44 dan 14 wt%. Tingginya kandungan oksida Mo pada kedua sampel tersebut merupakan indikasi bahwa mineral Mo yang terkandung pada deposit mineral Bontocani layak untuk dieksplorasi lebih lanjut dan diekstrak sebagai mineral komersial atau digunakan pada industri logam dalam negeri. Teknik ekstraksi mineral Mo serta karakterisasi sifat fisik, mekanik dan termalnya akan dilakukan sebagai tahap ketiga dari penelitian ini.

Tabel 1. Fasa kristal dan senyawa Mo (wt%) sampel mineral deposit Bontocani hasil pengukuran XRD.

No	Nama Sampel	Mo (wt %)
1	MB_4	2.2
2	MB_5	1.7
3	MB_9	0.2
4	MB_10	2.04 (iron Molybdenum)
5	MB_11	44 (diiron Molybdenum (IV) oxide)
6	MB_12	1.03
7	MB_13	8
8	MB_14	14 (iron molybdenum oxide)
9	MB_16	0.3
10	MB_17	0.44

KESIMPULAN

Scanning Electron Microscope (SEM) yang dilengkapi dengan fasilitas *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) dan *X-Ray Mapping* yang dikombinasikan dengan pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan teknik petrografi yang sangat baik. Teknik ini berhasil mengidentifikasi mineral Mo dan senyawanya serta berbagai jenis mineral lain secara kuantitatif dari deposit mineral Bontocani, Kabupaten Bone, Sulawesi Selatan.

DAFTAR PUSTAKA

- 1 Reddy K.J., Munn L.C., & Wang L., 1997, *Chemistry and Mineralogy of Molybdenum in Soils*, In U. C. Gupta, Ed. *Molybdenum in Agriculture*, Cambridge University Press, Cambridge, Hal. 4 – 22.
- 2 Shields J. J. A., 2013, *Applications of Mo Metal and its Alloys*, London: International Mo Association (IMOA).
- 3 Saduman S., Senol Y., & Ugur S., 2013, Structural Characterization of Mo silicides Deposited on Mo by Pack Method. *Metal*, Vol. 5, Hal. 15-17.
- 4 Prasad P., Mankhand T. R., & Parasad A.J.K., 1997, *Mo Extraction Proses: An Overview*, NML Technical Journal, 39(0027-6839), pp. 39-58.

- 5 Tsigdinos G. A., 1978, *Inorganic Sulfur Compounds of Mo*. Climax Mo Company of Michigan, Research Laboratory.
- 6 Philpotts, A.R., 2003, *Petrography of Igneous and Metamorphic Rocks*, Waveland Press. Inc., Illinois.
- 7 Abdollahi M.J., Karimpour M.H.,and Kheradmand A, 2009, *Petrography and Sulphur Isotope Studies of Pyrites in the Muteh Gold Deposit*, American Journal of Applied Sciences 6 (6), Hal. 1086-1092.