



# Karakterisasi Besi Oksida Hasil Korosi Alami vs Elektrolisis dan Analisa Kelayakan sebagai *Iron Fuel*

## Sutoyo1\*, Fadel Haikal Akhmad1, Arsya Haikal Muhammad1

<sup>1</sup> Teknologi Rekayasa Otomotif, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Yogyakarta, Indonesia \*Email coresponden author: sutoyo@umy.ac.id

DOI: https://doi.org/10.31603/benr.v5i01.13457

#### Abstract

Newest research related to the potential of metal fuels as green energy provides positive opportunities for the realization of zero-carbon emissions and renewables. One of the metals that can be used as an energy source is iron, and in its application iron fuel doesn't produce carbon emissions as in the burning of fossil fuels. The combustion of iron fuel is an oxidation reaction and only forms iron oxide compounds. In the next process, iron oxide can be purified again to Ferro (Fe) form through a reduction reaction. Thus, the cycle is recyclable and can continuously. Iron oxide is the main ingredient of iron fuel that is available in large quantities, for example in the form of rust or obtained through electrolysis. The electrolysis process is significantly affected by the applied voltage and electric current. Therefore understanding the properties of iron oxide produced during electrolysis is essential, to be compared to natural oxides. This study is aimed at determining the effect of electricity quantity on oxidation rate. Furthermore, the characteristics of iron oxide were evaluated using XRF (X-Ray Fluorescence) testing. The results of this study showed that the electrolyzed samples fall into the category of hematite based on their color, while the samples produced from natural corrosion are more similar to magnetite. Nevertheless, XRF test data showed that the entire sample was in the Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> category (hematite) with iron oxide concentrations of 22.458% and 22.550% (natural oxidation), and 27.791% and 27.842% (electrolysis). Thus it is not easy to distinguish between the types of iron oxide (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), So, for test the details of the type of iron oxide present in the sample, it can then be supplemented with the X-ray Diffraction (XRD) method. Voltage and current fluctuations during the electrolysis process hardly affect the oxide content produced. The test results also showed the number of other compounds mixed in the sample. In the electrolysis samples, there are fewer major contaminants (CI, Na<sub>2</sub>O, SiO<sub>2</sub>, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, etc.) than natural results (SiO<sub>2</sub>, CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>, ZnO, MgO, Cl, etc.). Therefore, the samples obtained still require further processes to separate other compounds, so that they are suitable for use as a base for iron fuel.

Keywords: Iron\_oxide; Iron\_fuel; XRF; Electrolysis

## Abstrak

Riset kekinian terkait potensi bahan bakar logam (*metal fuels*) sebagai *green energy* memberikan peluang positif terwujudnya *zero-carbon emission* dan bersifat *renewable*. Salah satu logam yang dapat digunakan sebagai sumber energi adalah besi (*iron*), dan dalam aplikasinya *iron fuel* tidak menghasilkan emisi karbon sebagaimana



pada pembakaran bahan bakar fosil. Pembakaran iron fuel merupakan reaksi oksidasi dan hanya membentuk senyawa besi oksida (iron-oxide). Pada proses selanjutnya besi oksida dapat dimurnikan lagi ke bentuk Fe melalui reaksi reduksi. Dengan demikian siklus tersebut recyclable dan dapat berlangsung terus menerus. Besi oksida merupakan bahan utama iron fuel yang tersedia cukup banyak misalnya dalam bentuk karat (rust) maupun didapat melalui elektrolisis. Proses elektrolisis secara signifikan dipengaruhi oleh tegangan dan arus listrik yang diterapkan. Oleh karena itu memahami sifat-sifat oksida besi yang dihasilkan selama elektrolisis sangat penting, untuk dikomparasikan dengan oksida alami. Penelitian ini ditujukan untuk mengetahui pengaruh kuantitas listrik pada laju oksidasi. Selanjutnya, karakteristik besi oksida dievaluasi menggunakan pengujian XRF (X-Ray Fluorescence). Hasil enelitian ini menunjukkan hasil bahwa sampel yang dielektrolisis termasuk dalam kategori hematit berdasarkan warnanya, sedangkan sampel yang dihasilkan dari korosi alami lebih mirip dengan magnetit. Namun demikian, data uji XRF menunjukkan keseluruhan sampel adalah kategori Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (*hematit*) dengan konsentrasi oksida besi 22,458 % dan 22,550 % (oksidasi alami), dan 27, 791 % dan 27,842 % (elektrolisis). Oleh karena itu tidak mudah untuk membedakan antara jenis besi oksida (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), maka untuk menguji detail tentang jenis oksida besi yang ada dalam sampel berikutnya dapat dilengkapai dengan metode X-ray Diffraction (XRD). Fluktuasi tegangan dan arus selama proses elektrolisis hampir tidak mempengaruhi kandungan oksida yang dihasilkan. Hasil uji juga menunjukkan banyaknya senyawa lain yang tercampur dalam sampel. Pada sampel hasil elektrolisis lebih sedikit kontaminan mayor (Cl, Na<sub>2</sub>O, SiO<sub>2</sub>, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan lain-lain.) dibandingkan hasil alami (SiO<sub>2</sub>, CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>, ZnO, MgO, Cl, dll.) Oleh karena itu sampel yang didapatkan masih memerlukan proses lebih lanjut untuk memisahkan senyawa lain, agar layak digunakan sebagai bahan dasar iron fuel.

Kata Kunci: Iron\_oxide; Iron\_fuel, XRF; Elektrolisis

#### 1. Pendahuluan

Perubahan iklim hingga saat ini selalu menjadi perhatian penting, karena memiliki dampak yang begitu besar terhadap kehidupan makhluk hidup khususnya manusia. Salah satu aspek utama yang berpengaruh pada perubahan iklim global adalah peningkatan angka polusi udara. Pembakaran bahan bakar fosil menghasilkan polutan berbahaya seperti Particulate matter (PM), Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs), Nitrogen Dioxide (NO<sub>2</sub>), dan Carbon dioxide (CO<sub>2</sub>)(Perera et al., 2019). Polutan ini menyebabkan udara tidak sehat untuk dihirup dan dapat menyebabkan masalah pernafasan pada tubuh manusia (Brunekreef & Holgate, 2002). Semua dampak buruk yang terkait dengan perubahan iklim ini mengharuskan perlunya membatasi emisi CO2 dan gas rumah kaca melalui penggunaan sumber energi terbarukan (Liu & Panahi, 2021). Karena dampak buruk dari perubahan iklim, mendorong pentingnya mengurangi emisi CO<sub>2</sub>, penggunaan sumber daya bebas karbon (carbon-free) untuk produksi energi semakin populer. Saat ini cara produksi energi bebas karbon yang paling efisien adalah energi nuklir (Morita, 1973), (Owusu & Asumadu-Sarkodie, 2016) & (Zinkle & Was, 2013). Namun, energi nuklir memiliki masalah keamanan terkait limbah radioaktif yang dihasilkannya (Edenhofer et al., 2011). Metode yang lebih aman adalah melalui aplikasi sumber energi selain nuklir, yaitu energi matahari, energi angin, energi biomassa, tenaga panas bumi, tenaga air, dan bahkan energi bahan bakar logam (Liu & Panahi, 2021). Pada era saat ini bahan bakar logam merupakan isu yang menarik dan mengalami kajian yang terus berkembang.

Bahan bakar logam (*metal fuel*) merupakan contoh bahan bakar yang masuk kategori energi ramah lingkungan, maka bahan bakar logam harus dapat didaur ulang. Oksida logam (*metal oxide*)



sebagai produk pembakaran harus dapat direduksi dengan cara yang ramah lingkungan tanpa emisi, khususnya CO<sub>2</sub>. Perilaku reduksi dan pengendapan elektrokimia diselidiki secara eksperimental menggunakan sel skala laboratorium yang mengandung elektrolit yang tersuspensi dengan bubuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hematit) berukuran mikron. Efek kerapatan arus dan fraksi massa hematit pada efisiensi arus dievaluasi, serta konsumsi energi total (Majid et al., 2023). Salah satu cara reduksi oksida logam adalah menggunakan gas hidrogen. Hidrogen juga dapat mereduksi besi yang merupakan logam terbanyak digunakan di dunia (Julien & Bergthorson, 2017). Besi adalah salah satu logam paling melimpah di bumi, dan paling banyak diproduksi. Logam ini memiliki kepadatan energi sekitar 11,3 kilowatt-jam per liter sehingga lebih baik daripada bensin.

Setelah mengalami proses pembakaran, oksida besi yang dihasilkan disimpan dan direduksi kembali menjadi besi murni yang dalam jangka panjang tidak mengalami pengurangan (Bergthorson, 2018). Penelitian ini sebatas pada proses reduksi belum mengarah elektrolisis. Penelitian selanjutnya tentang kelayakan siklus yang telah menunjukkan memungkinkan mengganti pembangkit berenergi batu bara dengan energi besi di masa mendatang (Kuhn et al., 2022), (Bergthorson *et al.*, 2015). Pembakaran bubuk besi menghasilkan panas yang dapat digunakan secara langsung atau diubah menjadi listrik oleh turbin uap. Sisa reaksi pembakaran meninggalkan oksida besi (*iron oxide*) atau karat yang dapat direduksi kembali menjadi bubuk besi. Oksida besi juga dapat direduksi menjadi besi menggunakan hidrogen. Kedua peneliti ini belum melakukan proses studi analisis perbandingan. Topik hidrogen mulai diamati sebagai *green energy* yang bebas karbon yang dapat diproduksi dengan memisahkan H dan O<sub>2</sub> dari air. Oksida besi hadir dalam mineral berlimpah untuk menghasilkan lebih banyak energi per unit oksigen daripada karbon dan hidrogen (Halloran, 2015). Namun, Penelitian ini mengarah analisis karakteristik oksida besi.

Besi oksida merupakan senyawa mineral yang menunjukkan bentuk polimorfik yang berbeda, termasuk *hematt* (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), *magnetit* (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dan *maghemite* (γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang memiliki bentuk dengan beberapa jenis yang terlihat pada Gambar 1. Saat ini, nanopartikel besi logam dapat disintesis melalui berbagai metode, seperti co-presipitasi, sol-gel, mikroemulsi, atau dekomposisi termal. Morfologi dan struktur oksida besi dapat dikarakterisasi melalui mikroskop elektron transmisi, pemindaian mikroskop elektron, difraksi bubuk sinar-X, dan spektroskopi inframerah transformasi Fourier. Adapun sifat tekstur, mereka biasanya ditentukan oleh teknik adsorpsi fisik (Campos *et al.*, 2015).



Gambar 1. Visualisasi besi oksida dari uji SEM (Kuhn et al., 2022).

Besi oksida dapat diperoleh dengan beberapa cara. Ada tiga metode memperoleh besi oksida yaitu dari proses korosi, proses kimia basah, dan proses elektrolisis. Proses elektrolisis sangat dipengaruhi oleh tegangan dan arus listrik yang digunakan. Oleh karena itu sangat penting untuk mengetahui karakteristik besi oksida hasil elektrolisis tersebut. Pengaruh besaran listrik terhadap laju proses oksidasi perlu diteliti untuk mendapatkan parameter yang tepat. Namun demikian karakteristiknya perlu diuji melalui beberapa cara diantaranya adalah Uji EDX (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*), XRF(*X-Ray Fluorescence*), dan Uji Komposisi menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS).

Pada penelitian yang dilakukan (Jaya *et al.*, 2024), metode kopresipitasi digunakan untuk mengekstraksi senyawa besi oksida. Hasil ekstraksi kemudian dikarakterisasi menggunakan beberapa instrumen seperti *X-Ray Fluorescence, X-Ray Diffraction*, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil karakterisasi menunjukkan senyawa besi oksida yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian dibawah 50%. Fasa mineral oksida yang terdeteksi dari data XRD adalah magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), maghemit (-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), dan hematit (-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Keumuman riset terdahulu terletak pada elektrolisis untuk memproses besi oksida menjadi besi murni, sedangkan riset ini justru untuk memproduksi besi oksida sebagai bahan dasar metal fuels. Karakterisasi besi oksida umumya adalah hasil tambang untuk diolah menjadi besi sebagai bahan baku industri. Namun, mengenai karakterisasi besi oksida hasil elektrolisis belum dibahas.

Dalam perspektif konservasi energi, *metal fuels* memiliki siklus kerja yang efisien dan ramah lingkungan. Oleh karena itu sangat tepat jika kedepan bahan bakar logam dijadikan sebagai pengganti hidrokarbon pada pembangkit listrik, boiler, atau industri yang selama ini menyumbang emisi besar di dunia. Namun demikian strategi pemenuhan bahan baku dalam aplikasi *metal fuels* ini perlu dipertimbangkan, karena logam khususnya besi sudah sangat banyak dan mudah didapatkan tanpa mengambil dari tambang. Banyaknya besi bekas termasuk sampah logam sangat berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan dasar *metal fuels* sekaligus sebagai salah satu penerapan konsep *waste to energy.* Melalui riset ini diharapkan akan diperoleh database untuk mendapatkan strategi pemenuhan bahan baku *metal fuels* yang efisien dan berdampak optimal.

*Metal fuel* merupakan salah satu solusi subtitusi bahan bakar yang ramah lingkungan, selain itu kemampuan bahan bakar untuk didaur ulang akan berpotensi memberikan penghematan secara finansial bagi masyarakat dan industri khususnya yang selama ini masih menggunakan bahan bakar fosil. Melalui riset ini diprediksi mampu memberikan sebuah kajian terkini pada konsep konservasi energi di Indonesia, mengingat *metal fuel* yang memiliki potensi sebagai *green energy* baru dikembangkan di beberapa negara eropa.

### 2. Metode

#### 2.1. Desain Penelitian

Penelitian ini akan diawali dengan pembuatan *iron oxide* dengan proses elektrolisis yang disajikan pada Gambar 2. Pengaruh variable tegangan terhadap karakteristik besi oksida yang terbentuk akan diketahui melalui uji XRF *(X-Ray Fluorescence),* selanjutnya akan dikomparasikan

dengan karakteristik besi oksida hasil korosi alami. Database hasil uji tersebut akan dianalisa terkait kelayakan, kadar dan prospeknya untuk mencukupi ketersediaan besi murni sebagai bahan bakar.



Gambar 2. Diagram alir penelitian.

## 2.2. Skema Elektrolisis

Tahapan penelitian secara umum dapat diamati pada diagram alir penelitian, setelah beberapa alat dan bahan dipersipakan maka tahapan riset ini dimulai dengan instalasi peralatan untuk proses elektrolisis diperlihatkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Instalasi sistem elektrolisis skala laboratorium.

## 2.3. Pembuatan Sampel

Skema sampel yang akan diuji dipersiapkan dalam klasifikasi tertentu dengan perlakuan variasi tegangan anoda-katodanya. Tabel 1 menunjukkan skema variasi tegangan yang diberikan kutub anoda dan katoda, secara otomatis akan berpengaruh pada besaran arus yang mengalir. Sampel-sampel

tersebut (1-4) pada akhirnya akan dibandingkan karakteristiknya dengan sampel hasil korosi alami (X dan Y).

No. Sampel	Jenis/ Asal Sampel	Jumlah	Jarak dengan katoda	Tegangan kerja (VDC)
1	Paku D 4mm	5	70 mm	0,8
2	Paku D 4mm	5	70 mm	1,0
3	Paku D 4mm	5	70 mm	1,5
4	Paku D 4mm	5	70 mm	2,5

Tabel 1. Klasisfikasi sampel elektrolisis (anoda).

#### 2.4. Proses Elektrolisis

Dalam pembuatan besi oksida dengan jalan elektrolisa membutuhkan sumber arus DC. Meletakkan besi (sampel) dan katoda di sisi saling berlawanan dalam gelas kaca dan dipastikan tidak saling menyentuh. Besi hanya akan berkarat di satu sisi, jadi disarankan untuk meletakkan sebagian besar di sisi samping. Menambahkan air setinggi mungkin dan biarkan sebagian logam tidak terendam (jika konektor/penjepit kabel berada di bawah air maka mereka akan ikut berkarat).

Menambahkan beberapa sendok makan garam ke dalam air dan diaduk rata (lebih banyak garam akan bekerja lebih baik, tetapi juga akan mencemari karat). Komposisi 400 mL air dicampur dengan 120 gram garam dapur. Meletakkan konektor negatif di samping dengan lebih sedikit logam. Timbal negatif akan terlihat menggelembung lebih banyak. Pengaturan tegangan dan arus diperlukan, kerena jika terlalu berlebihan justru akan memperbanyak produksi gas oksigen dan klorin. Setelah selesai dan mendapatkan besi oksida, dapat dicuci beberapa kali dengan air untuk menghilangkan garam. Produk dihaluskan kemudian oksida besi disaring untuk mengeluarkan potongan besi yang tidak teroksidasi. Selanjutnya produk dipanaskan untuk menghilangkan kadar air dan selanjutnya serbuk disimpan dalam wadah tertutup.

#### 2.5. Uji Karakteristik dengan metode X-Ray Fluoresence (XRF)

XRF adalah salah satu metode analisis untuk mengetahui komposisi unsur/elemen pada suatu bahan/sampel secara cepat. Prinsip yang digunakan dalam penentuan unsur/elemen berdasarkan interaksi sinar X dengan bahan/sampel.

## 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1. Besi Oksida Hasil Elektrolisis

Pemasangan peralatan untuk proses elektrolisis ditunjukkan pada Gambar 4. Larutan air garam terdiri dari air murni 400 mL yang dicampur garam dapur sejumlah 60 gram. Selanjutnya meletakkan anoda (Paku) dan katoda (Kawat tembaga) saling berhadapan ke dalam wadah larutan dengan jarak 70 mm, menyambungkan ke *power supply* dan melakukan seting voltase. Dalam proses ini akan terlihat reaksi akibat adanya tegangan dan arus yang mengalir selama proses elektrolisis.



Gambar 4. Proses elektrolisis.

Proses terbentuknya besi oksida dari elektrolisis untuk satu sampel dapat berlangsung 3-4 x 24 jam. Namun demikian proses ini dapat berlangsung hingga 2 minggu setiap sampel untuk mendapatkan jumlah besi oksida yang cukup. Biasanya setelah 2 hari mulai terbentuk besi oksida yang banyak dari proses yang berlangsung. Sebagian endapan oksida berwarna biru di dasar gelas kaca (Gambar 5). Setelah selesai dan mendapatkan besi oksida yang cukup, selanjutnya dilakukan pembilasan dengan air untuk menghilangkan garam.



Gambar 5. Endapan besi oksida.

Produk endapan yang masih basah selanjutnya dipanaskan dengan wadah di atas pemanas hingga kering (Gambar 6). Setelah kering serbuk karat (besi oksida) dihaluskan untuk selanjutnya disaring agar diperoleh sampel yang halus.



Gambar 6. Pengeringan endapan besi oksida.

Setelah disaring dan halus, sampel masing-masing 10-gram disimpan dengan plastik tertutup agar tidak menyerap kelembaban udara dan tetap bertahan kondisi kering. Selanjutnya sampel disimpan untuk persiapan pengujian XRF. Semua tahapan proses di atas diulang untuk setiap perlakuan variasi tegangan (0,8-2,5 V) sehingga diperoleh 4 sampel berbeda.

#### 3.2. Pengumpulan Sampel Besi Oksida Hasil Korosi Alami (Sebagai Pembanding).

Sampel didapatkan dengan cara mengambil langsung serbuk korosi pada wadah penyimpanan paku yang telah teroksidasi secara alami. Selanjutnya sampel dicuci beberapa kali dengan air untuk menghilangkan beberapa pengotor (debu, dll). Setiap pencucian dapat diendapkan untuk mendapatkan serbuk besi basah (*iron hidroksida*). Produk endapan yang masih basah (besi hidroksida) selanjutnya dipanaskan dengan wadah di atas pemanas hingga kering. Setelah kering serbuk karat (besi oksida) dihaluskan untuk selanjutnya disaring agar diperoleh sampel yang halus (Gambar 7). Setelah disaring dan halus, sampel masing-masing 10-gram disimpan dengan wadah tertutup rapat, dan disimpan untuk persiapan pengujian XRF.



Gambar 7. Produk besi oksida (korosi alami).

#### 3.3. Hasil Pengujian XRF

Proses elektrolisis dengan variasi tegangan telah menghasilkan produk besi oksida yang akan diuji karakteristik meggunakan metode XRF. Dalam mencapai kecukupan sampel terdapat perbedaan waktu proses yang sebanding dengan besarnya tegangan kerja elektrolisis, untuk tegnagn 0,8 hingga 1,0 VDC diperlukan waktu proses 3 x 24 jam, dan 2 x 24 jam untuk tegangan 1,5-2,5 VDC. Berdasarkan data XRF, perbedaan tegangan hanya berpengaruh pada waktu proses dan tidak mempengaruhi karakter besi oksida. Gambar 8 menunjukkan kuantitas besi oksida berdasarkan tegangan kerja.



Gambar 8. Kuantitas besi oksida dalam persen pada setiap variasi tegangan.

Dalam kasus yang diamati, warna serbuk oksida besi alami yang didapatkan berwarna gelap. Berdasarkan data Tabel 2 dan Tabel 3 diketahui bahwa bentuk oksidanya dalam kategori hematit.

Compound	Conc.	Unit	Compound	Conc.	Unit	Compound	Conc.	Unit	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22,458	%	MnO	789	ppm	$V_2O_5$	66,8	ppm	
SiO <sub>2</sub>	3,747	%	CuO	437,9	ppm	ZrO <sub>2</sub>	44,7	ppm	
CaO	3,174	%	K <sub>2</sub> O	361,6	ppm	TeO <sub>2</sub>	44,7	ppm	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,505	%	BaO	355,1	ppm	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24,1	ppm	
TiO <sub>2</sub>	0,674	%	$Cr_2O_3$	306,5	ppm	MoO <sub>3</sub>	24	ppm	
SO <sub>3</sub>	0,418	%	PbO	283,7	ppm	HfO <sub>2</sub>	17,8	ppm	
ZnO	0,329	%	NiO	128,6	ppm	Cs <sub>2</sub> O	9,8	ppm	
MgO	0,223	%	SrO	102,2	ppm	C03O4	988,3	ppm	
CI	0,12	%	SnO <sub>2</sub>	75,6	ppm	Na <sub>2</sub> O	872,9	ppm	

Tabel 2. Hasil uji XRF pada sampel X (hasil korosi alami).

Berdasarkan komparasi fisik dari masing-masing sampel maka perlu diketahui kategori besi oksida tersebut, bentuk alami Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> disebut hematit, dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> disebut magnetit. Keduanya adalah oksida besi dengan warna berbeda, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> biasanya berwarna coklat muda atau coklat kemerahan. Sedangkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> umumnya berwarna gelap/ coklat kehitaman.

Tabel 3. Hasil uji XRF p	bada sampel Y	(hasil korosi	alami).
--------------------------	---------------	---------------	---------

Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22,55	%	MnO	789	ppm	$V_2O_5$	66,8	ppm
SiO <sub>2</sub>	3,64	%	CuO	436,9	ppm	ZrO <sub>2</sub>	44,7	ppm
CaO	3,174	%	K <sub>2</sub> O	361,6	ppm	TeO <sub>2</sub>	44,5	ppm
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,505	%	BaO	355,1	ppm	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24,14	ppm
TiO <sub>2</sub>	0,674	%	$Cr_2O_3$	302,5	ppm	MoO <sub>3</sub>	26	ppm
SO <sub>3</sub>	0,418	%	PbO	282,7	ppm	HfO <sub>2</sub>	17,7	ppm
ZnO	0,329	%	NiO	128,6	ppm	Cs <sub>2</sub> O	9,8	ppm
MgO	0,233	%	SrO	100,2	Ppm	$Co_3O_4$	987,3	ppm
CI	0,125	%	SnO <sub>2</sub>	75,4	Ppm	Na <sub>2</sub> O	862,9	ppm

Warna gelap dari sampel (Gambar 7) dimungkinkan dari dampak komposisi bahan yang lain seperti tertera pada kedua tabel tersebut. Data hasil uji untuk sampel hasil elektrolisis dapat digunakan sebagai pembeda dan menganalisa jumlah bahan lain. Tabel 4 merupakan data hasil uji untuk sampel 1 dan 2 produk elektrolisis.

Tabel	4.	Hasil	rerata	uji )	KRF	pada	sampel	1-2.
-------	----	-------	--------	-------	-----	------	--------	------

Compound	Conc.	Unit	Compound	Conc.	Unit	Compound	Conc.	Unit
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	27,791	%	CaO	892,3	ppm	SnO <sub>2</sub>	67,9	ppm
CI	11,41	%	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	358,9	ppm	TiO <sub>2</sub>	51,8	ppm
Na <sub>2</sub> O	3,27	%	SO3	182,9	ppm	TeO <sub>2</sub>	38,6	ppm
SiO <sub>2</sub>	0,115	%	NiO	135,4	ppm	Br	27	ppm
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,112	%	CuO	80,1	ppm	BaO	24,5	ppm
MnO	977,5	ppm	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15	ppm			

Oksida besi yang terbentuk baik secara alami maupun elektrolisis sangat mungkin berada pada kategori hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) maupun magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), hal ini akan berpengaruh pada tahapan reduksinya. Reduksi oksida besi adalah proses topokimia, dari *hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)* menjadi *magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)* kemudian *wüstit (FeO)* dan akhirnya besi murni (He et al., 2023). Berbeda dengan hasil uji sampel alami, oksida besi hasil elektrolisis memiliki komposisi besi oksida lebih tinggi dengan campuran material lain yang lebih sedikit ragamnya. Data tersebut dapat diketahui berdasarkan informasi Tabel 4, dengan rerata data sampel 1-2 yang sama. Tabel 5 merupakan data sampel 3-4 dengan hasil yang tidak terlalu berbeda dengan sampel 1-2, sedikit perbedaan nilai pada angka oksida besi 27, 791 % dan 27,842 %.

					-			
Compound	Conc.	Unit	Compound	Conc.	Unit	Compound	Conc.	Unit
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	27,842	%	CaO	892,3	ppm	SnO <sub>2</sub>	67,9	ppm
CI	11,41	%	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	358,9	ppm	TiO <sub>2</sub>	51,8	ppm
Na <sub>2</sub> O	3,27	%	SO₃	182,9	ppm	TeO <sub>2</sub>	38,6	ppm
SiO <sub>2</sub>	0,115	%	NiO	135,4	ppm	Br	27	ppm
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,112	%	CuO	80,1	ppm	BaO	24,5	ppm
MnO	977,5	ppm	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15	ppm			

Tabel 5.	Hasil rerata i	uii XRF	pada sam	pel 3-4.
100010.	i laon i orata i		pudu ourr	

Hasil penelitian ini sangat bermanfaat untuk memprediksi tahapan lanjut pada aplikasi bahan bakar logam. Setelah mengetahui hasil uji XRF yang menunjukkan bahwa komposisi besi oksida secara umum berada pada kategori *hematit*, sehingga dapat diketahui kemungkinan reaksi reduksi yang akan terjadi. Seperti yang telah diketahui bahwa besi oksida adalah bahan baku *iron fuel*, harus dimurnikan melalui reaksi reduksi agar siap sebagai bahan bakar. Secara umum, reduksi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang disebut *hematit* tidak secara langsung menjadi *Fe*. Jika suhu reduksi di bawah 570° C, reduksi *Fe* terjadi secara bertahap dari Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menjadi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, yang disebut *magnetit*, dan berlanjut ke *Fe*. Pada suhu reduksi di atas 570°C, reduksi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> melalui Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ke Fe(1-x) O atau *wüstite* dan ke *Fe*. Persamaan berikut menunjukkan prosedur reduksi pada suhu yang berbeda.

$$3Fe_2O_3 + H_2 \to 2Fe_3O_4 + H_2O$$
 (1)

$$Fe_3O_4 + 4H_2 \to 3Fe + 4H_2O$$
 (2)

$$(1-x)Fe_3O_4 + (1-4x)H_2 \to 3Fe_{(1-x)}O + (1-4x)H_2O$$
(3)

$$Fe_{(1-x)}O + H_2 \to (1-x)Fe + H_2O$$
 (4)

Beberapa hasil studi eksperimental dan numerik menyelidiki proses kinetika dan fenomena selama pembakaran partikel besi (berukuran mikron) yang mencakup partikel tunggal hingga konfigurasi massal (Li et al., 2022), (Baigmohammadi *et a*l., 2023). Data-data tersebut menunjukkan bahwa selama pembakaran, besi diubah menjadi oksida besi yaitu *hematit, magnetit* dan oksida besi yang juga dikenal sebagai *wüstite*. Konversi besi menjadi jeni salah satu atau lebih dari tiga jenis oksida tersebut tergantung pada ketersediaan oksigen (Baigmohammadi *et al.,* 2023). Pada proses

pembakaran dapat diketahui bahwa partikel besi meleleh selama pembakaran, mencapai suhu puncak dan mengeras setelahnya menjadi partikel oksida besi (Ning *et al.*, 2022, 2023).

## 4. Kesimpulan

Berdasarkan pengujian dan analisa hasil, maka variasi tegangan dan arus pada proses elektrolisis tidak terlalu berpengaruh pada kadar oksida yang terbentuk. Namun demikian secara prinsip sampel yang dibuat telah dikomparasikan dengan oksida alami, dan terbukti hasil elektrolisa lebih banyak mengandung besi oksida sebagai bahan dasar iron fuel. Namun demikian dalam aplikasinya besi oksida harus diproses melalui reduksi. Dengan jumlah komposisi yang rendah (kurang dari 30 %) maka perlu upaya penelitian lanjutan agar didapatkan metode untuk mendapatkan besi oksida yang lebih banyak. Penelitian ini menunjukkan hasil bahwa sampel yang dielektrolisis termasuk dalam kategori hematit berdasarkan warnanya, sedangkan sampel yang dihasilkan dari korosi alami lebih mirip dengan magnetit. Data uji XRF menunjukkan konsentrasi oksida besi 22,458 % dan 22,550 % (oksidasi alami), dan 27, 791 % dan 27,842 % (elektrolisis). Fluktuasi tegangan dan arus selama proses elektrolisis hampir tidak mempengaruhi kandungan oksida yang dihasilkan.

Hasil uji XRF besi oksida menunjukkan banyak senyawa lain yang tercampur dalam sampel. Pengujian XRF mengukur konsentrasi total setiap unsur dalam sampel, dan tidak bisa mementukan senyawa oksida yang spesifik. Dengan demikian tidak mudah untuk membedakan antara jenis besi oksida (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). Untuk menguji detail tentang jenis oksida besi yang ada dalam sampel, berikutnya dapat dilengkapai dengan metode *X-ray Diffraction* (XRD). Diprediksi proses pengolahan sampel sebelum analisis XRF terdapat kontaminan, termasuk bahan baku sampel (paku besi) kemungkinan mengandung unsur-unsur yang membentuk senyawa lain berdasar data uji. Oleh karena itu sampel yang didapatkan masih memerlukan proses lebih lanjut untuk memisahkan senyawa lain, agar layak digunakan sebagai bahan dasar *iron fuel*.

## 5. Ucapan Terima Kasih

Terimakasih diucapkan kepada Lembaga Riset dan Inovasi Universitas Muhammadiyah Yogyakarta, Pimpinan Pusat Muhammadiyah, dan Program Studi Teknologi Rekayasa Otomotif UMY yang telah memberikan pendanaan penuh dan mendukung selesainya proses penelitian ini.

## Referensi

- Baigmohammadi, M., Prasidha, W., Stevens, N. C., Shoshyn, Y. L., Spee, T., & de Goey, P. (2023). Towards utilization of iron powders for heating and power. Applications in Energy and Combustion Science, 13, 100116. https://doi.org/10.1016/j.jaecs.2023.100116
- Bergthorson, J. M. (2018). Recyclable metal fuels for clean and compact zero-carbon power. Progress in Energy and Combustion Science, 68, 169–196. https://doi.org/10.1016/j.pecs.2018.05.001

- Bergthorson, J. M., Goroshin, S., Soo, M. J., Julien, P., Palecka, J., Frost, D. L., & Jarvis, D. J. (2015). Direct combustion of recyclable metal fuels for zero-carbon heat and power. Applied Energy, 160, 368–382. https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2015.09.037
- Brunekreef, B., & Holgate, S. T. (2002). Air pollution and health. The Lancet, 360(9341), 1233–1242. https://doi.org/10.1016/S0140-6736(02)11274-8
- Campos, E. A., Stockler Pinto, D. V. B., Oliveira, J. I. S. de, Mattos, E. D. C., & Dutra, R. D. C. L. (2015).
   Synthesis, Characterization and Applications of Iron Oxide Nanoparticles a Short Review.
   Journal of Aerospace Technology and Management, 7(3), 267–276.
   https://doi.org/10.5028/jatm.v7i3.471
- Edenhofer, O., Pichs-Madruga, R., Sokona, Y., Seyboth, K., Kadner, S., Zwickel, T., Eickemeier, P.,
   Hansen, G., Schlömer, S., von Stechow, C., & Matschoss, P. (Eds.). (2011). Renewable Energy
   Sources and Climate Change Mitigation. Cambridge University Press.
   https://doi.org/10.1017/CBO9781139151153
- Halloran, J. W. (2015). A Very Solid Fuel: Ferrous Iron Oxide as a Geochemical Energy Source. Natural Resources, 06(02), 115–122. https://doi.org/10.4236/nr.2015.62010
- He, J., Li, K., Zhang, J., & Conejo, A. N. (2023). Reduction Kinetics of Compact Hematite with Hydrogen from 600 to 1050 °C. Metals, 13(3), 464. https://doi.org/10.3390/met13030464
- Jaya, G. W., Nggolaon, D., & Hattu, N. (2024). Ekstraksi dan Karakterisasi Senyawa Besi Oksida dari Batuan Vulkanik Pulau Ambon menggunakan Metode Kopresipitasi. Jurnal Fisika Unand, 13(1), 159–169. https://doi.org/10.25077/jfu.13.1.159-169.2024
- Julien, P., & Bergthorson, J. M. (2017). Enabling the metal fuel economy: green recycling of metal fuels. Sustainable Energy & Fuels, 1(3), 615–625. https://doi.org/10.1039/C7SE00004A
- Kuhn, C., Düll, A., Rohlfs, P., Tischer, S., Börnhorst, M., & Deutschmann, O. (2022). Iron as recyclable energy carrier: Feasibility study and kinetic analysis of iron oxide reduction. Applications in Energy and Combustion Science, 12, 100096. https://doi.org/10.1016/j.jaecs.2022.100096
- Li, S., Huang, J., Weng, W., Qian, Y., Lu, X., Aldén, M., & Li, Z. (2022). Ignition and combustion behavior of single micron-sized iron particle in hot gas flow. Combustion and Flame, 241, 112099. https://doi.org/10.1016/j.combustflame.2022.112099
- Liu, T., & Panahi, A. (2021). Metal Fuels as Alternative Sources of Energy for Zero Carbon Emission. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 943(1), 012016. https://doi.org/10.1088/1755-1315/943/1/012016
- Majid, A. I., van Graefschepe, N., Finotello, G., van der Schaaf, J., Deen, N. G., & Tang, Y. (2023).
   Comparative study of electroreduction of iron oxide using acidic and alkaline electrolytes for sustainable iron production. Electrochimica Acta, 467, 142942.
   https://doi.org/10.1016/j.electacta.2023.142942
- Morita, M. (1973). Nuclear Excitation by Electron Transition and Its Application to Uranium 235

Separation. Progress of Theoretical Physics, 49(5), 1574–1586. https://doi.org/10.1143/PTP.49.1574

- Ning, D., Shoshin, Y., Oijen, J. van, Finotello, G., & Goey, P. de. (2023). Size evolution during laserignited single iron particle combustion. Proceedings of the Combustion Institute, 39(3), 3561– 3571. https://doi.org/10.1016/j.proci.2022.07.030
- Ning, D., Shoshin, Y., van Stiphout, M., van Oijen, J., Finotello, G., & de Goey, P. (2022). Temperature and phase transitions of laser-ignited single iron particle. Combustion and Flame, 236, 111801. https://doi.org/10.1016/j.combustflame.2021.111801
- Owusu, P. A., & Asumadu-Sarkodie, S. (2016). A review of renewable energy sources, sustainability issues and climate change mitigation. Cogent Engineering, 3(1), 1167990. https://doi.org/10.1080/23311916.2016.1167990
- Perera, F., Ashrafi, A., Kinney, P., & Mills, D. (2019). Towards a fuller assessment of benefits to children's health of reducing air pollution and mitigating climate change due to fossil fuel combustion. Environmental Research, 172, 55–72. https://doi.org/10.1016/j.envres.2018.12.016
- Zinkle, S. J., & Was, G. S. (2013). Materials challenges in nuclear energy. Acta Materialia, 61(3), 735– 758. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.004