

**PENGARUH LAMA KALSINASI PADA SINTESIS SENYAWA PIGMEN  
HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH INDUSTRI KERAJINAN BESI  
DENGAN METODE RUTE PRESIPITASI-KALSINASI**

**SKRIPSI**

oleh:  
**MUHIMMA NAELA AL CHABIB**  
NIM. 13630070



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI  
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG  
2017**

**PENGARUH LAMA KALSINASI PADA SINTESIS SENYAWA PIGMEN  
HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH INDUSTRI KERAJINAN BESI  
DENGAN METODE RUTE PRESIPITASI-KALSINASI**

**SKRIPSI**

oleh:  
**MUHIMMA NAELA AL CHABIB**  
**NIM. 13630070**

**Diajukan Kepada:**  
**Fakultas Sains dan Teknologi**  
**Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang**  
**Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam**  
**Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI**  
**UNIVERSITAS ISLAM NEGERI**  
**MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG**  
**2017**

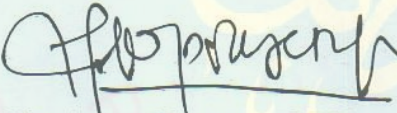
**PENGARUH LAMA KALSINASI PADA SINTESIS SENYAWA PIGMEN  
HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH INDUSTRI KERAJINAN BESI  
DENGAN METODE RUTE PRESIPITASI-KALSINASI**

**SKRIPSI**

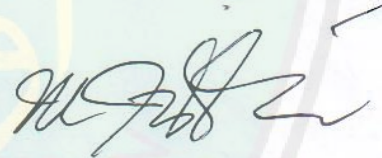
oleh:  
**MUHIMMA NAELA AL CHABIB**  
NIM. 13630070

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 11 Desember 2017

**Pembimbing I**

  
**Dr. Anton Prasetyo, M.Si**  
NIP. 19770925 200604 1 003

**Pembimbing II**

  
**M. Imamudin, Lc, MA**  
NIP. 19740602 200901 1010



**Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia**

  
**Elok Kamilah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

**PENGARUH LAMA KALSINASI PADA SINTESIS SENYAWA PIGMEN  
HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH INDUSTRI KERAJINAN BESI  
DENGAN METODE RUTE PRESIPITASI-KALSINASI**

**SKRIPSI**

oleh:  
**MUHIMMA NAELA AL CHABIB**  
NIM. 13630070

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 11 Desember 2017

**Penguji Utama : Rachmawati Ningsih, M.Si**  
NIP. 19810811 200801 2 010

(.....)

**Ketua Penguji : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si**  
LB. 63026

(.....)

**Sekretaris Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si**  
NIP. 19770925 200604 1 003

(.....)

**Anggota Penguji : M. Imamudin, Lc, MA**  
NIP. 19740602 200901 1010

(.....)



**Mengesahkan,  
Ketua Jurusan Kimia**

**Elok Kamillah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Muhimma Naela Al Chabib  
NIM : 13630070  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 11 Desember 2017

Yang membuat pernyataan,



Muhimma Naela Al Chabib  
NIM. 13630070

## MOTTO

كُلُّ مَنْ يَطِيرُ بِهَمَّتِهِ كَالطَّيْرِ يَطِيرُ بِجَنَاحَيْهِ

“Setiap orang terbang dengan cita-citanya, seperti halnya burung terbang dengan kedua sayapnya”.



## *HALAMAN PERSEMBAHAN*

Alhamdulillah, atas limpahan rahmat dan nikmat dari Allah SWT, akhirnya penulisan skripsi ini dapat terselesaikan. Tulisan ini dipersembahkan kepada:

1. Abi dan Umi tercinta yang selalu memberikan cinta, kasih sayang, serta memberi dukungan baik dalam segi moril maupun materi selama menempuh pendidikan dasar sampai selesainya studi S-1 ini.
2. Abah Yai Umik yang selalu memberikan do'a dan perhatian dalam segala hal, mendidik jasmani dan rohani sehingga dapat mengarahkan penulis untuk menjadi pribadi yang lebih baik.
3. Adik-adikku tercinta, Vyna Achla Inayati, Muhammad Akhyarul Atqiyak, Mayya Nailul Muna, Muhammad Abiyyu Romdloni yang turut serta memberi dukungan.
4. Bapak/Ibu dosen Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, Rachmawatiningsih, M.Si, Muhmaad Imamudin, Lc, MA yang telah membimbing penyusunan skripsi.
5. Teman-teman setim riset oksida besi, Lisana Sidqi Rodliyah dan Choirun Nisa, khususnya Elysia Dewi Nur'ani yang selalu membantu dan memberi dukungan selama proses penelitian hingga ujian akhir skripsi.
6. Seluruh dosen jurusan kimia dan teman-teman kimia angkatan 2013 yang telah banyak memberikan ilmu dan pengalamannya selama ini.
7. Teman-teman seperjuangan dalam tolabung 'ilmi yang sama-sama memiliki tujuan utama sukses dunia akhirat, khususnya teman-teman sekamar A4 (Romadhon Ekowati, Ayu Khoirul Qudsi, Putri dan Zayin) dan kamar A2 (Kholifatun Nikmah, Amanatul Jannah dan Mila Minhatul Maula).

Terimakasih atas segala dukungan dan do'a yang telah diberikan.

8. Tak lupa kepada sahabat-sahabatku, Nabila Charisa, Umi Rofiqoh, Itsna Arofatus Zahro, M. Fikri Nashrudin, Ahmad Zubaidi, M. Idha Nasrun Syakif. Terimakasih atas do'a dan dukungannya selama ini.
9. Seluruh staf laboran kimia UIN Malang yang telah banyak memberikan bantuan selama proses penelitian berlangsung, khususnya Mbak Susilowati.



## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum Wr. Wb.*

Puji syukur kehadiran Allah SWT, karena hanya dengan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi**”. Sholawat dan salam semoga selalu dilimpahkan oleh Allah kepada Nabi Muhammad SAW yang menjadi panutan bagi seluruh umat Islam. Skripsi ini telah memberikan banyak manfaat baik dari segi keilmuan maupun pengalaman yang sangat diperlukan bagi penulis.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

1. Orang tua tercinta Bapak Pamuji dan Ibu Siti Chanifah yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materi yang tak mungkin terbalaskan.
2. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang atas bantuan dana penelitian kompetitif mahasiswa (PKM) tahun 2017.
3. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan skripsi ini.
4. Bapak Mochammad Imamudin, Lc, MA selaku pembimbing agama yang selalu memberikan bimbingan, nasehat, dan dukungan selama penyusunan skripsi ini.
5. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku konsultan dan ketua penguji atas segala bimbingan, pengarahan, dan nasehat selama penyusunan skripsi ini.
6. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si sebagai penguji utama atas segala saran dan pertanyaan selama proses penyusunan dan ujian sehingga penyusun dapat menjadi pribadi yang lebih baik lagi.
7. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2013, khususnya semua anggota tim riset besi oksida 2016-2017 yakni Elysia Dewi N., Lisana Sidqi R., dan Choirun Nisa' yang selalu memberi bantuan dan motivasi.
8. Semua pihak yang turut membantu dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu kritik dan saran yang bersifat konstruktif sangat penulis harapkan. Akhirnya dengan penuh rasa syukur yang mendalam kehadirat Allah SWT, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb.*

Malang, 7 Desember 2017

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN PENGAJUAN</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR PERSAMAAN</b> .....	<b>xiv</b>
<b>DAFTAR REAKSI</b> .....	<b>xv</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xvi</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xvii</b>
<b>المُلخَص</b> .....	<b>xviii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Masalah.....	6
1.5 Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>8</b>
2.1 Potensi Limbah Bubut Besi Sebagai Oksida Besi .....	7
2.2 Pemanfaatan Oksida Besi Hematit Sebagai Pigmen .....	11
2.3 Metode Sintesis Hematit .....	13
2.3.1 Presipitasi .....	16
2.3.2 Kalsinasi .....	19
2.4 Difraksi Sinar-X (XRD) .....	19
2.5 Spektroskopi Raman .....	22
2.6 <i>Color Reader</i> .....	24
2.7 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX) .....	25
2.8 Sintesis dan Karakterisasi dalam Prespektif Islam.....	26
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>29</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	29
3.2 Alat dan Bahan .....	29
3.2.1 Alat .....	29
3.2.2 Bahan .....	29
3.3 Rancangan Penelitian .....	29
3.4 Tahapan Penelitian .....	30
3.5 Prosedur Penelitian .....	30
3.5.1 Preparasi Sampel.....	30
3.5.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe <sup>3+</sup> ).....	30

3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Lama Kalsinasi .....	31
3.5.4 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis .....	31
3.5.4.1 Difraksi Sinar-X (XRD) .....	31
3.5.4.2 Spektroskopi Raman .....	32
3.5.4.3 <i>Color Reader</i> .....	32
3.5.4.4 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)</i> .....	32
3.5.5 Analisa Data .....	32
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>34</b>
4.1 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) dari Limbah Bubut Besi .....	34
4.1.1 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe <sup>3+</sup> ) .....	34
4.1.2 Proses Sintesis Hematit .....	36
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD) .....	38
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Spektroskopi Raman .....	42
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i> .....	45
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM-EDX .....	46
4.6 Pemanfaatan Limbah Industri Kerajinan Besi sebagai Pigmen Hematit dalam Prespektif Islam .....	48
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>52</b>
5.1 Kesimpulan .....	52
5.2 Saran .....	52
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>53</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>58</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Warna pigmen oksida besi.....	11
Gambar 2.2	Struktur hematit .....	13
Gambar 2.3	Diagram Pourboix Fe-H <sub>2</sub> O pada suhu 25°C.....	16
Gambar 2.4	Ilustrasi hukum Bragg .....	20
Gambar 2.5	Pola difraksi sinar-X senyawa hematit .....	21
Gambar 2.6	Pola difraksi sinar-X standar hematit .....	21
Gambar 2.7	Ilustrasi mekanisme hamburan Rayleigh dan Raman.....	23
Gambar 2.8	Spektra Raman senyawa hematit.....	24
Gambar 2.9	Karakterisasi senyawa hematit menggunakan SEM.....	26
Gambar 4.1	Reaksi saat sampel didestruksi .....	36
Gambar 4.2	Hasil reaksi penambahan NaOH pada prekursor ferri .....	36
Gambar 4.3	Reaksi prekursor Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> dengan aquademineral.....	37
Gambar 4.4	Penambahan NaHCO <sub>3</sub> pada prekursor Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .....	37
Gambar 4.5	Hasil pola difraksi sinar-X sinar senyawa goetit ( $\alpha$ -FeOOH) .....	38
Gambar 4.6	Hasil pola difraksi sinar-X senyawa hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) dengan variasi waktu kalsinasi .....	39
Gambar 4.7	Ikatan ionik pada kristal goetit dan hematit .....	40
Gambar 4.8	Spektra hamburan Raman goetit dan hematit .....	43
Gambar 4.9	Pigmen hematit dengan variasi waktu kalsinasi .....	45
Gambar 4.10	Hasil gambar analisa SEM senyawa hematit.....	47

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi limbah bubuk besi .....	7
Tabel 2.2	Senyawa oksida besi.....	9
Tabel 2.3	Data kristalografi hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) .....	13
Tabel 3.1	Jenis modus vibrasi $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	32
Tabel 4.1	Kandungan sampel limbah bubuk besi .....	33
Tabel 4.2	Hasil XRD senyawa hematit dengan variasi waktu kalsinasi .....	40
Tabel 4.3	Rata-rata <i>crystallite size</i> senyawa hasil sintesis .....	41
Tabel 4.4	Bilangan gelombang dan modus vibrasi senyawa geotit .....	42
Tabel 4.5	Bilangan gelombang dan modus vibrasi senyawa hematit.....	43
Tabel 4.6	Hasil analisa warna pigmen hematit dengan variasi waktu kalsinasi.....	45
Tabel 4.7	Komposisi unsur senyawa hasil sintesis dengan SEM-EDX .....	46
Tabel L.1	Nilai standar Ksp senyawa hidroksida .....	82
Tabel L.2	Data <i>crystallite size</i> hematit 3 puncak tertinggi .....	83
Tabel L.3	Data hasil uji warna pigmen hematit.....	84
Tabel L.4	Nilai warna pigmen hematit pada variasi waktu kalsinasi .....	85

## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Hasil kali ion ( $Q$ ).....	17
Persamaan 2.2 Hukum Bragg .....	20
Persamaan 3.1 Nilai kroma ( $C$ ) .....	32
Persamaan 3.2 Nilai hue ( $H^\circ$ ) .....	32
Persamaan 3.3 <i>Debye-Scherrer</i> ( $D$ ).....	33



## DAFTAR REAKSI

Reaksi 2.1	Besi dengan asam nitrat .....	18
Reaksi 2.2	Prekursor ferri klorida dengan NaOH .....	18
Reaksi 2.3	Pembentukan fasa FeOOH .....	18
Reaksi 2.4	Pembentukan fasa $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	19
Reaksi 4.1	Sampel besi dengan asam nitrat .....	35
Reaksi 4.2	Gas NO dengan oksigen .....	35
Reaksi 4.3	Ion ferri dengan basa kuat .....	36
Reaksi 4.4	Prekursor ferri nitrat dengan air .....	37
Reaksi 4.5	Prekursor ferri nitrat dengan natrium bikarbonat .....	37
Reaksi 4.6	Pembentukan fasa FeOOH.....	38
Reaksi 4.7	Pembentukan fasa $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	38



## ABSTRAK

Al Chabib, N. Muhimma. 2017. **Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. Skripsi.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Pembimbing II: Mochammad Imamudin, Lc, MA, Konsultan: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

---

**Kata kunci:**  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, limbah bubuk, kalsinasi, presipitasi, pigmen

Aktivitas industri kerajinan besi menghasilkan limbah bubuk besi yang memiliki kandungan besi (Fe) yang sangat besar. Hal ini dapat berpotensi mencemari lingkungan, sehingga diperlukan usaha untuk mengatasinya. Salah satu peluang pemanfaatan limbah tersebut adalah sebagai bahan baku (prekursor) untuk sintesis pigmen oksida besi. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis pigmen hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan metode presipitasi dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi selama 1, 2, 3, dan 4 jam pada suhu 750 °C. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi Raman, *color reader* dan SEM-EDX. Data hasil XRD dan Raman menunjukkan fasa goetit setelah proses presipitasi dan berubah menjadi hematit setelah dilakukan kalsinasi. Intensitas puncak tertinggi pada hasil XRD didapatkan pada waktu kalsinasi 3 jam yang mengindikasikan mempunyai derajat kristalinitas tertinggi di antara semua sampel. Nilai warna meliputi L\*, a\*, b\*, C\*, dan H° pada semua pigmen sesuai dengan standar. Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa morfologi  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis tidak seragam, dan ditemukan pengotor berupa unsur Na dan C.

## ABSTRACT

Al Chabib, N. Muhimma. 2017. **The Effect of Calcination Time of Synthesis Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Pigment from Iron Waste Craft Industry Using Precipitation-Calcination Route Method.** Department of Chemistry Science and Technology Faculty Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Supervisor II: Mochammad Imamudin, Lc, MA, Consultant: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

---

**Keywords :**  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, lathe waste, calcination, precipitation, pigment

The activity of iron craft industries produce lathe waste that has high iron (Fe) metal. Its potentially as pollutant for environment, therefore its important to handle it. The highly abundant of iron in lathe waste can used to be precursor to synthesized the iron oxide pigment. In this research, the synthesis of iron oxide conducted by precipitation-calcination route method with variation of time calcination were 1, 2, 3 and 4 hours at 750°C. The product synthesis characterized using X-ray diffraction (XRD) technique, Raman spectroscopy, color reader, and SEM-EDX. The XRD and Raman data shows that goethite was obtained at precipitation and hematite was obtained after calcination. The impurities is no found in all sample. The highest of peak intensity XRD was obtained at 3 hours, that indicated the higher crystallinity than others. The value of color L\*, C\*, H°, a\*, b\* of pigment synthesis according to the standart data. From SEM-EDX data showed that the morphology of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is not uniform and found the impurities element such as sodium and carbon.

## المُلخَص

الحبيب, ن. مهّمًا. 2017. تأثير وقت التكلّيس لتحضير صبغة الهيماتيت من النفايات صناعة حرفية الحديد بطريقة الترسيب والتكلّيس. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف I: الدكتور انطان فراستيا، الماجستير, II: محمّد امام الدين، الماجستير، المستشار: ليلىك مفتاح الخيرات ، الماجستير

كلمات البحث:  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ، نفايات المخرطة ، التكلّيس، الترسيب، الصبغة

انتج فعالية صناعة الحرفية الى نفايات مخرطة الحديد، التي تحتوي الحديد (Fe) الكبير. هذا يمكن أن تلوث البيئة، فإنه يأخذ الجهد للتغلب. من احدى الفرصة لانتفاع النفايات هي استعمالها لمادة اولية لتركيب اصباغ اكسيد الحديد. في هذا البحث تركيب الصباغ الهيماتيت ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) بطريقة الترسيب والتكلّيس لمدة 1 و 2 و 3 و 4 ساعات عند 750 درجة مئوية. والمحصل متركبات حلل باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD)، رامن الطيفي، قيمة اللون و EDX-SEM. والتحليل باستخدام XRD و رامن يدلّ مرحلة الجيوتيت بعد الترسيب ثمّ غيرت إلى الهيماتيت بعد التكلّيس. أعلى كثافة ذروة باستخدام XRD في وقت التكلّيس لمدة 3 ساعات و يدلّ أعلى درجة من البلور بين جميع المتركبات. وقيمة اللون تتضمن (  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $H^\circ$ ,  $C^*$ ) على جميع الصباغ وفق الى المعيار. والنتيجة EDX-SEM يدلّ أنّ الشكل  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  تختلف، ووجد المسوخ هو Na و C.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kelimpahan unsur logam berupa besi (Fe) yang ada di alam relatif banyak, tercatat bahwa hasil tambang bijih besi yang ada di Indonesia pada tahun 2006 sebesar 392.818.138,95 ton (Harianto, 2008). Selain itu, besi juga memiliki sifat yang menguntungkan untuk diolah dan dimodifikasi sehingga banyak dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari, misalnya dalam industri kerajinan besi, industri material bangunan dan lain-lain. Hal ini sesuai dengan salah satu ayat yang ada dalam Al-Qur'an surat al-Hadid (25), berbunyi:

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيُقِيمُوا النَّاسَ بِالْقِسْطِ وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنَافِعُ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَن يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ ۗ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ

Artinya: “*Sesungguhnya Kami telah mengutus rasul-rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka al-Kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan Kami turunkan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha Kuat lagi Maha Perkasa.*”

Jika mempertimbangkan makna harfiah dari kata وَأَنْزَلْنَا yakni “suatu benda yang diturunkan dari langit”, dapat disadari bahwa ayat tersebut memiliki suatu kajian ilmiah yang penting untuk dipelajari. Hal ini sesuai dengan penemuan astronomi modern yang telah mengungkap bahwa logam besi yang ada di bumi berasal dari inti bintang-bintang raksasa di luar angkasa. Dijelaskan oleh Laila (2014), bahwa besi dihasilkan dari bintang-bintang yang jauh lebih besar dari

matahari dengan suhu yang lebih besar. Saat jumlah besi sudah melampaui batas tertentu, maka bintang tersebut tidak mampu menanggungnya lagi, sehingga meledak melalui peristiwa yang disebut supernova. Akibat dari ledakan tersebut meteor-meteor yang mengandung logam besi bertaburan di seluruh penjuru angkasa, lalu mendapat tarikan gaya gravitasi, sehingga dapat sampai ke bumi. Hal tersebut sesuai dengan ayat diatas, yang menunjukkan bahwa besi bukan berasal asli dari dalam bumi sendiri, namun diturunkan oleh Allah SWT melalui peristiwa dahsyat sesuai dengan yang dikehendaki-Nya.

Besi merupakan salah satu dari unsur kimia yang telah dikenal oleh ilmuwan-ilmuwan zaman dahulu seperti emas, perak, air raksa, dan timah hitam, besi juga merupakan logam yang paling banyak tersebar di bumi. Besi itu biasanya terdapat dalam komponen unsur kimia lain seperti dalam oksida, sulfida (sulfat), zat arang dan silikon. Shihab (2002) dalam tafsirnya al-Misbah menjelaskan bahwa dalam ayat diatas besi mempunyai kekuatan yang dapat membahayakan dan dapat pula menguntungkan manusia. Bukti paling kuat tentang hal ini adalah bahwa lempengan besi dengan berbagai macamnya, secara bertingkat-tingkat mempunyai keistimewaan dalam bertahan menghadapi panas, tarikan, kekaratan, mempunyai sifat lentur sehingga dapat menampung daya magnet. Oleh karena itu, besi adalah logam paling cocok untuk bahan senjata dan peralatan perang, bahkan merupakan bahan baku berbagai macam industri besar maupun kecil, misalnya dalam industri kerajinan besi, industri material bangunan dan lain-lain.

Industri kerajinan besi merupakan salah satu industri yang mengolah bijih besi menjadi produk kerajinan dan menghasilkan limbah bubut besi. Khoiroh (2013) menyatakan bahwa kadar Fe yang terdapat pada limbah tersebut sebesar

97%, sedangkan sisanya adalah europium (Eu), rubidium (Rb), mangan (Mn), kalsium (Ca), kromium (Cr), fosfor (P), renium (Re), tembaga (Cu), skandium (Sc), nikel (Ni), lantanum (La), iterbium (Yb), dan seng (Zn) yang berkadar rendah.

Peraturan Pemerintah No. 101/2014 yang tertera pada lampiran 2 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3) menyebutkan bahwa bijih besi termasuk dalam limbah B3 dari sumber yang spesifik yaitu dari kegiatan industri besi. Kadar Fe tertinggi yang masih diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan adalah sebesar 5 mg/L (SNI 06-6989.49-2005), sehingga limbah hasil industri besi perlu mendapat perhatian untuk penanganannya. Salah satu peluang pemanfaatan limbah besi adalah sebagai bahan prekursor untuk sintesis oksida besi.

Oksida besi dalam bentuk oksida dan oksihidroksidanya terdiri dari 16 macam fasa murni, salah satunya dalam bentuk hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (Mohapatra dan Anand, 2010). Hematit dapat digunakan sebagai pigmen yang memiliki beberapa keunggulan yaitu tidak beracun, mempunyai stabilitas kimia yang baik, tahan terhadap suhu yang sangat tinggi sehingga mempunyai karakteristik pigmen yang unggul (Vujtek, dkk., 2003). Cornell dan Schwertmann (2003) menyatakan bahwa standar pigmen hematit adalah memiliki ukuran partikel 0,1-0,5  $\mu\text{m}$  dengan distribusi ukuran partikel yang seragam, sedangkan standar nilai warna hematit  $L^*$  berkisar 25-45,  $C^*$  berkisar 9-42 dan  $H^\circ$  berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell dan Schwertmann, 2003).

Sintesis hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) telah dilakukan oleh banyak pihak dengan menggunakan metode reaksi kimia padatan (Seyedi, dkk., 2015), sol gel (Woo, dkk., 2003), dekomposisi termal (Yufanyi, dkk., 2015), rute *microwave*-kalsinasi (Mohammadi, dkk., 2012), hidrotermal (Tadic, dkk., 2014), oksidasi logam besi

(Fu, dkk., 2001), hidrolisis garam besi (Waseem, dkk., 2014), dan rute presipitasi-kalsinasi (Sahoo, dkk., 2010; Legodi dan Waal, 2007; Khoiroh, dkk., 2013 dan Septityana, dkk., 2013).

Metode rute presipitasi-kalsinasi telah banyak digunakan oleh berbagai pihak untuk sintesis nanopartikel besi oksida (Andujar, dkk., 2012). Metode presipitasi digunakan karena mempunyai prosedur yang sederhana, mudah (Martinez, dkk., 2009), murah, suhu yang digunakan relatif rendah, dan hasil yang diperoleh banyak (Abdulkadir dan Aliyu, 2013). Metode ini telah digunakan untuk sintesis pigmen oksida besi dengan bahan prekursor yang tidak murni, sedangkan metode lainnya menggunakan prekursor dari senyawa murni. Oleh karena itu, metode rute presipitasi-kalsinasi memberikan peluang untuk mensintesis hematit dari bahan limbah bubut yang dihasilkan dari industri kerajinan besi.

Beberapa faktor yang berpengaruh pada sintesis hematit adalah (a) jenis prekursor (Muller, dkk., 2015), (b) konsentrasi prekursor (Fouda, dkk., 2012), (c) pH (Andujar, dkk., 2012; Khoiroh, dkk., 2013), (d) suhu kalsinasi (Sahoo, dkk., 2010; Khoiroh, dkk., 2013), dan (e) waktu kalsinasi (Darezereshki, dkk., 2012). Faktor-faktor tersebut akan mempengaruhi struktur kristal, ukuran, dan distribusi tiap partikelnya. Oleh karena itu, perlu untuk mengontrol setiap perlakuan yang dilakukan sehingga diperoleh hasil sintesis terbaik.

Sintesis hematit dari bahan limbah telah dilakukan oleh berbagai pihak. Rahman, dkk. (2014) mensintesis hematit dari limbah baja (*mill scale*) dengan pelarut asam sulfat dan diperoleh fasa tunggal hematit dengan struktur orthorombik. Sintesis hematit dari limbah baja yang dilakukan oleh Aji, dkk. (2007) dengan menggunakan pelarut asam klorida, diperoleh senyawa hematit dengan struktur

heksagonal. Legodi dan Waal (2007) juga mensintesis hematit dari limbah baja dengan pelarut asam sulfat dan asam nitrat, diperoleh fasa hematit relatif murni dengan derajat kristal yang tinggi, mempunyai bentuk menyerupai kubik dan distribusi partikelnya seragam. Sintesis pigmen hematit yang dilakukan oleh Khoiroh (2013) dengan bahan prekursor limbah bubuk besi dan menggunakan pelarut asam nitrat, diperoleh fasa hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) yang relatif murni dengan derajat kristalinitas yang tinggi, berbentuk menyerupai bola, distribusi partikelnya seragam, dan rata-rata ukuran kristalnya 0,16  $\mu\text{m}$ . Sintesis hematit juga dilakukan oleh Septityana, dkk. (2013) dengan bahan dasar bijih besi dengan pelarut asam klorida, diperoleh fasa hematit murni dengan struktur rhombohedral dan mempunyai ukuran kristal 40-41 nm. Hal ini menunjukkan bahwa jenis prekursor yang berbeda akan menghasilkan struktur dan ukuran kristal yang tidak sama.

Hasil penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Septityana, dkk. (2013) dan Khoiroh, dkk. (2013) menyatakan bahwa waktu kalsinasi berpengaruh pada struktur dan ukuran hematit yang terbentuk. Septityana, dkk. (2013) telah mensintesis hematit dengan pemanasan selama 2 jam pada suhu 500 dan 800°C, diperoleh fasa hematit murni dengan struktur rhombohedral dan ukuran kristal 40-41 nm, sedangkan hasil pengukuran menggunakan *color reader* diperoleh nilai  $L^*a^*b^*$  untuk suhu 500°C berturut-turut adalah 28,36; 27,86; 30,24 dan pada suhu 800°C nilai  $L^*a^*b^*$  adalah 20,47; 22,42; 18,17; 35,38. Khoiroh, dkk. (2013) mensintesis hematit dengan melakukan kalsinasi pada suhu 750, 800, 850°C selama 3 jam, diperoleh hasil terbaik pada saat pemanasan 750°C, yaitu terbentuk fasa hematit murni dengan ukuran kristal 17 nm dan nilai  $L^*a^*b^*$  sebesar 34,1; 19,5; 11,5.

Berdasarkan uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa pigmen hematit dari limbah industri kerajinan besi dengan metode rute presipitasi-kalsinasi dengan variasi waktu kalsinasi. Pengaruh waktu kalsinasi terhadap produk hasil sintesis akan dikaji datanya menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi Raman, *color reader* dan *scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray* (SEM-EDX).

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh waktu kalsinasi terhadap (a) struktur dan ukuran kristal, (b) lokal struktur, dan (c) nilai warna senyawa hasil sintesis?
2. Bagaimana morfologi dan komposisi unsur dari senyawa hasil sintesis?

## 1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengkaji pengaruh waktu kalsinasi terhadap (a) struktur dan ukuran kristal, (b) lokal struktur, dan (c) nilai warna dari senyawa hasil sintesis.
2. Mengetahui morfologi dan komposisi unsur senyawa hasil sintesis terbaik.

## 1.4 Batasan Masalah

1. Limbah besi yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah dari industri kerajinan besi di kota Malang.
2. Metode yang digunakan adalah presipitasi dilanjutkan kalsinasi pada suhu 750°C selama 1, 2, 3, dan 4 jam.

## 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah dilakukannya penelitian ini yaitu dapat mengurangi potensi pencemaran lingkungan oleh limbah B3, khususnya limbah dari sisa pengolahan industri besi yang dalam hal ini dimanfaatkan sebagai

prekursor sintesis hematit. Penelitian ini juga bermanfaat untuk mengkaji metode dalam sintesis senyawa hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), sehingga dapat dikembangkan untuk menghasilkan pigmen berkualitas dari bahan prekursor yang tidak murni.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Potensi Limbah Bubut Besi Sebagai Oksida Besi

Limbah bubut besi banyak dihasilkan dari pengolahan berbagai jenis industri yang berpotensi mencemari lingkungan. Salah satunya adalah industri kerajinan besi yang menghasilkan limbah berupa serbuk maupun padatan. Sugiharto (1997) menyatakan bahwa limbah besi berupa bubut yang berukuran kecil biasanya tidak dimanfaatkan lagi dan akan dibuang secara langsung ke lingkungan. Penelitian Khoiroh (2013) menunjukkan bahwa limbah bubut besi mengandung logam besi (Fe) berkadar tinggi, yang data hasil ujinya dirangkum dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi limbah bubut besi

Kandungan limbah bubut besi		Jumlah (%)
Besi	(Fe)	97, 11
Europium	(Eu)	0,67
Rubidium	(Rb)	0,65
Mangan	(Mn)	0,54
Kalsium	(Ca)	0,30
Kromium	(Cr)	0,26
Fosfor	(P)	0,2
Renium	(Re)	0,2
Tembaga	(Cu)	0,13
Skandium	(Sc)	0,053
Nikel	(Ni)	0,037
Lantanum	(La )	0,03
Iterbium	(Yb)	0,03
Seng	(Zn)	0,03

Sumber: (Khoiroh, 2013)

Peraturan Pemerintah No. 101/2014 yang tertera pada lampiran 2 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3) menyebutkan bahwa

limbah besi yang bersumber dari kegiatan industri besi termasuk dalam limbah B3, dan batas maksimum kadar Fe yang diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan adalah sebesar 5 mg/L (SNI 06-6989.49-2005). Pembuangan limbah besi yang melebihi ambang batas akan menyebabkan pencemaran lingkungan karena sifatnya yang korosif dan dapat menurunkan kesuburan tanah (Sugiharto, 1997). Kerusakan yang telah terjadi di muka bumi ini banyak diakibatkan oleh ulah manusia sebagaimana firman Allah dalam Al-Qur'an surat ar-Rum (41) berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ  
يَرْجِعُونَ

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di lautan yang disebabkan oleh tangan-tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”

Manusia yang telah banyak berbuat kerusakan seharusnya sadar akan kesalahan yang telah diperbuatnya dan segera kembali ke jalan yang benar. Allah SWT menegaskan bahwa manusia telah dipilih sebagai khalifah di bumi ini mengemban tugas untuk senantiasa merawat, mengelola dan menjaga lingkungan sesuai yang terkandung dalam surat al-Baqarah ayat 30 yang berbunyi:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً ۗ قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيهَا  
وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ

Artinya: Dan ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para malaikat: “Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi.” mereka berkata: “Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?” Tuhan berfirman: “Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui.”

Menurut Ash-Shiddieqy (2000) ayat ini mengisyaratkan bahwa setelah menciptakan bumi, mengelola dan mengaturnya, Allah SWT kemudian menciptakan manusia dengan dilengkapi kekuatan yang mampu membuat mereka

dapat mengelola dan menata demi terciptanya kemakmuran bumi. Salah satu contohnya manusia dapat mengelola kembali limbah menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat, sehingga akan mengurangi dampak pencemaran lingkungan. Salah satu upaya untuk menangani pencemaran limbah bubuk besi yaitu dengan mengolahnya sebagai bahan baku pembuatan oksida besi.

Tabel. 2.2 Senyawa oksida besi

Oksihidroksida	Lambang	Warna	Oksida	Lambang	Warna
Geothit	$\alpha$ -FeOOH	Kuning-Oranye	Hematit	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Merah
Lepidocrit	$\gamma$ -FeOOH	Oranye	Magnetit	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Hitam
Akagenit	$\beta$ -FeOOH	Kuning-Coklat	Maghemit	$\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Kemerahan-Coklat
Schwertmanit	Fe <sub>16</sub> O <sub>16</sub> (OH) <sub>y</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>z</sub> .nH <sub>2</sub> O	Oranye-Coklat	$\beta$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-
$\delta$ -FeOOH	-	-	$\varepsilon$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-
Feroxyhyt	$\delta'$ -FeOOH	Merah-Coklat	Wustit	FeO	Hitam
FeOOH tekanan tinggi	-	-			
Ferrihydrit	Fe <sub>5</sub> HO <sub>8</sub> .4H <sub>2</sub> O	Merah-Coklat			
Bernalit	Fe(OH) <sub>3</sub>	-			
Fe(OH) <sub>2</sub>	-	-			
Green Rusts	Fe <sub>x</sub> <sup>III</sup> Fe <sub>y</sub> <sup>II</sup> (OH) <sub>3x+2y-z</sub> :A <sup>-</sup> =Cl <sup>-</sup> ; 1/2 SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	-			

Sumber: (Frankel, 2016)

Oksida besi yang tersebar luas di alam telah dipakai manusia untuk dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi (Frankel, 2016), seperti bahan pewarna (pigmen), bahan pembuatan magnet (Wang, dkk., 2008), adsorben, sensor gas (Mohapatra dan Anand, 2010), katalis (Buxbaum dan Pfaff, 2005), dan lain sebagainya. Oksida besi tersusun atas Fe yang berikatan dengan O atau OH dalam

bentuk oksida dan oksihidroksida. Menurut Frankel (2016), terdapat 16 senyawa oksida besi yang telah ditemukan dan dirangkum dalam Tabel 2.2

## 2.2 Pemanfaatan Oksida Besi Hematit Sebagai Pigmen

Produksi secara kuantitatif dari pigmen besi oksida relatif lebih besar dibandingkan dengan pigmen anorganik lainnya, tercatat bahwa produksi pigmen oksida besi di dunia pada tahun 2004 bernilai lebih dari 460 ribu ton (Potter, 2003). Besarnya kebutuhan pasar dalam penggunaan pigmen ini dikarenakan selain harganya yang murah juga mempunyai sifat yang baik sebagai pigmen, diantaranya memiliki kekuatan menyerap sinar ultraviolet, kemampuan pelapisan yang baik, ketahanan sifat kimia yang bagus, relatif stabil dalam suhu tinggi, dan menarik untuk diaplikasikan dalam berbagai variasi komersial (Will dan Kishi, 2001). Adapun beberapa variasi warna yang dihasilkan dari produksi pigmen oksida besi ditampilkan pada Gambar 2.1 (Cornell dan Schwertmann, 2003).



Gambar 2.1 Warna pigmen oksida besi (Cornell dan Schwertmann, 2003)

Menurut Will dan Kishi (2001) pigmen oksida besi ada yang berasal dari alam dan dapat juga disintesis. Saat ini sintesis dari pigmen oksida besi terus

dikembangkan karena produk yang dihasilkan lebih murni sehingga diperoleh kekuatan pewarnaan yang lebih bagus dan memiliki keseragaman warna. Umumnya, pigmen oksida besi dari alam memiliki kekuatan warna dan keseragaman warna yang rendah. Oleh karena itu, pengontrolan kondisi secara kimiawi pada sintesis pigmen oksida besi akan diperoleh produk yang lebih bagus dari pada pigmen oksida besi yang ada di alam.

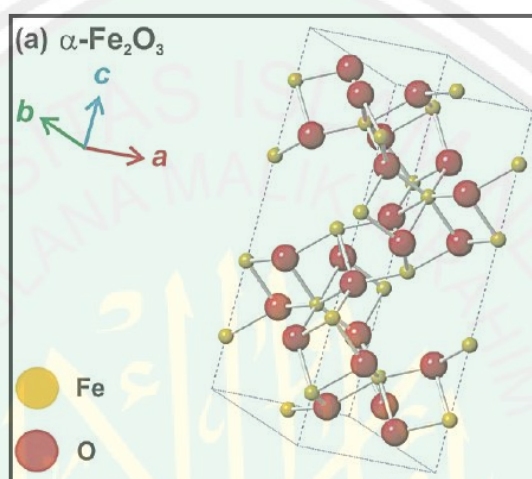
Salah satu pigmen oksida besi yang paling banyak disintesis oleh beberapa negara besar seperti Cina, Jerman, Italia, dan Colombia adalah pigmen hematit ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan jumlah konsumsi pada tahun 2009 sebesar 40.700 ton dan meningkat lagi pada tahun 2010 sebesar 62.900 ton (Tanner, 2010). Kebutuhan pigmen terus meningkat seiring dengan tingginya pertumbuhan industri yang menggunakan pigmen seperti industri keramik, cat, plastik, tinta, *coating*, kertas, kosmetik, dan bahan konstruksi (Tanner, 2010; Sobirin, dkk., 2015; Potter, 2002). Kelebihan hematit sebagai pigmen diantaranya adalah tidak beracun, mempunyai stabilitas kimia yang baik, tahan terhadap suhu yang sangat tinggi sehingga mempunyai karakteristik sebagai pigmen yang unggul (Vujtek, dkk., 2003).

Hematit mempunyai struktur korundum dengan ion-ion oksigen yang tersusun dalam bentuk heksagonal dengan grup ruang  $R3c$  (simetri rombohedral) dan parameter kisiya berbentuk unit heksagonal yaitu  $a=b=5,0346 \text{ \AA}$ ,  $c=13,752 \text{ \AA}$  (Cornell and Schwetmann, 2003). Data struktur kristal hematit dirangkum dalam Tabel 2.3 dan gambar struktur hematit ditampilkan pada Gambar 2.2.

Tabel 2.3 Data kristalografi hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ )

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rhombohedral
Parameter kisi (nm)	$a=b=0,50346$ $c=1,3752$
Grup ruang	$R3c$

Sumber : (Cornell and Schwetmann, 2003)



Gambar 2.2 Struktur hematit (Machala, dkk., 2011)

Pigmen hematit mempunyai standar ukuran partikel 0,1-0,5  $\mu\text{m}$  (Cornell dan Schwetmann, 2003) dengan distribusi ukuran partikel yang seragam (Buxbaum dan Pfaff, 2005). Nilai warna yang diukur meliputi *value* ( $L^*$ ) yang menunjukkan derajat kecerahan, *chroma* ( $C^*$ ) merupakan intensitas kemurnian dan *hue* ( $H^\circ$ ) adalah corak warna. Nilai  $L^*$  berkisar 25-45,  $C^*$  berkisar 9-42, sedangkan  $H^\circ$  berkisar 21-57. Adapun nilai rata-rata  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell dan Schwetmann, 2003).

### 2.3 Metode Sintesis Hematit

Beberapa metode yang digunakan untuk sintesis senyawa hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) diantaranya adalah metode reaksi kimia padatan (Seyedi, dkk., 2015), sol gel (Woo,

dkk., 2003), dekomposisi termal (Yufanyi, dkk., 2015), rute *microwave*-kalsinasi (Mohammadi, dkk., 2012), hidrotermal (Tadic, dkk., 2014), oksidasi logam besi (Fu, dkk., 2001), hidrolisis garam besi (Waseem, dkk., 2013), dan rute presipitasi-kalsinasi (Sahoo, dkk., 2010; Legodi dan Waal, 2007; Khoiroh, dkk., 2013 dan Septityana, dkk., 2013).

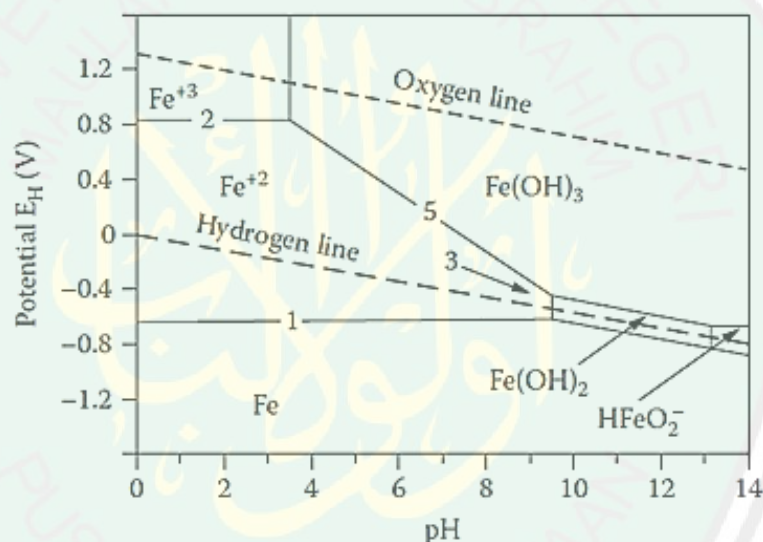
Metode yang paling banyak digunakan oleh banyak pihak dalam sintesis oksida besi adalah presipitasi dilanjutkan kalsinasi. Hal ini dikarenakan metode tersebut memiliki beberapa keuntungan diantaranya prosesnya sederhana, mudah (Martinez, dkk., 2009), murah, suhu yang digunakan relatif rendah, dan hasil yang diperoleh banyak (Abdulkadir dan Aliyu, 2013). Selain itu, metode rute presipitasi-kalsinasi telah banyak digunakan untuk sintesis pigmen oksida besi dengan bahan prekursor yang tidak murni, berbeda dengan metode lain yang menggunakan prekursor dari senyawa murni.

Penelitian yang dilakukan oleh Akbar, dkk. (2004) yaitu mensintesis senyawa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan metode sol gel, hasilnya diperoleh struktur hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan campuran fasa maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dan mempunyai rata-rata ukuran kristal sebesar 22-56 nm. Sintesis hematit menggunakan metode sol gel juga dilakukan oleh Woo, dkk. (2003), dihasilkan fasa hematit dan juga masih terdapat campuran fasa maghemit. Metode hidrolisis garam besi yang dilakukan oleh Muller, dkk. (2015) menghasilkan fasa hematit dengan kristalinitas yang rendah dan masih terdapat fasa geotit dengan ukuran partikel 261,60-5184,3 nm. Metode dekomposisi termal yang dilakukan oleh Yufanyi, dkk. (2015) dihasilkan fasa hematit murni dengan kristalinitas yang meningkat seiring dengan bertambahnya suhu, namun terjadi aglomerasi dan terbentuk pori-pori.

Beberapa faktor yang berpengaruh selama proses sintesis dari senyawa pigmen hematit, diantaranya adalah (a) jenis prekursor (Muller, dkk., 2015), (b) konsentrasi prekursor (Fouda, dkk., 2012), (c) pH (Andujar, dkk., 2012; Khoiroh, dkk., 2013), (d) suhu kalsinasi (Sahoo, dkk., 2010; Khoiroh, dkk., 2013), dan (e) waktu kalsinasi (Darezereshki, dkk., 2012). Muller, dkk. (2015) telah mensintesis pigmen oksida besi dengan menggunakan jenis prekursor yang berbeda. Prekursor  $\text{FeCl}_3$  dihasilkan fasa akagenit ( $\beta\text{-FeOOH}$ ) dan semakin tinggi suhunya ( $90\text{-}110^\circ\text{C}$ ) mulai terbentuk fasa hematit dengan kristalinitas yang rendah, sedangkan prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dihasilkan fasa geotit dan semakin tinggi suhunya mulai terbentuk fasa hematit dengan derajat kristalinitas yang bagus. Fouda, dkk. (2012) mensintesis hematit dengan menggunakan prekursor ferri sulfat dengan variasi konsentrasi 0,2, 0,4, dan 0,6 M, hasilnya diperoleh bahwa semakin tinggi konsentrasinya maka derajat kristalinitasnya juga meningkat, begitu juga dengan ukuran kristal dan ukuran partikelnya.

Suhu kalsinasi juga berpengaruh pada hasil sintesis pigmen oksida besi (Sahoo, dkk., 2010). Variasi suhu yang digunakan adalah  $250$ ,  $500$ , dan  $850^\circ\text{C}$  dan hasilnya yaitu semakin tinggi suhu, rata-rata ukuran kristalnya semakin besar dan hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa aglomerasi partikelnya semakin turun. Pengaruh waktu kalsinasi pada sintesis hematit yang dilakukan oleh (Darezereshki, dkk., 2012) diperoleh hasil bahwa waktu kalsinasi  $500^\circ\text{C}$  selama 2 jam memiliki kristalinitas yang lebih bagus dari pada waktu kalsinasi selama 1 jam. Selain itu, semakin lama waktunya ukuran kristal yang diperoleh semakin besar, begitu juga dengan ukuran partikelnya.

Pengaruh pH pada sintesis oksida besi dilakukan oleh Andujar, dkk. (2012) dengan variasi pH 6, 7, 8, 9, dan 10 diperoleh jenis fasa yang berbeda-beda, begitu juga dengan ukuran dan morfologinya. Begitu juga dengan Khoiroh, dkk. (2013) yang mensintesis hematit dengan variasi pH 6, 7, 8, dan 9 dengan hasil produk terbaik diperoleh pada pH 6 yaitu terbentuk senyawa hematit dengan distribusi partikel lebih seragam dan mempunyai nilai warna yang sesuai dengan standar. Berikut ini ditampilkan diagram kesetimbangan potensial-pH untuk besi-air pada suhu 25°C dalam Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Diagram Pourboix Fe-H<sub>2</sub>O pada suhu 25°C (Verink, dkk.,2011)

### 2.3.1 Presipitasi

Presipitasi yang juga bisa disebut sebagai reaksi pengendapan merupakan proses pemisahan yang mudah, cepat, dan murah. Prinsipnya adalah pemisahan unsur-unsur berdasarkan perbedaan besarnya harga hasil kali kelarutan ( $K_{sp}$ ) (Suyanti, dkk., 2008). Pengendapan dilakukan dengan cara mengubah zat yang akan dipisahkan menjadi suatu fasa baru dalam bentuk padatan (endapan).

Pengendapan dapat terjadi ketika zat tersebut berada dalam bentuk persenyawaan yang nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga  $K_{sp}$  senyawa tersebut (Wasito dan Biantoro, 2009).

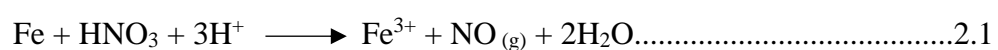
Chang (2003) menjelaskan bahwa  $K_{sp}$  suatu senyawa adalah hasil kali konsentrasi molar dari ion-ion penyusunnya, dimana masing-masing dipangkatkan dengan koefisien stoikiometrinya didalam persamaan kesetimbangan. Proses pengendapan dapat terjadi ketika nilai hasil kali konsentrasi ion-ion ( $Q$ ) suatu senyawa telah melewati nilai  $K_{sp}$  nya. Nilai  $K_{sp}$  yang kecil menunjukkan bahwa suatu senyawa akan mudah mengendap, begitu sebaliknya jika nilai  $K_{sp}$  nya besar maka senyawa tersebut akan lebih sulit mengendap. Adapun nilai  $K_{sp}$  dari senyawa  $Fe(OH)_3$  yaitu sebesar  $1,1 \times 10^{-36}$ , menunjukkan bahwa senyawa tersebut mudah untuk mengendap karena mempunyai nilai  $K_{sp}$  yang sangat kecil jika dibanding dengan senyawa  $Fe(OH)_2$  dengan nilai  $K_{sp}$  sebesar  $1,6 \times 10^{-14}$  (Chang, 2003).

Adanya penambahan ion senama akan berpengaruh pada kelarutan dari suatu senyawa. Contohnya jika  $AgNO_3$  ditambahkan pada larutan  $AgCl$  jenuh maka akan meningkatkan konsentrasi ion  $[Ag^+]$ , sehingga hasil kali ion lebih besar dari pada hasil kali kelarutan yang ditampilkan pada persamaan 2.1 (Chang, 2003).

$$Q = [Ag^+]_0[Cl]_0 > K_{sp} \quad (2.1)$$

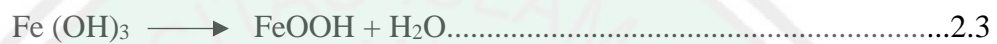
Oleh karena itu, sebagian  $AgCl$  akan terendapkan dari larutan, sebagaimana diprediksi oleh asas *Le Chatelier* sampai hasil kali ion sekali lagi sama dengan  $K_{sp}$ .

Jika material yang mengandung besi ditambahkan dengan asam nitrat pekat maka akan menghasilkan gas nitrogen oksida dan ion ferri sesuai dengan reaksi 2.1:



Reaksi diatas menghasilkan gas NO yang tidak berwarna, dan saat gas tersebut keluar maka akan segera bereaksi dengan oksigen yang ada di udara membentuk gas nitrogen dioksida (NO<sub>2</sub>) yang berwarna coklat kemerahan (Vogel, 1990).

Hematit dapat dibentuk dari fasa FeOOH yang diendapkan kemudian dilanjutkan kalsinasi. Pengendapan prekursor ferri klorida oleh agen pengendap NaOH disebutkan dalam reaksi 2.2 dan 2.3 (Abdulkadir dan Aliyu, 2013):



Penelitian sebelumnya dengan menggunakan zat pengendap asam oksalat dan NaHCO<sub>3</sub> diperoleh hasil bahwa dengan reagen NaHCO<sub>3</sub> diperoleh kristal hematit murni, sedangkan reagen asam oksalat diperoleh fasa hematit dengan kristalinitas yang bagus namun masih terdapat campuran fasa geotit (Cornell dan Schwertmann, 2003). Penelitian lain yang dilakukan oleh Septityana, dkk. (2013) menggunakan NH<sub>4</sub>OH sebagai zat pengendap, hasil karakterisasi XRD yang diperoleh sebelum dilakukannya kalsinasi yaitu fasa FeOOH dengan adanya pengotor berupa SiO<sub>2</sub> dan CaO yang berasal dari material dasarnya. Hasil yang diperoleh setelah dilakukan kalsinasi yaitu berupa fasa hematit relatif murni, namun memiliki nilai warna yang kurang sesuai dengan standar.

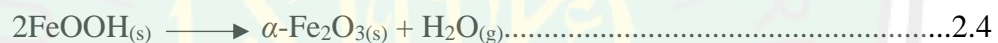
### 2.3.2 Kalsinasi

Kalsinasi merupakan proses pembakaran tahap awal yang berupa reaksi dekomposisi secara endotermik. Kalsinasi berfungsi melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida sehingga menghasilkan bahan dalam bentuk oksida. Kalsinasi juga menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan seperti H<sub>2</sub>O,

air kristal, dan gas (CO<sub>2</sub>). Peristiwa yang terjadi selama proses kalsinasi antara lain (Pinna, 1998):

- Dekomposisi komponen prekursor pada pembentukan spesi oksida. Proses pertama terjadi pelepasan air bebas (H<sub>2</sub>O) dan terikat (OH) berlangsung sekitar suhu 100-300°C.
- Pelepasan gas-gas seperti CO<sub>2</sub> berlangsung sekitar suhu 600°C dan pada tahap ini disertai terjadinya pengurangan berat.
- Pada suhu lebih tinggi, sekitar >700°C struktur kristalnya sudah mulai terbentuk (Pinna, 1998).

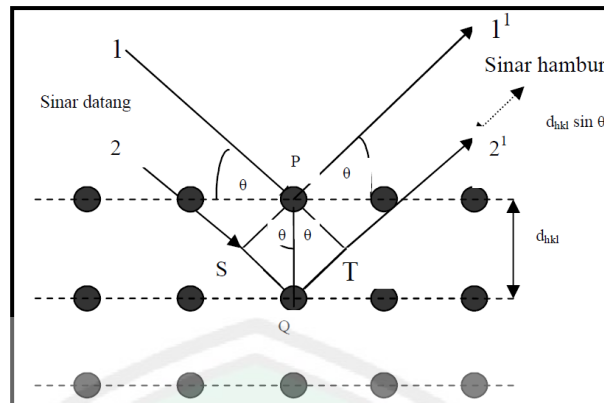
Adanya perlakuan kalsinasi dapat mengubah fasa FeOOH menjadi  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sesuai dengan reaksi 2.4 berikut ini (Maiti, dkk., 2015):



#### 2.4 Difraksi Sinar-X (XRD)

Sinar-X merupakan bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi tinggi dan panjang gelombang yang pendek. Berkas sinar-X monokromatik yang jatuh pada sebuah kristal akan terhambur ke segala arah, tetapi karena keteraturan letak atom-atom pada arah tertentu mempunyai gelombang hambur yang akan berinterferensi konstruktif dan pada arah lain akan berinterferensi destruktif. Ilustrasi hukum Bragg ditunjukkan pada Gambar 2.4.

Dua sinar-X 1 dan 2 dipantulkan pada bidang kristal yang saling berdekatan sehingga dihasilkan hamburan sinar-X ke 1' dan ke 2'. Gambar 2.4 menunjukkan bahwa sinar 2-2' mempunyai jarak S-Q-T yang besarnya sebanding dengan sinar 1-1', sedangkan jarak S-Q-T harus sejajar dengan bilangan bulat dari panjang gelombang sehingga dihasilkan persamaan 2.2 (West, 2014).



Gambar 2.4 Ilustrasi hukum Bragg (West, 2014)

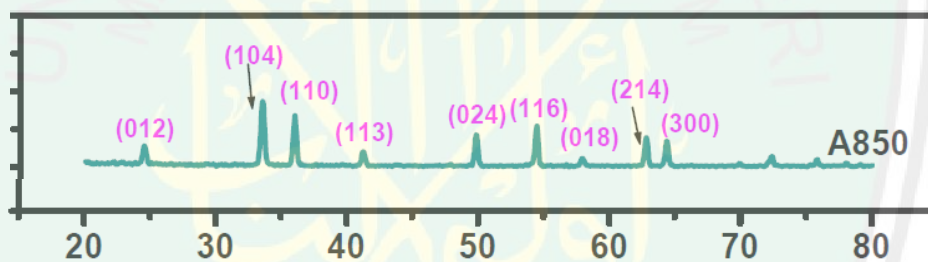
$$2 d \sin \theta = n \lambda \quad (2.2)$$

Hasil dari karakterisasi menggunakan instrumentasi XRD dapat diperoleh pola dengan garis atau puncak yang berbeda-beda. Hal tersebut menunjukkan bahwa intensitas dan posisi (jarak atau sudut *Bragg*) yang dihasilkan pada setiap difraktogramnya pun tidak sama. Informasi dalam karakterisasi suatu senyawa tertentu dapat dibandingkan kesesuaiannya dengan pola garis senyawa yang dijadikan standar/referensi. Perbedaan intensitas yang terbentuk pada karakterisasi suatu sampel bergantung dengan metode selama preparasi sampel atau kondisi dari alat yang digunakan. Setiap senyawa kristalin memiliki karakteristik pola difraksinya masing-masing sehingga dapat dijadikan sebagai pedoman untuk identifikasi fasa yang dianalisis (West, 2014).

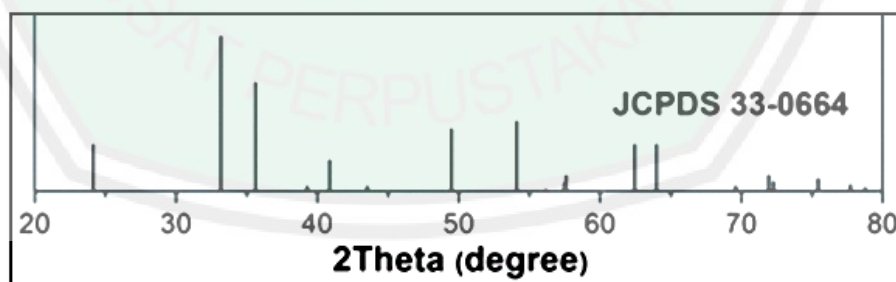
Metode karakterisasi menggunakan XRD ini dapat digunakan untuk menguji kemurnian suatu senyawa dan mengetahui senyawa apa yang menjadi impuritasnya. Selain itu, jumlah dari suatu fasa kristalin dalam sebuah campuran juga dapat diidentifikasi dengan metode kuantitatif XRD. Pemilihan garis-garis yang terbentuk pada pola difraksi suatu fasa perlu diperhatikan sehingga intensitasnya dapat dibandingkan dengan data standar yang diperoleh. Posisi dari

garis puncak yang diperoleh juga dapat digunakan untuk menentukan nilai parameter kisi ( $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ). Parameter kisi dapat ditentukan dengan mengetahui indeks miller dari berbagai macam garis sehingga posisinya dapat ditentukan secara tepat (West, dkk., 2014).

Berikut ini merupakan contoh dari pola difraksi sinar-X senyawa hematit dengan struktur rhombohedral yang disintesis dari prekursor murni ferri klorida  $\text{FeCl}_3$  dengan menggunakan metode rute presipitasi-kalsinasi pada suhu  $850^\circ\text{C}$  yang ditampilkan pada Gambar 2.5 (Sahoo, dkk., 2010). Adapun pola XRD dari hematit standar diperoleh dari data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) no. 33-0664 (Wu, dkk., 2013) yang ditampilkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.5 Pola difraksi sinar-X senyawa hematit



Gambar 2.6 Pola difraksi sinar-X standar hematit

Berdasarkan data standar hematit diatas dapat diketahui bahwa karakteristik dari puncak-puncak difraksi berada pada posisi  $2\theta$  ( $^\circ$ ): 24,180; 33,159; 35,660;

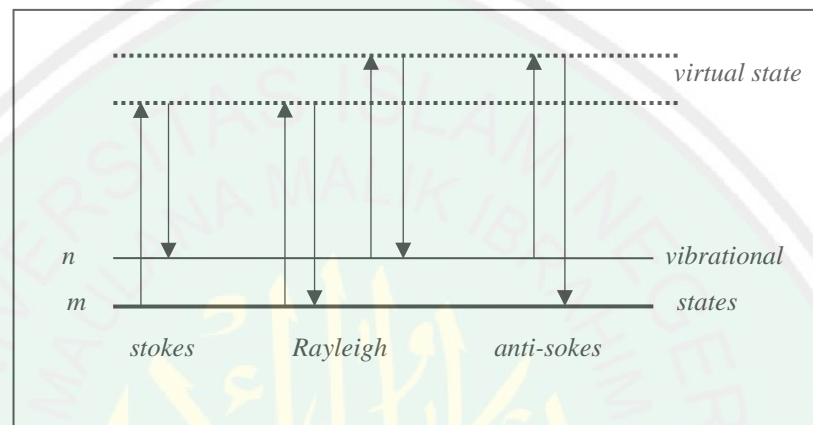
40,861; 43,464; 49,440; 54,020; 57,500; 62,382; 63,981. Adapun nilai  $hkl$  dari sudut  $2\theta$  ( $^\circ$ ) terkecil berturut-turut adalah (012), (104), (110), (113), (202), (024), (116), (122), (214), (300) dan intensitas puncak difraksi tertinggi berada pada sudut  $2\theta$  ( $^\circ$ ): 33,159 dengan  $hkl$  (104) (Buck, dkk., 2003). Sesuai dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Yufanyi, dkk. (2015), bahwa puncak difraksi dengan intensitas tertinggi dari senyawa hematit hasil sintesis mempunyai nilai  $hkl$  (104). Puncak tersebut dijadikan sebagai acuan untuk menghitung rata-rata ukuran kristal dengan persamaan *Debye-Scherrer*. Hasil yang diperoleh yaitu pada suhu kalsinasi 400 dan 500 $^\circ$ C mempunyai ukuran kristal berturut-turut sebesar 45,1 dan 71,4 nm.

## 2.5 Spektroskopi Raman

Hamburan Raman terjadi ketika suatu sampel disinari oleh cahaya monokromatik, umumnya berupa laser. Terdapat dua tipe sinar hamburan yang dihasilkan oleh sampel yaitu hamburan Reyleigh dan hamburan Raman. Hamburan Reyleigh terjadi ketika energi dan panjang gelombangnya sama dengan sinar yang ditangkap, sedangkan hamburan Raman terjadi ketika energi dan panjang gelombang yang dihamburkan lebih besar atau lebih kecil (West, 2014). Hamburan Raman umumnya lebih lemah dari pada hamburan Reyleigh karena hanya satu foton yang dihamburkan setiap 106-108 foton (Smith dan Dent, 2005).

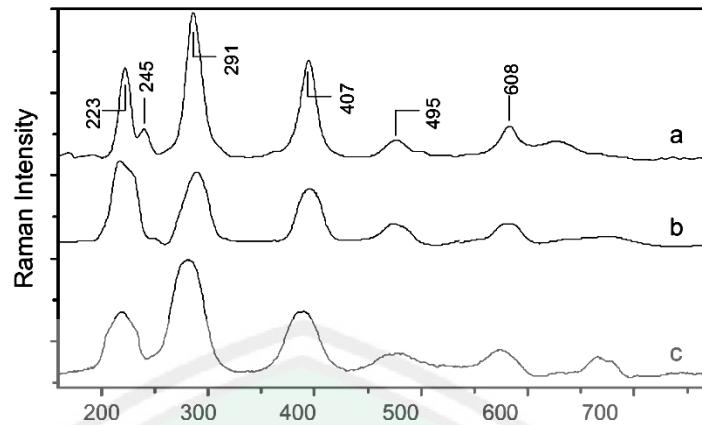
Prinsip hamburan Raman yaitu sumber sinar dengan frekuensi tunggal berinteraksi dengan molekul dan mengubah awan elektron yang memutar nukleus untuk membentuk posisi *virtual state*. Keadaan ini tidak stabil sehingga foton akan sesegera mungkin diradiasikan kembali (Smith dan Dent, 2005). Hamburan Raman dapat mengalami pergeseran positif (*stokes*) atau negatif (*anti-stokes*). Geseran

*stokes* memiliki intensitas yang lebih tinggi dan menimbulkan transisi dari energi yang rendah (*ground state*)  $m$  menuju energi yang lebih tinggi  $n$ , sedangkan geseran *anti-stokes* terjadi pada level energi vibrasional tereksitasi  $n$  bertransisi menuju energi vibrasional yang lebih rendah  $m$  dan grafiknya ditampilkan dalam Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Ilustrasi mekanisme hamburan Rayleigh dan Raman (Smith dan Dent, 2005)

Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang spesifik khususnya molekul organik, sedangkan padatan anorganik berhubungan dengan ikatan-ikatan secara kovalen seperti grup hidroksil, nitrat, sulfat, dan lain-lain (West, 2014). Oleh karena itu, identifikasi hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa organik ataupun anorganik dan dapat diketahui bagaimana perubahan lokal struktur pada suatu senyawa yang diteliti. Berikut ini merupakan salah satu contoh spektra Raman senyawa hematit hasil penelitian Legodi dan Waal (2007) yang ditampilkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Spektra Raman senyawa hematit: (a) hematit komersial, (b) hematit dari prekursor senyawa murni, (c) hematit dari limbah baja

## 2.6 Color Reader

Nilai warna dapat diukur secara modern dengan sebuah alat yang disebut *color reader*. Instrumen ini terdiri atas ujung reseptor, sebuah layar dan empat buah tombol dengan tiga tombol berupa target  $L^*$ ,  $a^*$ , dan  $b^*$  yang terletak dibawah layar pada sisi samping alat. Satu tombol terletak pada sisi atas alat yang berfungsi sebagai tombol *start* saat penembakan sampel (Deman, 1997).

Prinsip kerja *color reader* yaitu pengukuran perbedaan warna yang dihantarkan melalui pantulan cahaya ke permukaan sampel. Pengukuran warna ini dilakukan dengan cara meletakkan lampu pada bidang datar permukaan sampel. Sinar yang akan dipantulkan tidak boleh keluar dari permukaan bahan. Pengukuran alat ini dinyatakan dengan nilai kecerahan ( $L^*$ ), kemerahan ( $a^*$ ), dan kekuningan atau kebiruan ( $b^*$ ) (Anggraeni, 2008).

Nilai  $L^*$ ,  $a^*$  dan  $b^*$  yang diperoleh dapat dikonversi menjadi nilai warna *value* ( $L^*$ ), *chroma* ( $C^*$ ), dan *hue* ( $H^\circ$ ). *Value* merupakan derajat kecerahan, *chroma* merupakan intensitas kemurnian warna sedangkan *hue* merupakan corak warna. Nilai warna  $L^*$  untuk pigmen hematit berkisar 25-45,  $C^*$  berkisar 9-42, dan

H<sup>o</sup> berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata L\*, C\*, H<sup>o</sup> berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell dan Schwertmann, 2003).

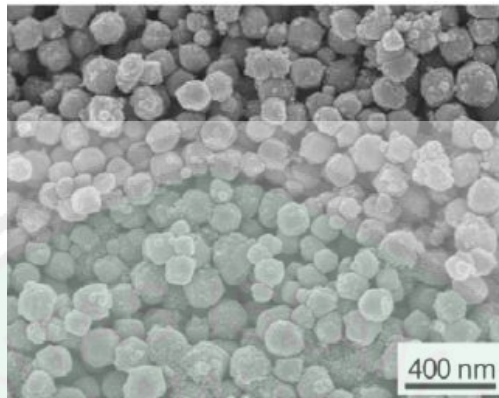
### ***2.7 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)***

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan materi. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan materi yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah, namun yang terdeteksi oleh detektor SEM adalah pantulan elektron dengan intensitas tertinggi (Abdullah dan Khairurrijal, 2009).

EDX merupakan instrumen yang digunakan untuk menentukan komposisi kimia suatu bahan. Sistem analisis EDX bekerja sebagai fitur yang terintegrasi dengan SEM, sehingga tidak dapat bekerja tanpa adanya SEM. Prinsip kerja dari teknik ini adalah menangkap dan mengolah sinyal dari sinar-X yang keluar apabila berkas elektron mengenai sampel. Karakteristik dari panjang gelombang sinar-X yang dipancarkan sesuai dengan karakteristik dari unsur-unsur yang terdeteksi. Adapun karakterisasi material menggunakan SEM dimanfaatkan untuk melihat tekstur permukaan suatu sampel, struktur topografi yang ditampilkan dalam bentuk tiga dimensi (West, 2014).

Morfologi senyawa hematit berdasarkan penelitian Supattarasakda, dkk. (2013) berbentuk bulat dengan rata-rata ukuran partikel 100-180 nm, sebagaimana ditampilkan pada Gambar 2.9. Senyawa hematit pada penelitian ini dihasilkan dari prekursor murni ferrihidrat dengan metode presipitasi menggunakan katalis gas

nitrogen. Distribusi ukuran partikel relatif seragam menunjukkan bahwa senyawa tersebut memenuhi standar dapat digunakan sebagai pigmen.



Gambar 2.9 Karakterisasi senyawa hematit menggunakan SEM (Supattarasakda, dkk., 2013)

## 2.8 Sintesis dan Karakterisasi dalam Prespektif Islam

Sintesis dalam ilmu kimia adalah kegiatan melakukan reaksi kimia dengan metode tertentu sehingga diperoleh suatu produk berupa persenyawaan kimia. Sintesis kimia dimulai dengan pemilihan suatu senyawa kimia yang biasa disebut dengan reagen atau reaktan dan dilanjutkan sesuai dengan tahapan-tahapan penelitian sesuai prosedur yang telah ditetapkan. Hasil sintesis berupa suatu senyawa kimia ini perlu untuk dilakukan karakterisasi, yaitu suatu kegiatan untuk menganalisa suatu senyawa hasil sintesis sehingga diketahui kandungan maupun kualitas dari senyawa yang diteliti. Sintesis dan karakterisasi dalam penelitian bidang ilmu kimia merupakan satu kesatuan yang saling memperkuat sehingga suatu penelitian dipercayai keakuratannya. Penelitian bertujuan untuk menggali lebih dalam suatu kajian ilmu dengan cara membuktikan kesesuaian teori dengan hasil eksperimen, sebagaimana yang telah dijelaskan dalam ajaran agama Islam bahwasanya setiap manusia dituntut untuk mencari ilmu.

Allah SWT telah memerintahkan hamba-Nya yang beriman untuk senantiasa menuntut ilmu, baik ilmu agama maupun ilmu pengetahuan dengan tujuan utama untuk lebih mendekatkan diri kepada Allah SWT, salah satunya dengan menyadari akan keagungan-Nya dalam menciptakan alam semesta ini. Oleh karena itu, dalam Al-Quran surat al-Mujadalah (11) disebutkan bahwa orang-orang yang berilmu termasuk orang yang diangkat derajatnya oleh Allah SWT:

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا إِذَا قِيلَ لَكُمْ تَفَسَّحُوا فِي الْمَجَالِسِ فَافْسَحُوا يَفْسَحِ اللَّهُ لَكُمْ وَإِذَا قِيلَ  
 أَنشُرُوا فَأَنشُرُوا يَرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ ءَامَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ

Artinya: “Hai orang-orang beriman apabila dikatakan kepadamu: “Berlapang-lapanglah dalam majlis”, maka lapangkanlah niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. Dan apabila dikatakan: “Berdirilah kamu”, maka berdirilah, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat. Dan Allah Maha Mengetahui apa yang kamu kerjakan”.

Shihab (2002) dalam tafsirnya al-Misbah maksud dari “وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ”

adalah mereka yang beriman dan menghiasi diri mereka dengan pengetahuan (ilmu). Ilmu yang dimaksud oleh ayat diatas bukan hanya ilmu agama, tetapi ilmu apapun yang bermanfaat. Ilmu itu haruslah menghasilkan rasa takut dan kagum atas kebesaran Allah SWT, sehingga mendorong orang yang berilmu untuk mengamalkan ilmunya serta memanfaatkannya untuk kepentingan makhluk. Ayat tersebut sering digunakan para ahli untuk mendorong diadakannya kegiatan di bidang ilmu pengetahuan, dengan cara mengunjungi majlis ilmu (Nata, A., 2002).

Riset yang akan dilakukan ini merupakan salah satu bentuk usaha untuk mendalami ilmu pengetahuan. Sintesis dan karakterisasi suatu senyawa hematit sebagai pigmen ini memanfaatkan bahan baku berupa limbah besi yang sudah tidak

digunakan lagi, dengan begitu dapat dibuktikan bahwa Allah tidak menciptakan sesuatu tanpa adanya hikmah, seperti potongan ayat dalam surat al-Imron: 191 (رَبَّنَا

مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ). Oleh karena itu, adanya penelitian

mengenai sintesis senyawa hematit beserta karakterisasinya ini dapat menambah ilmu pengetahuan yang sebenarnya sangat berkolerasi dengan tambahnya iman kepada Sang Pencipta alam semesta ini jikalau mau bertafakkur.



## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini akan dilakukan pada rentang waktu bulan Maret-Agustus 2017 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, karakterisasi XRD di Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro (UNDIP), karakterisasi spektroskopi Raman di Laboratorium FMIPA Institut Teknologi Bandung (ITB), karakterisasi *color reader* di Laboratorium Pengujian Mutu dan Keamanan Pangan Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Brawijaya (UB), dan karakterisasi SEM-EDX di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh November (ITS).

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah seperangkat alat gelas, tanur, lemari asam, corong Buchner, Erlenmeyer vakum, *stirrer* magnetik, pH meter, timbangan analitik, kertas saring, *color reader*, XRD, fluoresensi sinar-X (XRF), spektroskopi Raman, dan SEM-EDX.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu limbah bubuk besi, aquademineral,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$ , dan  $\text{NaOH}$ .

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian yang akan dilakukan adalah mensintesis senyawa hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) menggunakan metode presipitasi dilanjutkan kalsinasi dengan variasi waktu

kalsinasi adalah 1, 2, 3, dan 4 jam. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD, spektroskopi Raman dan *color reader*. Hasil terbaik dari pola difraksi XRD akan dikarakterisasi dengan menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsuranya.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi sampel
2. Pembuatan prekursor ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ )
3. Sintesis senyawa pigmen hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan variasi lama kalsinasi
4. Karakterisasi yang digunakan meliputi: (a) XRD, (b) spektroskopi Raman, (c) *color reader*, dan (d) SEM-EDX
5. Analisa Data

### 3.5 Prosedur Penelitian

#### 3.5.1 Preparasi Sampel

Limbah bubuk besi yang diperoleh dari limbah industri kerajinan besi dipisahkan dari sampel yang sudah berkarat, kemudian sampel di potong kecil-kecil untuk mempermudah proses selanjutnya. Setelah itu, sebagian sampel yang sudah dipreparasi kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan instrumentasi XRF untuk menentukan kandungan unsur-unsur yang ada didalamnya.

#### 3.5.2 Pembuatan Prekursor Ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ )

Sebanyak 20 gr sampel limbah bubuk besi dimasukkan dalam gelas *beaker* 2000 mL dan ditambahkan 200 mL asam nitrat 3,5 M. Didiamkan campuran selama 24 jam didalam lemari asam, dan dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  sampai diperoleh padatan homogen (Legodi dan Waal, 2007). Analisa kualitatif untuk menunjukkan

adanya ion  $\text{Fe}^{3+}$  yaitu terbentuknya endapan coklat kemerahan besi (III) hidroksida ketika direaksikan dengan NaOH, sedangkan jika terbentuk endapan putih besi (II) hidroksida menunjukkan adanya ion  $\text{Fe}^{2+}$  (Vogel, 1990).

### 3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Lama Kalsinasi

Prekursor ferri ditambahkan dengan aquademineral 500 mL, selanjutnya ditambahkan dengan 50 mL  $\text{NaHCO}_3$  0,5 M dan pH campuran diatur sebesar 6. Pengadukan dilakukan dengan kecepatan 750 rpm selama 1 jam dengan suhu  $70^\circ\text{C}$ , dan hasilnya didekantasi pada suhu ruang. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquademineral sebanyak 100 mL dan dikeringkan pada suhu ruang selama 24 jam. Sampel yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan spektroskopi Raman (Legodi dan Waal, 2007).

Sampel yang diperoleh pada tahap sebelumnya, dikalsinasi pada suhu  $750^\circ\text{C}$  selama 1, 2, 3, dan 4 jam. Produk hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD, spektroskopi Raman, dan *color reader*. Hasil terbaik dari identifikasi menggunakan XRD dilanjutkan karakterisasinya menggunakan SEM-EDX (Khoiroh, dkk., 2013; Septityana dkk., 2013).

### 3.5.4 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis

#### 3.5.4.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk. Sumber radiasi yang digunakan adalah  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$ ) dengan daya sebesar 30 kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang  $2\theta$  ( $^\circ$ ) = 10-90 $^\circ$ .

### 3.5.4.2 Spektroskopi Raman

Pengukuran spektroskopi Raman dilakukan dengan menggunakan spektrometer Bruker-Senterra. Pengukuran dilakukan pada rentang bilangan gelombang 50-3600  $\text{cm}^{-1}$ . Pengukuran spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui perubahan lokal struktur selama kalsinasi.

### 3.5.4.3 Color Reader

Produk hasil sintesis ditempelkan pada *color reader* dan ditekan sampai berbunyi atau lampu menyala. Angka yang ditampilkan kemudian diukur pada grafik untuk mengetahui spesifikasi warna. Hasil yang diperoleh berupa nilai  $L^*$ ,  $a^*$ , dan  $b^*$  dengan skala 0-100.

### 3.5.4.4 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Produk terbaik dari hasil pola difraksi sinar-X serbuk kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk menganalisa morfologi permukaan, ukuran partikel dan komposisi unsurnya. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 2000-12.000x.

### 3.5.5 Analisa Data

Berdasarkan nilai  $L^*$ ,  $a^*$ , dan  $b^*$  dari pengukuran *color reader*, maka dapat ditentukan nilai kroma ( $C^*$ ) dan hue ( $H^0$ ) dengan persamaan 3.1 dan 3.2.

$$C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} \quad (3.1)$$

$$H^0 = \tan^{-1} (b^*/a^*), \text{ degree } 0^\circ \leq H^0 \leq 360 \quad (3.2)$$

Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai  $L^*$ ,  $C^*$ , dan  $H^0$  standar pigmen hematit.

Pola difraksi sinar-X hasil sintesis akan dianalisa dengan cara membandingkannya dengan standar JCPDS no. 33-0664 (Wu, dkk., 2013). Pola XRD senyawa hasil sintesis dapat dihitung ukuran kristalnya dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditulis seperti pada persamaan 3.3.

$$D = \frac{k\lambda}{(\beta \cos \theta)} \quad (3.3)$$

dengan D adalah ukuran kristal (nm),  $k$  : nilai konstanta faktor sudut (0.8-1),  $\beta$  : nilai FWHM,  $\theta$  : sudut Bragg,  $\lambda$  : panjang gelombang sinar-X.

Hasil spektra yang diperoleh dari pengukuran spektroskopi Raman akan diidentifikasi berdasarkan data spektra standar hematit murni. Perubahan pada tingkat lokal struktur hematit akan diidentifikasi berdasarkan perubahan-perubahan puncak vibrasi. Jenis modus vibrasi hematit dirangkum dalam Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Jenis modus vibrasi  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Legodi dan Waal, 2007)

Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Jenis vibrasi
226, 495	(Fe-O simetri <i>stretching</i> )
292, 406, 600	(Fe-O simetri <i>bending</i> )

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis pigmen hematit menggunakan bahan baku dari limbah bubut industri kerajinan besi dengan metode rute presipitasi-kalsinasi. Sintesis pigmen hematit meliputi dua tahap penelitian, yaitu pembuatan prekursor dan proses sintesis hematit. Adapun senyawa hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan metode difraksi sinar-X, spektroskopi Raman, *color reader* dan SEM-EDX.

#### 4.1 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Bubut Besi

##### 4.1.1 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe<sup>3+</sup>)

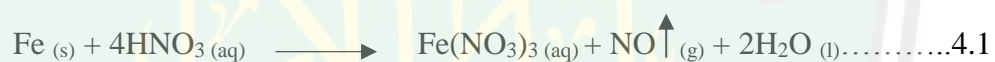
Sampel yang digunakan pada penelitian ini berupa limbah bubut besi dari industri kerajinan besi di Jl. Simpang Gajayana kota Malang. Sebelum dibuat prekursor, dilakukan uji XRF yang bertujuan untuk mengidentifikasi kandungan unsur dari bahan yang digunakan. Hasil karakterisasi sampel menggunakan XRF sebagaimana ditampilkan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kandungan sampel limbah bubut besi

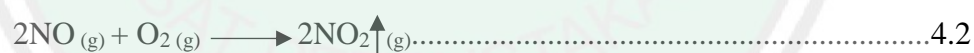
Unsur	Jumlah (%)
Besi (Fe)	96,08
Mangan (Mn)	1,3
Europium (Eu)	0,9
Nikel (Ni)	0,82
Rubidium (Rb)	0,66
Kalsium (Ca)	0,29
Kromium (Cr)	0,096
Tembaga (Cu)	0,093
Lantanum (La)	0,02

Hasil pengukuran menunjukkan bahwa selain unsur logam besi dengan kandungan tertinggi sebesar 96,08%, ditemukan beberapa kandungan unsur logam lain dengan jumlah relatif kecil. Hal ini disebabkan karena jenis sampel yang digunakan adalah limbah hasil industri kerajinan besi, sehingga didalamnya tidak hanya kandungan besi saja. Hasil karakterisasi ini sama dengan hasil yang dilakukan oleh Khoiroh (2013) pada sampel yang sama juga diperoleh kadar besi tertinggi yaitu sebesar 97,11%.

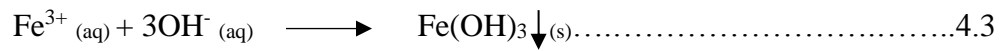
Pembuatan prekursor dilakukan dengan cara mendestruksi sampel limbah bubuk besi dengan asam nitrat. Destruksi bertujuan untuk memutus ikatan logam besi dalam sampel, sehingga dapat terpisah dengan unsur-unsur lainnya. Asam nitrat digunakan karena dapat melarutkan logam besi menjadi ion ferri dalam bentuk garam  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , sesuai dengan reaksi 4.1:



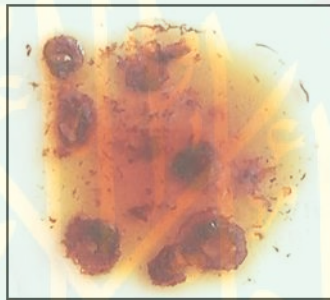
Proses reaksi besi dengan asam nitrat ditampilkan pada Gambar 4.1, yang menunjukkan adanya gas warna coklat yang merupakan gas  $\text{NO}_2$ , berasal dari gas  $\text{NO}$  yang bereaksi dengan oksigen di udara sesuai dengan reaksi 4.2 (Vogel, 1990):



Reaksi destruksi sampel menggunakan asam nitrat menunjukkan bahwa asam nitrat berperan sebagai oksidator kuat karena dapat mengoksidasi Fe dari bilangan oksidasi (biloks) 0 menjadi  $\text{Fe}^{3+}$  dengan biloks 3+ (ferri). Bukti adanya ion ferri dalam prekursor adalah terbentuknya endapan merah kecoklatan ketika ditetesi dengan reagen basa kuat seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.2, sedangkan persamaan reaksinya disebutkan pada reaksi 4.3 (Vogel, 1999):



Gambar 4.1 Reaksi saat sampel didestruksi

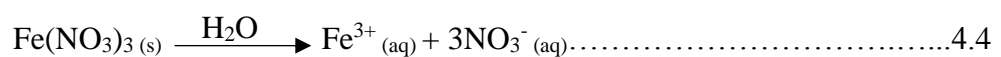


Gambar 4.2 Hasil reaksi penambahan NaOH pada prekursor ferri

Ion ferri dipilih menjadi prekursor dalam sintesis hematit karena berdasarkan penelitian Legodi, dkk., (2007) bahwa prekursor  $\text{Fe}^{3+}$  (ferri) dapat disintesis menghasilkan senyawa hematit murni.

#### 4.1.2 Proses Sintesis Hematit

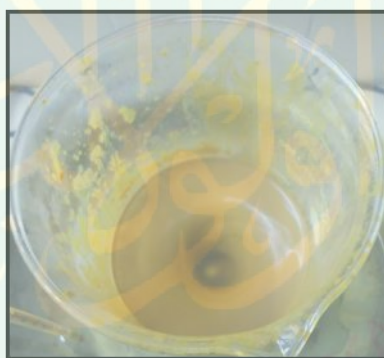
Proses sintesis pigmen hematit dilakukan dengan metode presipitasi dilanjutkan kalsinasi. Tahap awal presipitasi yaitu diperoleh bahwa prekursor garam besi nitrat dapat terurai menjadi ion-ionnya ketika ditambah dengan aquademineral, sehingga akan membentuk persamaan reaksi 4.4 sebagai berikut:



Bukti bahwa besi (III) nitrat larut dalam air sesuai dengan hasil penelitian yang ditampilkan pada Gambar 4.3. Aquademineral digunakan sebagai pelarut karena dapat memperkecil adanya gangguan pengotor selama proses sintesis, sehingga diharapkan produk yang diperoleh relatif murni.

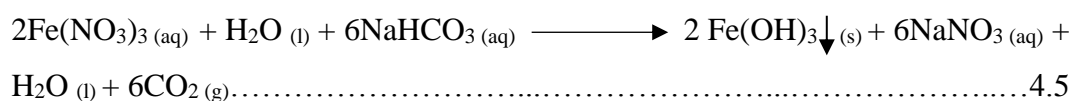


Gambar 4.3 Reaksi prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dengan aquademineral



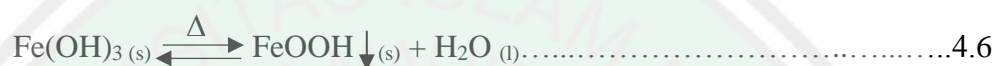
Gambar 4.4 Penambahan  $\text{NaHCO}_3$  pada prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Metode presipitasi dilakukan dengan menambahkan zat pengendap berupa natrium bikarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ) 0,5 M sebanyak 50 mL, dan hasilnya terlihat mulai terbentuk endapan yang ditampilkan pada Gambar 4.4, sesuai dengan reaksi 4.5 sebagai berikut:

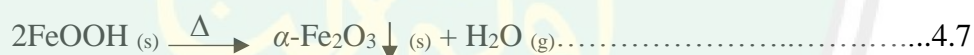


Endapan dapat terbentuk dengan penambahan  $\text{NaHCO}_3$  0,025 mol dan pengaturan pH menjadi 6 telah melampaui nilai  $K_{sp}$  standar senyawa  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , sesuai dengan perhitungan pada Lampiran 5.

Endapan yang terbentuk dari metode presipitasi berwarna coklat kekuningan dengan sedikit air di atasnya menunjukkan bahwa endapannya tidak larut dalam air, sesuai dengan reaksi 4.6 sebagai berikut (Mahdavi, dkk. 2013, Cornell, R.M., dan Schwertmann, U, 2003):



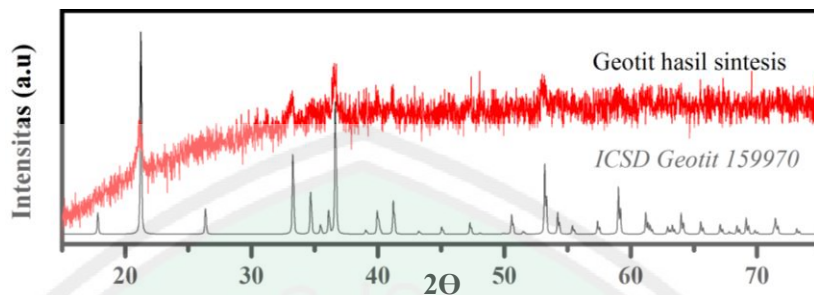
Endapan yang diduga fasa  $\text{FeOOH}$  dihilangkan pelarutnya dengan cara penyaringan vakum dan kalsinasi dilakukan pada suhu  $750^\circ\text{C}$  dengan waktu kalsinasi 1, 2, 3, dan 4 jam. Tujuan kalsinasi yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu mengubah fasa  $\text{FeOOH}$  menjadi fasa  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (hematit) sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya dengan reaksi 4.7 sebagai berikut (Silva, R. 2011):



#### 4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Untuk menentukan fasa yang terbentuk maka dilakukan karakterisasi dengan menggunakan teknik XRD. Hasil sintesis menggunakan metode presipitasi berupa sampel berwarna kuning kecoklatan dan data XRD pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa sampel sebelum kalsinasi mempunyai puncak-puncak yang sesuai dengan data standar senyawa geotit (*data base International Centre for Standard Diffraction (ICSD) no.159970*). Intensitas pola difraksi pada hasil yang diperoleh masih rendah dengan *noise* yang tinggi mengindikasikan bahwa kristalinitasnya

rendah. Hal ini disebabkan banyak faktor-faktor yang perlu dioptimasi lebih lanjut dalam metode pembuatan prekursor maupun proses presipitasi.

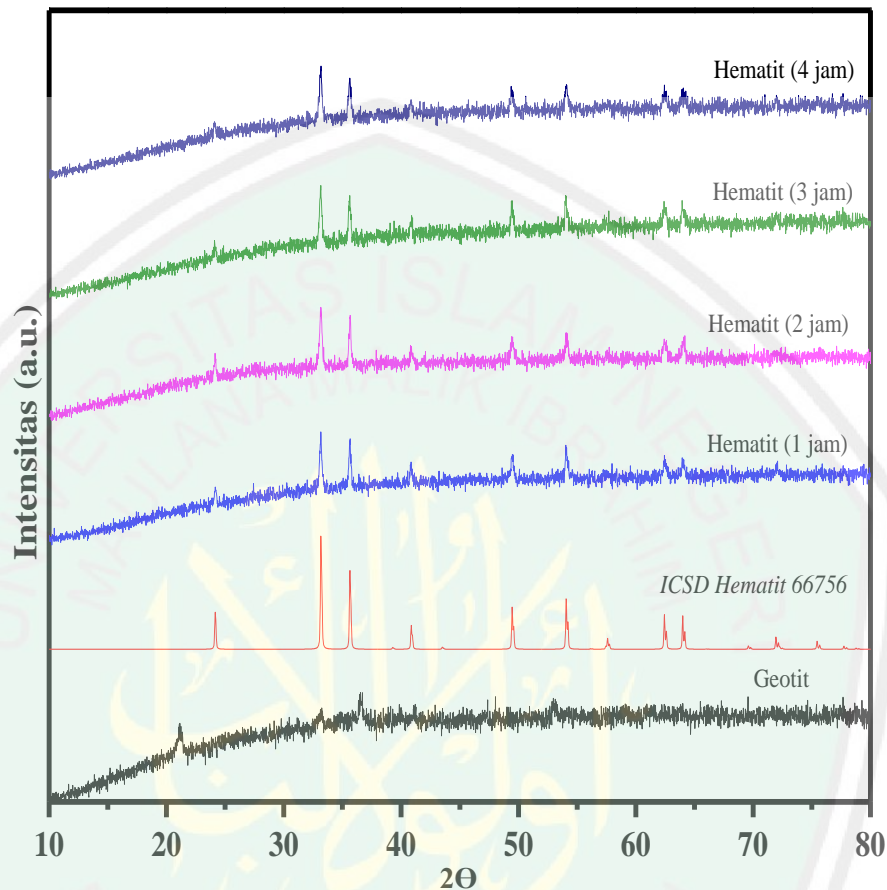


Gambar 4.5 Hasil pola difraksi sinar-X senyawa geotit ( $\alpha$ -FeOOH)

Sintesis dengan metode kalsinasi menghasilkan serbuk berwarna merah marun. Pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa puncak-puncak yang terdeteksi sesuai dengan data standar senyawa hematit (*data base* ICSD no.66756), sebagaimana Gambar 4.6. Senyawa geotit mempunyai struktur kristal berbentuk orthorombik dengan grup ruang  $Pnma$ , sedangkan struktur kristal dari hematit mempunyai bentuk rhombohedral dengan grup ruang  $R3c$ . Adapun ikatan yang terjadi pada zat padat besi oksida adalah ikatan ionik dengan ilustrasi yang ditampilkan pada Gambar 4.7.

Hasil pola difraksi sinar-X dengan berbagai waktu kalsinasi menunjukkan bahwa intensitas puncak antara satu waktu dan yang lainnya berbeda, seperti yang tertera pada Tabel 4.2. Data yang diperoleh menunjukkan bahwa intensitas puncak semakin meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu kalsinasi, dan saat waktu kalsinasi 4 jam intensitasnya cenderung menurun. Semakin tinggi intensitas menunjukkan bahwa tingkat kristalinitasnya juga semakin tinggi. Hal ini dikarenakan bidang kristal senyawa hematit yang memantulkan sinar-X lebih

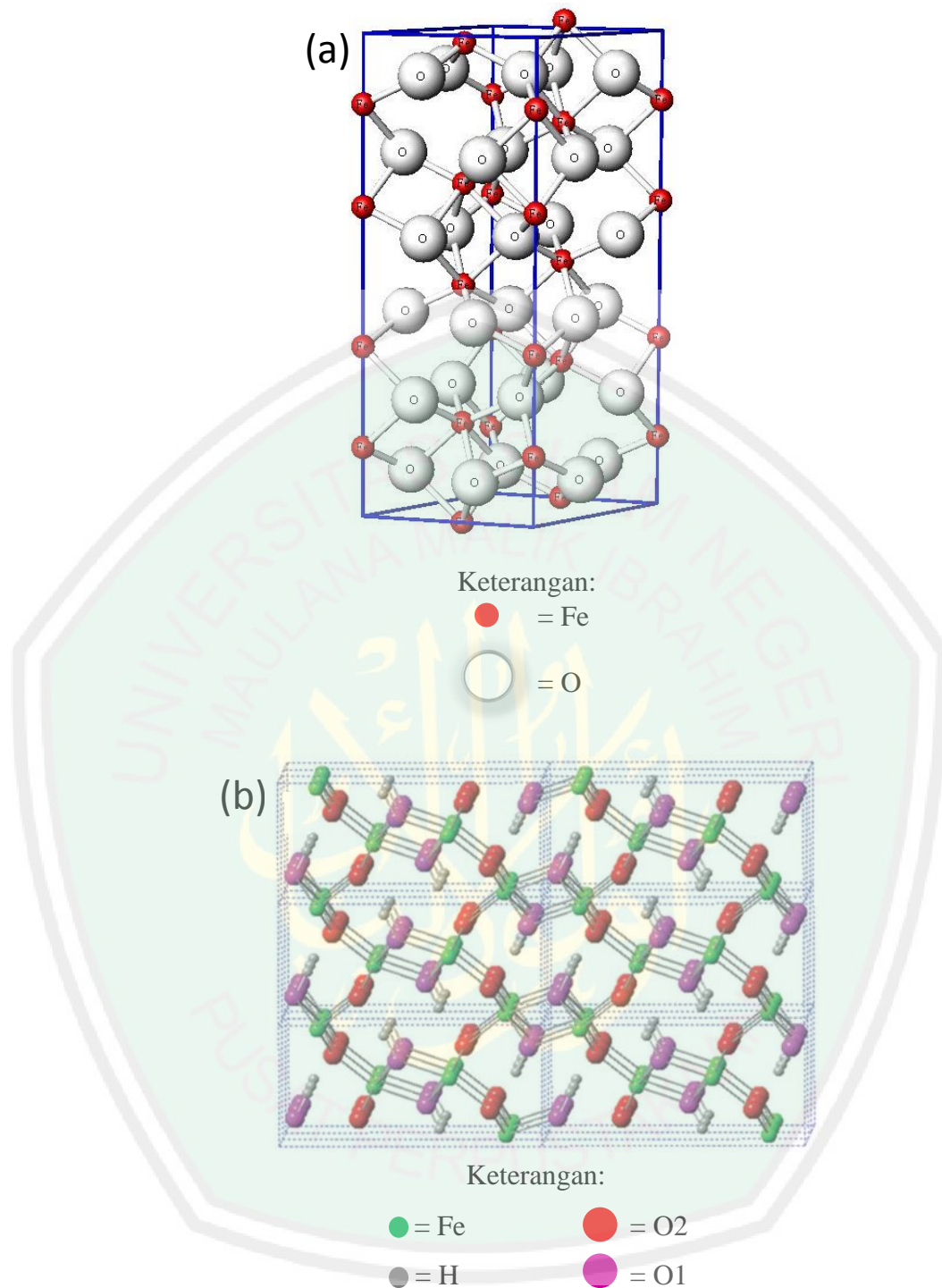
banyak, begitu juga dengan kerapatan elektron dari atom-atom yang menyusun suatu sistem kristal lebih baik pada saat waktu kalsinasi 3 jam.



Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X senyawa hematit ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan variasi waktu kalsinasi

Tabel 4.2 Hasil XRD senyawa hematit dengan variasi waktu kalsinasi

Hematit 1 jam		Hematit 2 jam		Hematit 3 jam		Hematit 4 jam	
2 $\theta$ (°)	I	2 $\theta$ (°)	I	2 $\theta$ (°)	I	2 $\theta$ (°)	I
24.146	34	24.1817	50	24.166	76	24.1327	46
33.1477	133	33.1586	175	33.1681	220	33.1542	163
35.6243	96	35.6368	135	35.6515	167	35.6194	122
40.8093	41	40.8383	52	40.8958	54	40.8188	43
49.4318	57	49.4587	91	49.4613	96	49.4436	75
54.0645	72	54.0702	110	54.081	111	54.0376	89
62.4385	50	62.6658	65	62.4537	88	62.4272	64
64.0046	55	64.0055	72	64.0244	83	63.989	69



Gambar 4.7 Ikatan ionik pada kristal (a) hematit dan (b) geotit

*Crystallite size* sampel diukur dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* dan diperoleh hasil yang dirangkum pada Tabel 4.3. Rata-rata *crystallite size* dari senyawa hematit hasil sintesis meningkat seiring dengan bertambahnya

waktu kalsinasi, dan pada waktu 4 jam besarnya sedikit menurun. Hal ini dikarenakan ketika semakin lama waktu kalsinasi akan terjadi peningkatan energi, sehingga memungkinkan atom-atom bergerak pada jarak atom yang lebih lebar (menjauh). Perubahan jarak antar atom ini dapat menyebabkan terjadinya perubahan struktur, ukuran maupun fasa dari suatu material (Juliansyah, dkk. 2015). Pada kasus ini perubahan jarak antar atom menjadi lebih besar menyebabkan rata-rata *crystallite size* senyawa hasil sintesis meningkat seiring bertambahnya waktu kalsinasi.

Tabel 4.3 Rata-rata *crystallite size* senyawa hasil sintesis

Sampel hematit	2 Tetha	<i>Crystallite size</i> (nm)
1 jam	33.1477	14.8308
	35.6243	15.4501
	54.0645	15.8495
2 jam	33.1586	21.7734
	35.6368	22.4964
	54.0702	22.4734
3 jam	33.1681	24.3442
	35.6515	26.4723
	54.081	27.3319
4 jam	33.1542	20.8356
	35.6194	21.0864
	54.0376	21.3921

#### 4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Spektroskopi Raman

Identifikasi lokal struktur sampel hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan spektroskopi Raman. Spektra Raman hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 4.7. Hasil identifikasi berdasarkan data spektra Raman geotit dan hematit yang telah dilaporkan banyak pihak dirangkum pada Tabel 4.4 untuk senyawa geotit dan Tabel 4.5 untuk senyawa hematit (Legodi dan Waal, 2007).

Tabel 4.4 Bilangan gelombang dan modus vibrasi senyawa geotit (Legodi dan Waal, 2007)

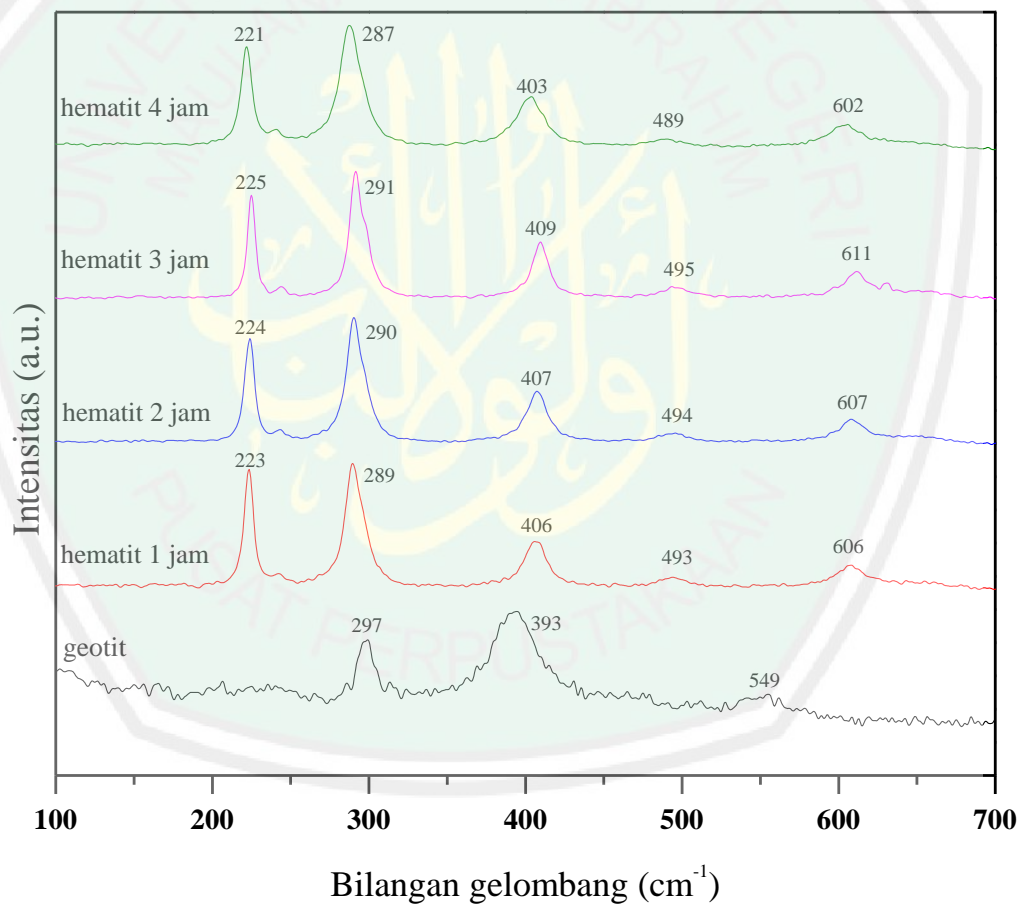
Bilangan gelombang standar (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang eksperimen (cm <sup>-1</sup> )	Modus vibrasi
299	297	Fe-OH simetri bending
400	393	Fe-O-Fe/-OH simetri stretching
550	549	Fe-OH asimetri stretching

Tabel 4.5 Bilangan gelombang dan modus vibrasi senyawa hematit (Legodi dan Waal, 2007)

Bilangan gelombang standar hematit (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang hematit 1 jam (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang hematit 2 jam (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang hematit 3 jam (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang hematit 4 jam (cm <sup>-1</sup> )	Modus vibrasi
225	223	224	225	221	Fe-O simetri stretching
293	289	290	291	287	Fe-O simetri bending
412	406	407	409	403	Fe-O simetri bending
498	493	494	495	489	Fe-O simetri stretching
613	606	607	611	602	Fe-O simetri bending

Hasil analisa Raman yang teridentifikasi pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa sampel sebelum dikalsinasi merupakan senyawa geotit yang ditunjukkan dengan modus vibrasi pada bilangan gelombang 297, 393, dan 549 cm<sup>-1</sup> yang merupakan modus vibrasi khas dari geotit. Hal ini juga berkesesuaian dengan data XRD senyawa sebelum dikalsinasi adalah geotit. Pada spektrum Raman tersebut juga tidak ditemukan modus vibrasi lain yang mengindikasikan bahwa sampel merupakan senyawa geotit.

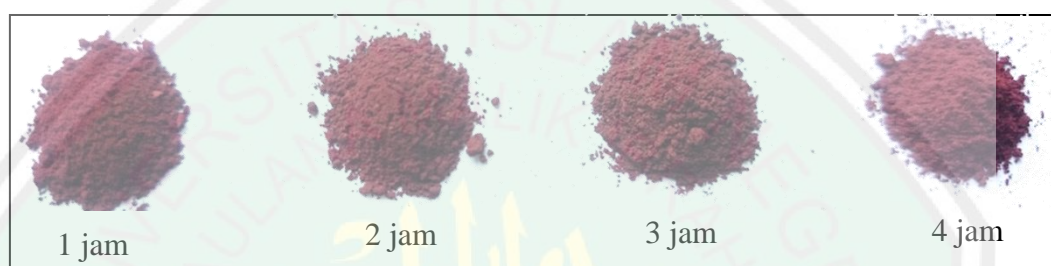
Data dari spektra Raman pada Gambar 4.7 dan Tabel 4.5 menunjukkan bahwa sampel setelah dikalsinasi merupakan fasa hematit yang ditunjukkan dengan modus vibrasi khas hematit pada rentang bilangan gelombang 200-700  $\text{cm}^{-1}$  dan tidak ditemukan modus vibrasi lain yang mengindikasikan bahwa tidak ada pengotor dan geotit juga sudah berubah menjadi hematit. Semakin bertambahnya waktu kalsinasi tidak ditemukan adanya pergeseran bilangan gelombang yang signifikan yang mengindikasikan bahwa tidak ada perubahan pada lokal struktur yang dalam hal ini adalah perubahan panjang ikatan antar atom.



Gambar 4.7 Spektra hamburan Raman geotit dan hematit

#### 4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader*

Senyawa hematit hasil sintesis juga dilakukan uji nilai warna dengan *color reader* untuk menentukan bahwa senyawa hematit yang disintesis telah memenuhi standar sebagai pigmen. Semakin lama waktu kalsinasi, warna yang dihasilkan semakin cerah sebagaimana Gambar 4.8. Rentang nilai  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  standar hematit dan hasil analisa warnanya dirangkum dalam Tabel 4.6.



Gambar 4.8 Pigmen hematit dengan variasi waktu kalsinasi

Tabel 4.6 Hasil analisa warna pigmen hematit dengan variasi waktu kalsinasi

Uji warna	Standar pigmen hematit	Hematit 1 jam	Hematit 2 jam	Hematit 3 jam	Hematit 4 jam
$L^*$	25-45 (37)	32,8	33,5	34,1	34,5
$C^*$	9-42 (29)	21,884	21,805	22,414	21,366
$H^\circ$	21-57 (42)	33,254	32,451	34,825	35,475
$a^*$		18,3	18,4	18,4	17,4
$b^*$		12,0	11,7	12,8	12,4

Sumber : (Cornell and Schwetmann, 2003)

Nilai warna  $L^*$ ,  $C^*$  dan  $H^\circ$  pada senyawa hematit hasil sintesis pada Tabel 4.6 menunjukkan bahwa semuanya masuk dalam rentang standar warna pigmen hematit. Perlakuan variasi lama kalsinasi yang dilakukan berpengaruh pada semua nilai warna. Semakin lama waktu kalsinasi, nilai  $L^*$  (hitam-putih) semakin tinggi pula, begitu juga dengan nilai  $a^*$  (hijau-merah) dan terjadi sedikit penurunan pada

waktu 4 jam. Nilai  $b^*$  (biru-kuning) menunjukkan perubahan nilai yang tidak beraturan dengan nilai kekuningan tertinggi pada variasi waktu 3 jam. Nilai  $H^\circ$  (corak warna) semakin meningkat seiring dengan bertambahnya waktu kalsinasi. Nilai  $C^*$  (intensitas kemurnian) semakin tinggi seiring dengan lamanya kalsinasi, dan sedikit turun pada waktu 4 jam, sehingga yang paling mendekati dengan rata-rata nilai standarnya adalah waktu kalsinasi 3 jam.

Nilai warna  $a^*$  dan  $C^*$  memiliki korelasi dengan hasil XRD, yaitu semakin tinggi intensitas dari tiap puncak pola difraktogramnya maka nilai  $a^*$  dan  $C^*$  pada pigmen hematit juga meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi tingkat kristalinitasnya maka warna pigmen hematit yang disintesis semakin baik. Nilai  $a^*$  dan  $C^*$  juga berbanding lurus dengan *crystallite size* yang menunjukkan bahwa nilai warna terbaik memiliki *crystallite size* yang paling besar.

#### 4.5 Karakterisasi Pigmen Hematit dengan SEM-EDX

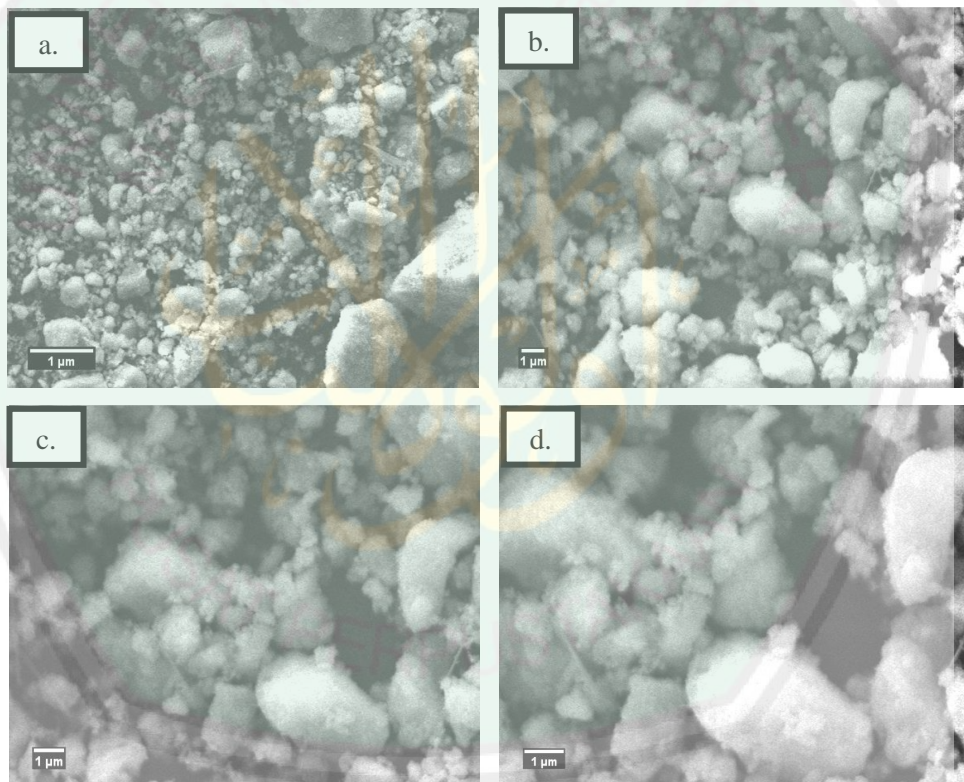
Karakterisasi dengan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dari hematit. Berdasarkan hasil SEM yang ditampilkan pada Gambar 4.9 dapat diketahui bahwa morfologi sampel tidak merata dan mempunyai ukuran partikel yang beragam. Hasil uji SEM-EDX pada perbesaran 6.000 kali ditampilkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Komposisi unsur senyawa hasil sintesis dengan SEM-EDX

Sampel	Atom (%)				Total
	Fe (%)	O (%)	C (%)	Na (%)	
Hematit	50,84 %	36,58 %	11,61 %	0,97 %	100%

Hasil analisa SEM-EDX diatas menunjukkan bahwa senyawa hematit ( $\alpha$ - $Fe_2O_3$ ) mempunyai komposisi terbesar berupa Fe (besi) dan O (oksigen), dan masih

terdapat unsur lain yaitu C (karbon) dan Na (natrium) dengan jumlah sedikit. Adanya natrium dan karbon dimungkinkan berasal dari zat pengendap berupa  $\text{NaHCO}_3$  yang menjadi reaktan pada proses presipitasi. Kadar dari karbon lebih besar dari natrium karena jenis karbon hitam ini sebenarnya sudah ada pada *raw material* limbah bubuknya, namun analisa XRF yang digunakan tidak dapat mendeteksinya. Walaupun suhu kalsinasi yang dilakukan dalam penelitian ini tinggi yaitu  $750^\circ\text{C}$  tetap tidak dapat mengabukan unsur karbon, karena karbon memiliki titik leleh  $3652^\circ\text{C}$  (CAS#1333-86-4).



Gambar 4.9 Hasil gambar analisa SEM senyawa hematit (a.) perbesaran 2.000×, (b.) perbesaran 6.000×, (c.) perbesaran 8.000×, dan (d.) perbesaran 12.000×

Unsur-unsur lain hasil XRF pada limbah bubuk besi sudah tidak terdeteksi lagi, dan dimungkinkan dapat dipisahkan saat proses presipitasi dilanjutkan

penyaringan. Hipotesisnya yaitu ketika direaksikan dengan  $\text{NaHCO}_3$ , unsur-unsur tersebut tidak mengendap karena semua nilai Ksp standar dari senyawa hidroksida yang ditampilkan pada Lampiran 6 lebih besar dari Ksp  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , sehingga dapat terpisah pada saat disaring bersamaan dengan filtrat.

#### **4.6 Pemanfaatan Limbah Industri Kerajinan Besi sebagai Pigmen Hematit dalam Prespektif Islam**

Saat ini masalah pencemaran lingkungan semakin marak dan gencar terjadi dimanapun, akibatnya banyak terjadi bencana dan kerusakan di bumi ini. Hal ini terjadi sebagai peringatan dari Allah akibat ulah tangan manusia yang kurang menjaga dan melestarikan alam. Salah satu faktor yang menyebabkan tercemarnya lingkungan adalah pembuangan limbah sisa perindustrian yang tidak diolah dengan baik dan dibuang sembarangan. Pencemaran lingkungan dapat mengubah tatanan lingkungan, sehingga mutu kualitas lingkungan turun sampai tingkat tertentu yang menyebabkan lingkungan tidak dapat berfungsi sebagaimana mestinya (Soedjono, 1979).

Industri kerajinan besi merupakan salah satu industri yang berpeluang mencemari lingkungan jika limbah yang dihasilkan tidak ditangani dengan tepat. Sugiharto (1997) menyatakan bahwa limbah besi berupa bubut yang berukuran kecil biasanya tidak dimanfaatkan lagi dan akan dibuang secara langsung ke lingkungan. Hal ini jelas akan berdampak buruk bagi lingkungan, padahal Allah SWT dengan jelas telah berfirman dalam surat al-Qashas ayat 77 tentang larangan berbuat kerusakan di muka bumi ini:

وَأَحْسِنَ كَمَا أَحْسَنَ اللَّهُ إِلَيْكَ وَلَا تَبْغِ الْفُسَادَ فِي الْأَرْضِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ

Artinya: “Dan berbuat baiklah (kepada orang lain) sebagaimana Allah telah berbuat baik kepadamu, dan janganlah kamu berbuat kerusakan di (muka) bumi. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan.”

Shihab (2002) menjelaskan dalam Tafsir al-Misbah bahwa maksud “berbuat kerusakan” dapat mencakup banyak hal seperti pembunuhan, perampokan, berfoya-foya, pengurangan timbangan, gangguan terhadap kelestarian lingkungan dan lain-lain yang puncaknya adalah merusak fitrah kesucian manusia. Sesuai dengan pernyataan Ar-Rifa’i (2000) dalam Tafsir Ibnu Katsir bahwa janganlah *himmah* akan sesuatu, dapat membuat kerusakan di muka bumi dan berbuat jahat kepada makhluk Allah. Manusia seringkali menggunakan berbagai cara untuk mencapai segala yang dicita-citakan tanpa memikirkan akibatnya yang secara langsung atau tidak akan merugikan banyak pihak. Oleh karena itu sebagai umat beragama semestinya mampu untuk membedakan antara yang baik dan buruk, benar maupun salah dan yang penting adalah mau mengamalkannya. Adapun hadis mengenai tuntunan untuk menjaga kelestarian alam telah diriwayatkan oleh Imam Bukhori Muslim:

قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ : اِرْحَمُوا مَنْ فِي الْأَرْضِ يَرْحَمَكُم مَّنْ فِي السَّمَاءِ

Artinya: “Sayangilah yang ada di bumi niscaya semua yang ada di langit akan menyayangi kalian (HR. Bukhori Muslim)”.

Kandungan dari hadis diatas adalah nabi Muhammad SAW mengajarkan kepada umatnya untuk memperhatikan lingkungan hidupnya (bumi). Menurut Siahaan (2004), lingkungan hidup merupakan kesatuan ruang dengan sesama benda, daya, keadaan, makhluk hidup serta manusia dan perilakunya yang mempengaruhi kelangsungan perikehidupan dan kesejahteraan manusia serta makhluk hidup lain dan dapat mempengaruhi hidupnya. Oleh karena itu, sebagai

umat nabi Muhammad SAW harusnya menyadari bahwa penting untuk menjaga kelestarian alam. Salah satu usaha yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu dengan mengolah limbah bubut dari industri kerajinan besi menjadi pigmen hematit. Saat ini kebutuhan pigmen terus meningkat seiring dengan semakin tingginya pertumbuhan industri yang menggunakan pigmen seperti industri keramik, cat, plastik, tinta, *coating*, kertas, kosmetik, dan bahan konstruksi (Tanner, 2010; Sobirin, dkk., 2015; Potter, 2002).

Penelitian dengan pemanfaatan limbah yang berpotensi mencemari lingkungan ini merupakan salah satu usaha manusia dalam melaksanakan perintah dari Allah SWT yang terkandung dalam al-Qur'an surat al-'Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا تُسَبِّحُكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “*Sesungguhnya, dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang, terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka.”* (QS. al-'Imran: 190-191).

‘Ali, ‘Alaudin (865 H) dalam Tafsir Khozin menjelaskan bahwa ayat diatas memerintahkan kepada manusia untuk berpikir dan mengambil pelajaran pada sesuatu yang telah Allah SWT tumbuhkan dari langit dan bumi untuk penghidupan dan rizki manusia, pergantian antara malam dan siang hari, pergantian keduanya dalam panjang dan pendeknya. Semua itu tanda-tanda kebesaran Allah bagi orang-orang yang berakal sempurna yaitu orang-orang yang selalu ingat (berdzikir) kepada Allah SWT dalam setiap keadaan. Berpikir memang suatu hal yang

dilakukan oleh setiap manusia, karena melalui berpikir manusia dapat mengetahui hakikat dari suatu hal, dan untuk mencapai hakikat yang tinggi dari berpikir maka harus dibarengi dengan bertadzakkur (mengingat Allah).

Menurut Shihab (2005) ayat 190 menguraikan tentang sekelumit tentang penciptaan-Nya serta memerintahkan kita untuk memikirkannya. Sedangkan pada ayat 191 menjelaskan tentang sebagian ciri-ciri *ulul albab*, yaitu orang-orang baik laki-laki maupun perempuan yang terus menerus mengingat Allah SWT dengan ucapan atau hati, dalam kondisi dan situasi apapun selalu memikirkan penciptaan alam raya ini. Setelah itu mereka berkesimpulan bahwa Allah SWT menciptakan alam raya ini dengan tidak sia-sia. Kaum *ulul albab* pada ayat ini adalah orang-orang yang mengintegrasikan antara berpikir dan berdzikir, dan menjadikannya sebagai satu kesatuan yang tidak terpisahkan.

Masih banyak lagi kejadian dialam semesta ini yang dapat di pelajari dan di telaah oleh kaum *ulul albab*. Seperti halnya dalam penelitian ini telah memanfaatkan dan mengolah limbah yang dianggap oleh orang awam tidak memiliki manfaat dan hanya berakibat kerusakan pada lingkungan. Namun ditangan para ilmuwan dan orang yang berakal (*ulul albab*), limbah bubuk dari industri kerajinan besi dapat dijadikan bahan utama pembuatan senyawa hematit yang dapat dijadikan sebagai bahan pewarna (pigmen).

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. (a.) Pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa proses kalsinasi dapat merubah fasa dari geotit menjadi hematit. Derajat kristalinitas dan ukuran kristal tertinggi diperoleh saat waktu kalsinasi 3 jam. (b.) Hasil spektra Raman menunjukkan bahwa puncak-puncak yang muncul sesuai dengan rentang bilangan gelombang dari senyawa geotit dan hematit. (c.) Nilai warna pada semua sampel sesuai dengan nilai standar pigmen hematit, sedangkan nilai  $a^*$  dan  $C^*$  tertinggi diperoleh saat waktu kalsinasi 3 jam.
2. Hasil karakterisasi SEM-EDX pada pigmen hematit waktu kalsinasi 3 jam diperoleh bahwa morfologinya beragam, dan masih terdapat unsur lain berupa C dan Na.

#### **5.2 Saran**

Perlu dikaji lagi lebih lanjut dalam pengontrolan proses presipitasi, seperti optimasi pada konsentrasi zat pengendap, waktu sintesis, suhu sintesis. Variasi konsentrasi precursor juga perlu diteliti lebih lanjut, sehingga diharapkan dapat diperoleh hasil difraksi dengan intensitas puncak yang tinggi sekaligus morfologi partikel yang seragam.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdulkadir, I., dan Aliyu, A.B. 2013. Some Wet Routes for Synthesis of Hematite Nanostructures. *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, 7(3): 114-121.
- Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nano Sains dan Teknologi*, 2(1): 1-9.
- Aji, M.P., Yulianto A., dan Bijaksana, S. 2007. Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemetit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 536: 106-108.
- Akbar, S., Hasanain S.K., Azmat, N., dan Nadeem, M. 2004. *Synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles by New Sol-Gel Method and Their Structural and Magnetic Characterizations*: 1-19.
- 'Ali, Imam 'Alaudin bin Muhammad bin Ibrohim al-Baghdady. 865H. *Tafsir Khozin*. Bairut: Darul Kutub al-'Ilmiyah.
- Andujar, C.B., Ortega, D., Pankhurst, Q.A., dan Thanh, N.T.K. 2012. Elucidating the Morphological and Structural Evolution of Iron Oxide Nanoparticles Formed by Sodium Carbonate in Aqueous Medium. *Journal of Materials Chemistry*, 22: 12498-12506.
- Anggraeni, N.D. 2008. Analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dalam Pemantauan Proses Oksidasi Magnetit Menjadi Hematit. Makalah disajikan dalam *Seminar Nasional VII Rekayasa dan Aplikasi Teknik Mesin di Industri Kampus*. Bandung: Fakultas Teknologi Nasional. 28-29 Oktober 2008.
- Ash-Shiddieqy, M.H. 2000. *Tafsir al-Qur'anul Majid An-Nur*. Semarang: PT. Pustaka Rizki Putra.
- Ar-Rifa'i, Nasib Muhammad. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 3 dan 4*. Jakarta: Gema Insani.
- Buck, E.C., Arey, B.W., Fiskum, S.K., Geeting, J.G.H., Jenson, E.D., Mcnamara, B.K., dan Poloski, A.P. 2003. *Identification of Washed Solids from Hanford Tanks 241-AN-102 and 241-AZ-101 with X-Ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy, and Light-Scattering Particle Analysis*. Richland: WTP Project Report.
- Buxbaum, G., dan Pfaff, G. 2005. *Industrial Inorganic Pigment*, Edisi 3. Weinheim: Wiley-VCH.
- Chang, R. 2003. *Kimia Dasar Konsep-konsep Inti Jilid 2*, Edisi 3. Terjemahan Achmadi, S.S. 2005. Jakarta: Erlangga.

- Cornell, R.M., dan Schwertmann, U. 2003a. *Iron Oxide: Structure, Properties, Reaction, Occurrences, and Uses, Second Edition*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Cornell, R.M., dan Schwertmann, U. 2003b. *Iron Oxide in The Laboratory: Preparation and Characterization, Second Edition*. Weinheim : Wiley-VCH.
- Darezereshki, E. Bakhtiari, F., Alizadeh, M., Vakylabad, A.B., dan Ranjbar, M. 2012. Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 15: 91-97.
- Demam, J.M. 1997. *Principles of Food Chemistry*, Edisi 3. Gaithersburg: An Aspen Publication.
- Effendy. 2016. *Perspektif Baru Ikatan Ionik*, Edisi 3. Malang: Indonesian Academic Publishing.
- Frankel, R.B. 2016. *Iron Oxides: from Nature to Applications* (D. Faivre, Ed.). Weinheim: Wiley-VCH.
- Fouda, M.F.R., El-Kholy, M.B., Moustafa, S.A., Hussien, A.I., Wahba, M.A., dan El-Shahat, M.F. 2012. Synthesis and Characterization of Nanosized Pigments. Dalam W. Linert (Ed.), *International Journal of Inorganic Chemistry* (hlm. 1-9). Giza: Hindawi Publishing Corporation.
- Fu, Y., Chen, J., dan Zhang, H. 2001. Synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanowires by Oxidation of Iron. *Chemical Physics Letters*, 350(2): 491–494.
- Harianto, Edi. 2008. Studi Pemanfaatan Bijih Besi Hematit dan Magnetit *Low Grade* dan *Grade* di Indonesia sebagai Bahan Baku Pembuatan Besi Cor. Di dalam: Seminar Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan Pusat Penelitian Metalurgi 2008. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan Pusat Penelitian Metalurgi 2008*; Tangerang, 4 November 2008. Tangerang. Halaman 12-14.
- Juliansyah, Ratnawulan, dan Fauzi, A. 2015. Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Struktur Mineral Granit Yang Terdapat Di Nagari Surian Kecamatan Pantai Cermin Kabupaten Slorok. *Pillar of Physics*, 6: 9-16.
- Khoiroh, L.M. 2013. Pengaruh pH dan Suhu Kalsinasi Terhadap Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan Metode Termal Transformasi FeOOH. *Tesis*. Malang: Program Pascasarjana Universitas Brawijaya.
- Khoiroh, L.M., Mardiana, D., Sabarudin, A., dan Ismuyanto, B. 2013. Synthesis of Hematite Pigments ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) by Thermal Transformations of FeOOH. *Journal Pure Applications Chemistry Research*, 2(1): 27–34.
- Laila, I. 2014. Penafsiran al-Qur'an Berbasis Ilmu Pengetahuan. *Episteme*, 9(1): 60

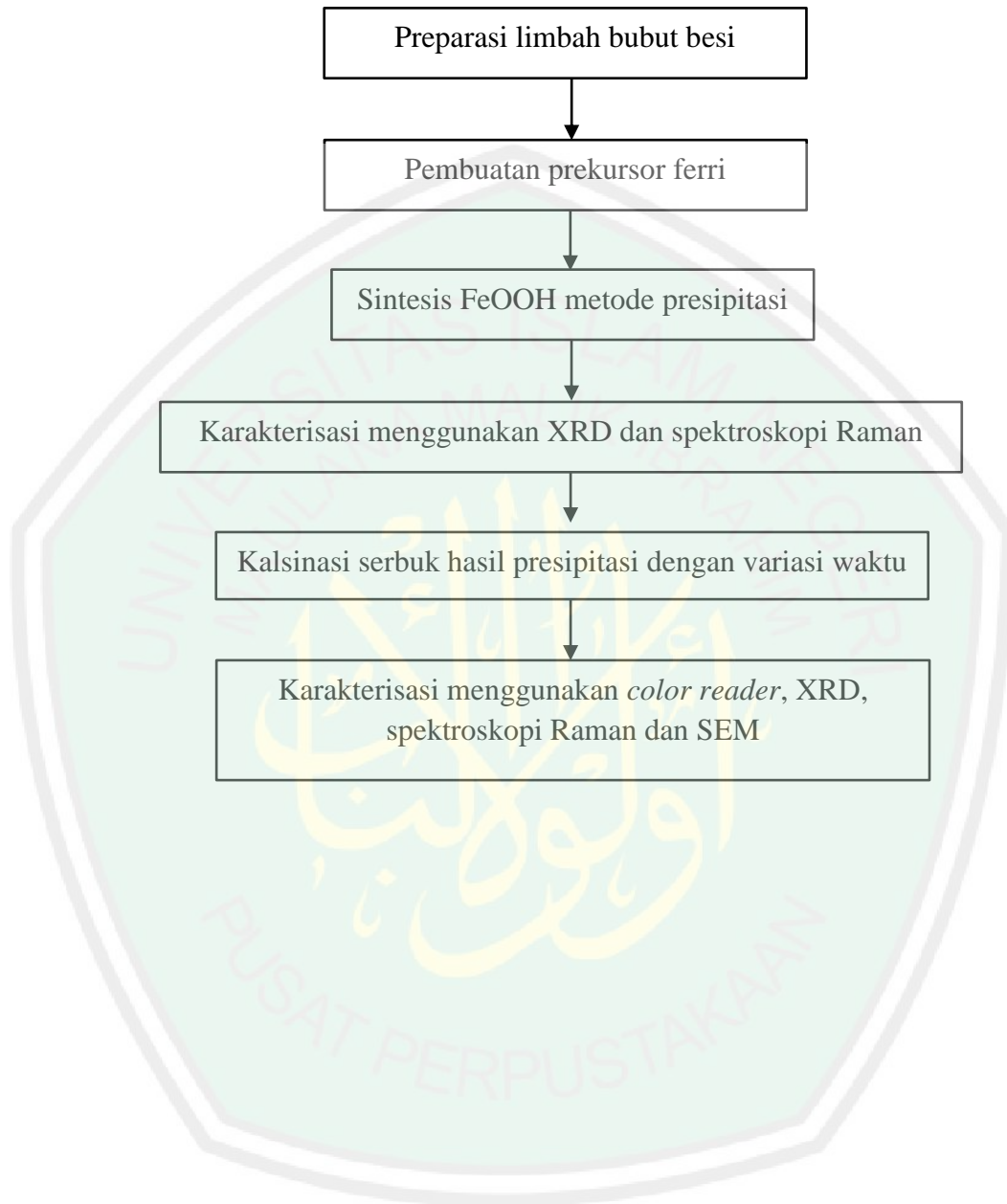
- Legodi, M.A. dan Waal, D. 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality from Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigment*, 74(2): 161-168.
- Machala, L., Tucek, J., dan Zboril, R. 2011. Polymorphous Transformations of Nanometric Iron(III) Oxide: A Review. *Chemistry of Materials*, 23(14): 3255
- Mahdavi, M., Ahmad, M. B., Haron, M.J., Namvar, F., Nadi, B., Rahman, M. Z. A., dan Amin, J. 2013. *Synthesis, Surface Modification and Characterisation of Biocompatible Magnetic Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Applications*, 18: 7533–7548.
- Maiti, D., Aravindan, V., Madhavi, S., dan Devi, P.S. 2015. Electrochemical Performance of Hematite Nanoparticles Derived from Spherical Maghemite and Elongated Goethite Particles. *Journal of Power Sources*, 276: 291–298.
- Martinez, A., Lobato, M.A.G., dan Perry, D.L. 2009. Study of the Properties of Iron Oxide Nanostructures. Dalam A. Barranon (Ed.), *Research in Nanotechnology Developments* (hlm. 183-194). Coahuila: Nova Science Publishers.
- Mohammadi, S.Z., Motlagh, M.K., Jahani, S., dan Yousefi, M. 2012. Synthesis and Characterization of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles by Microwave Method. *International Journal Nanoscience Nanotechnology*, 8(2): 87–92.
- Mohapatra, M., dan Anand, S. 2010. Synthesis and Applications of Nano-Structured Iron Oxides/Hydroxides a Review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8): 127–146.
- Muller, M., Villalba, J.C., Mariani, F.Q., Dalpasquale, M., Lemos, M.Z., Huila, M.F. G., dan Anaissi, F.J. 2015. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments Through the Method of the Forced Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dyes and Pigments*, 120: 271–278.
- Nata, A. 2002. *Prespektif Islam Tentang Strategi Pembelajaran*. Jakarta: Kencana Prenada Media Group.
- Pinna, F. 1998. Supported Metal Catalyst Preparation Method. *Catalyst Today*, 41: 29-137.
- Potter, M.J. 2003. Iron Oxide Pigment. *U.S. Geological Survey-Minerals Information*. Halaman: 1-2.
- Rahman, T.P., Sukarto, A., Rochman, N.T., dan Manaf, A. 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (*Mill Scale*). *Jurnal Fisika*, 3(1): 86-89.
- Sahoo, S.K., Agarwal, K., Singh, A.K., Polke, B.G., dan Raha, K.C. 2010.

- Characterization of  $\gamma$ - and  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *International Journal of Engineering Science and Technology*, 2(8): 118–126.
- Septityana, dkk. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*, 1(4): 95-100.
- Seyedi, M., Haratian, S., dan Khaki, J.V. 2015. Mechanochemical Synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles. *Procedia Materials Science*, 11: 309–313.
- Shihab, Quraish, M. 2002. *Tafsir al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, Quraish, M. 2005. *Tafsir al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Siahaan, N.H.T. 2004. *Hukum Lingkungan dan Ekologi Pembangunan*. Jakarta: Erlangga.
- Smith dan Dent. 2005. *Modern Raman Spectroscopy-A Practical Approach*. England: West Sussex.
- Sobirin, M., Fitriawan, M., Zannah, R., Puspitarini, Y., Saputra, F.M.A., dan Putro, A.S.P. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja (*Mill Scale*) dengan Metode Laux. Makalah disajikan dalam *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika 2015*. Semarang: Jurusan Fisika Universitas Negeri Semarang. Desember 2015.
- Soedjono, D. 1979. *Pengamanan Hukum Terhadap Pencemaran Lingkungan Akibat Industri*. Bandung: Alumni.
- Sugiharto. 1997. *Dasar-dasar Pengolahan Air Limbah*, Edisi 1. Jakarta: UI Press.
- Supattarasakda, K., Petcharoen K., Permpool T., Sirivat A., dan Lerdwittjarud, W. 2015. Control of Hematite Nanoparticle Size and Shape by the Chemical Precipitation Method. *Powder Technology*, 249: 353–359.
- Suyanti., Purwani, M.V., dan Aw, M. 2008. Peningkatan Neodimium Secara Proses Pengendapan Bertingkat Memakai Amonia. *Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir*; Yogyakarta, 25-26 Agustus 2008. Batan: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan. Halaman 429-438.
- Tadic, M., Panjan, M., Damjanovic, V., dan Milosevic, I. 2014. Magnetic Properties of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles Prepared by Hydrothermal Synthesis Method. *Applied Surface Science*, 320(2): 183–187.

- Tanner, A.O. 2010. Mineral Years Book Iron Oxide Pigments. *U.S. Geological Survey*. Halaman 40.
- Verink, E.D. 2000. *Uhlig's Corrosion Handbook, Second Edition* (R. Winston, Ed.). Florida: John Wiley dan Sons, Inc.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Jilid 1*. Jakarta: PT. Kalman Media Pusaka.
- Vujtek, M., Zboril, R., Kubinek, R., dan Mashlan, M. 2003. Ultrafine Particles of Iron (III) Oxides by View of AFM–Novel Route for Study of Polymorphism in Nano-World. *Science, Technology and Education of Microscopy*, 1: 1–8.
- Wang, W., Howe, J.Y., dan Gu, B. 2008. Structure and Morphology Evolution of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles in Forced Hydrolysis of Ferric Chloride Hydrolysis of Ferric Chloride. *Journal Physical Chemistry*, 112: 9203-9208.
- Waseem, M., Munsif, S., Rashid, U., dan Din, I. 2014. Physical Properties of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles Fabricated by Modified Hydrolysis Technique. *Applied Nanoscience*, 4(2): 643-648.
- Wasito, B., dan Biyantoro, D. 2009. Optimasi Proses Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Pasir Senotim dan Analisis Produk dengan Spektrometer Pendar Sinar-X. *Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir*; Yogyakarta, 5 Nopember 2009. Yogyakarta. Halaman 677-686.
- West, A.R. 2014. *Solid State Chemistry and Its Applications*. New Delhi: Courier International.
- Will, R., dan Kishi, A. 2001. CEH Marketing Research Report Pigments. *Chemical Economics Handbook*. Halaman: 33-35.
- Wonorahardjo, Surjani. 2013. *Pengantar Kimia Analitik Modern*. Malang: UM Press
- Woo, K., Lee, H.J., Ahn, J.P., dan Park, Y.S. 2003. Sol-Gel Mediated Synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanorods. *Advanced Materials*, 15(20): 1761-1764.
- Wu, W., Hao, R., Liu, F., Su, X., dan Hou, Y. 2013. Single-Crystalline  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanostructures: Controlled Synthesis and High-Index Plane-Enhanced Photodegradation by Visible Light. *Journal of Materials Chemistry*, 1: 6888–6894.
- Yufanyi, D.M., Ondoh, A.M., Tendo, J.F., dan Mbadcam, K.J. 2015. Effect of Decomposition Temperature on the Crystallinity of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Hematite) Obtained from an Iron (III)-Hexamethylenetetramine Precursor. *American Journal of Chemistry*, 5(1): 1–9.

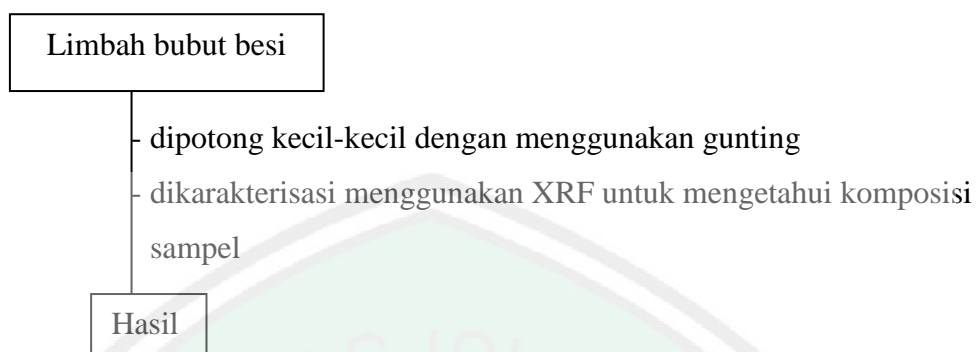
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Percobaan

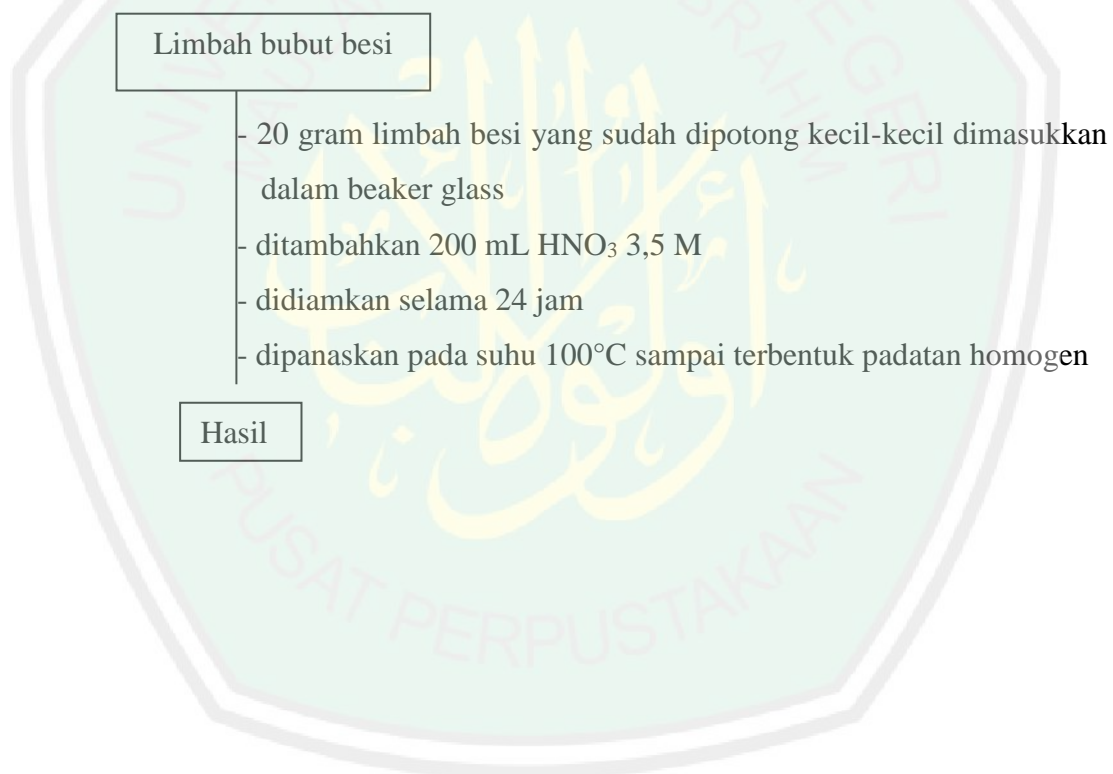


## Lampiran 2. Diagram Alir

### 2.1 Preparasi Sampel



### 2.2 Pembuatan Prekursor Ferri



### 2.3 Sintesis Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi

Prekursor ferri

- ditambahkan 500 mL aquademineral
- ditambahkan 50 mL NaHCO<sub>3</sub> 0,5 M dan diatur pH nya dengan penambahan NaOH 2 M hingga pH 6
- diatur suhu 70°C dan dipanaskan selama 1 jam dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 750 rpm
- endapan yang dihasilkan disaring dengan corong buchner dan dicuci dengan aquades 100 mL
- dikeringkan pada suhu ruang
- dikarakterisasi menggunakan XRD dan spektroskopi Raman
- produk hasil presipitasi dikalsinasi pada suhu 750°C dengan variasi waktu 1, 2, 3 dan 4 jam
- dikarakterisasi menggunakan XRD, spektroskopi Raman, *color reader* dan SEM

Hasil

### Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan

#### a. Larutan HNO<sub>3</sub> 3,5 M

$$\text{BJ HNO}_3 = 1,4 \text{ g/mL}$$

$$\text{Mr} = 63 \text{ g/mol}$$

$$\text{Molaritas} = \frac{m(g)}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{v}$$

$$= \frac{m(g)}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{m/\rho}$$

$$= \frac{m(g)}{\text{Mr}} \times \frac{1000 \rho}{m}$$

$$= \frac{65}{100} \times \frac{1000 \times \rho}{\text{Mr}}$$

$$= \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ g/mL}}{63 \text{ g/mol}}$$

$$= 14,444 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,444 \text{ M} \times V_1 = 3,5 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = 60,579 \text{ mL}$$

#### b. Larutan NaHCO<sub>3</sub> 0,5 M dalam 100 mL

$$\text{Mr} = 84 \text{ g/mol}$$

$$\text{Molaritas} = \frac{\text{mol}}{L}$$

$$0,5 \text{ M} = \frac{\text{mol}}{0,1 L}$$

$$= 0,05 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{m(g)}{\text{Mr}}$$

$$0,05 \text{ mol} = \frac{m(g)}{84 \text{ g/mol}}$$

$$m = 4,2 \text{ g}$$

#### 3.3 Larutan NaOH 2 M dalam 100 mL

$$\text{Mr} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{M} = \frac{\text{mol}}{L}$$

$$2 \text{ M} = \frac{\text{mol}}{0,1 L}$$

$$= 0,2 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{m(g)}{\text{Mr}}$$

$$0,2 \text{ mol} = \frac{m(g)}{40 \text{ g/mol}}$$

$$m = 8 \text{ g}$$

## Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

### 4.1 Karakterisasi XRF

09-Mar-2017 10:10:43

#### Sample results - Averages

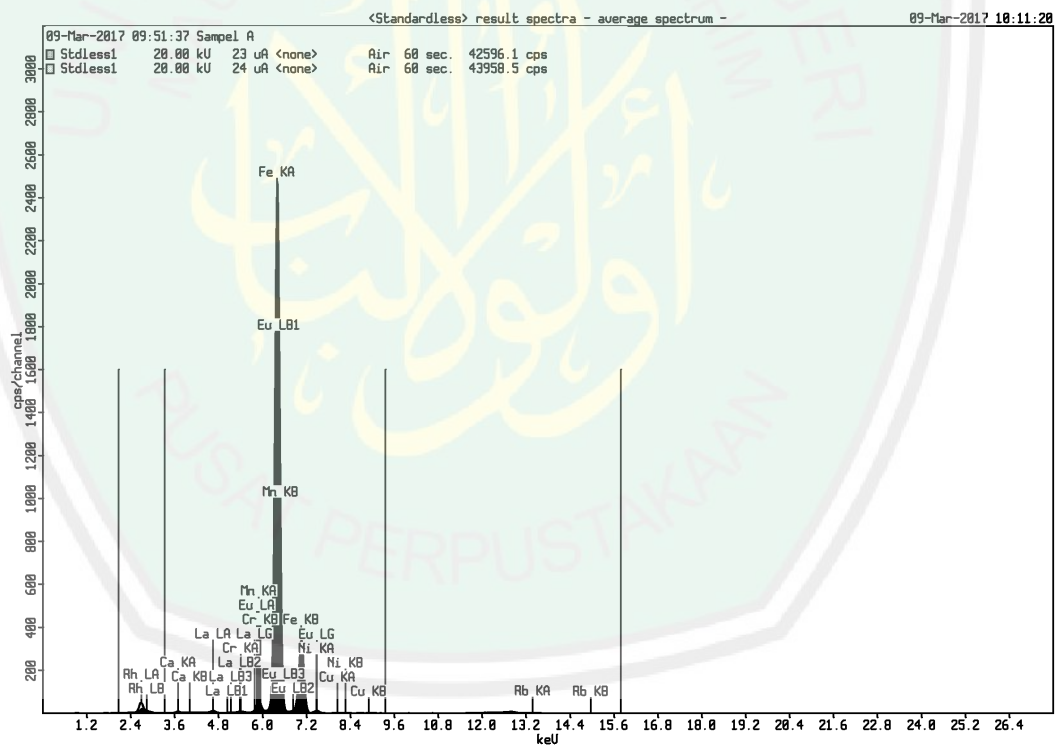
Page 1

Sample ident	
Sampel A	

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	09-Mar-2017 09:23:34
Measurement period - end	09-Mar-2017 09:51:37
Position	5

Compound	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu
Conc	0.29 +/- 0.01	0.096 +/- 0.003	1.3 +/- 0.03	96.08 +/- 0.28	0.82 +/- 0.05	0.093 +/- 0.005
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	La	Rb	Eu
Conc	0.02 +/- 0.02	0.66 +/- 0.03	0.9 +/- 0.2
Unit	%	%	%



## 4.2 Karakterisasi XRD

```

*** Basic Data Process ***

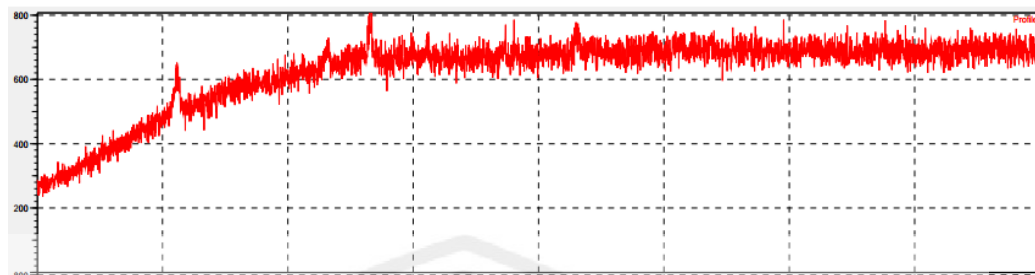
# Data Information
  Group           : KENSA
  Data            : Muhimma2
  Sample Name     : standard
  Comment         : Hematit (a - Fe2O3)
  Date & Time     : 07-25-17 14:31:41

# Measurement Condition
  X-ray tube
  Target          : Cu
  Voltage         : 30.0
  Current         : 30.0 (mA)
  Slits
  Auto Slit      : not Used
  divergence slit : 1.00000 (deg)
  scatter slit   : 1.00000 (deg)
  receiving slit  : 0.15000 (mm)
  Scanning
  drive axis     : Theta-2Theta
  scan range     : 10.0000 - 90.0000 (deg)
  scan mode      : Continuous Scan
  scan speed     : 3.0000 (deg/min)
  sampling pitch : 0.0200 (deg)
  preset time    : 0.40 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing      [ AUTO ]
  smoothing points : 51
  B.G.Subtruction [ AUTO ]
  sampling points : 51
  repeat times    : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio    : 50 (%)
  Peak Search     [ AUTO ]
  differential points : 31
  FWHM threshold  : 0.050 (deg)
  intensity threshold : 30 (par mil)
  FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ YES ]
  Precise peak Correction [ NO ]

```

## 4.2.1 Geotit



\*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group : KENSA  
Data : Muhimma1 (geotit)

## # Strongest 3 peaks

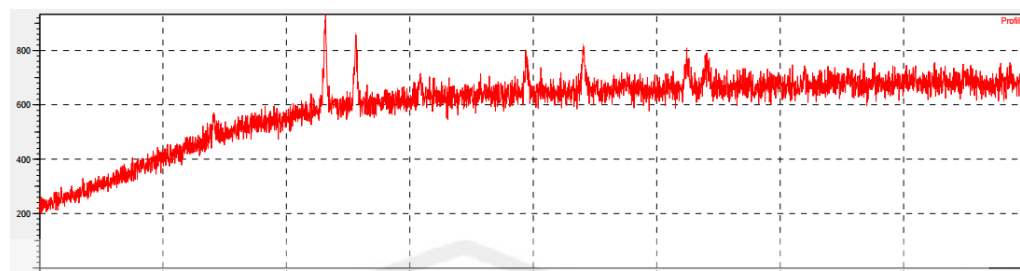
No. peak	2Theta no. (deg)	d (Å)	I/II	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	9 21.1562	4.19609	100	0.67330	75	2751
2	26 36.5715	2.45509	77	0.65000	58	1877
3	22 33.1463	2.70054	53	0.61330	40	1338

## # Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/II	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	11.8723	7.44826	12	0.37000	9	263
2	13.9200	6.35685	9	0.10330	7	106
3	15.3240	5.77744	13	0.30000	10	151
4	16.0122	5.53064	4	0.04000	3	16
5	16.7705	5.28224	4	0.04000	3	16
6	17.7386	4.99608	12	0.30000	9	223
7	18.5772	4.77239	16	0.34000	12	379
8	19.8383	4.47177	15	0.35000	11	437
9	21.1562	4.19609	100	0.67330	75	2751
10	22.3083	3.98192	17	0.83670	13	699
11	23.3094	3.81312	12	0.15000	9	150
12	24.2126	3.67289	15	0.20000	11	191
13	24.6118	3.61421	17	0.56000	13	310
14	25.2306	3.52695	24	0.64000	18	527
15	26.2488	3.39240	23	0.76000	17	524
16	26.6881	3.33755	16	0.20000	12	142
17	27.4435	3.24738	16	0.55330	12	525
18	28.1858	3.16352	7	0.00000	5	0
19	29.6920	3.00638	13	0.31670	10	228
20	30.3928	2.93863	15	0.58000	11	330
21	31.1669	2.86739	19	0.45000	14	318
22	33.1463	2.70054	53	0.61330	40	1338
23	33.8840	2.64341	12	0.11000	9	82
24	34.7981	2.57604	32	0.60000	24	790
25	35.8371	2.50370	25	0.54660	19	540
26	36.5715	2.45509	77	0.65000	58	1877
27	37.2959	2.40905	9	0.12000	7	55
28	37.4558	2.39913	9	0.08000	7	36
29	38.8197	2.31792	16	0.33000	12	239
30	39.9389	2.25551	27	0.59000	20	645
31	41.0864	2.19513	29	0.57330	22	684
32	42.6121	2.12000	13	0.16000	10	99
33	42.7720	2.11244	5	0.06000	4	19

34	43.2483	2.09027	7	0.11330	5	48
35	43.4866	2.07937	5	0.09000	4	30
36	45.0407	2.01117	12	0.12660	9	113
37	45.7969	1.97970	16	0.45330	12	323
38	47.1729	1.92511	28	0.47330	21	528
39	48.1857	1.88699	21	0.52670	16	380
40	49.0687	1.85508	15	0.20000	11	209
41	50.5330	1.80470	19	0.63000	14	622
42	51.4842	1.77357	16	0.27330	12	211
43	53.0429	1.72507	51	0.67200	38	1270
44	54.0431	1.69548	31	0.60670	23	650
45	54.8495	1.67244	17	0.76670	13	472
46	55.6659	1.64983	12	0.40000	9	216
47	56.1057	1.63794	5	0.16000	4	59
48	57.4285	1.60332	19	0.28670	14	298
49	58.4249	1.57832	16	0.24000	12	231
50	59.0047	1.56419	32	0.60000	24	852
51	60.1043	1.53818	3	0.08000	2	18
52	61.0440	1.51673	33	0.32000	25	760
53	62.3910	1.48718	19	0.49500	14	478
54	62.9434	1.47545	3	0.00000	2	0
55	63.7731	1.45824	24	0.66000	18	592
56	65.1927	1.42988	8	0.06000	6	49
57	65.7825	1.41848	9	0.13340	7	165
58	66.1924	1.41069	21	0.22000	16	194
59	66.6447	1.40221	13	0.44500	10	196
60	67.0221	1.39522	5	0.08000	4	66
61	67.5070	1.38638	19	0.23000	14	207
62	68.3867	1.37067	12	0.19000	9	121
63	69.7246	1.34761	7	0.07330	5	51
64	70.2662	1.33854	4	0.03000	3	14
65	71.4958	1.31851	19	0.37000	14	421
66	72.1507	1.30815	8	0.06000	6	70
67	73.3453	1.28976	11	0.25000	8	155
68	74.2751	1.27590	8	0.15000	6	62
69	75.1198	1.26364	4	0.02000	3	7
70	76.0479	1.25051	13	0.24330	10	162
71	76.8394	1.23959	13	0.36000	10	221
72	77.5758	1.22965	17	0.36670	13	303
73	78.7622	1.21407	13	0.48670	10	289
74	79.6986	1.20215	4	0.12000	3	37
75	80.1285	1.19678	8	0.14000	6	60
76	80.6117	1.19082	9	0.10670	7	53
77	81.6681	1.17806	23	0.42000	17	433
78	82.7178	1.16575	12	0.32000	9	266
79	83.8975	1.15234	12	0.28000	9	199
80	84.3499	1.14731	16	0.36500	12	289
81	85.1972	1.13805	4	0.02000	3	10
82	85.7236	1.13241	11	0.30670	8	129
83	86.5768	1.12343	19	0.48000	14	341
84	87.2916	1.11606	3	0.05000	2	12
85	87.9430	1.10946	5	0.05330	4	24
86	89.5410	1.09376	4	0.11000	3	21

## 4.2.2 Hematit 1 jam



\*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group : KENSA  
Data : Muhimma2(hematit 1 jam)

## # Strongest 3 peaks

No. peak	2Theta no. (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	33 33.1477	2.70043	100	0.58400	133	3786
2	36 35.6243	2.51817	72	0.56600	96	2639
3	59 54.0645	1.69486	54	0.58800	72	2065

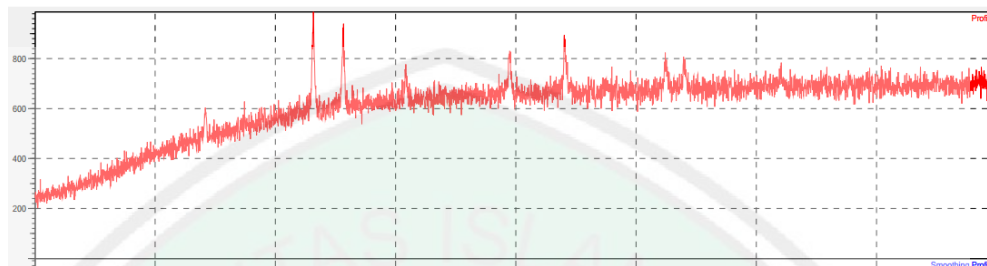
## # Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	10.3816	8.51417	7	0.35000	9	213
2	11.1316	7.94215	6	0.20000	8	113
3	11.5342	7.66582	7	0.33000	9	146
4	12.0066	7.36525	5	0.48000	6	189
5	12.6070	7.01580	4	0.04670	5	25
6	13.4203	6.59240	6	0.28000	8	178
7	14.2273	6.22023	3	0.06000	4	37
8	14.7856	5.98659	3	0.10000	4	74
9	16.2567	5.44801	4	0.07000	5	51
10	16.7356	5.29317	6	0.39000	8	215
11	17.8285	4.97109	5	0.12000	7	83
12	18.1629	4.88031	8	0.33000	11	300
13	19.0524	4.65442	4	0.13330	5	73
14	20.0327	4.42881	5	0.18000	7	159
15	20.4016	4.34956	4	0.02660	5	19
16	20.9701	4.23291	6	0.30000	8	207
17	21.9825	4.04020	8	0.37000	11	252
18	22.6193	3.92787	5	0.23330	7	167
19	23.5938	3.76780	6	0.00000	8	0
20	24.1460	3.68287	31	0.66670	41	1387
21	25.1607	3.53659	5	0.22000	7	104
22	25.6299	3.47290	7	0.44000	9	213
23	26.3537	3.37914	14	0.75000	18	638
24	27.6666	3.22169	12	1.04000	16	591
25	28.0660	3.17675	8	0.48000	11	221
26	28.8581	3.09133	9	0.61330	12	375
27	29.6987	3.00572	3	0.07000	4	15
28	29.8435	2.99146	6	0.10000	8	53
29	30.8123	2.89958	11	0.50000	14	483
30	31.2818	2.85712	5	0.00000	7	0
31	31.8012	2.81163	8	0.16000	10	159
32	32.1208	2.78438	11	0.52000	15	349
33	33.1477	2.70043	100	0.58400	133	3786
34	33.9575	2.63786	12	0.49070	16	405

35	34.7781	2.57747	5	0.40000	6	140
36	35.6243	2.51817	72	0.56600	96	2639
37	36.6514	2.44992	4	0.05000	5	37
38	37.2126	2.41425	3	0.11330	4	53
39	37.5957	2.39053	5	0.08000	6	38
40	37.7356	2.38199	5	0.20000	6	58
41	38.0603	2.36241	8	0.33000	10	177
42	39.0396	2.30537	7	0.13000	9	145
43	39.4542	2.28210	5	0.12000	6	103
44	40.8093	2.20939	26	0.63200	34	1105
45	41.7527	2.16162	10	0.36000	13	293
46	42.1374	2.14278	5	0.07000	7	70
47	42.6471	2.11834	5	0.11000	7	98
48	43.4416	2.08142	10	0.16000	13	205
49	44.3911	2.03908	6	0.12000	8	82
50	44.7059	2.02545	8	0.13000	10	129
51	45.8403	1.97793	7	0.22000	9	175
52	46.3700	1.95656	5	0.16000	6	124
53	48.5639	1.87317	7	0.15000	9	102
54	49.4318	1.84230	43	0.56670	57	1554
55	50.6030	1.80237	8	0.33000	11	236
56	51.3076	1.77926	3	0.12000	4	43
57	52.2505	1.74935	9	0.16670	12	180
58	53.1569	1.72164	4	0.06000	5	33
59	54.0645	1.69486	54	0.58800	72	2065
60	54.9312	1.67015	8	0.25000	11	204
61	56.5855	1.62519	4	0.00000	5	0
62	57.5352	1.60060	15	0.54000	20	765
63	58.5098	1.57624	6	0.21000	8	118
64	61.0406	1.51681	8	0.39330	10	218
65	62.4385	1.48616	38	0.52340	50	1352
66	64.0046	1.45352	41	0.58330	55	1628
67	65.0052	1.43355	8	0.32500	10	184
68	65.4426	1.42502	8	0.16000	10	103
69	65.8975	1.41628	5	0.07000	6	36
70	66.2723	1.40918	4	0.06000	5	42
71	66.9122	1.39725	8	0.26000	10	173
72	67.3870	1.38855	11	0.41000	15	337
73	68.3817	1.37076	4	0.12000	5	51
74	68.7716	1.36394	12	0.22000	16	310
75	69.2215	1.35617	8	0.00000	10	0
76	69.7013	1.34800	16	0.32000	21	517
77	70.7810	1.33006	9	0.32000	12	198
78	71.9140	1.31187	19	0.49330	25	643
79	72.6405	1.30053	5	0.32000	6	124
80	73.2104	1.29180	8	0.54000	10	227
81	74.1601	1.27759	10	0.52000	13	225
82	74.3833	1.27431	14	0.32670	18	201
83	74.7799	1.26853	9	0.32000	12	186
84	75.5080	1.25810	18	0.60330	24	762
85	77.5167	1.23044	11	0.30500	14	304
86	78.2190	1.22114	4	0.04000	5	24
87	78.9838	1.21122	3	0.07000	4	22
88	79.4587	1.20517	7	0.26000	9	138
89	80.0485	1.19777	5	0.26000	7	101
90	80.3817	1.19364	11	0.23330	14	148
91	80.7483	1.18915	11	0.38000	15	329
92	82.3729	1.16976	9	0.29000	12	249
93	83.1702	1.16056	7	0.20500	9	185
94	84.1924	1.14905	7	0.23000	9	145
95	84.9805	1.14040	20	0.51330	27	674

96	85.7470	1.13216	8	0.66000	10	387
97	87.2732	1.11624	3	0.03330	4	10
98	87.7965	1.11094	10	0.20000	13	159
99	88.5813	1.10311	20	0.47000	26	644
100	89.6460	1.09275	11	0.30000	15	301

### 4.2.3 Hematit 2 jam



\*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group : KENSA  
Data : Muhimma (hematit 2 jam)

#### # Strongest 3 peaks

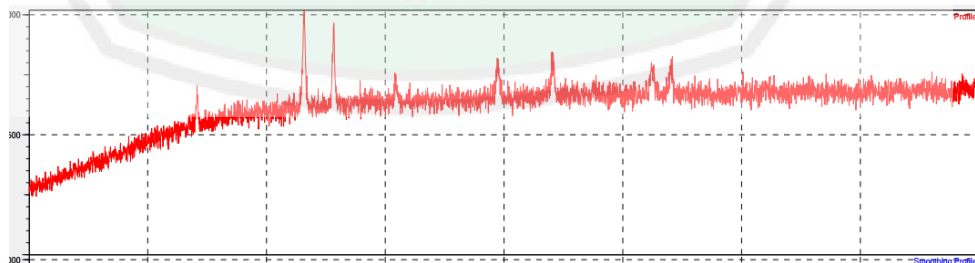
No. peak	2Theta no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	38	33.1586	2.69957	100	0.39780	175	3731
2	41	35.6368	2.51731	77	0.38760	135	2625
3	75	54.0702	1.69469	63	0.41470	110	2212

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	11.0918	7.97056	3	0.08000	5	52
2	11.6286	7.60380	5	0.24000	8	148
3	12.6834	6.97371	5	0.08000	9	101
4	13.7889	6.41699	5	0.14000	8	126
5	14.4499	6.12490	3	0.09330	5	42
6	14.5762	6.07212	5	0.12000	8	104
7	16.0312	5.52413	6	0.05800	10	74
8	16.6233	5.32868	3	0.05500	6	40
9	17.5839	5.03968	6	0.27000	11	229
10	18.0186	4.91907	6	0.09100	11	104
11	18.7069	4.73960	3	0.08000	6	38
12	19.4710	4.55529	9	0.45330	16	492
13	20.0527	4.42444	6	0.10000	11	105
14	20.7656	4.27413	5	0.33000	9	198
15	21.0997	4.20720	6	0.08000	11	94
16	21.6017	4.11055	4	0.07330	7	80
17	22.1636	4.00759	9	0.26670	16	290
18	22.8355	3.89117	5	0.20000	9	139
19	23.1298	3.84232	7	0.23000	12	173
20	23.8333	3.73047	8	0.26000	14	182
21	24.1817	3.67751	29	0.41170	50	992
22	25.0060	3.55812	5	0.19000	9	117
23	25.9993	3.42439	5	0.10000	9	115
24	27.4352	3.24834	10	0.48330	17	433
25	27.9661	3.18787	4	0.32000	7	116
26	28.1958	3.16242	5	0.14000	8	56
27	28.4887	3.13057	4	0.11330	7	58

28	29.0279	3.07363	11	0.35330	20	436
29	29.6837	3.00720	6	0.08000	10	95
30	29.8236	2.99341	5	0.00000	9	0
31	30.2156	2.95546	7	0.37500	12	275
32	30.4627	2.93205	5	0.22000	9	79
33	31.1070	2.87277	3	0.07000	6	44
34	31.3916	2.84737	5	0.06000	8	45
35	31.6629	2.82359	9	0.10330	16	114
36	32.0009	2.79454	7	0.12000	12	176
37	32.5403	2.74944	6	0.00000	10	0
38	33.1586	2.69957	100	0.39780	175	3731
39	34.5458	2.59427	3	0.07500	6	24
40	35.1128	2.55367	9	0.23000	16	272
41	35.6368	2.51731	77	0.38760	135	2625
42	36.3817	2.46746	7	0.11000	12	152
43	36.9262	2.43232	5	0.08000	8	51
44	37.7605	2.38047	7	0.19000	12	203
45	38.6099	2.33003	5	0.15000	9	150
46	39.6891	2.26913	8	0.23000	14	199
47	40.3586	2.23302	8	0.15000	14	106
48	40.8383	2.20789	30	0.41000	52	1079
49	41.7927	2.15965	7	0.16000	12	115
50	42.1324	2.14302	6	0.14660	11	104
51	42.3823	2.13096	3	0.10000	5	32
52	42.7860	2.11178	8	0.14800	14	116
53	43.7115	2.06919	9	0.26000	16	248
54	44.1162	2.05114	9	0.33000	15	242
55	44.8108	2.02095	4	0.12000	7	64
56	45.3705	1.99731	5	0.16000	9	169
57	45.7303	1.98243	3	0.00000	5	0
58	46.0627	1.96889	9	0.21500	15	299
59	46.6748	1.94449	11	0.27000	20	379
60	47.2246	1.92313	5	0.19000	9	97
61	47.9192	1.89686	5	0.14000	9	67
62	48.2490	1.88466	7	0.12000	12	90
63	48.7688	1.86578	6	0.22000	10	212
64	48.9487	1.85934	7	0.00000	12	0
65	49.4587	1.84136	52	0.42760	91	2053
66	50.2114	1.81551	10	0.27330	17	215
67	50.4680	1.80688	5	0.26000	9	139
68	51.1577	1.78412	6	0.10000	10	69
69	51.5308	1.77208	6	0.11330	10	73
70	51.7724	1.76438	5	0.17000	9	94
71	52.5321	1.74063	6	0.13000	10	72
72	52.8270	1.73161	7	0.26660	13	280
73	53.1469	1.72194	8	0.00000	14	0
74	53.3868	1.71476	10	0.22660	17	268
75	54.0702	1.69469	63	0.41470	110	2212
76	54.5803	1.68006	12	0.34800	21	437
77	55.6759	1.64956	7	0.10000	12	98
78	56.2827	1.63321	14	0.19430	24	291
79	57.4652	1.60238	16	0.48000	28	520
80	57.6851	1.59679	11	0.24000	20	205
81	58.1750	1.58451	9	0.18000	15	198
82	58.7763	1.56972	7	0.15670	12	142
83	59.5595	1.55094	8	0.45000	14	314
84	60.0553	1.53931	3	0.04200	6	19
85	60.3792	1.53183	5	0.07000	8	40
86	60.7091	1.52429	7	0.11000	12	164
87	61.5238	1.50605	3	0.08000	6	36

88	61.9637	1.49641	7	0.12000	12	111
89	62.4658	1.48558	41	0.41130	72	1481
90	63.2783	1.46845	6	0.15000	11	122
91	64.0055	1.45351	37	0.40500	65	1346
92	64.6053	1.44145	4	0.08500	7	40
93	65.0277	1.43311	5	0.13000	9	122
94	65.6325	1.42136	5	0.30000	8	159
95	66.8972	1.39753	6	0.33000	10	183
96	67.3205	1.38976	11	0.18700	20	194
97	67.7389	1.38219	8	0.22600	14	190
98	68.7316	1.36463	4	0.10000	7	88
99	69.6147	1.34946	9	0.25330	15	274
100	70.6611	1.33202	10	0.24000	17	249
101	71.3092	1.32150	7	0.31670	13	279
102	72.0027	1.31047	21	0.39600	36	757
103	73.2437	1.29130	7	0.36670	13	250
104	74.2526	1.27623	4	0.11500	7	44
105	74.5200	1.27231	8	0.20000	14	169
106	75.1398	1.26335	3	0.10000	6	55
107	75.5963	1.25685	14	0.27330	24	357
108	76.2595	1.24756	3	0.03000	6	17
109	76.7494	1.24081	3	0.14000	6	69
110	77.7416	1.22744	15	0.32500	27	449
111	78.3373	1.21959	7	0.20330	13	121
112	78.9238	1.21199	10	0.51000	18	457
113	79.4737	1.20498	13	0.27000	22	290
114	80.2935	1.19473	14	0.53000	24	578
115	80.9883	1.18623	13	0.46000	22	503
116	81.7481	1.17711	14	0.30000	24	322
117	82.4020	1.16942	9	0.29830	16	207
118	82.7944	1.16487	8	0.31330	14	223
119	83.2160	1.16004	6	0.18330	10	117
120	83.6651	1.15495	7	0.21500	13	201
121	84.1824	1.14917	6	0.17000	11	119
122	84.8373	1.14196	11	0.44000	19	479
123	85.8770	1.13078	3	0.04000	5	51
124	86.4018	1.12525	5	0.11000	8	71
125	88.3763	1.10514	9	0.12000	15	225
126	88.6562	1.10237	3	0.00000	6	0
127	88.8962	1.10002	6	0.30660	11	216

#### 4.2.4 Hematit 3 jam



\*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group : KENSA  
Data : Muhimma (hematit 3 jam)

## # Strongest 3 peaks

No. peak	2Theta no. (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	43	33.1681	2.69881	100	0.35580	220	4091
2	47	35.6515	2.51631	76	0.32940	167	2865
3	84	54.0810	1.69438	50	0.34100	111	1825

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	10.8027	8.18321	4	0.24200	9	140
2	13.0318	6.78804	4	0.18000	9	142
3	13.9334	6.35077	7	0.27000	16	316
4	14.4499	6.12490	5	0.05330	11	63
5	14.9750	5.91129	6	0.24000	13	197
6	15.4856	5.71751	8	0.42400	17	310
7	15.7908	5.60769	5	0.15600	10	101
8	16.4821	5.37401	7	0.27800	16	238
9	17.0100	5.20840	8	0.38000	17	255
10	17.2296	5.14251	8	0.28000	17	206
11	17.6504	5.02084	3	0.10330	7	82
12	18.0697	4.90527	7	0.07670	16	177
13	18.5273	4.78513	5	0.00000	11	0
14	19.2028	4.61830	10	0.46500	21	646
15	19.7436	4.49301	6	0.33000	14	216
16	19.9829	4.43974	9	0.23340	20	187
17	20.2321	4.38561	8	0.26000	17	303
18	20.5413	4.32029	7	0.00000	15	0
19	20.8205	4.26298	10	0.12000	21	295
20	21.3790	4.15286	9	0.76000	20	378
21	21.4787	4.13381	8	0.54000	17	327
22	22.2818	3.98660	11	0.37000	24	495
23	22.9552	3.87115	12	0.36000	26	512
24	23.5539	3.77409	11	0.40000	24	665
25	24.1660	3.67986	35	0.37330	76	1442
26	24.8937	3.57392	10	0.51500	22	627
27	25.2705	3.52147	8	0.00000	17	0
28	25.5900	3.47823	7	0.34000	15	334
29	26.0691	3.41538	13	0.50000	28	534
30	26.4884	3.36226	9	0.32000	20	317
31	27.0541	3.29323	11	0.49330	25	673
32	27.4469	3.24698	8	0.00000	18	0
33	27.6666	3.22169	13	0.56000	28	641
34	28.2757	3.15366	10	0.26000	21	327
35	28.7899	3.09850	7	0.23000	16	195
36	29.0845	3.06778	10	0.28000	21	334
37	29.6188	3.01364	7	0.21000	15	147
38	29.8435	2.99146	7	0.24000	16	312
39	30.8423	2.89682	6	0.14660	14	253
40	31.8311	2.80906	8	0.34000	17	309
41	32.3206	2.76762	4	0.22000	9	236
42	32.7801	2.72987	4	0.00000	9	0
43	33.1681	2.69881	100	0.35580	220	4091
44	33.9314	2.63983	7	0.29500	16	268
45	34.4200	2.60347	3	0.10330	7	42
46	34.7256	2.58125	6	0.09500	13	121
47	35.6515	2.51631	76	0.32940	167	2865
48	36.2468	2.47633	6	0.22000	14	248
49	37.4857	2.39729	8	0.26000	18	271
50	37.8355	2.37593	5	0.26660	10	165
51	38.3546	2.34495	9	0.27100	19	274

52	38.8497	2.31620	10	0.31000	22	376
53	39.4293	2.28348	6	0.16000	13	129
54	39.7157	2.26767	5	0.12330	11	85
55	40.3036	2.23594	5	0.30000	10	164
56	40.8958	2.20492	25	0.34810	54	995
57	41.9351	2.15264	9	0.19500	20	269
58	42.9652	2.10339	6	0.14670	13	184
59	43.4982	2.07884	8	0.25330	18	327
60	44.0913	2.05224	4	0.12000	9	96
61	44.6775	2.02667	4	0.14670	9	94
62	44.9827	2.01362	7	0.13600	15	162
63	45.5155	1.99128	7	0.23000	15	242
64	46.0135	1.97089	6	0.16670	14	161
65	46.5099	1.95100	8	0.14000	17	168
66	46.8264	1.93855	5	0.15330	10	99
67	47.0347	1.93045	4	0.07000	8	46
68	47.3845	1.91701	7	0.17000	15	162
69	47.9892	1.89426	5	0.26000	12	154
70	48.3873	1.87960	10	0.37670	21	335
71	48.7688	1.86578	7	0.24000	16	147
72	48.9887	1.85792	9	0.20000	20	214
73	49.4613	1.84127	44	0.42570	96	1901
74	49.9283	1.82513	5	0.25340	12	278
75	50.2481	1.81427	5	0.00000	10	0
76	50.4680	1.80688	8	0.12660	18	208
77	51.0049	1.78911	9	0.16570	19	159
78	51.3126	1.77910	6	0.12000	14	91
79	51.5750	1.77066	10	0.17500	21	165
80	51.7874	1.76390	6	0.22660	13	159
81	52.0633	1.75520	4	0.07200	8	55
82	52.8603	1.73060	8	0.17330	17	236
83	53.5667	1.70943	8	0.44000	18	471
84	54.0810	1.69438	50	0.34100	111	1825
85	54.6493	1.67810	5	0.17400	12	107
86	55.2410	1.66151	5	0.29000	12	198
87	55.7508	1.64752	6	0.19000	14	148
88	56.0807	1.63861	8	0.19000	17	164
89	56.6405	1.62374	6	0.25000	14	166
90	56.9087	1.61672	6	0.19330	14	127
91	57.5652	1.59983	15	0.25000	32	386
92	57.8251	1.59326	9	0.21720	20	225
93	58.2874	1.58172	5	0.23500	10	121
94	58.8197	1.56867	4	0.19000	9	89
95	59.2546	1.55819	10	0.34000	22	328
96	59.6677	1.54838	9	0.20670	19	196
97	60.2867	1.53396	5	0.19500	11	113
98	60.5441	1.52805	6	0.28000	14	179
99	61.0440	1.51673	5	0.20000	11	123
100	61.3339	1.51025	5	0.18000	11	112
101	61.8770	1.49830	9	0.18670	20	198
102	62.4537	1.48584	40	0.36450	88	1708
103	62.9774	1.47474	6	0.14800	13	138
104	64.0244	1.45312	38	0.32290	83	1465
105	64.5949	1.44166	5	0.09600	11	66
106	65.2260	1.42923	4	0.11330	9	159
107	66.0374	1.41362	4	0.05000	9	55
108	66.5053	1.40481	5	0.21400	10	101
109	66.9541	1.39648	6	0.09600	13	89
110	67.2521	1.39101	5	0.10000	10	51
111	69.3497	1.35397	7	0.15670	16	130

112	69.7896	1.34651	6	0.13670	14	111
113	70.2578	1.33868	5	0.15330	10	78
114	71.2542	1.32239	4	0.05330	9	45
115	71.9548	1.31122	10	0.38170	23	579
116	72.7905	1.29822	5	0.14000	10	125
117	74.3351	1.27502	6	0.13000	14	103
118	74.8229	1.26791	6	0.18600	13	133
119	75.2898	1.26120	9	0.30000	19	273
120	75.6322	1.25634	11	0.30500	24	324
121	76.0691	1.25021	7	0.12760	15	110
122	76.5128	1.24406	5	0.13330	12	92
123	77.2843	1.23356	4	0.15000	9	119
124	77.5392	1.23014	4	0.04000	9	52
125	77.9041	1.22529	5	0.13000	11	149
126	78.3300	1.21969	8	0.23800	17	204
127	78.7779	1.21387	4	0.10200	8	59
128	79.9236	1.19933	6	0.09000	13	103
129	80.3909	1.19353	9	0.24500	20	256
130	80.8716	1.18764	11	0.25330	24	359
131	81.4088	1.18116	7	0.16530	15	159
132	82.2033	1.17174	8	0.16270	17	234
133	82.7458	1.16543	6	0.14400	13	187
134	82.9777	1.16276	6	0.00000	13	0
135	83.3976	1.15797	7	0.34000	16	464
136	84.6173	1.14437	6	0.28000	13	247
137	85.2696	1.13727	9	0.24500	19	292
138	85.9220	1.13030	8	0.09000	17	157
139	86.4501	1.12475	4	0.09330	9	93
140	87.0642	1.11839	4	0.13500	9	98
141	88.0330	1.10856	6	0.04670	13	60
142	88.6303	1.10263	17	0.28170	37	605
143	89.2087	1.09697	3	0.03870	7	28
144	89.6866	1.09236	10	0.27470	23	314

#### 4.2.5 Hematit 4 jam



\*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group : KENSA  
Data : Muhimma (hematit 4 jam)

# Strongest 3 peaks

No. peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated Int
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)
1	38	33.1542	100	0.41570	163	3424
2	41	35.6194	75	0.41350	122	2497
3	69	54.0376	55	0.43560	89	1920

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	10.3832	8.51287	7	0.34670	11	243
2	11.2508	7.85827	4	0.32000	6	157
3	11.8848	7.44046	5	0.31500	8	176
4	12.3151	7.18143	4	0.14000	6	97
5	12.8626	6.87695	4	0.12000	6	75
6	13.1613	6.72154	3	0.04000	5	26
7	13.7988	6.41241	3	0.10000	5	48
8	14.9384	5.92569	4	0.19330	6	138
9	15.7694	5.61525	4	0.04670	6	31
10	16.5211	5.36141	5	0.30000	8	149
11	17.2661	5.13172	7	0.27330	11	203
12	18.2078	4.86838	7	0.24000	11	223
13	19.4212	4.56686	5	0.19330	8	94
14	20.3119	4.36856	6	0.34000	10	159
15	21.4089	4.14713	6	0.40000	10	211
16	22.1970	4.00164	5	0.10000	8	69
17	23.0151	3.86121	4	0.04000	7	39
18	23.3509	3.80644	6	0.47330	9	230
19	24.1327	3.68487	26	0.36000	43	828
20	24.7249	3.59793	5	0.17330	8	117
21	25.3504	3.51056	3	0.00000	5	0
22	25.9244	3.43411	6	0.35000	10	227
23	26.2189	3.39621	4	0.22000	7	79
24	26.7680	3.32777	9	0.36000	14	251
25	27.6965	3.21828	9	0.46000	14	251
26	27.9961	3.18452	10	0.12000	16	202
27	28.3056	3.15040	5	0.00000	8	0
28	28.6451	3.11383	10	0.34660	16	278
29	28.8948	3.08748	14	0.34000	23	349
30	29.5839	3.01712	10	0.29000	17	347
31	29.8435	2.99146	7	0.00000	12	0
32	30.1831	2.95857	7	0.00000	11	0
33	30.5626	2.92269	7	0.64000	12	381
34	30.9654	2.88559	9	0.15330	14	148
35	31.8012	2.81163	10	0.38000	17	403
36	32.0409	2.79114	9	0.00000	14	0
37	32.4604	2.75602	9	0.40000	15	495
38	33.1542	2.69991	100	0.41570	163	3424
39	34.0088	2.63400	10	0.38000	16	425
40	34.9020	2.56861	13	0.36800	22	420
41	35.6194	2.51850	75	0.41350	122	2497
42	36.1319	2.48395	9	0.25000	14	180
43	36.4666	2.46191	11	0.34000	18	308
44	37.3092	2.40822	9	0.42670	15	344
45	38.1252	2.35854	12	0.28000	19	305
46	38.6149	2.32974	7	0.16000	11	180
47	39.5142	2.27877	10	0.29340	16	228
48	39.7940	2.26339	10	0.64000	16	364
49	40.8188	2.20890	28	0.37900	46	874
50	41.4429	2.17706	10	0.26000	17	265
51	41.9908	2.14992	9	0.21670	15	240
52	42.5872	2.12118	7	0.31000	11	212
53	43.0369	2.10005	10	0.49000	17	473
54	44.0588	2.05368	9	0.29500	14	291
55	45.3471	1.99829	8	0.10670	13	133
56	45.9515	1.97340	6	0.18930	10	150
57	46.5849	1.94803	4	0.15000	7	61
58	47.7559	1.90296	7	0.18670	11	132

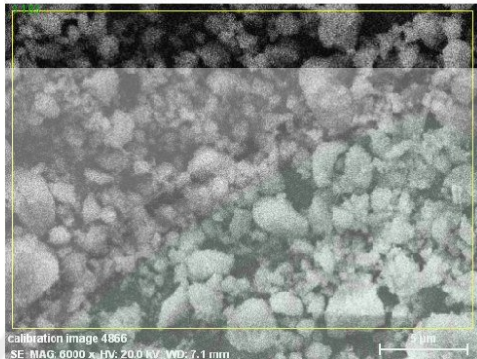
59	48.2765	1.88365	9	0.30500	14	229
60	48.9503	1.85929	6	0.06330	9	40
61	49.4436	1.84189	46	0.37420	75	1401
62	50.1082	1.81900	3	0.04000	5	25
63	50.4013	1.80911	6	0.17330	10	133
64	51.4476	1.77475	8	0.18000	13	135
65	51.7175	1.76612	10	0.26000	16	176
66	52.4654	1.74269	7	0.13670	11	84
67	53.1984	1.72039	7	0.24330	12	159
68	53.5467	1.71002	6	0.20000	9	118
69	54.0376	1.69564	55	0.43560	89	1920
70	54.7862	1.67423	7	0.12000	11	93
71	55.0827	1.66591	6	0.11330	10	58
72	55.8108	1.64589	8	0.39000	13	316
73	56.6155	1.62440	7	0.22000	12	169
74	57.5252	1.60085	14	0.60000	23	730
75	58.5448	1.57538	12	0.28000	19	369
76	59.4915	1.55255	5	0.20600	8	133
77	60.0159	1.54023	8	0.44330	13	252
78	60.4492	1.53022	5	0.13000	8	54
79	60.7957	1.52233	6	0.12330	9	59
80	61.1073	1.51531	3	0.15330	5	49
81	61.4322	1.50807	5	0.15670	8	84
82	61.8323	1.49927	5	0.04930	8	34
83	62.4272	1.48641	42	0.40750	69	1559
84	63.1283	1.47157	10	0.19000	17	178
85	63.4082	1.46575	7	0.15000	11	100
86	63.9890	1.45384	39	0.40400	64	1182
87	64.3429	1.44670	7	0.21340	12	157
88	65.1927	1.42988	6	0.18000	9	133
89	65.7375	1.41934	11	0.23000	18	282
90	66.4273	1.40627	7	0.17000	11	136
91	67.0346	1.39499	7	0.21500	12	186
92	67.7927	1.38123	6	0.20830	10	140
93	68.5550	1.36772	6	0.10670	9	91
94	69.3864	1.35335	4	0.13000	7	68
95	69.7713	1.34682	3	0.04660	5	28
96	70.4411	1.33564	7	0.06000	11	97
97	71.2292	1.32279	3	0.12330	5	62
98	71.9782	1.31086	20	0.28500	32	441
99	73.0787	1.29381	8	0.21670	13	177
100	73.5103	1.28727	5	0.14000	8	104
101	74.0351	1.27944	5	0.09000	8	55
102	74.7160	1.26946	6	0.23200	9	135
103	75.3564	1.26025	10	0.27330	17	235
104	75.9021	1.25254	9	0.25500	15	199
105	76.3945	1.24569	3	0.05000	5	26
106	76.6594	1.24205	4	0.08000	7	49
107	77.1793	1.23497	10	0.32000	16	345
108	77.5992	1.22934	4	0.00000	7	0
109	77.7591	1.22721	4	0.00000	7	0
110	78.0524	1.22333	7	0.10670	11	119
111	78.9188	1.21206	8	0.30000	13	262
112	79.3587	1.20644	10	0.28000	16	253
113	80.3185	1.19442	9	0.24000	14	187
114	80.7233	1.18945	14	0.47000	23	503
115	81.2282	1.18333	4	0.18000	7	73
116	81.8211	1.17625	14	0.22600	23	292
117	82.3745	1.16974	3	0.11330	5	39
118	83.1377	1.16093	15	0.32000	24	432

119	84.3774	1.14701	5	0.16000	8	138
120	84.9947	1.14025	17	0.36500	27	497
121	85.6195	1.13352	6	0.15500	10	98
122	86.1919	1.12745	3	0.11000	5	47
123	86.7351	1.12178	5	0.22330	8	101
124	87.2996	1.11597	6	0.10600	9	75
125	87.9014	1.10988	7	0.24000	12	150
126	88.5175	1.10374	20	0.43750	33	669
127	89.0161	1.09884	6	0.40000	10	256
128	89.5927	1.09326	12	0.30000	19	384

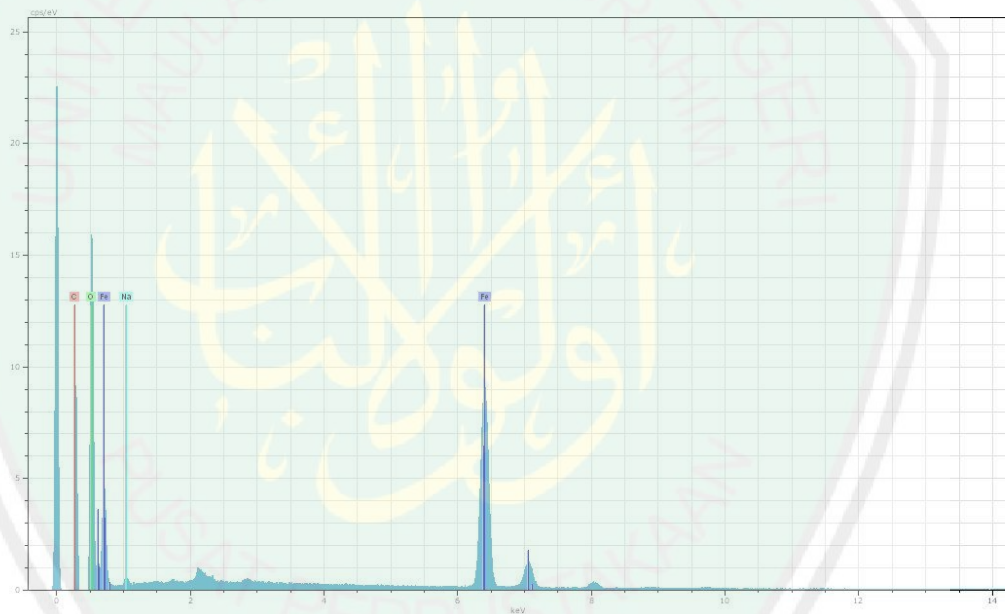


### 4.3 Karakterisasi SEM-EDAX

## Hematit Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



calibration image 4866  
SE MAG: 6000 x HV: 20.0 kV WD: 7.1 mm  
calibration image 4866 Date: 8/24/2017 11:25:01 AM Image size: 512 x 384 Mag: 6000x HV: 20.0kV



3 169 Date: 8/24/2017 11:25:40 AM HV: 20.0kV Puls th.: 6.22kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
----	----	--------	---------------	----------------	----------------	-----------

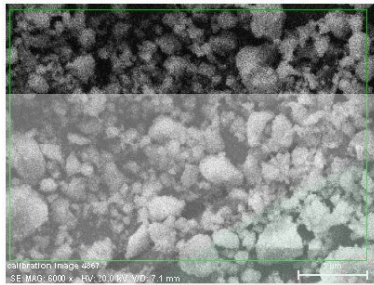
Fe	26	K-series	50.24	50.84	21.64	1.4
O	8	K-series	36.16	36.58	54.37	4.2
C	6	K-series	11.47	11.61	22.98	1.4
Na	11	K-series	0.96	0.97	1.01	0.1

Total: 98.83 100.00 100.00

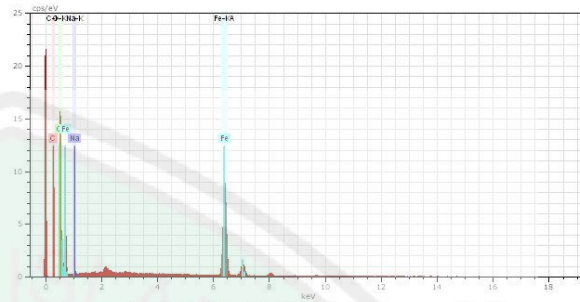
8/24/2017

1. Page

## Hematit Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

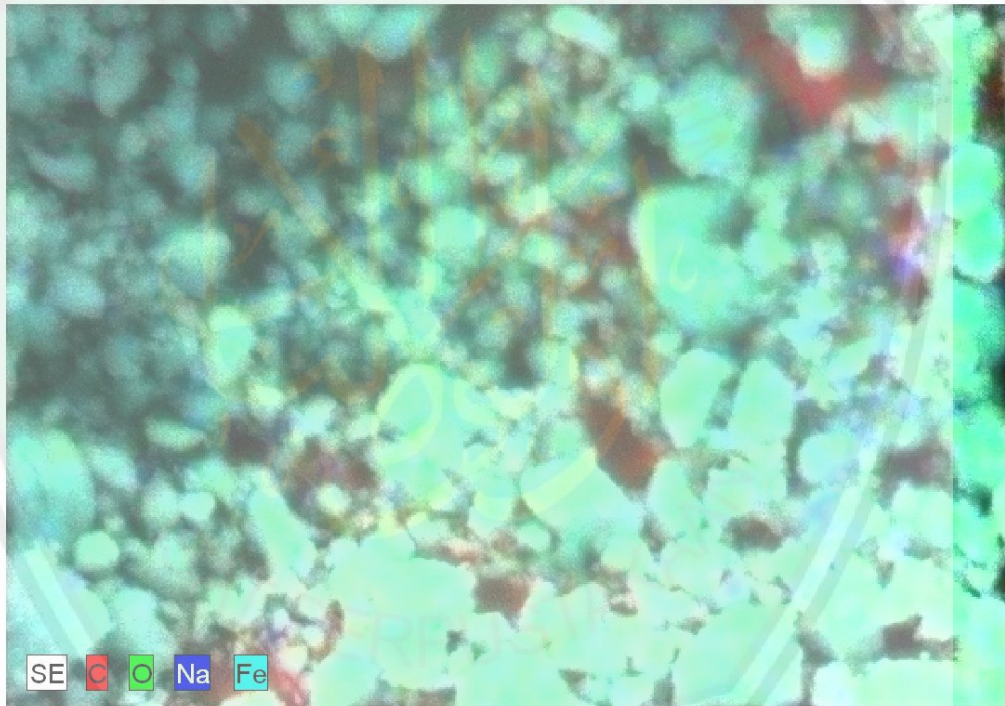


calibration image 4867 Date: 8/24/2017  
11:25:01 AM Image size: 512 x  
384 Mag: 6000x HV: 20.0kV



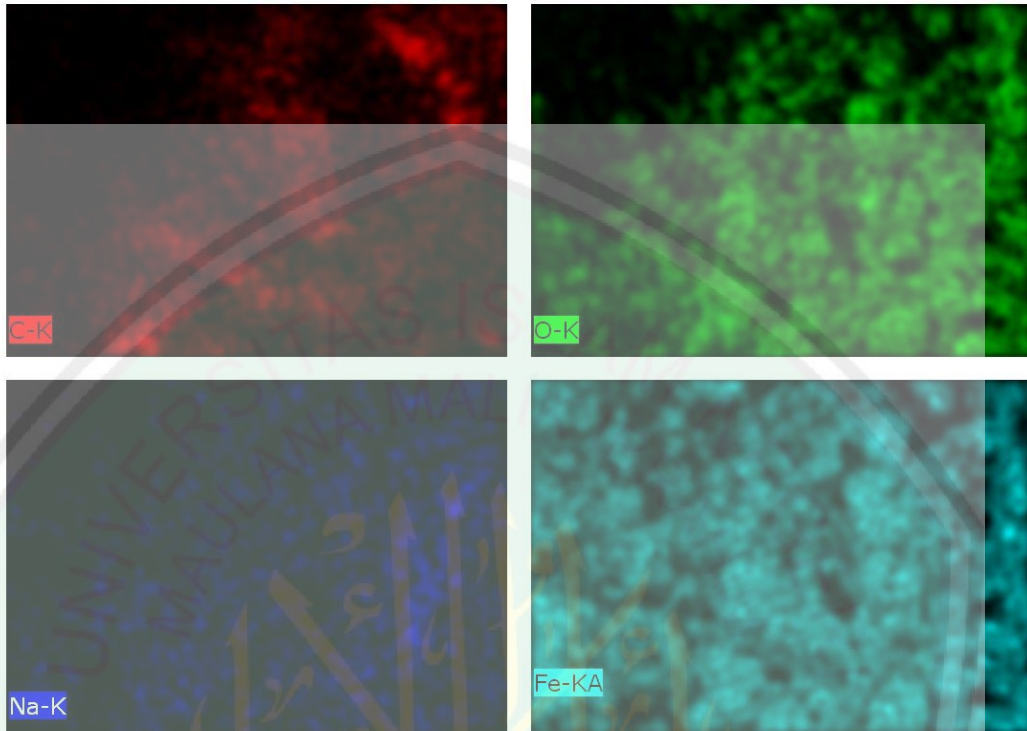
Map Date: 8/24/2017 11:28:11 AM HV: 20.0kV  
Puls th.: 5.65kcps

calibration image 21 3816 Date: 8/24/2017 11:28:11 AM Image size: 490 x  
345 Mag: 6000x HV: 20.0kV



8/24/2017

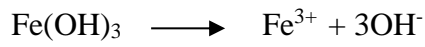
2. Page



C-K, O-K, Na-K, Fe-KA Date: 8/24/2017 11:29:05 AM  
Image size: 490 x 345  
Mag: 6000x  
HV: 20.0kV

### Lampiran 5. Perhitungan Nilai Qc Proses Presipitasi

Ksp standar  $\text{Fe}(\text{OH})_3 = 1,1 \times 10^{-36}$  (Chang, 2003)



$$s \qquad \qquad \qquad s \qquad \qquad 3s$$

$$K_{sp} = [\text{Fe}^{3+}] [\text{OH}^-]^3$$

$$= s (3s)^3$$

$$= 27s^4$$

$$s = \sqrt[4]{\frac{1,1 \times 10^{-36}}{27}}$$

$$s = 0,45 \times 10^{-9} \text{ mol/L}$$

pH diatur menjadi 6  $\longrightarrow$   $\text{pOH} + \text{pH} = 14$

$$\text{pOH} = 14 - 6 = 8$$

$$\text{pOH} = -\log [\text{OH}^-]$$

$$[\text{OH}^-] = 10^{-8} \text{ M}$$

$$Q = [\text{Fe}^{3+}] [\text{OH}^-]^3$$

$$= 0,45 \times 10^{-9} \cdot (10^{-8})^3$$

$$= 0,45 \times 10^{-9} \cdot 10^{-24}$$

$$= 0,45 \times 10^{-33}$$

Jika  $Q = 0,45 \times 10^{-33} > K_{sp} = 1,1 \times 10^{-36}$  maka larutan lewat jenuh (mengendap).

### Lampiran 6. Daftar Nilai Standar Ksp

Ketika unsur-unsur yang teridentifikasi pada hasil XRF bereaksi dengan  $\text{OH}^-$  maka akan membentuk senyawa-senyawa hidroksida. Adapun semua standar nilai Ksp nya lebih besar dari standar Ksp  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , sehingga tidak akan ikut mengendap saat proses presipitasi. Adapun daftar nilai standar Ksp unsur-unsur tersebut dalam bentuk hidroksidanya ditampilkan pada Tabel L.1 (Chang, 2003).

Tabel L.1 Nilai standar Ksp senyawa hidroksida

Senyawa hidroksida	Nilai Ksp
$\text{Fe}(\text{OH})_3$	$1,1 \times 10^{-36}$
$\text{Mn}(\text{OH})_2$	$2 \times 10^{-13}$
$\text{Eu}(\text{OH})_3$	$2 \times 10^{-16}$
$\text{Ni}(\text{OH})_2$	$9,38 \times 10^{-27}$
RbOH	Sangat besar
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	$8 \times 10^{-6}$
$\text{Cr}(\text{OH})_3$	$3 \times 10^{-29}$
$\text{Cu}(\text{OH})_2$	$2,2 \times 10^{-20}$
LaOH	Sangat besar

### Lampiran 7. Contoh Perhitungan dan Data *Crystallite Size* Hematit

Perhitungan *crystallite size* hematit menggunakan persamaan Debye-Scherrer (persamaan 3.3). Data-data untuk perhitungan *crystallite size* hematit yang disintesis pada salah satu puncak waktu kalsinasi 1 jam adalah:

$$\begin{aligned} \lambda (K\alpha) & : 1,54060 \\ \beta (\text{FWHM}) & : 0,5840^\circ \longrightarrow \frac{0,5840}{180} \times 3,14 = 0,01017 \\ 2\theta & : 33,1477 \longrightarrow \frac{33,1477}{2} = 16,574 \\ \text{Cos } \theta & : 0,958 \end{aligned}$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,01017 \times 0,958} = 148,308 \text{ \AA} = 14,8308 \text{ nm}$$

Perhitungan variasi lain dan posisi 2 tetha yang berbeda dilakukan dengan cara yang sama sehingga diperoleh hasil perhitungan pada Tabel L.2.

Tabel L.2 Data *crystallite size* hematit 3 puncak tertinggi

Sampel	2 Tetha	Ukuran kristal (nm)
Hematit 1 jam	33.1477	14.8308
	35.6243	15.4501
	54.0645	15.8495
Hematit 2 jam	33.1586	21.7734
	35.6368	22.4964
	54.0702	22.4734
Hematit 3 jam	33.1681	24.3442
	35.6515	26.4723
	54.081	27.3319
Hematit 4 jam	33.1542	20.8356
	35.6194	21.0864
	54.0376	21.3921

### Lampiran 8. Data Hasil Uji Warna dan Perhitungan Nilai C\* dan H°

Karakterisasi nilai warna menggunakan *color reader* diperoleh data L\*, a\*, b\* sebagaimana pada Tabel L.3, dan perhitungan nilai C\* dan H° menggunakan persamaan 3.1 dan 3.2. Adapun hasil perhitungan C\* dan H° ditampilkan pada Tabel L.4.

Tabel L.3 Data hasil uji warna pigmen hematit

Sampel hematit	L*	a*	b*
1 jam	32,8	18,3	12,0
2 jam	33,5	18,4	11,7
3 jam	34,1	18,4	12,8
4 jam	34,5	17,4	12,4

#### 1. Hematit 1 jam

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(18,3)^2 + (12,0)^2]^{1/2} & H^\circ &= 1/ \tan (12,0/18,3) \\
 &= (334,89 + 144)^{1/2} & &= 1/ \tan 0,656 \\
 &= (478,89)^{1/2} & &= 1/ 0,01145 \\
 &= 21,884 & &= 33,254
 \end{aligned}$$

#### 2. Hematit 2 jam

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(18,4)^2 + (11,7)^2]^{1/2} & H^\circ &= 1/ \tan (11,7/18,4) \\
 &= (338,56 + 136,89)^{1/2} & &= 1/ \tan 0,636 \\
 &= (475,45)^{1/2} & &= 1/ 0,0111 \\
 &= 21,805 & &= 32,451
 \end{aligned}$$

#### 3. Hematit 3 jam

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(18,4)^2 + (12,8)^2]^{1/2} & H^\circ &= 1/ \tan (12,8/18,4) \\
 &= (338,56 + 163,84)^{1/2} & &= 1/ \tan 0,01215 \\
 &= (502,4)^{1/2} & &= 1/ 2,1206 \\
 &= 22,414 & &= 34,825
 \end{aligned}$$

## 4. Hematit 4 jam

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(17,4)^2 + (12,4)^2]^{1/2} \\
 &= (302,76 + 153,76)^{1/2} \\
 &= (456,52)^{1/2} \\
 &= 21,366
 \end{aligned}$$

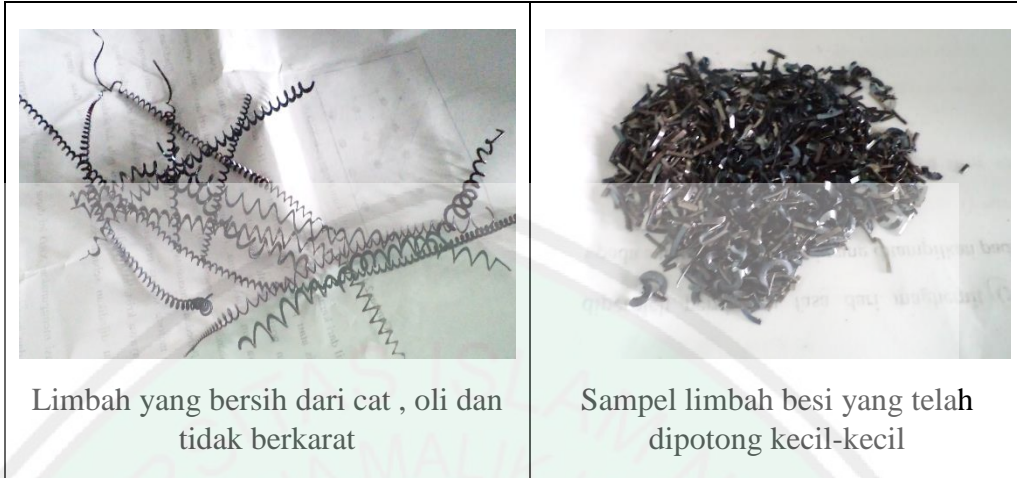
$$\begin{aligned}
 H^\circ &= 1/ \tan (12,4/17,4) \\
 &= 1/ \tan 0,71264 \\
 &= 1/ 0,01244 \\
 &= 35,475
 \end{aligned}$$

Tabel L.4 Nilai warna pigmen hematit pada variasi waktu kalsinasi

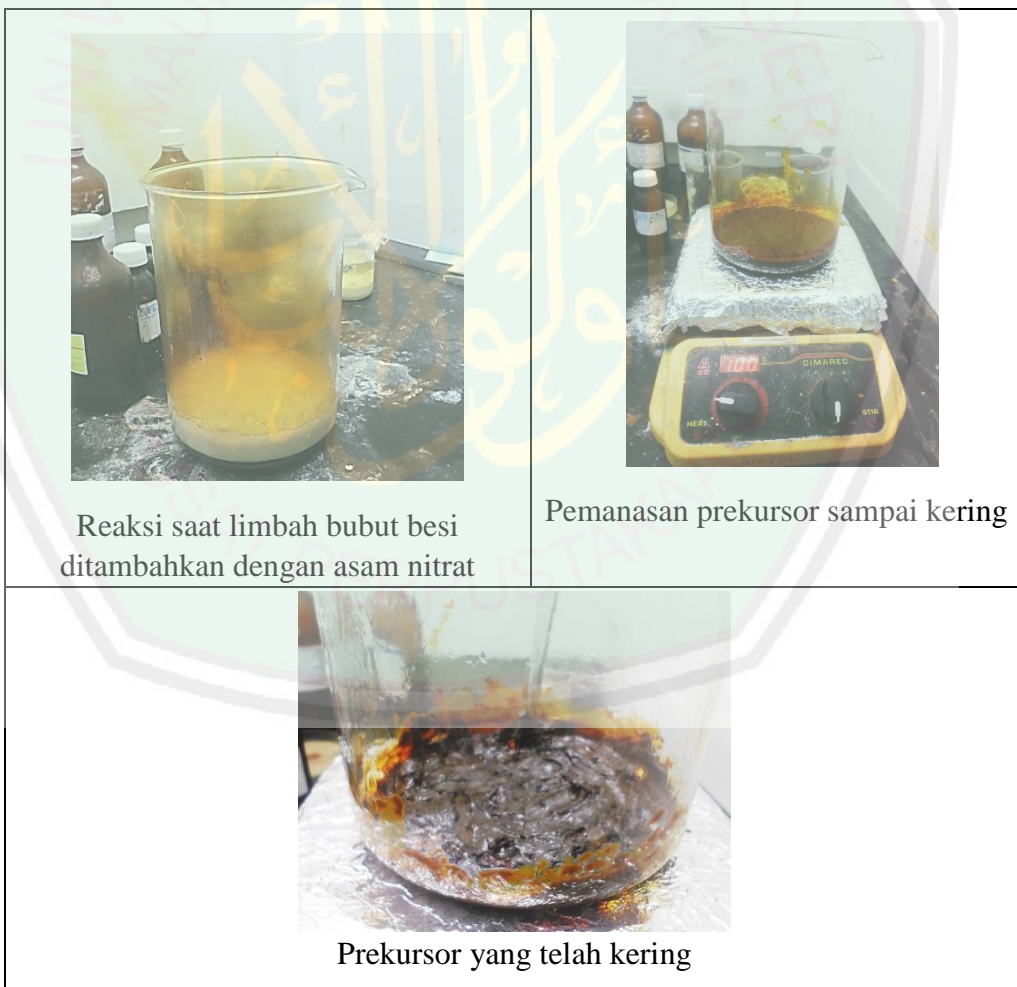
Uji warna	Hematit 1 jam	Hematit 2 jam	Hematit 3 jam	Hematit 4 jam
L*	32,8	33,5	34,1	34,5
a*	18,3	18,4	18,4	17,4
b*	12,0	11,7	12,8	12,4
C*	21,884	21,805	22,414	21,366
H°	33,254	32,451	34,825	35,475

## Lampiran 9. Dokumentasi Penelitian

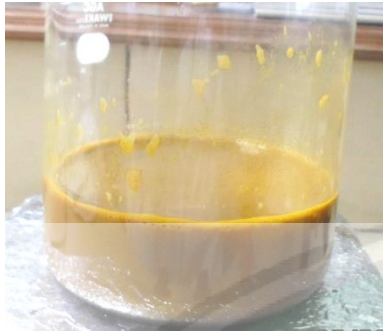
### 8.1 Preparasi Sampel



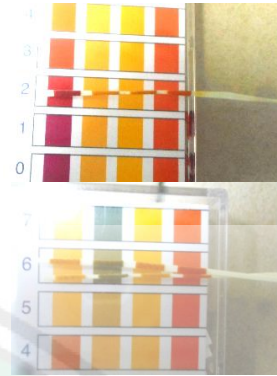
### 8.2 Prekursor Ferri



### 8.3 Sintesis Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)



Penambahan aquades dan zat pengendap pada prekursor ferri



Pengaturan pH



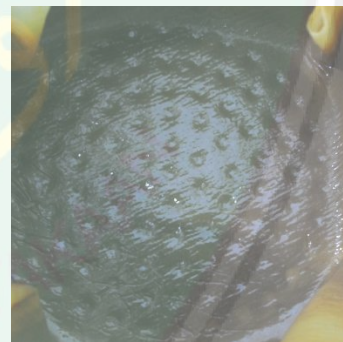
Sintesis pada suhu 70°C selama 1 jam



Pendinginan perlahan



Penyaringan



Sampel basah setelah penyaringan

