

**SINTESIS PIGMEN GEOTHIT ( $\alpha$ -FeOOH) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI SUHU SINTESIS**

**SKRIPSI**

oleh:  
**ELYSIA DEWI NURAINI**  
**NIM. 13630084**



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

**SINTESIS PIGMEN GEOTHIT ( $\alpha$ -FeOOH) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI SUHU SINTESIS**

**SKRIPSI**

oleh:  
**ELYSIA DEWI NURAINI**  
**NIM. 13630084**

**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**

**SINTESIS PIGMEN GEOTHIT ( $\alpha$ -FeOOH) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI SUHU SINTESIS**

**SKRIPSI**

oleh:  
**ELYSIA DEWI NURAINI**  
NIM. 13630084

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 13 Desember 2017

**Pembimbing I**



**Nur Aini, M.Si**  
NIDT. 19840608 20160801 2 070

**Pembimbing II**



**Rifatul Mahmudah**  
NIDT. 19830125 201608012 068

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia



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

SINTESIS PIGMEN GEOTHIT ( $\alpha$ -FeOOH) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI SUHU SINTESIS

SKRIPSI

oleh:  
**ELYSIA DEWI NURAINI**  
NIM. 13630084

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 13 Desember 2017

Penguji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si (.....)  
NIP. 19770720 200312 2 001

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

Sekretaris Penguji : Nur Aini, M.Si (.....)  
NIDT. 19840608 20160801 2 070

Anggota Penguji : Rif'atul Mahmudah, M.Si (.....)  
NIDT. 19830125 201608012 068

Mengesahkan,  
Ketua Jurusan Kimia



Elok Kamillah Havati, M.Si  
NIP. 19790620 200604 2 002

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Elysia Dewi Nuraini  
NIM : 13630084  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Sintesis Pigmen Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Suhu Sintesis

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, 13 Desember 2017  
Yang membuat pernyataan,



  
Elysia Dewi Nuraini  
NIM. 13630084

## KATA PENGANTAR



Puji syukur kehadiran Allah SWT, karena hanya dengan rahmat dan hidayahnya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Sintesis Pigmen Geothite ( $\alpha$ -FeOOH) dari Bubut Besi dengan Variasi Suhu Sintesis”. Sholawat dan salam semoga tetap tercurah limpahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang menjadi panutan bagi umat di dunia. 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. Kedua orang tua yang selalu memberikan do'a, motivasi dan semangat selama mengerjakan skripsi.
2. Bapak Prof. Dr. H. Abd Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.
4. Para dosen pembimbing Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si, Ibu Rif'atul Mahmudah M.Si. karena atas bimbingan, pengarahan, kesabaran dan motivasinya penyusunan skripsi dapat diselesaikan
5. Dosen penguji Ibu Diana Candra Dewi, M.Si. karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
6. Seluruh dosen Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

7. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselsaikan
8. Teman-teman tim oksida besi yang membantu penulis dengan penuh kesabaran dan ke ikhlasan dalam menyelesaikan skripsi ini.
9. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang khususnya angkatan 2013 yang selalu memberi bantuan dan motivasi selama mengerjakan 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 khususnya dan pada pembaca umumnya.

Malang, 25 September 2017

Penulis

## DAFTAR ISI

|  |             |
|--|-------------|
| <b>HALAMAN JUDUL</b> .....   | <b>i</b>    |
| <b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....                                   | <b>ii</b>   |
| <b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....                                    | <b>iii</b>  |
| <b>HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN</b> .....                   | <b>iv</b>   |
| <b>KATA PENGANTAR</b> .....  | <b>v</b>    |
| <b>DAFTAR ISI</b> .....  | <b>vii</b>  |
| <b>DAFTAR GAMBAR</b> .....   | <b>ix</b>   |
| <b>DAFTAR TABEL</b> .....  | <b>x</b>    |
| <b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....                                       | <b>xi</b>   |
| <b>ABSTRAK</b> .....   | <b>xii</b>  |
| <b>ABSTRACT</b> .....  | <b>xiii</b> |
| <b>المخلص</b> .....  | <b>xiv</b>  |
| <br>   |             |
| <b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....                                     | <b>1</b>    |
| 1.1 Latar Belakang .....   | 1           |
| 1.2 Rumusan Masalah .....  | 4           |
| 1.3 Tujuan Penelitian .....  | 4           |
| 1.4 Batasan Masalah .....  | 5           |
| 1.5 Manfaat .....  | 5           |
| <br>   |             |
| <b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....                               | <b>6</b>    |
| 2.1 Karakteristik Limbah Bubut Kerajinan Industri Besi .....       | 6           |
| 2.2 Oksida Besi sebagai Material Pigmen .....                      | 7           |
| 2.3 Geotit ( $\alpha$ -FeOOH) sebagai Material Pigmen .....        | 10          |
| 2.4 Sintesis Pigmen Geothit dengan Metode Presipitasi .....        | 14          |
| 2.5 Pemanfaatan Besi Berdasarkan Perspektif Islam .....            | 20          |
| <br>   |             |
| <b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....                             | <b>22</b>   |
| 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....                              | 22          |
| 3.2 Alat dan Bahan .....   | 22          |
| 3.2.1 Alat .....   | 22          |
| 3.2.2 Bahan .....  | 22          |
| 3.3 Rancangan Penelitian .....                                     | 22          |
| 3.4 Tahapan Penelitian .....                                       | 23          |
| 3.5 Prosedur Kerja .....   | 23          |
| 3.5.1 Preparasi Sampel .....                                       | 23          |
| 3.5.2 Pembuatan Prekursor .....                                    | 23          |
| 3.5.3 Sintesis Geotit ( $\alpha$ -FeOOH) dengan Variasi Suhu ..... | 24          |
| 3.6 Uji Karakteristik .....  | 24          |
| 3.6.1 Uji Kelarutan Secara Kuantitatif .....                       | 24          |
| 3.6.2 Colorimeter (Minolta CR-10) .....                            | 25          |
| 3.6.2 Difraksi Sinar-X (XRD) .....                                 | 25          |
| 3.6.3 Spektroskopi Dispersi Energi (SEM-EDS) .....                 | 25          |
| 3.7 Analisis Data .....  |             |
| 3.7.1 Colorimeter .....  | 26          |
| 3.7.2 Difraksi Sinar-X (XRD) .....                                 | 26          |

|  |           |
|--|-----------|
| 3.7.3 Mikroskop Scann Elektron (SEM-EDX).....                              | 27        |
| <b>BAB VI HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>                                    | <b>28</b> |
| 4.1 Preparasi Sampel Limbah Bubut Besi .....                               | 28        |
| 4.2 Sintesis Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dengan Variasi Suhu Sintesis ..... | 29        |
| 4.3 Karakterisasi Uji Kelarutan dan Uji Warna Pigmen Geothit               |           |
| 4.3.1 Uji Kelarutan.....   | 30        |
| 4.3.2 Uji Warna Pigmen Geothit .....                                       | 32        |
| 4.4 Karakterisasi Struktur Geothit dengan Metode Difraksi Sinar-X          | 34        |
| 4.5 Karakterisasi Geothit menggunakan SEM-EDX.....                         | 38        |
| 4.6 Kajian Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam.....                    | 41        |
| <b>BAB V PENUTUP .....</b>   | <b>44</b> |
| 5.1 Kesimpulan.....  | 44        |
| 5.2 Saran.....   | 44        |
| <b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>  | <b>45</b> |
| <b>LAMPIRAN.....</b>   | <b>49</b> |



## DAFTAR GAMBAR

|            |  |    |
|------------|--|----|
| Gambar 2.1 | Warna pigmen hasil sintesis besi oksida .....  | 10 |
| Gambar 2.2 | Model struktur geothite .....  | 11 |
| Gambar 2.3 | Karakterisasi geothite dengan menggunakan XRD.....   | 13 |
| Gambar 2.4 | Karakterisasi geothite dengan analisa SEM .....  | 14 |
| Gambar 2.5 | Diagram Kesetimbangan pH Fe, Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....                               | 18 |
| Gambar 4.1 | (a) Campuran hasil sintesis menghasilkan endapan kuning .....  | 31 |
|            | (b) Hasil serbuk pigmen geothit .....  | 31 |
| Gambar 4.2 | (a) Pigmen geothit dilarutkan dengan pelarut metanol.....  | 32 |
|            | (b) Pigmen geothit dilarutkan dengan pelarut etanol .....  | 32 |
| Gambar 4.3 | Hasil sintesis pigmen geothit pada suhu 60, 70, 80<br>dan 90 .....   | 33 |
| Gambar 4.4 | Hasil difraktogram geothit ( $\alpha$ -FeOOH) pada suhu sintesis 60,<br>70, 80 dan 90 °C .....                                     | 34 |
| Gambar 4.5 | Perbesaran satu puncak tertinggi pada empat variasi suhu<br>geothit .....  | 35 |
| Gambar 4.6 | Hasil refinement difraktogram XRD Geothit suhu 60 °C .....   | 36 |
| Gambar 4.7 | Hasil analisis SEM geothit suhu 60 °C (a) perbesaran<br>2000 (b) perbesaran 6000 (c) perbesaran 8000<br>(d) perbesaran 12000 ..... | 38 |
| Gambar 4.8 | Hasil analisis SEM-EDX geothit suhu 60 °C perbesaran<br>6000x (a) unsur C (b) unsur O (c) unsur Na (d) unsur Fe .....              | 39 |

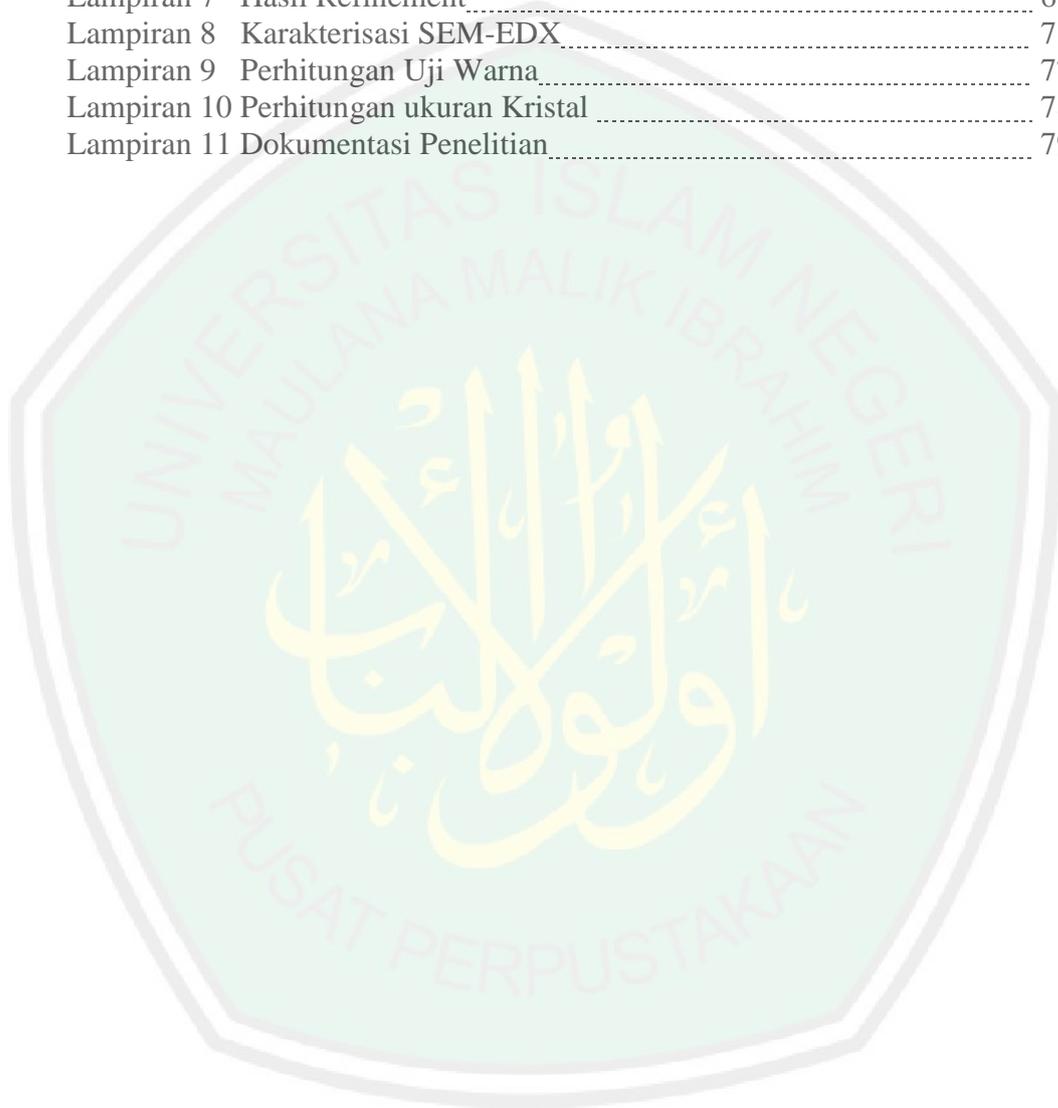
## DAFTAR TABEL

|  |    |
|--|----|
| Tabel 2.1 Komposisi kimia limbah bubut besi .....  | 7  |
| Tabel 2.2 Macam-macam oksida besi .....  | 9  |
| Tabel 2.3 Karakteristik Geothite .....   | 11 |
| Tabel 4.1 Hasil komposisi kimia limbah bubut besi menggunakan XRF.....   | 28 |
| Tabel 4.2 Hasil Uji Kelarutan Pigmen Geothit.....  | 31 |
| Tabel 4.3 Hasil Uji Warna Pigmen Geothit.....  | 33 |
| Tabel 4.4 Parameter sel satuan geothit setelah proses <i>refinement</i><br>Menggunakan metode <i>Le Bail</i> ..... | 37 |
| Tabel 4.5 Ukuran kristal pigmen geothit .....  | 37 |
| Tabel 4.6 Komposisi Unsur hasil sintesis .....   | 39 |



## DAFTAR LAMPIRAN

|             |                                   |    |
|-------------|-----------------------------------|----|
| Lampiran 1  | Rancangan Penelitian .....        | 49 |
| Lampiran 2  | Diagram Alir .....                | 50 |
| Lampiran 3  | Permbuatan Larutan .....          | 52 |
| Lampiran 4  | Karakterisasi XRF .....           | 56 |
| Lampiran 5  | Standar Geothit ICSD 159970 ..... | 57 |
| Lampiran 6  | Karakterisasi XRD .....           | 58 |
| Lampiran 7  | Hasil Refinement .....            | 67 |
| Lampiran 8  | Karakterisasi SEM-EDX .....       | 71 |
| Lampiran 9  | Perhitungan Uji Warna .....       | 77 |
| Lampiran 10 | Perhitungan ukuran Kristal .....  | 78 |
| Lampiran 11 | Dokumentasi Penelitian .....      | 79 |



## ABSTRAK

Nuraini, Elysia Dewi. 2017. **Sintesis Pigmen Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Suhu Sintesis**. Pembimbing I: Nur Aini M.Si, Pembimbing II: Rif'atul Mahmudah M.Si, Konsultan: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si

---

Kata Kunci:  $\alpha$ -FeOOH, Limbah Bubut, Presipitasi

Limbah bubut besi mengandung 97,11% logam Fe. Limbah tersebut berpotensi mencemari lingkungan. Oleh karena itu dapat dicegah dengan dimanfaatkan sebagai pigmen oksida besi. Tujuan penelitian adalah untuk pemanfaatan limbah bubut sebagai pigmen kuning dengan menguji pengaruh suhu sintesis terhadap kualitas pigmen. Parameter yang diteliti adalah struktur kristal, nilai warna serta morfologinya. Proses sintesis dilakukan dengan metode presipitasi menggunakan prekursor ferri ( $\text{Fe}^{+3}$ ), dengan variasi suhu sintesis 60 °C, 70 °C, 80 °C dan 90 °C. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa struktur kristal senyawa hasil sintesis pada semua suhu adalah geothit ( $\alpha$ -FeOOH). Ukuran kristal senyawa hasil sintesis secara berurutan adalah 11,49; 12,32; 11,17; 11,97 nm. Hasil uji warna pigmen hasil sintesis menunjukkan nilai  $L^*$  pada suhu 60, 70, 80 dan 90 °C sebesar 38,2; 40,5; 41,1; 39,7. Hasil SEM-EDX menunjukkan morfologinya beragam, mengalami aglomerasi dan terdapat impurities berupa C dan Na.

## ABSTRACT

Nuraini, Elysia Dewi. 2017. **Synthesis of Pigment Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) from Lathe Waste with Variations of Synthesis Temperature**. Supervisor I: Nur Aini M.Si, Supevisor II: Rif'atul Mahmudah M.Si, Consultant: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si

---

Key word :  $\alpha$ -FeOOH, Lathe Waste, Precipitation

Lathe waste contains 97.11% of Fe metal. The waste has the potential to pollute the environment. Therefore, it can be prevented by recycling, one of them as iron oxide pigment. The object of the research was studying of temperature synthesis yellow pigmen from lathe waste. The parameters examined were the Crystal structure, color values and morfologi. Synthesis process has been done by precipitation method using a precursor of ferric ( $\text{Fe}^{+3}$ ), at 60, 70, 80 and 90 °C. The results of XRD showed that the Crystal structure of compound synthesis results in all the temperature were geothit ( $\alpha$ -FeOOH). The crystallite size were 11.49; 12.32; 11.17; 11.97 nm. Color test results show  $L^*$  value at temperature 60, 70, 80 and 90 °C equal to 38,2; 40.5; 41.1; 39.7. The results of SEM-EDX shows morfologi diverse, agglomeration with impurities form C and Na.

## ملخص البحث

نور عيني، إيسيا ديوي. 2017. تخليق خضاب كويت ( $\alpha$ -FeOOH) من قمامة الخرط الحديد بنوع درجة حرارة التخليق. المشرفة 1: نور عيني الماجستير، المشرفة 2: رفعة المحمودة الماجستير، المستشار: ليلك مفتاح الخيرة الماجستير.

الكلمات المفتاحية: ( $\alpha$ -FeOOH)، قمامة الخرط، هطول.

ضمت قمامة الخرط الحديد 97,11% فلز الحديد Fe. و قدرت هذه القمامة أن تلوث البيئة. و تمكن وقايتها عن طريق تنفيذها كخضاب أوكسيد الحديد. و هدف البحث يعني استفادة قمامة الخرط كالخضاب الأصفر بحيث أثر درجة حرارة التخليق في جودة الخضاب. و و معامل الذي يبحث يعني كنيان البلورة، نتيجة اللون و صرفه. يطبق التخليق بطريقة منهج الهطول و يستخدم السلائف فيري ( $Fe^{3+}$ )، بنوع درجة حرارة التخليق 60°C، 70°C، 80°C، 90°C. و نتيجة وصف XRD تعين أن كنيان البلورة المركبة المنتجة من تخليق في جميع درجة الحرارة تعني كويت ( $\alpha$ -FeOOH). و مقياس البلورة المركبة المنتجة من التخليق تعني 11,49: 12,32: 11,17: 11,97 nm. و نتيجة اختبار اللون تعين نتيجة  $L^*$  في درجة الحرارة 60°C، 70، 80، و 90°C حول 38,2: 40,5: 41,1: 39,7. و نتيجة SEM-EDX تبين وجود تنوع الصرف، و وجود الجمع و النجاسة تعني C و Na.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Besi merupakan salah satu unsur kimia yang mempunyai banyak manfaat bagi kehidupan manusia. Besi banyak digunakan untuk konstruksi dan berbagai produk peralatan rumah tangga dan sebagainya. Limbah yang dihasilkan oleh proses produksi bahan tersebut dinamakan limbah bubut besi. Limbah bubut besi mempunyai kadar logam Fe sebesar 97,11% (Khoiroh, 2013). Apabila limbah tersebut tidak mendapatkan penanganan maka akan menyebabkan pencemaran lingkungan.

Allah swt berfirman dalam Al-Qur'an surat Ar Ruum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي  
عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”. (Q.S Ar Ruum ayat 41).

Menurut tafsir Quraish Shihab (2003), kerusakan yang terjadi di darat maupun di laut merupakan hasil dari perbuatan manusia itu sendiri. Misalnya terjadinya kebakaran, kekeringan, kerusakan dan kerugian perniagaan disebabkan oleh kejahatan dan dosa-dosa yang diperbuat manusia. Sama halnya dengan limbah kerajinan industri bubut besi, apabila tidak dilakukan pengolahan terhadap limbah tersebut maka akan merusak ekosistem tanah, sungai, sumber air minum

(sumur), dan lain-lain. Untuk itu, dalam penelitian ini akan memanfaatkan limbah industri kerajinan bubut besi untuk disintesis menjadi pigmen oksida besi.

Oksida besi dapat dimanfaatkan sebagai pigmen (Bilalodin, dkk., 2015), magnet (Aji, dkk., 2007), katalis (Yue, dkk., 2011), dan adsorben (Hernandes, dkk., 2011). Pemanfaatan oksida besi sebagai pigmen akhir-akhir ini banyak dikembangkan. Hal ini dikarenakan oksida besi mempunyai keunggulan yaitu tidak beracun, relatif inert dan memiliki warna yang beragam (Aji, dkk., 2007; Kusumawati, dkk., 2013; Fitriawan, 2015). Konsumsi oksida besi sebagai pigmen berwarna kuning (geothit) sebesar 69.000 ton (Tanner, 2013). Kebutuhan pigmen kuning yang memiliki struktur geothit selalu meningkat sejalan dengan pertumbuhan industri yang menggunakan pigmen seperti industri keramik, gelas, tekstil, plastik, dan cat (Bilalodin, dkk., 2015). Pigmen geothit mempunyai distribusi ukuran partikel antara 25-50 nm dengan *value* ( $L^*$ ) derajat kecerahan 51-71, *chroma* ( $C^*$ ) intensitas kemurnian warna 41-61, *hue* ( $H^\circ$ ) corak warna 72-84 (Cornell dan Schwermann, 2003).

Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap sintesis oksida besi geothit adalah bahan baku. Muller, dkk., (2015) melakukan sintesis dari bahan murni  $FeNO_3 \cdot 9H_2O$  dan  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ . Hasil sintesis dari bahan  $FeNO_3 \cdot 9H_2O$  diperoleh geothit ( $\alpha$ - $FeOOH$ ) dengan ukuran 0,318  $\mu m$  sedangkan dari bahan  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  didapatkan hasil Akageneit ( $\beta$ - $FeOOH$ ) berukuran 0,253  $\mu m$ . Bilalodin, dkk.,(2015) melakukan sintesis dari bahan pasir besi. Hasil sintesis diperoleh geothit ( $FeOOH$ ) dengan ukuran 0,35  $\mu m$  dan diperoleh nilai parameter kisi  $a=b=c$  3,688 nm. Rahman, dkk., (2013) melakukan sintesis geothit dari bahan *mill scale*

menghasilkan struktur kristal orthorhombik dan hasil uji warna  $L^*a^*b^*$  adalah  $L:56.92$ ,  $a^*:18.40$ ,  $b^*:49.76$ .

Faktor lain yang berpengaruh dalam sintesis goethit adalah metode sintesis. Beberapa metode yang telah dikembangkan antara lain sol gel (Akbar, dkk., 2013), hidrothermal (Tadic, dkk., 2014), kopresipitasi (Puspasari, dkk., 2013) dan presipitasi (Fatmaliana, dkk., 2016). Fatmaliana, dkk., (2016) menjelaskan bahwa metode presipitasi merupakan metode yang paling banyak dikembangkan karena peralatan sederhana, relatif murah, dan memberikan rendemen yang memadai. Bilalodin, dkk., (2015) melakukan sintesis goethit menggunakan metode presipitasi menggunakan campuran pelarut  $H_2SO_4$  dan  $HCl$ . Menghasilkan goethit ( $FeOOH$ ) berstruktur orthorhombik dengan bentuk seragam berukuran  $0,35 \mu m$  dan hasil uji warna nilai  $L^*=66,76$ ;  $a^*=14,84$ ;  $b^*=49,95$ . Legodi (2007) telah berhasil mensintesis goethit dengan metode presipitasi menggunakan larutan  $NaHCO_3$ . Hasil sintesis memiliki fasa goethit ( $FeOOH$ ) berukuran  $<0,005 \mu m$ . Gotic, dkk., (2008) melakukan sintesis goethit dengan metode presipitasi menggunakan campuran pelarut  $H_3PO_4$  dan  $H_2SO_4$ . Hasil sintesis goethit ( $\alpha$ - $FeOOH$ ) fasa tunggal, berstruktur oktahedral dengan ukuran partikel 15-20 nm.

Suhu sintesis juga berpengaruh pada struktur, ukuran, bentuk dan warna (Tharani, dkk., 2015). Muller, dkk., (2015) melakukan sintesis goethit dari bahan  $FeNO_3 \cdot 9H_2O$  pada suhu  $60^\circ C$  dan  $70^\circ C$ . Hasil sintesis pada suhu  $60^\circ C$  berstruktur ( $\alpha$ - $FeO(OH)$ ) berbentuk oktahedral dengan ukuran partikel  $0,36 \mu m$  sedangkan pada suhu  $70^\circ C$  berukuran  $0,318 \mu m$ . Yue, dkk., (2011) mensintesis goethit dari bahan  $(Fe_2(SO_4)_3) \cdot 6H_2O$  dengan suhu  $80^\circ C$  selama 1 jam. Hasil sintesis berukuran

20 nm mempunyai sistem kristal orthorhombik berstruktur (FeOOH). Sintesis goethit pada suhu 95 °C dilakukan Zhao, dkk., (2011) dari bahan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O. Hasil sintesis berstruktur ( $\alpha$ -FeOOH) mempunyai sistem kristal orthorhombik dengan ukuran partikel 3-4 nm.

Berdasarkan kajian suhu yang berbeda, penelitian ini akan mensintesis goethit pada variasi suhu 60 °C, 70 °C, 80 °C dan 90 °C dari limbah bubuk. Hipotesis dari penelitian ini, suhu sintesis dapat mempengaruhi warna, ukuran dan struktur kristal. Hasil sintesis akan dikarakterisasi warna dengan *color reader*, untuk mengetahui struktur akan dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Satu produk yang memiliki warna yang sesuai dengan standar dan memiliki kristalinitas yang tinggi akan dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi, distribusi ukuran dan komposisi unsur penyusun sampel. Tiga produk yang lain dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui bentuk dan ukuran geotit.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh suhu terhadap distribusi warna pigmen?
2. Bagaimana pengaruh suhu terhadap struktur hasil sintesis?
3. Bagaimana ukuran dan morfologi sampel hasil sintesis?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh suhu terhadap distribusi warna pigmen.
2. Mengetahui pengaruh suhu terhadap struktur hasil sintesis.

3. Mengetahui ukuran dan morfologi sampel hasil sintesis.

#### **1.4 Batasan Masalah**

Pembahasan diharapkan supaya tidak menyimpang dan terarah maka diberikan suatu batasan masalah sebagai berikut :

1. Metode analisis yang digunakan adalah metode presipitasi
2. Menggunakan beberapa pengujian karakterisasi yaitu warna menggunakan color reader, struktur kristal menggunakan XRD, komposisi, ukuran dan bentuk menggunakan SEM
3. Penelitian ini dilakukan dengan pH 6 dan kecepatan pengadukan 750 rpm
4. Sampel yang digunakan limbah bubut besi dari salah satu industri kerajinan besi di Kota Malang.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

1. Untuk mengurangi pencemaran lingkungan akibat limbah bubut besi.
2. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan solusi bagi limbah bubut industri kerajinan besi menjadi bahan baku pigmen dan menjadi sumber penanganan baru yang dapat diketahui oleh masyarakat luas.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Karakteristik Limbah Bubut Kerajinan Industri Besi**

Limbah bubut kerajinan industri besi merupakan limbah padat yang berasal dari pembentukan barang logam. Berdasarkan lampiran 2 Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999, limbah yang berasal dari kegiatan bubut dan pengampelasan ditetapkan sebagai limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) dari sumber spesifik, yaitu limbah sisa proses suatu industri. Kadar maksimum besi (Fe) yang diperbolehkan dibuang ke lingkungan sekitar 5 mg/L (SNI 06-6989.49-2005).

Limbah tersebut apabila tidak ada penanganan dan langsung dibuang akan menyebabkan pencemaran lingkungan (Sunardi, 2015). Menurut Yohanes (2010) jika limbah tersebut tidak didukung dengan penegakan hukum maka akan terjadi kerusakan lingkungan yang semakin parah. Untuk itu, perlu penanganan atau pengolahan limbah bubut besi. Menurut (Khoiroh, 2013) komposisi kimia limbah bubut besi terdiri dari Fe, Eu, Rb, Mn, Ca, Cr dan lain sebagainya seperti disajikan dalam Tabel 2.1. Hasil analisis kandungan logam pada limbah bubut besi dengan metode XRF menunjukkan bahwa limbah bubut mempunyai kandungan logam utama yaitu Fe sebesar 97,11 %.

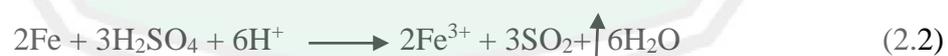
Tabel 2.1 Komposisi kimia limbah bubuk besi

| Kandungan limbah bubuk 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       |
| Ytterbium (Yb)              | 0,03       |
| Seng (Zn)                   | 0,03       |

Sumber:(Khoiroh, 2013)

## 2.2 Oksida Besi Sebagai Material Pigmen

Besi merupakan logam yang paling banyak terdapat di alam. Besi juga diketahui sebagai unsur yang paling banyak membentuk bumi, yaitu kira-kira 4,7-5 % pada kerak bumi. Vogel (1990) menyatakan bahwa besi dapat larut dalam asam klorida encer atau pekat dan asam sulfat encer atau pekat, yang mana menghasilkan garam-garam besi (II) dan besi (III) berikut ini reaksinya pada Persamaan 2.1 dan 2.2 (Vogel, 1990).



Oksida besi merupakan salah satu mineral penyusun fragmen batuan pada tanah (Hamsah, 2007). Sejauh ini, telah ditemukan 16 senyawa oksida besi dan oksihidroksida. Secara garis besar, oksida besi dibagi menjadi 2 yaitu dalam bentuk oksida dan oksihidroksida. Reaksi pembentukan oksida besi dari ion logam besi dapat dipengaruhi beberapa faktor diantaranya pH dan konsentrasi ion

logam besi dalam larutan. Oksida besi tersusun atas Fe yang terikat dengan O atau OH (Cornell dan Schwertmann, 2003).

Oksida besi dimanfaatkan untuk berbagai produk seperti sensor (Kusumawati, dkk., 2013), Pigmen (Bilalodin, dkk., 2015), film tipis (Fitriawan, 2015) dan beberapa produk berteknologi nanopartikel (Kusumawati, dkk., 2013). Perkembangan teknologi partikel didasarkan pada beberapa sifat optimum yang diperoleh melalui reduksi ukuran menjadi skala nanometer (Fitriawan, 2015). Hal demikian tidak dijumpai pada material yang berukuran lebih besar makro ataupun mikro (Aji, dkk., 2007). Karakter inilah yang di unggulkan dalam aplikasi nanopartikel oksida besi (Puspasari, 2015).

Nanopartikel oksida besi sebagai pigmen banyak dikembangkan (Fitriawan, 2015), karena dengan ukurannya yang sangat kecil sehingga kenaikan luas dan volume permukaan yang merata dapat meningkatkan kestabilan warna pada pigmen, tingkat reaktivitas tinggi dan ketahanan terhadap cahaya (Tanner, 2015). Nanopartikel oksida besi umumnya memiliki ukuran 2-10 nm yang dapat meningkatkan transparansi 3-10 kali dibandingkan bentuk bulknya. Sifat transparan pigmen oksida besi lebih disukai, karena memiliki stabilitas yang baik pada suhu 160 °C - 300 °C (Mohapatra & Anand, 2010). Pigmen oksida besi memiliki keunggulan yaitu sifat tidak beracun, kestabilan kimia dan banyaknya variasi warna yang dihasilkan (Kusumawati, dkk., 2013).

Pigmen berfungsi menambah warna dan memberikan daya tutup dan anti korosi (Fitriawan, 2015). Jenis-jenis pigmen oksida besi dan warnanya, antara lain hematit merah ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), goethit kuning ( $\alpha$ -FeOOH), maghemit coklat ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), dan magnetit hitam (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) (Hamsah, dkk., 2007; Kusumawati, dkk., 2013).

Berikut ini ringkasan tentang oksida besi ditunjukkan pada Tabel 2.2 dan Gambar 2.1 (Cornell and Schwertmann, 2003):

Tabel 2.2 Macam-macam oksida besi

| Oksihidroksida       |   | Warna          | Oksida                                     |  | 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              |
| Akaganait            | $\beta$ -FeOOH  | Kuning-Coklat  | Maghemit                                   | $\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Kemerahan – Coklat |
| Schwertmannit        | 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      | -   | -              | $\epsilon$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | -  | -                  |
| Feroxyhyt            | $\delta'$ -FeOOH  | Merah-Coklat   | Wustit                                     | FeO                                      | Hitam              |
| FeOOH tekanan tinggi | -   | -              | -  | -  | -                  |
| Ferrihidrit          | 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+</sub><br>2y-z:A <sup>-</sup> = Cl <sup>-</sup> ;1/2<br>SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | -              | -  | -  | -                  |

Sumber: (Cornell and Schwertmann, 2003)

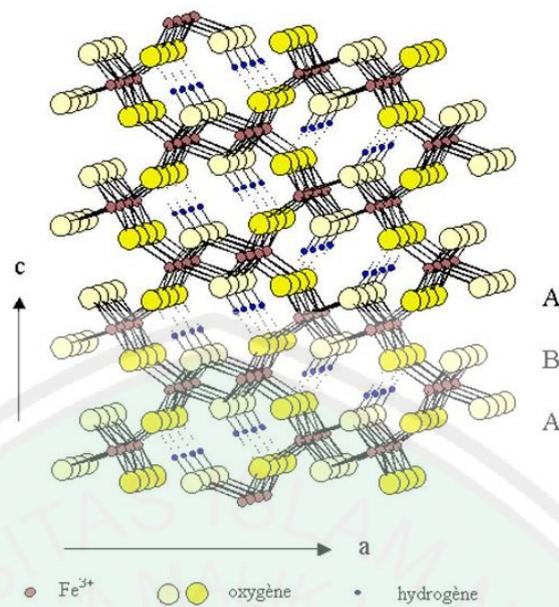


Gambar 2.1 Warna pigmen hasil sintesis besi oksida (Cornell and Schwertmann, 2003).

### 2.3 Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) Sebagai Material Pigmen

Pigmen oksida besi dalam bentuk geothit ( $\alpha$ -FeOOH) yang berwarna kuning memiliki beberapa keunggulan diantaranya lebih ramah lingkungan *nontoxicity*, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan tahan lama (Bilalodin, dkk., 2015). Geothit dapat digunakan dalam berbagai aplikasi terutama dalam industri karena stabilitas yang sangat baik, tidak beracun dan tahan cuaca (Bilalodin, dkk., 2015). Geothit penggunaannya ditemukan untuk warna cat, tinta cetak, bahan bangunan dan pewarna kosmetik (Kusumawati, dkk., 2013).

Geothit atau ( $\alpha$ -FeOOH) merupakan mineral oksida besi yang keberadaannya di alam cukup melimpah. Geothit di alam masih banyak campuran seperti: FeO (wustite), Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (magnetite) dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hematite) serta beberapa senyawa pengotor lainnya seperti Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO dan SiO<sub>2</sub> (Wulan, 2013). Geothit dinamai setelah J.W. Von Goeth seorang filosof yang menekuni mineralogi menemukannya (Encyclopedia Britanica, 1998; Cornell and Schwertmann, 2003). Warna geothit berbeda-beda, ada yang coklat kekuningan dan bervariasi sampai kemerah-merahan. Geothit termasuk mineral oksida-hidroksida yang simpel dengan anion oksigen dan hidroksil tersusun rapat dalam struktur heksagonal, dan kation Fe<sup>3+</sup> menempati pusat oktahedral. Gugus hidroksil (OH) merupakan penyebab situs aktif dari permukaan goethite (Sposito, 1984). Struktur molekul senyawa geothit dapat dilihat pada Gambar 2.2 dan karakteristik geothit disajikan dalam Tabel 2.3 (Cornell and Schwertmann, 2003).



Gambar 2.2 Model struktur geothit (Cornell and Schwertmann, 2003).

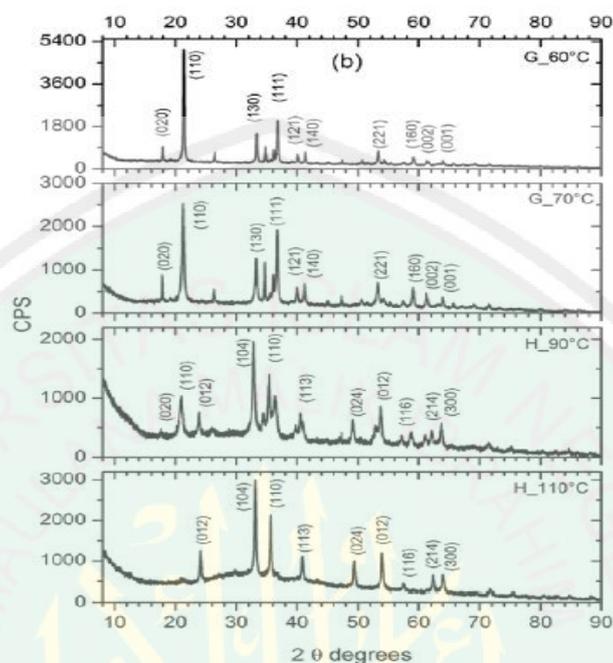
Tabel 2.3 Karakteristik Geothit

|                                |                                      |
|--------------------------------|--------------------------------------|
| Nama Mineral                   | Geothit                              |
| Sistem Kristal                 | Ortho rhombik                        |
| <i>Space Group</i>             | Pnma                                 |
| Dimensi sel (Å)                | a = 9,956<br>b = 3,0215<br>c = 4,608 |
| Unit Rumus,<br>Per unit sel, Z | 4                                    |
| Densitas (g cm <sup>-2</sup> ) | 4,26                                 |
| Suhu maksimum (K)              | 400                                  |

Sumber: (Cornell and Schwertmann, 2003)

Berdasarkan ICDD nomor (00-029-0713) geothit mempunyai nilai hkl 110 pada  $2\theta = 20^\circ$  dan 111 pada  $2\theta = 37^\circ$ . Menurut Muller, dkk., (2015) fasa geothit pada Gambar 2.3 dengan menggunakan XRD pada suhu  $60^\circ\text{C}$  dan  $70^\circ\text{C}$  menghasilkan dua puncak tertinggi pada sudut  $2\theta = 20^\circ$  dan  $37^\circ$  yang mempunyai nilai hkl (110) dan 111. Sedangkan, pada suhu sintesis  $90^\circ\text{C}$  dan  $110^\circ\text{C}$  diketahui bahwa puncak tertinggi terdapat pada sudut  $2\theta = 32^\circ$  dan  $37^\circ$  yang mempunyai

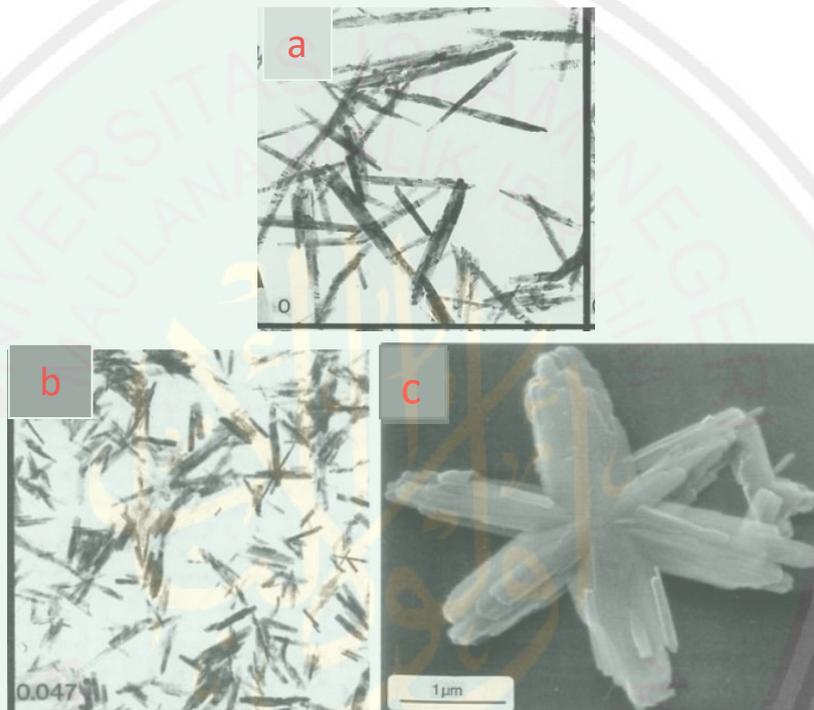
nilai hkl 104 dan 110. Hasil terbaik diketahui pada suhu 70 °C karena puncak yang dihasilkan sesuai dengan standar ICDD (00-029-0713).



Gambar 2.3 Karakterisasi geothit dari bahan besi nitrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ) dengan suhu sintesis 60 °C, 70 °C, 90 °C, 110 °C dari ICDD dengan metode hidrolisis garam(00-029-0713) (Muller, dkk., 2015).

Geothit memiliki ukuran partikel 25-50 nm yang dapat digunakan sebagai pigmen (Cornell and Schwertmann, 2003). Distribusi ukuran partikel dari suatu pigmen harus seragam karena mempengaruhi *tinting strength* (Buxbaum dan Pfaff, 2005). Bentuk partikel merupakan salah satu yang mempengaruhi warna yang dihasilkan, begitu halnya dengan nilai derajat kecerahan (Khoiroh, 2013). Pengukuran warna geothit meliputi *value* ( $L^*$ ), *chroma* ( $C^*$ ), *hue* ( $H^\circ$ ). *Value* merupakan derajat kecerahan, *chroma* merupakan intensitas kemurnian warna sedangkan *hue* merupakan corak warna. Nilai standar  $L^*$  berkisar 51-71,  $C^*$  berkisar 41-61 sedangkan  $H^\circ$  72-84. Nilai rata-rata geothit  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  berturut-turut adalah 67, 51, 78 (Cornell dan Schwermann, 2003).

Literatur Gambar 2.4 hasil SEM dapat diketahui geothit memiliki bentuk morfologi umum yaitu seperti jarum. Bentuk dari geothit bervariasi, ada yang seperti jarum panjang biasanya diperoleh dari kondisi  $\text{pH} < 3$ . Jarum yang bentuknya agak pendek diperoleh pada  $\text{pH} < 4$ . Jarum yang banyak atau multidomainik dibentuk pada  $\text{pH} 13\text{-}13,5$ .



Gambar 2.4 Karakterisasi geothit dari literatur dengan analisa SEM (a) geothit dengan kondisi  $\text{pH} < 3$  (b) geothit dengan kondisi  $\text{pH} < 4$  dan suhu  $25^\circ\text{C}$  (c) geothit dengan  $\text{pH} 13\text{-}13,5$  dan suhu  $70^\circ\text{C}$  (Cornell and Schwertmann, 2003).

#### 2.4 Sintesis Pigmen Geothit dengan Metode Presipitasi

Pembuatan pigmen dengan proses presipitasi mempengaruhi beberapa sifat dari material dasar oksida besi seperti fase yang terbentuk, impuritas dan aglomerasi. Prinsip metode presipitasi adalah pemisahan unsur-unsur berdasarkan perbedaan besarnya 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). Tahap penting dari proses presipitasi adalah awal nukleasi (Handoko, 2013). Faktor-faktor yang mempengaruhi sintesis goethit dengan metode presipitasi sebagai berikut:

a. Suhu

Muller, dkk., (2015) menjelaskan bahwa adanya peningkatan suhu menyebabkan warna pigmen yang dihasilkan menjadi semakin cerah. Hal tersebut juga berpengaruh terhadap struktur dan ukuran kristal yang dihasilkan. Semakin tinggi suhu sintesis yang digunakan maka ukuran kristal yang dihasilkan semakin kecil.

b. Kecepatan Pengadukan

Gilbert, dkk., (2007) menjelaskan kecepatan pengadukan dapat mempengaruhi ukuran partikel hasil sintesis. Semakin besar kecepatan pengadukan yang digunakan semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan.

c. pH

Hasil penelitian Andujar, dkk., (2013) menunjukkan bahwa pH sintesis berpengaruh terhadap warna dan ukuran kristal yang dihasilkan. Semakin tinggi pH yang digunakan dalam sintesis pigmen oksida besi menyebabkan warna yang dihasilkan semakin terang dan ukuran partikel semakin besar.

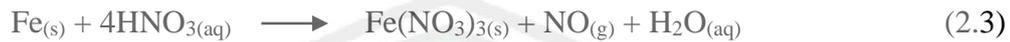
Metode-metode dalam mensintesis pigmen oksida besi diantaranya metode presipitasi dan kopresipitasi (Fatmaliana, dkk., 2016; Kusumawati, dkk., 2013).

Namun dari beberapa metode yang lebih maksimal untuk menghasilkan pigmen oksida besi adalah metode presipitasi. Hal ini dikarenakan metode presipitasi prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol kondisi sintesis (Fatmaliana, dkk., 2016). Standar metode yang dipakai untuk mensintesis oksida besi kuning atau goethit yaitu metode presipitasi menurut *American Society for Testing and Material* (ASTM) D 768-81.

Metode sintesis dapat mempengaruhi warna, struktur dan ukuran partikel. Struktur dan ukuran partikel pigmen goethit yang disintesis dengan metode presipitasi dilaporkan memiliki struktur yang sesuai dengan standar, ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan metode kopresipitasi dan hidrotermal. Berdasarkan penelitian Garcia (2015) mensintesis goethit dari bahan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ . Hasil sintesis yang diperoleh goethit berwarna kuning struktur  $\alpha$ - $\text{FeOOH}$  dengan ukuran partikel 3-4 nm. Rahman, dkk., (2013) melakukan sintesis goethit dari bahan *mill scale* dengan metode presipitasi menghasilkan goethit ( $\alpha$ - $\text{FeOOH}$ ) struktur kristal ortorhombik dan hasil uji warna berwarna kuning dengan  $L^*a^*b^*$  sebesar  $L:56.92$ ,  $*a: 18.40$ ,  $*b:49.76$ . Kusumawati, dkk., (2013) melakukan sintesis goethit dari bahan pasir besi dengan menggunakan metode kopresipitasi. Hasil yang diperoleh adalah goethit berwarna kuning dengan struktur ( $\text{FeOOH}$ ) berukuran rata-rata 30-48 nm dan menunjukkan masih ada unsur pengotor dalam pigmen goethit. Geng, dkk., (2007) mensintesis goethit dari bahan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dengan metode hidrotermal menghasilkan goethit ( $\alpha$ - $\text{FeOOH}$ ) mempunyai sistem ortorhombik berukuran 6-10 nm.

Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap sintesis goethit dengan metode presipitasi adalah pembentukan prekursor (Septityana, dkk., 2013).

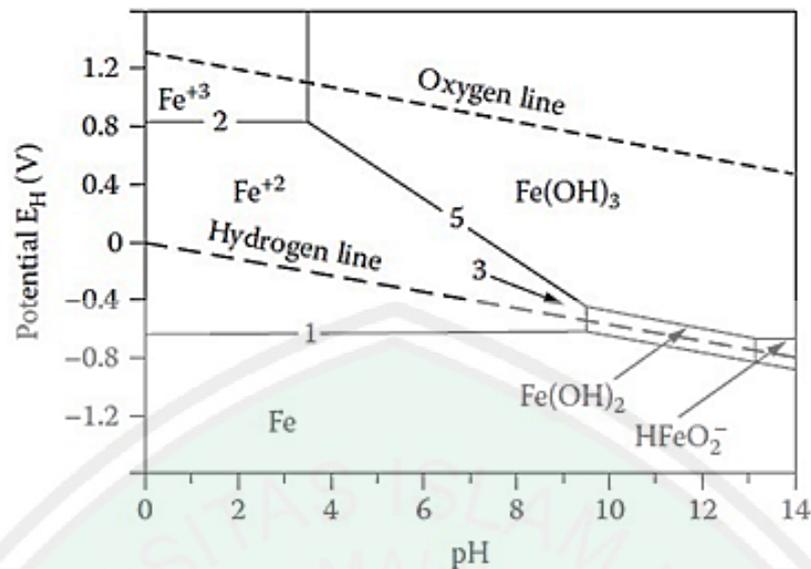
Pembentukan prekursor dengan pelarut asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat melarutkan besi dengan pembentukan gas nitrogen oksida dan ion besi (III). Berikut reaksi terbentuknya prekursor  $\text{Fe}^{3+}$  dengan pelarut  $\text{HNO}_3$  pada persamaan 2.3 (Vogel, 1990).



Sintesis oksida besi goethit dengan menggunakan metode presipitasi juga dipengaruhi oleh kondisi pH (Andujar, dkk., 2012). Tharani (2015) melakukan sintesis goethit dari bahan  $\text{FeCl}_3$  dengan pH sintesis 7-8. Hasil yang diperoleh goethit dengan struktur heksagonal dengan ukuran 0,50  $\mu\text{m}$ . Andujar, dkk., (2012) melakukan sintesis goethit dari bahan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan variasi pH 6,7, 8 dan 9. Hasil sintesis terbaik diperoleh pada pH 6 menunjukkan terbentuknya fasa goethit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) dengan ukuran 30 nm. Diagram kesetimbangan potensi-pH untuk besi-air pada suhu 25  $^\circ\text{C}$  sebagai zat padat Fe,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada Gambar 2.5 (Verinik, 2011).

Gambar 2.5 menjelaskan bahwa pembentukan  $\text{Fe}^{3+}$  mengalami kesetimbangan pada pH 1-3. Proses pembentukan prekursor  $\text{Fe}^{3+}$  akan membentuk  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  dengan metode presipitasi dan mengalami kestabilan pada pH 5-12 (Verinik, dkk., 2011). Berikut ini reaksi pembentukan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  pada persamaan 2.4 dan 2.5 (Cornell and Schwertmann, 2000).





Gambar 2.5 Diagram pH Fe-H<sub>2</sub>O pada suhu 25 °C (Verink,dkk.,2011)

Faktor lain yang berpengaruh dalam metode presipitasi adalah zat pengendap atau larutan pengoksidasi. Garcia (2015) melakukan sintesis goethit dari bahan Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O. Penelitiannya menggunakan suhu 60 °C selama 24 jam dengan larutan pengoksidasi NaOH. Hasil sintesis yang diperoleh goethit berstruktur α-FeOOH dengan ukuran partikel 3-4 nm. Legodi, dkk., (2007) melakukan sintesis goethit dari bahan *mill scale*. Penelitiannya menggunakan suhu 100 °C selama 1 jam dengan menggunakan pelarut NaHCO<sub>3</sub>. Hasil sintesis yang diperoleh goethit berstruktur (α-FeOOH) dengan ukuran partikel seragam 0,05 μm. Penambahan zat pengendap menjadi salah satu pengaruh dalam pembentukan kristal dan maksimalnya sintesis goethit. Reaksi penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebagai pengoksidasi dengan menggunakan bahan FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O pada persamaan 2.6 (Seyedi, dkk., 2015).



Salah satu yang berpengaruh dalam metode presipitasi adalah kecepatan pengadukan. Gilbert, dkk., (2007) melakukan sintesis goethit dari bahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dengan kecepatan pengadukan 760 rpm. Hasil sintesis goethit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) mempunyai sistem kristal ortohombik berukuran 0,5  $\mu\text{m}$ . Selain kecepatan pengadukan, suhu sintesis juga sebagai penentu terbentuknya goethit. Perlakuan suhu sintesis mempunyai efek yaitu dapat mempengaruhi warna, ukuran, bentuk dan struktur goethit (Tharani, dkk., 2015).

Suhu sintesis merupakan suatu proses pemanasan pada temperatur relatif rendah. Muller, dkk., (2015) melakukan sintesis dari bahan murni  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeNO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ . Metode yang digunakan hidrolisis garam dengan cara semua reaktan dicampurkan ke dalam reaktor (Quimis, model Q-819v) dengan variasi suhu sintesis 60°C, 70°C, 90°C dan 110°C selama 24 jam disentrifugasi dengan kecepatan 1000 rpm dan diatur pH 3. Hasil sintesis yang diperoleh pada suhu 60°C dan 70°C berstruktur goethit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) berukuran 0,36-0,31  $\mu\text{m}$  sedangkan pada suhu 90°C dan 110°C berstruktur hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan ukuran 0,23-0,17  $\mu\text{m}$ . Hal ini disebabkan karena pertumbuhan kristal bergantung pada kinetika dan termodinamika. Seiring waktu proses pemanasan, Bagian dari materi yang membentuk dan diikuti oleh rekristalisasi suatu material baru dengan stabilitas termodinamika yang lebih besar. Sehingga, dalam kasus ini hematit memiliki termodinamika stabilitas yang lebih besar dari goethit (Muller, dkk., 2015).

## 2.5 Pemanfaatan Besi Berdasarkan Perspektif Islam

Sintesis pigmen goethit dari limbah bubut besi dapat digunakan sebagai pigmen goethit yang ramah lingkungan dan tidak berbahaya. Proses berfikir tentang pigmen goethit dapat dilakukan dengan mensintesis limbah bubut besi

yang berbahaya bagi lingkungan serta dapat mengganggu aktifitas manusia. Hal tersebut dapat menjadi hikmah dari hasil sintesis yang dilakukan. Adanya manfaat dari limbah bubuk besi menjadikan kita untuk berfikir dan memahami tentang sifat dan karakteristik limbah bubuk besi. Sesuai dengan firman Allah SWT dalam Surat Al-Hadid ayat 25 tentang manfaat besi:

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيُقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَنْ يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ ﴿٢٥﴾

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 ciptakan 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*” (Q.S. Al-Hadid Ayat 25).

Menurut tafsir Quraish Shihab, lafadz *فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ* menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan besi yang di dalamnya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia. Seperti pada zaman Rasulullah SAW, besi digunakan sebagai alat untuk berperang. Potensi lain dari senyawaan besi yang dapat dimanfaatkan adalah dari oksida besi. Untuk itu, dalam penelitian ini akan memanfaatkan limbah bubuk industri kerajinan besi untuk disintesis menjadi pigmen oksida besi. Berdasarkan hal tersebut, secara tidak langsung penelitian ini merupakan salah satu metode penanggulangan permasalahan pencemaran lingkungan yang dicemari oleh limbah industri bubuk besi. Selain itu penelitian ini juga perlu dikembangkan agar lebih efektif dan efisien.

Kita sebagai umat manusia dianjurkan untuk mencari ilmu. Usaha dalam mencari ilmu Allah SWT antara lain dengan melihat, memahami, dan berfikir akan semua ciptaan Allah SWT yang berada di langit dan bumi. Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang ada di langit dan bumi ini tidaklah sia-sia, melainkan mengandung hikmah bagi umat manusia. Hal tersebut dapat ditunjukkan dalam firman Allah SWT QS. Shaad (38) 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ  
لِّلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

Artinya: “ Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah ”( QS. Shaad Ayat 27).

Hal ini kembali ditegaskan oleh Allah SWT dalam surat QS. Al-Jaatsiyah (45) 13:

وَسَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ ۗ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَاٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ  
يَتَفَكَّرُوْنَ ﴿١٣﴾

Artinya: “ Dan dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir”( QS. Al-Jaatsiyah Ayat 13).

Tafsir Al-Maraghi memberikan penjelasan bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah SWT ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat yang besar (Sitanggal, 1993). Tafsir Ibnu Katsir menjelaskan bahwa Allah SWT menceritakan berbagai nikmat-Nya yang diberikan kepada hamba-hamba-Nya. Dia berfirman, *جَمِيعًا مِّنْهُ* “Semuanya dari-Nya”. Yaitu, dari sisi-Nya semata, tidak ada sekutu bagi-Nya dalam hal itu. *اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَاٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُوْنَ*

*“Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir.”*Segala nikmat ini merupakan bukti kekuasaan Allah SWT bagi kaum yang memikirkan ayat-ayat, mengkajinya dan melakukan penelitian ilmiah. Itulah bentuk dari bagaimana manusia dapat mengoptimalkan daya fikir yang telah diberikan oleh Allah SWT (Mahran, 2006).



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Jangka waktu penelitian yang dilakukan adalah 01 Maret sampai 01 September 2017.

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

##### **3.2.1 Alat**

Penelitian ini menggunakan alat-alat yaitu seperangkat alat gelas, neraca analitik, pH meter, corong buchner, vakum, *magnetic stirrer*, Difraktometer Sinar-X (PAN analytical type Expert Pro), Color reader (Minolta CR-10), Spektroskopi Dispersi Energi (SEM-EDX, EVO@MA).

##### **3.2.2 Bahan**

Pada penelitian ini bahan yang digunakan adalah HNO<sub>3</sub> 65%, aquademin, NaHCO<sub>3</sub> 0,5 M, NaOH, limbah bubuk besi, etanol, metanol.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian ini merupakan penelitian yang bersifat deskriptif. Penelitian deskriptif meliputi karakterisasi pigmen geothit menggunakan XRF, XRD dan SEM-EDX. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut, sintesis pigmen geothit dilakukan menggunakan metode presipitasi dengan variasi suhu sintesis 60, 70, 80 dan 90 °C sebanyak 3 kali pengulangan. Produk hasil sintesis dikarakterisasi dengan uji kelarutan, uji warna. Hasil terbaik dari uji kelarutan dan uji warna akan dikarakterisasi dengan XRD. Hasil terbaik dari pola

difraksi XRD akan dikarakterisasi dengan menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur hasil sintesis.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi sampel limbah bubuk besi
2. Sintesis limbah bubuk besi menjadi pigmen geothit
3. Karakterisasi uji kelarutan dan uji warna hasil sintesis
4. Karakterisasi struktur dan ukuran kristal dengan XRD
5. Karakterisasi morfologi, ukuran partikel dan komposisi unsur hasil sintesis dengan SEM-EDX

### 3.5 Cara Kerja

#### 3.5.1 Preparasi Sampel

Sampel limbah bubuk besi diambil dari salah satu industri kerajinan besi di Kota Malang. Sampel yang sudah didapatkan dipotong kecil-kecil dengan menggunakan gunting sehingga didapatkan sampel berukuran kecil. Sampel limbah bubuk besi akan dikarakterisasi dengan *X-Ray Fluoresence* (XRF) untuk memperoleh data berupa presentase unsur-unsur yang terkandung pada sampel yang diuji.

#### 3.5.2 Pembuatan Prekursor

Sebanyak 10 g limbah besi padat dimasukkan dalam 100 ml  $\text{HNO}_3$  3,5 M. Larutan yang sudah dicampurkan, selanjutnya didiamkan sampai larut sempurna. Prekursor yang sudah larut kemudian dipanaskan hingga membentuk *slurry*. Uji kualitatif dilakukan untuk membuktikan bahwa prekursor yang terbentuk

mengandung ion  $\text{Fe}^{3+}$  dengan larutan NaOH kemudian terbentuk endapan berwarna merah.

### 3.5.3 Sintesis goethit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) dengan variasi suhu

Prekursor ditambahkan 250 ml aquademin. Kemudian ditambahkan 25 mL  $\text{NaHCO}_3$  0,5 M dan diatur pH nya dengan penambahan HCl dan NaOH hingga pH 6. Selanjutnya dipanaskan pada suhu 60 °C, 70 °C, 80 °C, 90 °C selama 1 jam dengan kecepatan pengadukan 750 rpm dan dilakukan triplo. Endapan yang dihasilkan disaring dengan corong buchner dan dicuci dengan aquades 300 mL. Selanjutnya dikeringkan pada suhu ruang hingga menjadi serbuk.

Hasil sintesis pada empat variasi suhu yang ditriplo selanjutnya di uji kelarutannya dengan menggunakan pelarut organik dan diidentifikasi menggunakan Colorimeter (Minolta CR-10). Empat produk yang menghasilkan kelarutan dan warna terbaik akan dianalisa dengan difraktometer sinar-X (PAN Analytical type Expert Pro). Satu produk yang menghasilkan distribusi warna, ukuran dan struktur terbaik akan dianalisa dengan SEM-EDX (EVO@MA) untuk mengetahui tentang ukuran, morfologi dan komposisi unsur penyusun produk hasil sintesis.

## 3.6 Uji Karakteristik Produk Sintesis

### 3.6.1 Uji Kelarutan Secara Kuantitatif

Sampel disiapkan kemudian ditimbang sebanyak 0,01 g ditambahkan 1 ml larutan etanol dan metanol diaduk selama 1 menit. Selanjutnya ditimbang kertas saring kosong dan ditimbang. Hasil yang diperoleh ditimbang lagi kertas saring beserta residunya untuk menentukan kadar sampel oksida besi yang terlarut dalam masing-masing larutan.

### 3.6.2 Colorimeter (Minolta CR-10)

Sampel disiapkan kemudian dinyalakan colorimeter menggunakan sistem L,a,b. Setelah nyala, dikalibrasi dengan memilih warna putih pada alat dan hasil kalibrasi disimpan. Selanjutnya, ujung reseptor ditempelkan pada sampel sampai lampunya hidup. Hasil yang diperoleh dicatat nilai L, a, b kemudian dihitung nilai C\* dan Hue.

### 3.6.3 Difraksi Sinar-X (XRD) (PAN analytical type Expert Pro)

Karakteristik dengan XRD dilakukan pada sampel geothit, masing-masing pada hasil sintesis suhu 60 °C, 70 °C, 80 °C dan 90 °C. Mula-mula serbuk geothit dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya, sampel ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K $\alpha$  pada  $\lambda$  sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut  $\theta$  sebesar 90° dan kecepatan scan 0,02°/detik.

### 3.6.3 Spektroskopi Dispersi Energi (SEM-EDX)

Produk hasil sintesis ditempatkan pada mesin pelapis emas dengan tebal sekitar 8 nm. Sampel yang telah dilapisi emas ditempatkan pada tempat sampel, lalu SEM akan menembakkan berkas elektron berenergi tinggi dan akan dipantulkan sehingga objek secara umum dilakukan perbesaran mulai 100-15000 kali sehingga terlihat morfologi dan ukuran partikel.

Analisa selanjutnya menggunakan SEM-EDX dengan menembakkan sinar-X pada posisi yang ingin diketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung pada sampel. Instrumen EDX dapat mengetahui komposisi, morfologi, dan distribusi ukuran partikel.

### 3.7 Analisa Data

#### 3.7.1 Colorimeter

Pigmen geothit dikarakteristik dengan menggunakan  $L^*, a^*, b^*$  kolometrik dengan CIE Lab. Nilai  $L^*, a^*, b^*$  dari  $C^*$  dan  $H^\circ$  sudah diketahui, dicocokkan dengan standar. Pigmen geothit dikarakteristik dengan menggunakan  $L^*, a^*, b^*$  kolometrik dengan CIE Lab. Nilai  $C^*$  dan  $H^\circ$  dihitung dengan Persamaan 3.1-3.3.

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

$$\text{Hue} = \text{Tan}^{-1}(b^*/a^*) \quad (3.2)$$

Keterangan:

$C^*$ = Chroma jika (+) cerah, (-) kusam

$a^*$ = Koordinat variasi warna dari hijau sumbu (-) hingga merah sumbu (+)

$b^*$ = Koordinat variasi warna dari biru sumbu (-) hingga kuning sumbu (+)

$L^*$ = Sumbu kecerahan nilainya berkisar dari 0 hitam hingga 100 putih

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

Hasil sintesis geothit yang dianalisis oleh difraksi sinar-X (XRD) berupa difraktogram dan puncak sudut  $2\theta$  dilakukan *refinement* untuk melihat dan mencocokkan kesesuaian antara data eksperimen dengan data standar ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*). Perbandingan ini untuk mengetahui geothit yang terbentuk atau kemurnian hasil sintesis geothit. ICSD merupakan parameter yang diambil dari referensi internasional sebagai acuan data difraktogram dan puncak sudut  $2\theta$  dari geothit dengan nomor 159970. Ukuran kristal (D) juga dapat dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Perhitungan dilakukan dengan cara memasukkan data hasil analisis difraksi sinar-X (XRD) kedalam Persamaan 3.5.

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

Keterangan:

D = ukuran kristal (nm)

K = Faktor bentuk dari kristal (0,9-1)

$\lambda$  = panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Å)

$\beta$  = nilai dari Full Width at Half Maximum (FWHM) (radian)

$\theta$  = sudut difraksi (derajat)

### 3.7.3. Spektroskopi Dispersi Energi (SEM-EDS)

Analisis ukuran, morfologi, unsur-unsur penyusun sampel secara sederhana dilakukan dengan spektroskopi dispersi energi atau SEM-EDS. Hasil sintesis goethit dari limbah bubut industri kerajinan besi dilakukan karakterisasi untuk mengetahui ukuran, morfologi, unsur-unsur penyusun sampel, dan ukuran partikel goethit.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Preparasi Sampel Limbah Bubut Besi

Limbah bubuk besi yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari bengkel limbah bubuk besi di jalan Simpang Gajayana Kota Malang. Limbah bubuk besi ini memiliki sifat fisik berwarna abu kebiruan. Preparasi limbah bubuk besi dilakukan dengan pemotongan dengan gunting besi supaya didapatkan sampel kecil-kecil yang dapat memperluas permukaan limbah bubuk besi. Karakterisasi sampel limbah bubuk besi menggunakan XRF sebagaimana Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil komposisi kimia limbah bubuk besi menggunakan XRF

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

Berdasarkan analisis hasil XRF pada Tabel 4.1 unsur yang paling banyak terkandung didalam limbah bubuk besi adalah Fe yaitu sebesar 96,08 %. Dengan kandungan besi yang cukup tinggi, limbah bubuk besi berpotensi untuk diolah menjadi oksida besi.

#### 4.2 Sintesis Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dengan Variasi Suhu Sintesis

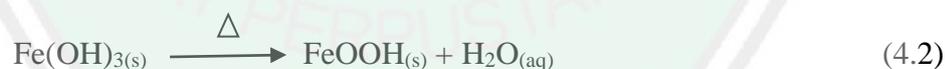
Sintesis pigmen geothit diawali dengan pembuatan prekursor ferri dari material limbah dilakukan dengan metode destruksi terbuka. Destruksi dilakukan menggunakan asam nitrat 3,5 M dan didiamkan selama 24 jam yang bertujuan agar terlarut sempurna. Asam nitrat digunakan karena mampu mengoksidasi logam besi menjadi ion ferri dalam bentuk garam besi nitrat  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , sesuai dengan persamaan reaksi 2.3. Keberadaan ion Ferri dapat dibuktikan dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan ketika ditetesi dengan reagen NaOH dapat dilihat pada Lampiran 11. Hasil dari pembuatan prekursor menghasilkan garam besi nitrat, sehingga dilanjutkan dengan penambahan aquademineral yang berfungsi sebagai pelarut. Sintesis geothit selanjutnya dilakukan dengan mereaksikan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dengan  $\text{NaHCO}_3$  sebagaimana reaksi Persamaan 4.1.



Penambahan  $\text{NaHCO}_3$  pada proses sintesis menghasilkan endapan kuning  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  yang merupakan unit pembangun pada pembentukan inti  $\text{FeOOH}$  pada proses presipitasi. Sodium bikarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ) merupakan basa lemah sehingga pada tahap ini pH campuran sintesis masih pada pH 2, untuk menaikkan pH butuh basa kuat yaitu NaOH. Menurut Legodi (2007) Sodium bikarbonat digunakan karena menghasilkan warna geothit yang lebih cerah, rendemen lebih banyak daripada langsung menggunakan natrium hidroksida (NaOH). Pengaturan pH dengan NaOH hingga mencapai pH 6 melalui beberapa tahap yaitu pH mula-mula sebesar 2 berwarna kuning kemudian ditetesi NaOH dengan mengaduk

menggunakan strirrer, setiap perubahan pH dari 2 ke 3, dari 3 ke 4 dan seterusnya semakin menuju ke pH 6 warna campuran larutan berubah menjadi kuning kecoklatan. Basa NaOH digunakan karena memiliki ion sejenis dengan zat pengendap yaitu  $\text{NaHCO}_3$  sehingga dapat menurunkan kelarutan garam  $\text{NaHCO}_3$  dalam larutan, dengan meningkatnya  $(\text{OH}^-)$  dapat menghasilkan nilai  $Q_c$  lebih besar dari  $K_{sp}$ . Standar hasil kali kelarutan ( $K_{sp}$ ) senyawa  $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$  sebesar  $2 \times 10^{-39}$ , sedangkan hasil kali ion ( $Q_c$ ) sebesar  $0,7 \times 10^{-36}$ .

Proses sintesis dilakukan pada suhu  $60^\circ\text{C}$ ,  $70^\circ\text{C}$ ,  $80^\circ\text{C}$  dan  $90^\circ\text{C}$  dilakukan pengulangan tiga kali (triplo) selama 1 jam dengan kecepatan pengadukan 750 rpm. Tujuan sintesis dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali untuk menunjukkan kedekatan hasil pengukuran dengan nilai sesungguhnya. Tahap pembentukan  $\text{FeOOH}$  terjadi pada proses pemanasan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  dan warna endapan mula-mula kuning kecoklatan berubah menjadi kuning. Campuran hasil sintesis didiamkan selama 24 jam untuk memaksimalkan proses kristalisasi material goethit. Sintesis pigmen goethit dengan metode presipitasi menghasilkan padatan kuning ke orange sebagaimana reaksi pada Persamaan 4.2 dan diperlihatkan pada Gambar 4.1.



(a)



(b)

Gambar 4.1 (a) Campuran hasil sintesis menghasilkan endapan kuning  
(b) Hasil serbuk pigmen goethit

### 4.3 Karakterisasi Uji Kelarutan dan Uji Warna Pigmen Geothit

#### 4.3.1 Uji Kelarutan

Uji kelarutan dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kelarutan produk sintesis yang dihasilkan secara kuantitatif. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah gravimetri, dimana dilakukan penimbangan terhadap pigmen geothit sebelum dan sesudah dilarutkannya serbuk pigmen geothit dalam larutan organik. Sampel yang dilarutkan adalah produk sintesis pigmen geothit dengan variasi suhu 60 °C, 70 °C, 80 °C dan 90 °C. Beberapa sampel dilarutkan dengan pelarut organik seperti n-Heksana, toluena, etil asetat, aseton, dan diklorometana. Pada pelarut-pelarut tersebut produk sintesis tidak larut, namun pada pelarut metanol dan etanol dapat larut sebagian yang dilihat pada Gambar 4.2. Oleh karena itu dari berbagai macam pelarut yang sudah dicoba, maka etanol dan metanol dipilih untuk melarutkan produk hasil sintesis. Masing – masing produk hasil sintesis dilarutkan dengan metanol dan etanol sebanyak 10 mg serbuk hasil sintesis ke dalam 1 ml pelarut. Berdasarkan hasil pengamatan yang diperoleh berat pigmen geothit yang larut sebagaimana Tabel 4.2.



Gambar 4.2 (a) Pigmen geothit dilarutkan dengan pelarut metanol  
(b) Pigmen geothit dilarutkan dengan pelarut etanol

Tabel 4.2 Hasil Uji Kelarutan Pigmen Geothit

| Pelarut  | Suhu Sintesis | Berat Sampel (mg) | Berat Kertas Saring Kosong (mg) | Berat sampel dan kertas saring (mg) | Berat residu (mg) | Kelarutan (mg/ml) |     |
|----------|---------------|-------------------|---------------------------------|-------------------------------------|-------------------|-------------------|-----|
| Metanol  | U1 60 °C      | 10                | 130,1                           | 135,5                               | 5,4               | 4,6               |     |
|          | U2 60 °C      | 10                | 156,9                           | 162,8                               | 5,9               | 4,1               |     |
|          | U3 60 °C      | 10                | 178,4                           | 184,2                               | 5,8               | 4,2               |     |
|          | U1 70 °C      | 10                | 148,8                           | 154,5                               | 5,7               | 4,3               |     |
|          | U2 70 °C      | 10                | 167,8                           | 173,4                               | 5,6               | 4,4               |     |
|          | U3 70 °C      | 10                | 165,7                           | 171,2                               | 5,5               | 4,5               |     |
|          | U1 80 °C      | 10                | 187,0                           | 192,8                               | 5,8               | 4,2               |     |
|          | U2 80 °C      | 10                | 178,5                           | 184,4                               | 5,9               | 4,1               |     |
|          | U3 80 °C      | 10                | 148,9                           | 154,1                               | 5,6               | 4,4               |     |
|          | U1 90 °C      | 10                | 146,4                           | 152,0                               | 5,6               | 4,4               |     |
|          | U2 90 °C      | 10                | 144,6                           | 150,0                               | 5,4               | 4,6               |     |
|          | U3 90 °C      | 10                | 146,8                           | 151,1                               | 5,3               | 4,7               |     |
|          | Etanol        | U1 60 °C          | 10                              | 197,6                               | 205,0             | 7,4               | 2,6 |
|          |               | U2 60 °C          | 10                              | 212,2                               | 220,0             | 7,8               | 2,2 |
|          |               | U3 60 °C          | 10                              | 218,3                               | 225,6             | 7,3               | 2,7 |
| U1 70 °C |               | 10                | 215,7                           | 234,9                               | 7,0               | 3,0               |     |
| U2 70 °C |               | 10                | 227,9                           | 236,0                               | 7,5               | 2,5               |     |
| U3 70 °C |               | 10                | 241,0                           | 248,8                               | 7,8               | 2,2               |     |
| U1 80 °C |               | 10                | 236,8                           | 238,3                               | 7,5               | 2,5               |     |
| U2 80 °C |               | 10                | 228,3                           | 236,0                               | 7,7               | 2,3               |     |
| U3 80 °C |               | 10                | 187,5                           | 195,0                               | 7,5               | 2,5               |     |
| U1 90 °C |               | 10                | 194,2                           | 202,3                               | 7,1               | 2,9               |     |
| U2 90 °C |               | 10                | 191,1                           | 198,9                               | 7,8               | 2,2               |     |
| U3 90 °C |               | 10                | 185,8                           | 193,0                               | 7,2               | 2,8               |     |

Berdasarkan Tabel 4.2 didapatkan kelarutan yang paling tinggi dengan pelarut metanol yaitu pada ulangan 3 suhu 90 °C sebesar 4,7 mg/ml, sedangkan menggunakan pelarut etanol dihasilkan kelarutan lebih rendah yaitu pada ulangan 1 suhu 70 °C sebesar 3,0 mg/ml. Kelarutan oksida besi dapat larut dalam pelarut alkohol sebesar 5 mg/ml (Sigma-Aldrich 900062, 2016). Hal tersebut menunjukkan bahwa hasil kelarutan oksida besi geothit menggunakan pelarut metanol dan etanol hampir mendekati standar yang ditentukan sigma aldrich. Menurut Buxbaum (2005) kelarutan pigmen oksida besi sangat kecil sehingga

membuat pigmen tidak dapat larut sempurna dan kemampuan pigmen adalah untuk menutupi warna kontras seperti hitam dan putih.

#### 4.3.2 Uji Warna Pigmen Geothit

Uji warna dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui warna yang dihasilkan dari produk sintesis dengan menggunakan *colorimetri koordinat*  $L^*a^*b^*$  dimana  $L^*$  menunjukkan sumbu kecerahan,  $a^*$  menunjukkan koordinat variasi warna hijau hingga merah dan  $b^*$  menunjukkan variasi warna biru hingga kuning, *value* ( $L^*$ ) derajat kecerahan, *chroma* ( $C^*$ ) intensitas kemurnian warna, *hue* ( $H^\circ$ ) corak warna. Uji warna pigmen geothit dilakukan pengulangan 3 kali pada suhu 60 °C, 70°C, 80 °C dan 90 °C. Adapun hasil warna terbaik dari 3 pengulangan ditampilkan pada Gambar 4.3 dan hasil koordinat warnanya sebagaimana pada Tabel 4.3.



Gambar 4.3 Hasil sintesis pigmen geothit pada suhu 60, 70, 80 dan 90 °C

Pigmen hasil sintesis dari limbah bubuk besi pada suhu 60 °C lebih cerah, sedangkan semakin tinggi suhu sintesis warnanya semakin gelap sebagaimana pada Gambar 4.3. Hal ini dikarenakan derajat kecerahan, intensitas kemurnian warna pigmen pada suhu 60 °C lebih tinggi dari pada suhu 70, 80 dan 90 °C. Berdasarkan Tabel 4.3 hasil uji warna pigmen hasil sintesis nilai  $b^*$  menunjukkan variasi warna biru hingga kuning yang menjadi parameter ditentukannya warna

hasil sintesis. Dapat diketahui bahwa nilai  $b^*$  semakin menurun seiring semakin tinggi suhu sintesis, hal tersebut menunjukkan bahwa koordinat warna hasil sintesis cenderung ke arah gelap atau (-). Nilai  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  untuk semua variasi suhu tidak masuk range standar. Menurut Rahman (2013) hal tersebut diduga disebabkan oleh impuritas fasa yang terkandung didalamnya, selain itu faktor jenis prekursor yang digunakan juga dapat mempengaruhi. Menurut Muller (2015) pembentukan warna dipengaruhi oleh perbedaan struktur serta ukuran partikel. Dari tiga pengulangan dari masing-masing variasi nilai  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  yang hampir mendekati standar dipilih salah satu untuk selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD.

Tabel 4.3 Hasil Uji Warna Pigmen Geothit

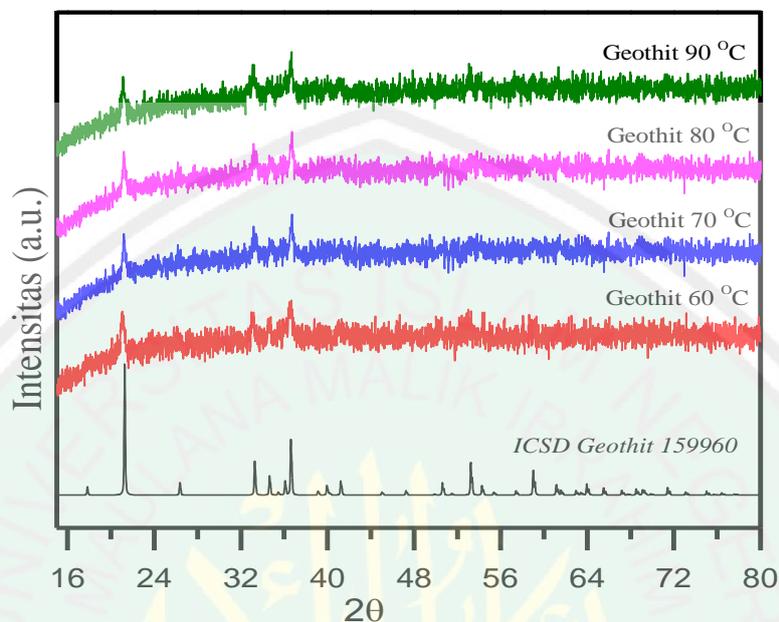
| Suhu Sintesis    | $L^*$ | $C^*$ | $H^\circ$ | $a^*$ | $b^*$ |
|------------------|-------|-------|-----------|-------|-------|
| Standar pigment* | 51-71 | 41-62 | 72-84     |       |       |
| U1 60 °C         | 37,8  | 37,8  | 33,0      | 31,7  | 20,6  |
| U2 60 °C         | 38,2  | 28,2  | 34,0      | 23,4  | 15,8  |
| U3 60 °C         | 37,3  | 29,7  | 29,9      | 25,7  | 14,8  |
| U1 70 °C         | 39,8  | 33,0  | 44,8      | 23,4  | 23,3  |
| U2 70 °C         | 39,7  | 29,8  | 45,8      | 20,8  | 21,4  |
| U3 70 °C         | 40,5  | 29,3  | 47,2      | 19,9  | 21,5  |
| U1 80 °C         | 39,0  | 31,5  | 46,5      | 21,7  | 22,9  |
| U2 80 °C         | 41,1  | 30,6  | 47,5      | 20,7  | 22,6  |
| U3 80 °C         | 39,0  | 31,9  | 43,7      | 23,1  | 22,1  |
| U1 90 °C         | 37,7  | 26,2  | 44,4      | 18,7  | 18,3  |
| U2 90 °C         | 38,7  | 26,9  | 46,2      | 18,6  | 19,4  |
| U3 90 °C         | 39,7  | 28,2  | 42,9      | 20,6  | 19,2  |

\*(Cornell and Schwertmann, 2003)

#### 4.4 Karakterisasi Struktur Geothit dengan Metode Difraksi Sinar-X

Karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui perubahan struktur dari suatu material hasil sintesis. Hasil pola difraktogram XRD yang didapat selanjutnya dibandingkan dengan standar ICSD geothit (No.159970). Gambar 4.4

menunjukkan pola difraksi dari material  $\alpha$ -FeOOH yang disintesis pada variasi suhu dengan metode presipitasi.

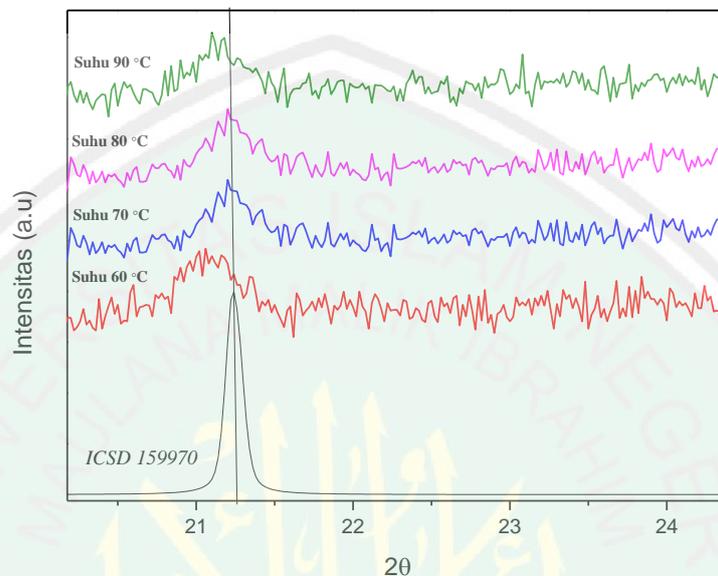


Gambar 4.4 Hasil difraktogram geothit ( $\alpha$ -FeOOH) pada suhu sintesis 60, 70, 80 dan 90 °C

Berdasarkan pola difraksi XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 bahwa puncak yang muncul hampir tidak ada perbedaan signifikan pada variasi suhu. Hasil difraktogram tersebut sesuai dengan ICSD No. 159960 dengan struktur orthorombik, pada posisi  $2\theta = 21,0609^\circ$  memiliki nilai intensitas tertinggi yang merupakan ciri khas dari pola difraksi  $\alpha$ -FeOOH. Hal ini menunjukkan bahwa masing-masing variasi hasil sintesis masih dalam fasa  $\alpha$ -FeOOH.

Hasil difraktogram yang diperoleh pada Gambar 4.5 dilakukan perbesaran pada posisi puncak tertinggi di  $2\theta = 21,0609^\circ$  yang ditunjukkan pada Gambar 4.5. Pada Gambar tersebut dapat diketahui suhu 60 dan 90 °C mengalami sedikit pergeseran ke arah  $2\theta$  yang lebih kecil, sedangkan suhu 70 dan 80 °C mengalami

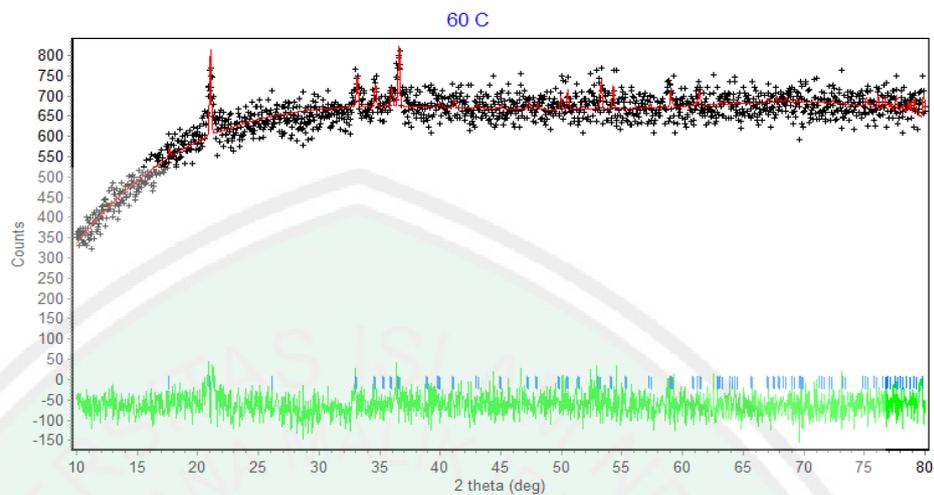
sedikit pergeseran ke arah  $2\theta$  yang lebih besar. Pergeseran  $2\theta$  tersebut dimungkinkan berkaitan dengan pergeseran parameter sel kisi kristal dan beberapa jenis cacat dalam kisi kristal goethit (Muller, 2015).



Gambar 4.5 Perbesaran satu puncak tertinggi pada empat variasi suhu goethit

Tahap selanjutnya dilakukan *refinement* untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dari struktur goethit yang disintesis pada suhu 60, 70, 80 dan 90 °C menggunakan metode presipitasi. *Refinement* dilakukan dengan metode *Le Bail* menggunakan program *Rietica* menghasilkan derajat kesesuaian yang tinggi antara data observasi dan perhitungan. Data awal yang digunakan pada proses *refinement* hasil sintesis adalah goethit dengan grup ruang *Pnma* ICSD (No. 159970) dan kisi kristal orthorombik dengan parameter sel  $a= 9.9450$  (Å),  $b= 3.0268$  (Å),  $c= 4.6101$  (Å) dan nilai  $Z=4$ . Gambar hasil *refinement* dan data yang dihasilkan setelah dilakukan proses *refinement* ditunjukkan pada Gambar 4.6 untuk suhu sintesis 60 °C dan Lampiran 7 untuk variasi suhu sintesis

lainnya. Parameter sel satuan yang dihasilkan dari proses *refinement* diperlihatkan pada Tabel 4.4.



Gambar 4.6 Hasil refinement difraktogram XRD Geothit suhu 60 °C

Tabel 4.4 Hasil *refinement* dapat diketahui bahwa geothit yang disintesis pada variasi suhu sintesis pada penelitian tidak merubah grup ruang dari geothit yaitu  $Pnma$  dengan kisi kristal orthorombik dan satuan asimetrik ( $Z$ ) 4. Hal ini dapat diketahui bahwa suhu sintesis 60, 70, 80 dan 90 °C tidak merubah grup ruang geothit. Ukuran kristal geothit hasil sintesis dapat diperoleh dari perhitungan menggunakan persamaan Debye-Schererr ditampilkan pada Tabel 4.5.

Berdasarkan Tabel 4.5 data ukuran kristal yang diperoleh dari hasil pengukuran Debye-Schererr menunjukkan bahwa pigmen geothit yang diperoleh memiliki ukuran kisaran 11-16 nm yang menandakan bahwa kristal tersebut tergolong dalam nanokristal. Tanner (2015) melaporkan bahwa dengan ukuran nano dapat meningkatkan kestabilan warna pada pigmen, tingkat reaktivitas tinggi dan ketahanan terhadap cahaya. Dari empat variasi suhu sintesis dipilih salah satu untuk selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX.

Tabel 4.4 Parameter sel satuan geothit setelah proses *refinement* menggunakan metode *Le Bail*

| Parameter                    | Geothit 60 °C | Geothit 70 °C | Geothit 80 °C | Geothit 90 °C |
|------------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Grup Ruang                   | <i>Pnma</i>   | <i>Pnma</i>   | <i>Pnma</i>   | <i>Pnma</i>   |
| Kisi Kristal                 | Orthorombik   | Orthorombik   | Orthorombik   | Orthorombik   |
| Unit                         | 4             | 4             | 4             | 4             |
| Asimetrik (Z)                |               |               |               |               |
| a (Å)                        | 9,936939      | 9,958837      | 9,934693      | 9,965591      |
| b (Å)                        | 3,016905      | 3,027141      | 3,018082      | 3,027335      |
| c (Å)                        | 4,610142      | 4,607518      | 4,610023      | 4,610007      |
| Volume Sel (Å <sup>3</sup> ) | 138,50241     | 138,90194     | 138,22563     | 138,22947     |
| Rp (%)                       | 3,32          | 3,22          | 3,20          | 3,13          |
| Rwp (%)                      | 4,59          | 4,56          | 4,35          | 4,35          |
| GoF ( $\chi^2$ )             | 0,8104        | 0,6909        | 0,7501        | 0,7269        |

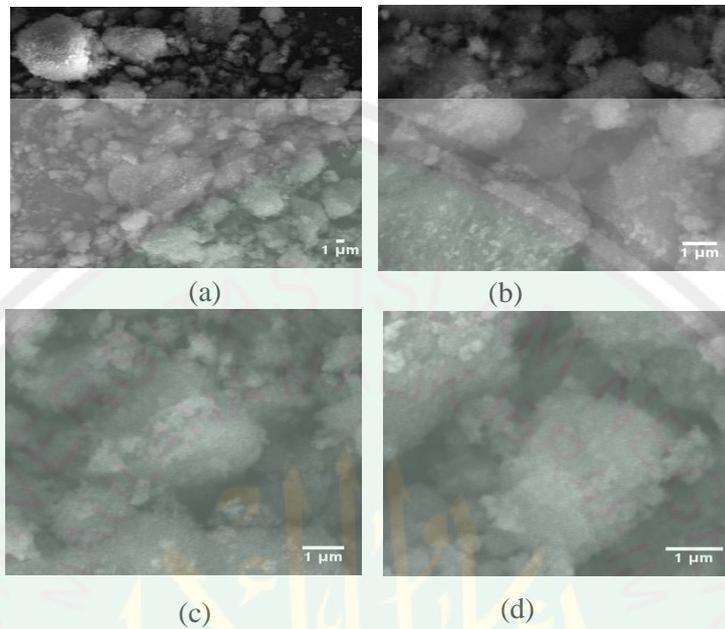
Tabel 4.5 Ukuran kristal pigmen geothit

| Produk             | <i>Crystalite size</i> (nm) |
|--------------------|-----------------------------|
| Geothit suhu 60 °C | 11,4976                     |
|                    | 11,9985                     |
|                    | 15,0727                     |
| Geothit suhu 70 °C | 12,3224                     |
|                    | 12,1106                     |
|                    | 16,4951                     |
| Geothit suhu 80 °C | 11,1763                     |
|                    | 13,6249                     |
|                    | 14,1215                     |
| Geothit suhu 90 °C | 11,9747                     |
|                    | 12,0148                     |
|                    | 12,3700                     |

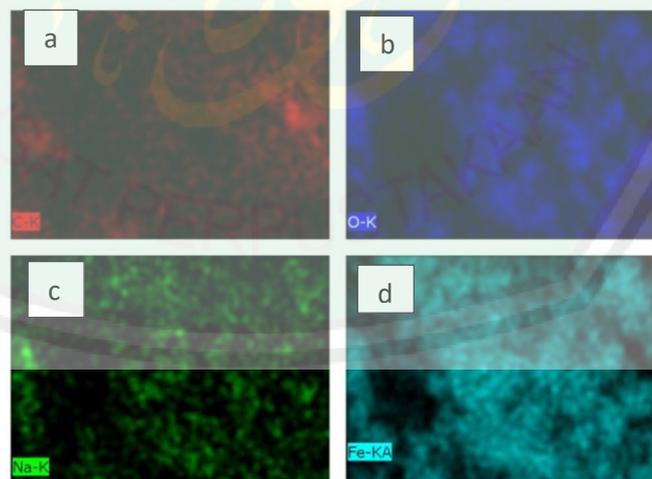
#### 4.5 Karakterisasi menggunakan SEM-EDX

Morfologi permukaan dan unsur yang terkandung dalam geothit hasil sintesis dapat dilihat dari foto mikrograf hasil SEM-EDX. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik morfologi dari hasil sintesis, distribusi pertumbuhan partikel, ukuran partikel dan komposisi unsur hasil sintesis. Analisis

SEM-EDX dipilih suhu 60 °C karena berdasarkan hasil uji warna dan hasil XRD suhu tersebut yang terbaik.



Gambar 4.7 Hasil analisis SEM goethit suhu 60 °C (a) perbesaran 2000 (b) perbesaran 6000 (c) perbesaran 8000 (d) perbesaran 12000



Gambar 4.8 Hasil analisis SEM-EDX goethit suhu 60 °C perbesaran 6000x (a) unsur C (b) unsur O (c) unsur Na (d) unsur Fe

Tabel 4.6 Komposisi Unsur hasil sintesis

| Produk  | Unsur Fe | Unsur O | Unsur C | Unsur Na | Total |
|---------|----------|---------|---------|----------|-------|
| Geothit | 44,54 %  | 40,65 % | 5,77 %  | 0,97 %   | 100 % |

Hasil gambar yang diperoleh diolah menggunakan software Image-J dengan garis skala 1  $\mu\text{m}$  agar terlihat perbedaan distribusi partikel pada permukaan geothit hasil sintesis. Berdasarkan Gambar 4.7 hasil SEM terlihat morfologi permukaan produk hasil sintesis tidak rata, beraglomerasi dan mempunyai ukuran yang beragam. Menurut Bilalodin (2015) Hal tersebut dimungkinkan jenis prekursor yang digunakan dan sampel yang digunakan juga dari limbah.

Hasil EDX ditunjukkan pada Gambar 4.8 dan Tabel 4.6 pada perbesaran 6000x dihasilkan unsur yang terkandung paling tinggi yaitu Fe dan O, namun masih terdapat kandungan unsur Na dan C yang jumlahnya sedikit. Unsur tersebut berasal dari zat pengendap yaitu  $\text{NaHCO}_3$  yang merupakan reaktan pada proses presipitasi. Hal ini dimungkinkan produk samping pada saat reaksi pengendapan sebagaimana ditunjukkan pada Persamaan reaksi 4.1 dan juga menurut Rusmardi (2006) unsur karbon (C) merupakan unsur utama yang terdapat dalam limbah besi yang membuat besi mempunyai sifat keras. Untuk itu dimungkinkan jenis karbon yang terdapat dalam hasil sintesis adalah karbon black yang memiliki titik didih  $3930\text{ }^\circ\text{C}$  (Mulyono, 2006).

#### 4.6 Kajian Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam

Penelitian yang berjudul “Sintesis Pigmen Geothit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Suhu Sintesis” merupakan salah satu upaya pemanfaatan limbah bubut besi sebagai sumber bahan dalam pembuatan pigmen

oksida besi. Limbah tersebut berasal dari kontruksi bangunan dan berbagai produk peralatan rumah tangga dan sebagainya. Apabila limbah kerajinan industri bubuk besi tidak mendapatkan penanganan maka akan menyebabkan pencemaran lingkungan. Pencemaran lingkungan dalam bentuk apapun tentunya merugikan manusia dan melanggar hak manusia untuk mendapatkan lingkungan yang baik.

Allah berfirman dalam surat Asy Syu'araa ayat 183 berikut:

وَلَا تَبْخُسُوا النَّاسَ أَشْيَاءَهُمْ وَلَا تَعْتُوا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ ﴿١٨٣﴾

Artinya: "Dan janganlah kamu merugikan manusia pada hak-haknya dan janganlah kamu merajalela di muka bumi dengan membuat kerusakan" ( Q.S Asy Syu'araa ayat 183).

Shihab (2003) Janganlah kalian kurangi apa yang menjadi hak orang lain, dan jangan pula membuat kerusakan di muka bumi dengan membunuh, menyamun, melakukan tindak kejahatan dan mengikuti hawa nafsu yang rendah. Pengolahan limbah untuk mengurangi pencemaran lingkungan merupakan salah satu tindakan manusia sebagai *khalifatullah fi al'ard* atau wakil Allah yang ditugaskan melindungi, mengelola dan memanfaatkannya secara lestari demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya. Surat Al-Baqarah ayat 30 menegaskan posisi manusia sebagai khalifah di bumi:

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 ﴿٣٠﴾

Artinya: *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" (Q.S Al-Baqarah ayat 30).*

Penelitian tentang pigmen geothit dari limbah bubut besi merupakan hasil proses berpikir manusia sebagai makhluk yang diberikan kemampuan berupa akal oleh Allah SWT untuk memenuhi tugasnya sebagai khalifah di bumi. Manusia khususnya umat islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT yang berada di langit, di bumi diantara langit dan bumi, sebagaimana telah disinggung dalam al-qur'an surat Ali Imran 190-191. Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu dengan penuh hikmah dan tidak sia-sia. Hal ini kembali ditegaskan oleh Allah SWT dalam surat Yunus ayat 101:

قُلْ أَنْظَرُوا مَاذَا فِي السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَمَا تُغْنِي الْآيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَا

يُؤْمِنُونَ ﴿١٠١﴾

Artinya: *"Katakanlah: "Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. Tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman"(Q.S Yunus 10:101).*

Ayat di atas memerintahkan kepada manusia bahwa fenomena-fenomena yang terjadi di langit dan di dalam bumi. Dalam hal ini manusia juga diperintahkan untuk memahami fenomena alam yang terjadi serta memikirkan dan mempercayai bahwa semua itu di ciptakan oleh Allah tanpa sia-sia. Salah satunya pigmen geothit yang merupakan pigmen oksida besi yang berwarna kuning memiliki beberapa keunggulan diantaranya lebih ramah lingkungan *nontoxicity*, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan tahan lama (Bilalodin, dkk., 2015).

Hasil sintesis pigmen goethit menunjukkan limbah bubuk besi telah berhasil disintesis menjadi pigmen goethit. Hasil uji warna pigmen hasil sintesis menunjukkan nilai  $L^*$  pada suhu 60, 70, 80 dan 90 °C sebesar 38,2; 40,5; 41,1; 39,7. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa struktur kristal senyawa hasil sintesis pada suhu 60, 70, 80, 90 °C masih dalam fasa goethit ( $\alpha$ -FeOOH). Ukuran kristal senyawa hasil sintesis secara berurutan adalah 11,49; 12,32; 11,17; 11,97 nm. Hasil SEM menunjukkan morfologinya beragam dan hasil EDX dihasilkan unsur lain yaitu C dan Na. Berdasarkan hal tersebut memberikan suatu pertanda bahwasannya setiap ciptaan Allah SWT memiliki ukuran-ukuran tertentu. Apabila ukurannya tidak sesuai maka hasil yang akan diperoleh juga tidak akan maksimal begitu pun dengan sintesis pigmen goethit ini. Sebagaimana firman Allah dalam surat Al-Furqan ayat 2:

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ  
وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا

Artinya: “Yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu baginya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya”. (Q.S Al-Furqan: 2).

Maksudnya: segala sesuatu yang dijadikan Tuhan diberi-Nya perlengkapan-perengkapan dan persiapan-persiapan, sesuai dengan naluri, sifat-sifat dan fungsinya masing-masing dalam hidup. Ayat ini menyangkut pengaturan Allah SWT serta keseimbangan yang dilakukannya antar makhluk. Artinya tidak ada satu pun ciptaan-Nya yang bernilai sia-sia semuanya memiliki potensi sesuai dengan kadar yang cukup (Shihab, 2003).

## **BAB V PENUTUP**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan:

1. Hasil uji warna pigmen hasil sintesis menunjukkan nilai  $L^*$  pada suhu 60, 70, 80 dan 90 °C sebesar 38,2; 40,5; 41,1; 39,7.
2. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa struktur kristal senyawa hasil sintesis pada suhu 60, 70, 80, 90 °C masih dalam fasa goethit ( $\alpha$ -FeOOH). Ukuran kristal senyawa hasil sintesis secara berurutan adalah 11,49; 12,32; 11,17; 11,97 nm.
3. Hasil SEM-EDX menunjukkan morfologinya beragam, mengalami aglomerasi dan terdapat impuritas berupa unsur C dan Na.

### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan peneliti menyarankan:

1. Perlu dilakukan optimasi prekursor untuk menghasilkan senyawa hasil sintesis yang memiliki nilai derajat kristalinitas yang tinggi
2. Perlu dilakukan optimasi konsentrasi  $\text{NaHCO}_3$  untuk menghasilkan warna pigmen goethit yang sesuai dengan standar.
3. Perlu dilakukan pencucian dengan aquademin lebih banyak untuk menghilangkan adanya pengotor C dan Na.
4. Perlu dilakukan variasi zat pengendap sekaligus pengatur pH untuk mendapatkan produk yang lebih banyak.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, A. 2007. *Tafsir Ibnu Kastir*. Jakarta: Pustaka Imam As-Syafi'i.
- Aji, Yulianto, Bijaksana. 2007. Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemetit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Hal.106-108. Semarang: Fisika FMIPA Unnes.
- Akbar, S., Hasanain, S. K., Azmat, N., & 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. *Cond. Matter.*, xxx.
- Al-Jazairi, S.AB.J.2008. *Tafsir Al-Quran Al-Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah Press
- Bilalodin, Irayani, dkk., 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Warna Hitam, Merah dan Kuning Berbahan Dasar Pasir Besi. *Molekul*, Vol. 10. No.2.
- Blanco-Andujar, C. et al., 2012. Elucidating the Morphological and Structural Evolution of Iron Oxide Nanoparticles Formed by Sodium Carbonate in Aqueous Medium. *Journal of Materials Chemistry*.
- Buxbaum and Pfaff, *Industrial Inorganic Pigment, Third edition, 2005*, Wiley-VCH, Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Candeia, R.A., Souza, M.A.F., Bernardi, M.I.B., Maestrelli, S.C., Santos, I.M.G., Souza, A.G. & Longo, E., (2006a), MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Pigment Obtained at Low Temperature, *Materials Research Bulletin*.
- Cornell and Schwertmann, *Iron Oxide: Structure, Properties, Reaction, Occurances and Uses*, Second edition, 2003, Wiley VCH, Weinheim.
- Fatmaliana, Rahwanto dan Jalil. 2016. Synthesis and Characterization of Hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Extracted from Iron Ore by Precipitation Method. *Jurnal Natural*. Vol. 16, No. 1. ISSN 1141-8513.
- Fitriawan, M. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja ( mill scale ) dengan Metode laux. In *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika 2015* (pp. 2–5).
- Fouda, M. F. R., El-Kholy, M. B., Moustafa, S. A., Hussien, A. I., Wahba, M. A., & El-Shahat, M. F. (2012). Synthesis and Characterization of Nanosized Pigments. *International Journal of Inorganic Chemistry*, 2012.
- Geng, F., Zhao, Z., Geng, J., Cong, H., & Cheng, H. M. (2007). A Simple and Low-Temperature Hydrothermal Route for The Synthesis of Tubular  $\alpha$ -FeOOH. *Materials Letters*.

- Gilbert, F., Refait, Remazeilles, C., & Conforto, E. (2008). Synthesis of Geothit from  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  Precipitation: Influence of  $\text{Fe}(\text{II})$  concentration and stirring speed. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 69(8), 2124–2130.
- Gotic, M., Musić, S., Popović, S., Sekovani, L., Goti, M., Musić, S., Sekovani, L. (2008). Investigation of Factors Influencing the Precipitation of Iron Oxides from  $\text{Fe}(\text{II})$  Containing Solutions. *Croatica Chemica Acta*, 81(4), 569–578.
- Hamsah, Dian. 2007. Pembuatan Penciciran dan Uji Aplikasi Nanokomposit Berbasis Montolamit dan Besi Oksida. *Skripsi*. ITB.
- Handoko, Yanti, Syadiah dan Mawarti. 2013. Penggunaan Metode Presipitasi Untuk Menurunkan Kadar Cu dalam Limbah Cair Industri Perak di Kotagede. *Jurnal Penelitian Saintek*, Vol. 18, Nomor 2.
- Khoiroh, L. M., Mardiana, D., Sabarudin, A., & Ismuyanto, B. (2013). Synthesis of Hematite Pigments ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) by Thermal Transformations of  $\text{FeOOH}$ . *J. Pure App. Chem. Res.*, 2(April).
- Kusumawati, Atma. 2013. Sintesis Nanopartikel Pigmen Oksida Besi Hitam ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), Merah ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan Kuning ( $\text{FeOOH}$ ) Berbasis Pasir Besi Tulungagung. *Skripsi UM*. Malang: Fisika UM.
- Legodi, M. A., & de Waal, D. (2007). The Preparation of Magnetite, goethite, Hematite and Maghemite of Pigment quality from Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*, 74(1).
- Mahrani, Jamaluddin dan Abdul Azhim Hafna. 2006. *Al-Quran Bertutur Tentang Makanan & Obat-Obatan*. Mitra Pustaka: Yogyakarta
- Merck, KGaA, Darmstad. 2016. *Kelurusan Oksida Besi Sigma-Aldrich 900062*. <https://www.sigmaaldrich.com/materials-science/material-science>, diakses 20 November 2017.
- Mohapatra, M., & Anand, S. (2010). Synthesis and Applications of nano-Structured Iron Oxides / Hydroxides – a review, 2(8), 127–146.
- Müller, M., Villalba, J. C., Mariani, F. Q., Dalpasquale, M., Lemos, M. Z., Huila, M. F. G., & 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(3).
- Potter, M.J., 2003. *Iron Oxide Pigment*, U.S. Geological Survey-Minerals Information.
- Purwamargapratala, Y., Winataputra D.S dan Sukirman. 2009. Sintesis Superkonduktor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  secara Koprinsipitasi untuk Aplikasi

Industri Nuklir, Teknologi Bahan Industri Nuklir. *Teknologi Bahan Industri Nuklir Kawasan PUSPIPTEK Serpong*, Tangerang.

- Puspasari, dkk., 2012. Sintesis Nanopartikel Magnetit Secara Kopresipitasi dan Konversinya Menjadi Maghemit Serta Uji Katalitiknya Pada Oksidasi Metilen Biru. *Kimia, J., & Malang, U. N. (n.d.)*.
- Rahman, Tito Prastyo, Agus S, Nurul T.R. 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). Serpong: *Pusat Penelitian Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia*.
- Rusmardi, Feidihal. 2006. Analisa persentase kandungan karbon pada logam baja. *Jurnal Teknik Mesin*. Politeknik Negeri Padang
- Seyedi, M., Haratian, S., & Khaki, J. V. (2015). Mechanochemical Synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles. *Procedia Materials Science*, 11(2000), 309–313.
- Septityana, Priyono, Rochman, dan prastiyo. 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*. Vol.1, No.4.
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan Kesan dan Keserasian Al-Qu'ran*. 11. Buku. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M.Q. 2003. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan Kesan dan Keserasian Al-Qu'ran*. 11. Buku. Jakarta: Lentera Hati.
- Sitanggal, Anshori Umar. 1993. *Terjemah Tafsir al-Maraghi*. CV. Toha Putra Semarang: juz 6
- Sunardi dan Petrus Darmawan. 2007. Pengolahan Limbah Besi Bengkel Bubut Menjadi Ferro sulfat. *Laporan Penelitian Dosen Muda*. Lembaga Penelitian Universitas Setia Budi
- Tadic, M., Panjan, M., Damnjanovic, V., & 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.
- Tanner., O, 2015. *Iron Oxide Pigment (Advance release)*, U.S Geological Survey Mineral Yearbook.
- Villacís-García, M., Ugalde-Arzate, M., Vaca-Escobar, K., Villalobos, M., Zanella, R., & Martínez-Villegas, N. (2015). Laboratory synthesis of goethite and ferrihydrite of controlled particle sizes. *Boletín de La Sociedad Geológica Mexicana*, 67(3), 433–446.
- Verink, J. D. (2011). Simplified Procedure for Constructing Pourbaix Diagrams. *Uhlig's Corrosion Handbook: Third Edition*, 535(1979).

- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jilid I. PT. Kalman Media Pusaka. Jakarta.
- Yue, J., Jiang, X., Yu, A. 2011. Molecular Dynamic Study on the Growth Mechanism of Geothite ( $\alpha$ -FeOOH) Nanorods. *Solid State Science* 13 (2011).
- Zhao, X., Guo, X., Yang, Z., Liu, H., & Qian, Q. (2011). Phase-controlled Preparation of Iron (oxyhydr)oxide Nanocrystallines for Heavy Metal Removal. *Journal of Nanoparticle Research*, 13(7).

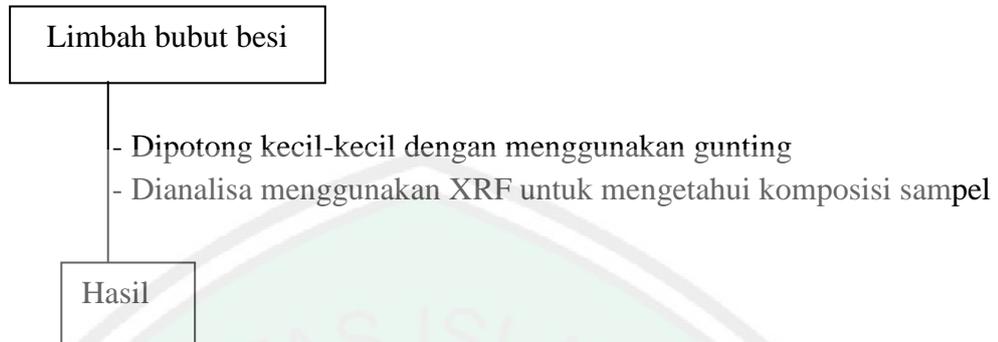


**Lampiran 1****Rancangan Penelitian**

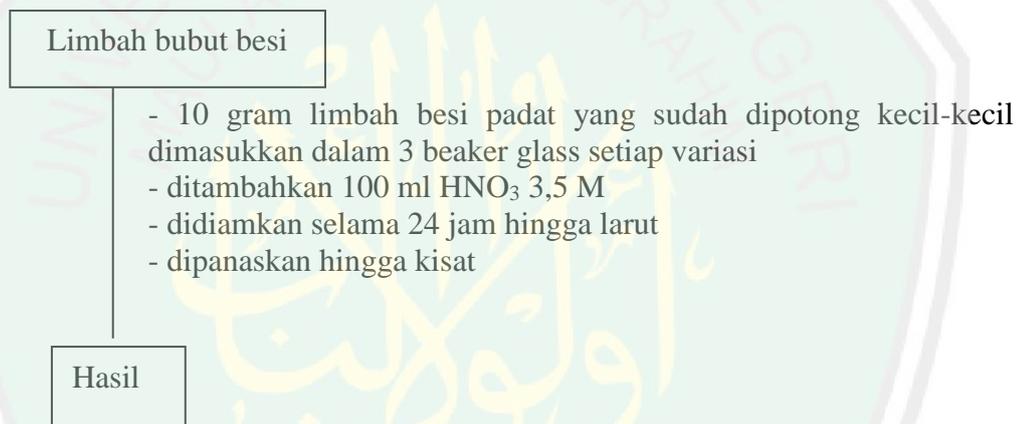
## Lampiran 2

### Diagram Alir Penelitian

#### 2.1 Preparasi Sampel



#### 2.2 Pembuatan Prekursor *Ferric*



### 2.3 Sintesis Geothite ( $\alpha$ -FeOOH) dengan Variasi Suhu

Prekursor *ferric*

- ditambahkan 250 mL aquades
- ditambahkan 25 mL  $\text{NaHCO}_3$  0,5 M dan diatur pH nya dengan penambahan HCl dan NaOH hingga pH 6
- diatur suhu  $60^\circ\text{C}$ ,  $70^\circ\text{C}$ ,  $80^\circ\text{C}$  dan  $90^\circ\text{C}$  dan dipanaskan selama 1 jam dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 750 rpm
- endapan yang dihasilkan disaring dengan corong buchner dan dicuci dengan aquades 300 mL
- dikeringkan pada suhu ruang
- produk yang dihasilkan selanjutnya diidentifikasi menggunakan color reader, XRD dan SEM-EDX

Hasil

## Lampiran 3

## Pembuatan Larutan

3.1 Larutan HNO<sub>3</sub> 65 %

$$d = 1,4 \text{ g/mol}$$

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

$$\begin{aligned} \text{Molaritas} &= \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{V} \\ &= \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{m/\rho} \\ &= \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000 \rho}{m} \\ &= \frac{65 \times 1000 \times \rho}{100 \text{ Mr}} \\ &= \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ g/mol}}{63 \text{ g/mol}} \\ &= 14,44 \text{ M} \end{aligned}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$14,44 \text{ M} \cdot V_1 = 3,5 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 24,23 \text{ mL}$$

3.2 Larutan NaHCO<sub>3</sub> 0,5 M dalam 100 mL

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

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

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

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

$$\text{mol} = \frac{g}{\text{Mr}}$$

$$0,05 \text{ mol} = \frac{g}{84}$$

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

### 3.3 Larutan NaOH 1 M dalam 100 mL

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

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

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

$$= 0,1 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{g}{M_r}$$

$$0,1 \text{ mol} = \frac{g}{40 \text{ g/mol}}$$

### 3.4 Perhitungan Ksp dan Qc



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

$$2 \cdot 10^{-39} = (s) (3s)^3$$

$$s^4 = \frac{2 \cdot 10^{-39}}{27}$$

$$= 0,7 \cdot 10^{-40}$$

$$s = \sqrt[4]{0,04 \cdot 10^{-40}}$$

$$= 0,7 \cdot 10^{-10}$$

$$\text{pH} = \text{pOH} + \text{pH} = 14$$

$$\text{pOH} + 6 = 14$$

$$\text{pOH} = 8$$

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

$$= 10^{-8}$$

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

$$= 0,7 \cdot 10^{-10} \times (10^{-8})^3$$

$$= 0,7 \cdot 10^{-10} \times 10^{-24}$$

$$= 0,7 \cdot 10^{-34}$$

$$= 4,5 \cdot 10^{-34}$$



$$\begin{aligned} \text{Ksp} &= [\text{Ca}^{2+}] [\text{OH}^-] & \text{pOH} &= -\log \text{OH} \\ 6,5 \cdot 10^{-6} &= (s) (2s)^2 & &= 10^{-8} \\ s^3 &= \frac{6,5 \cdot 10^{-6}}{4} & \text{Qc} &= [\text{Ca}^{2+}] [\text{OH}^-] \\ & & &= 1,12 \cdot 10^{-2} \times [10^{-8}]^2 \\ s^3 &= 1,6 \cdot 10^{-6} & &= 1,1210^{-18} \\ s &= \sqrt[3]{1,6 \cdot 10^{-6}} \\ s &= 1,12 \cdot 10^{-2} \end{aligned}$$



$$\begin{aligned} \text{Ksp} &= [\text{Cr}^{3+}] [3\text{OH}^-] & \text{pOH} &= -\log \text{OH} \\ 3,0 \times 10^{-29} &= (s) (3s)^3 & &= 10^{-8} \\ s^4 &= \frac{3,0 \cdot 10^{-29}}{27} & \text{Qc} &= [\text{Cr}^{3+}] [3\text{OH}^-] \\ & & &= 1,29 \cdot 10^{-7} \times (10^{-8})^3 \\ s^4 &= 0,011 \cdot 10^{-28} & &= 1,29 \cdot 10^{-31} \\ s &= \sqrt[3]{0,011 \cdot 10^{-28}} \\ s &= 1,29 \cdot 10^{-7} \end{aligned}$$



$$\begin{aligned} \text{Ksp} &= [\text{Mn}^{2+}] [2\text{OH}^-] & \text{pOH} &= -\log \text{OH} \\ 2 \times 10^{-13} &= (s) (2s)^2 & &= 10^{-8} \\ s^3 &= \frac{2 \cdot 10^{-13}}{4} & \text{Qc} &= [\text{Mn}^{2+}] [2\text{OH}^-] \\ & & &= 0,174 \cdot 10^{-4} (10^{-8})^2 \\ s &= 0,05 \cdot 10^{-12} & &= 0,174 \cdot 10^{-20} \\ s &= \sqrt[3]{0,05 \cdot 10^{-12}} \\ s &= 0,174 \cdot 10^{-4} \end{aligned}$$



$$\begin{aligned} K_{sp} &= [\text{Ni}^{2+}] [\text{2OH}^-] & \text{pOH} &= -\log \text{OH} \\ 6 \cdot 10^{-16} &= (s) (2s)^2 & &= 10^{-8} \\ s^2 &= \frac{6 \cdot 10^{-16}}{4} & Q_c &= [\text{Ni}^{2+}] [\text{2OH}^-] \\ & & &= 1,2 \cdot 10^{-8} (10^{-8})^2 \\ s^2 &= 1,5 \cdot 10^{-16} & &= 1,2 \cdot 10^{-24} \\ s &= \sqrt[3]{1,5 \cdot 10^{-16}} \\ s &= 1,2 \cdot 10^{-8} \end{aligned}$$



$$\begin{aligned} K_{sp} &= [\text{Cu}^{2+}] [\text{2OH}^-] & \text{pOH} &= -\log \text{OH} \\ 4,8 \cdot 10^{-20} &= (s) (2s)^2 & &= 10^{-8} \\ s^2 &= \frac{4,8 \cdot 10^{-20}}{4} & Q_c &= [\text{Cu}^{2+}] [\text{2OH}^-] \\ & & &= 1,1 \cdot 10^{-10} (10^{-8})^2 \\ s^2 &= 1,2 \cdot 10^{-20} & &= 1,1 \cdot 10^{-26} \\ s &= \sqrt[3]{1,2 \cdot 10^{-20}} \\ s &= 1,1 \cdot 10^{-10} \end{aligned}$$

Lampiran 4

Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Limbah Bubut Besi

09-Mar-2017 10:10:43

Sample results - Averages

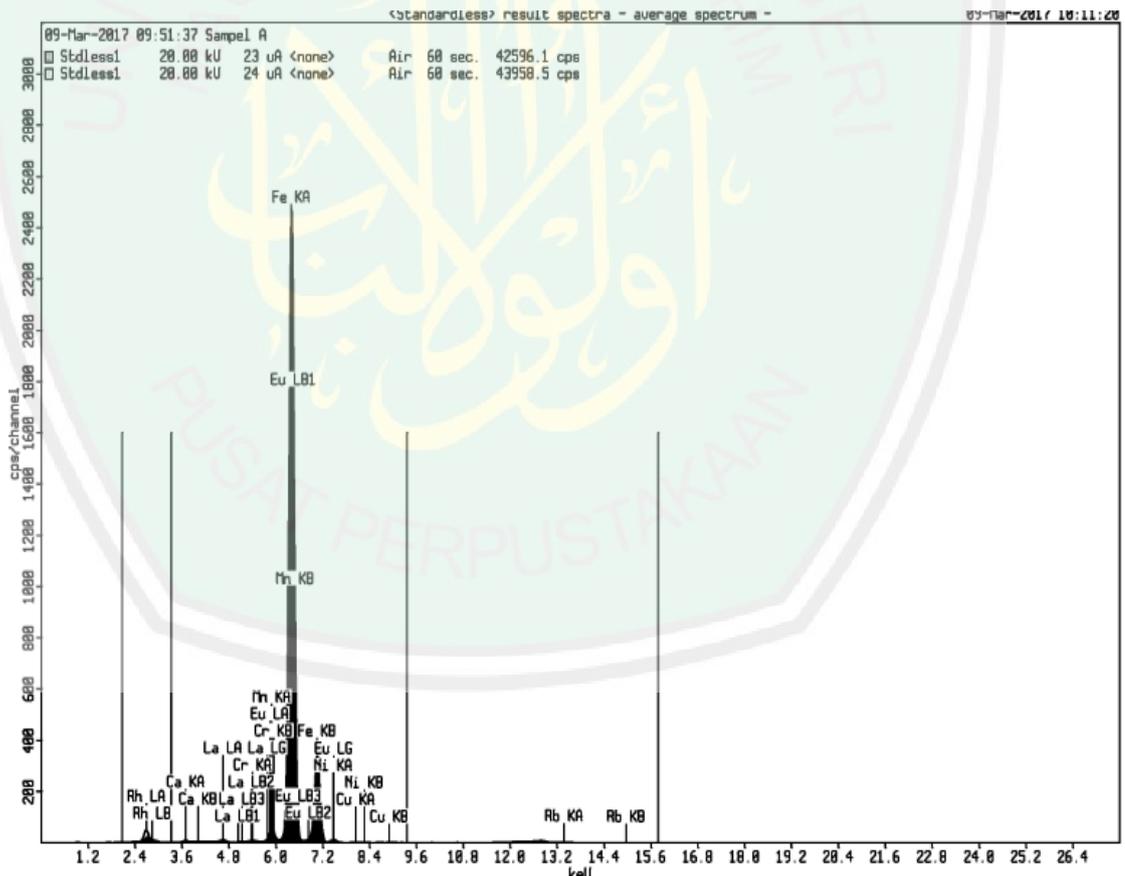
Page

| 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                    |

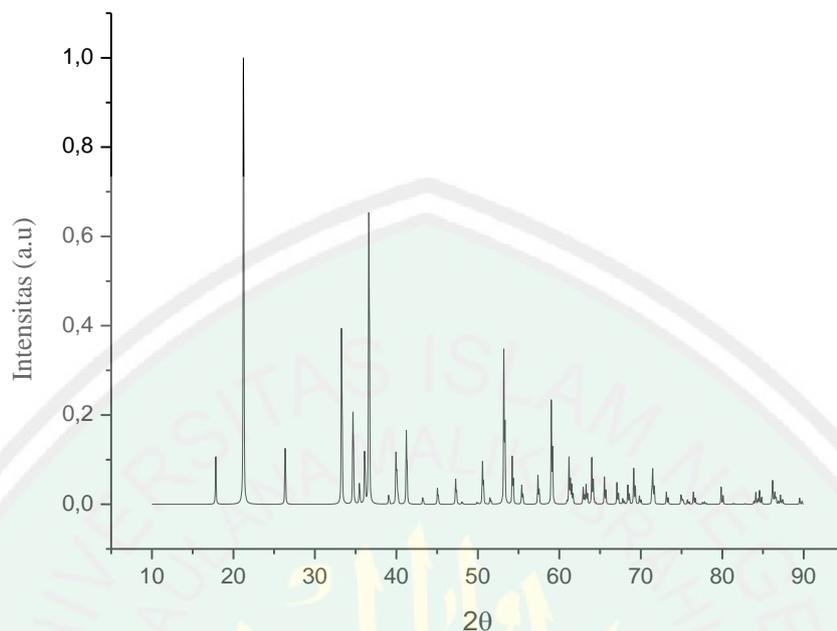
| Compound | Ca            | Cr              | Mn           | Fe             | Ni            | Cu              |
|----------|---------------|-----------------|--------------|----------------|---------------|-----------------|
| Conc     | 0.29 +/- 0.01 | 0.096 +/- 0.003 | 1.3 +/- 0.03 | 96.08 +/- 0.28 | 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     | %             | %             | %           |



## Lampiran 5

## Standar Geothit ICSD 159970



ICSD #159970

Chem Name : Iron(III) Oxide Hydroxide

Structured : Fe O (O H)

Sum : H1 Fe1 O2

Min Name : Goethite

Unit Cell : 9.9450(47) 3.0268(14) 4.6101(24) 90. 90. 90.

Vol : 138.77

Z : 4

Space Group : P n m a

Cryst Sys : orthorhombic

## Lampiran 6

### Hasil Karakterisasi XRD

Diffr type : X pert MPD

Diffr Number : Cu

Anode : Cu

Labda Alpha 1 : 1.54060

Labda Alpha 2 : 1.54443

Ratio alpha 21 : 0.50000

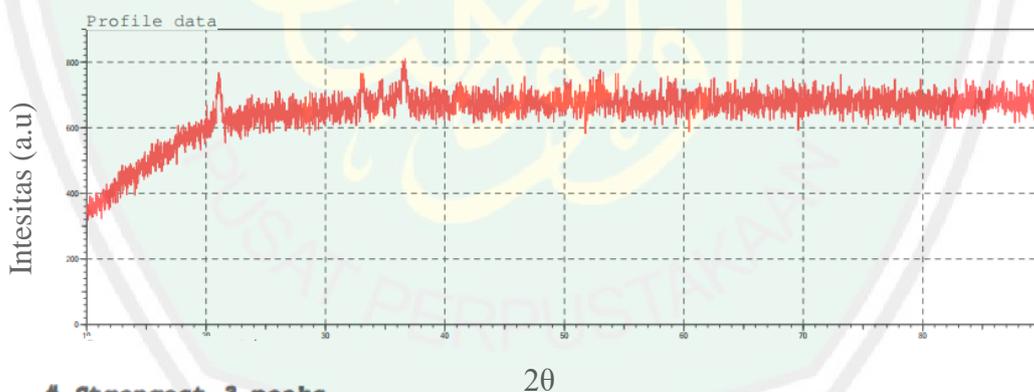
Generator Voltage : 40 Kv

Tube Current : 30 A

Data Angle Range : 10-90 ( $^{\circ}2\theta$ )

#### 6.1 Pola difraksi Material

##### 6.1.1 Hasil Karakterisasi sampel geothit suhu 60 $^{\circ}$ C



#### # Strongest 3 peaks

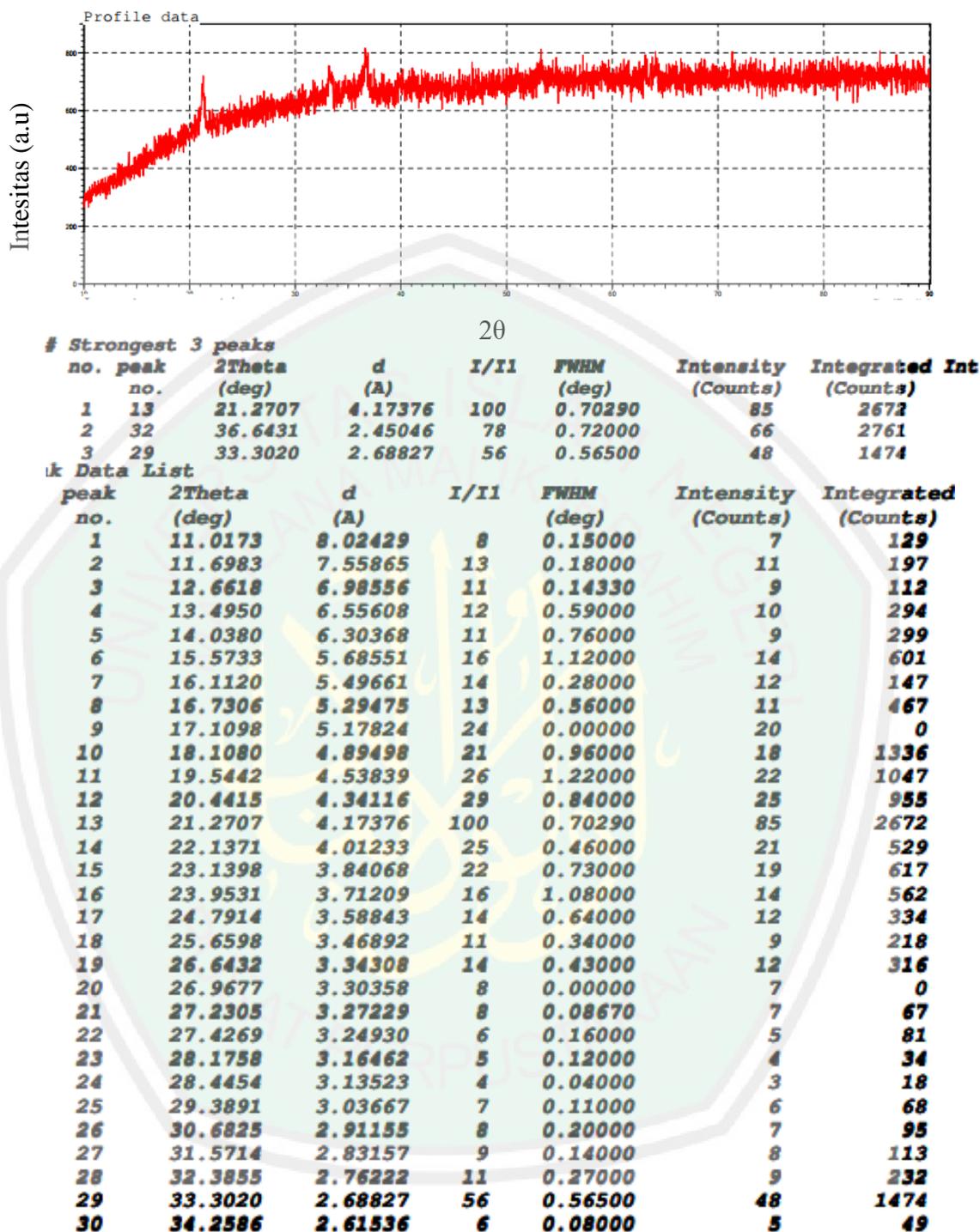
| no. peak | no. | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|-----|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 1        | 11  | 21.1030      | 4.20655 | 100  | 0.75330    | 105                | 5558                    |
| 2        | 26  | 36.5198      | 2.45845 | 60   | 0.72670    | 63                 | 2424                    |
| 3        | 23  | 33.1155      | 2.70298 | 42   | 0.61830    | 44                 | 1400                    |

## # Peak Data List

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 1        | 11.7778      | 7.50781 | 6    | 0.06000    | 6                  | 43                      |
| 2        | 12.4245      | 7.11844 | 10   | 0.08000    | 11                 | 91                      |
| 3        | 13.1215      | 6.74184 | 17   | 0.84000    | 18                 | 865                     |
| 4        | 13.7191      | 6.44948 | 15   | 0.00000    | 16                 | 0                       |
| 5        | 14.4965      | 6.10532 | 19   | 0.00000    | 20                 | 0                       |
| 6        | 15.9125      | 5.56507 | 24   | 1.48000    | 25                 | 1998                    |
| 7        | 16.5709      | 5.34541 | 22   | 0.00000    | 23                 | 0                       |
| 8        | 17.8085      | 4.97662 | 33   | 1.08000    | 35                 | 2755                    |
| 9        | 18.7069      | 4.73960 | 30   | 0.00000    | 32                 | 0                       |
| 10       | 19.7835      | 4.48403 | 30   | 0.00000    | 31                 | 0                       |
| 11       | 21.1030      | 4.20655 | 100  | 0.75330    | 105                | 5558                    |
| 12       | 21.9575      | 4.04474 | 34   | 0.00000    | 36                 | 0                       |
| 13       | 23.1747      | 3.83498 | 27   | 0.00000    | 28                 | 0                       |
| 14       | 24.0928      | 3.69088 | 30   | 0.00000    | 32                 | 0                       |
| 15       | 24.9312      | 3.56863 | 20   | 0.00000    | 21                 | 0                       |
| 16       | 25.9993      | 3.42439 | 25   | 1.16000    | 26                 | 1809                    |
| 17       | 27.2522      | 3.26973 | 17   | 0.73000    | 18                 | 643                     |
| 18       | 28.0809      | 3.17510 | 11   | 0.31000    | 12                 | 292                     |
| 19       | 29.0046      | 3.07605 | 12   | 0.24000    | 13                 | 254                     |
| 20       | 29.8069      | 2.99505 | 10   | 0.43330    | 10                 | 383                     |
| 21       | 30.5726      | 2.92176 | 11   | 0.14000    | 12                 | 183                     |
| 22       | 31.5714      | 2.83157 | 9    | 0.38000    | 9                  | 240                     |
| 23       | 33.1155      | 2.70298 | 42   | 0.61830    | 44                 | 1400                    |
| 24       | 34.6182      | 2.58901 | 24   | 0.56000    | 25                 | 740                     |
| 25       | 35.7172      | 2.51183 | 20   | 0.42000    | 21                 | 576                     |
| 26       | 36.5198      | 2.45845 | 60   | 0.72670    | 63                 | 2424                    |
| 27       | 37.5957      | 2.39053 | 5    | 0.08000    | 5                  | 70                      |
| 28       | 38.6015      | 2.33052 | 8    | 0.10670    | 8                  | 124                     |
| 29       | 39.5042      | 2.27932 | 16   | 0.26000    | 17                 | 475                     |
| 30       | 41.1431      | 2.19223 | 25   | 0.60000    | 26                 | 934                     |
| 31       | 41.9925      | 2.14983 | 14   | 0.21340    | 15                 | 287                     |
| 32       | 43.5066      | 2.07846 | 10   | 0.13000    | 11                 | 202                     |
| 33       | 45.0257      | 2.01180 | 7    | 0.13000    | 7                  | 102                     |
| 34       | 45.6354      | 1.98633 | 7    | 0.15000    | 7                  | 115                     |
| 35       | 46.5832      | 1.94810 | 11   | 0.34670    | 12                 | 348                     |
| 36       | 47.2246      | 1.92313 | 12   | 0.19000    | 13                 | 208                     |
| 37       | 48.1441      | 1.88852 | 8    | 0.31000    | 8                  | 165                     |
| 38       | 49.4085      | 1.84311 | 13   | 0.28000    | 14                 | 342                     |
| 39       | 50.2781      | 1.81325 | 21   | 0.38000    | 22                 | 606                     |
| 40       | 51.3401      | 1.77821 | 10   | 0.14500    | 11                 | 142                     |
| 41       | 52.5471      | 1.74017 | 19   | 0.61000    | 20                 | 419                     |
| 42       | 53.0469      | 1.72495 | 23   | 0.92000    | 24                 | 916                     |
| 43       | 54.1897      | 1.69124 | 12   | 0.23330    | 13                 | 262                     |
| 44       | 55.0761      | 1.66610 | 9    | 0.10000    | 9                  | 79                      |
| 45       | 56.0857      | 1.63848 | 9    | 0.36000    | 9                  | 240                     |
| 46       | 57.1553      | 1.61033 | 6    | 0.14000    | 6                  | 74                      |
| 47       | 57.9916      | 1.58908 | 7    | 0.17330    | 7                  | 93                      |
| 48       | 58.8797      | 1.56721 | 25   | 0.51000    | 26                 | 758                     |
| 49       | 59.8510      | 1.54408 | 5    | 0.05330    | 5                  | 23                      |

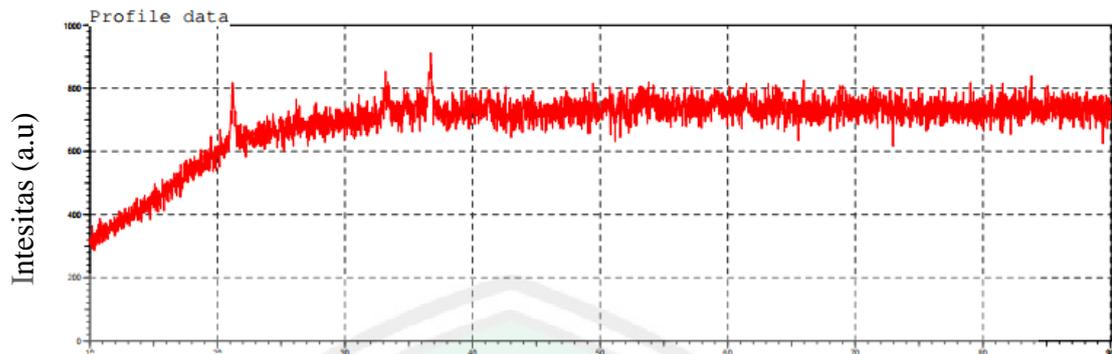
|    |         |         |    |         |    |     |
|----|---------|---------|----|---------|----|-----|
| 50 | 61.2622 | 1.51185 | 16 | 0.41670 | 17 | 437 |
| 51 | 62.8784 | 1.47682 | 8  | 0.15000 | 8  | 99  |
| 52 | 63.6232 | 1.46132 | 10 | 0.32000 | 10 | 238 |
| 53 | 64.0330 | 1.45295 | 10 | 0.20000 | 10 | 157 |
| 54 | 65.1427 | 1.43085 | 7  | 0.20000 | 7  | 172 |
| 55 | 65.7525 | 1.41905 | 7  | 0.06000 | 7  | 45  |
| 56 | 67.1387 | 1.39308 | 10 | 0.15330 | 11 | 109 |
| 57 | 68.0018 | 1.37749 | 8  | 0.20000 | 8  | 147 |
| 58 | 68.9416 | 1.36099 | 10 | 0.20000 | 10 | 279 |
| 59 | 70.0787 | 1.34166 | 7  | 0.07500 | 7  | 38  |
| 60 | 70.8660 | 1.32867 | 10 | 0.19000 | 11 | 236 |
| 61 | 72.2756 | 1.30619 | 10 | 0.19000 | 10 | 108 |
| 62 | 72.7405 | 1.29899 | 8  | 0.24000 | 8  | 116 |
| 63 | 73.8215 | 1.28261 | 10 | 0.29070 | 10 | 171 |
| 64 | 74.7999 | 1.26824 | 3  | 0.02000 | 3  | 17  |
| 65 | 76.2046 | 1.24832 | 10 | 0.17000 | 11 | 213 |
| 66 | 77.4692 | 1.23107 | 8  | 0.14000 | 8  | 91  |
| 67 | 78.3790 | 1.21905 | 3  | 0.04000 | 3  | 15  |
| 68 | 78.8538 | 1.21289 | 5  | 0.11000 | 5  | 45  |
| 69 | 79.6886 | 1.20227 | 11 | 0.34000 | 12 | 204 |
| 70 | 80.3384 | 1.19418 | 7  | 0.16000 | 7  | 140 |
| 71 | 80.8333 | 1.18811 | 6  | 0.15000 | 6  | 74  |
| 72 | 81.0383 | 1.18562 | 3  | 0.04000 | 3  | 21  |
| 73 | 81.7347 | 1.17727 | 3  | 0.08670 | 3  | 61  |
| 74 | 83.7925 | 1.15352 | 20 | 0.41000 | 21 | 492 |
| 75 | 84.6173 | 1.14437 | 12 | 0.20000 | 13 | 167 |
| 76 | 85.5871 | 1.13386 | 23 | 0.34000 | 24 | 453 |
| 77 | 86.4868 | 1.12436 | 13 | 0.74000 | 14 | 541 |
| 78 | 87.2166 | 1.11682 | 4  | 0.04000 | 4  | 16  |
| 79 | 87.3566 | 1.11539 | 4  | 0.05340 | 4  | 29  |
| 80 | 88.1664 | 1.10723 | 13 | 0.30000 | 14 | 250 |
| 81 | 88.9062 | 1.09992 | 10 | 0.50000 | 10 | 263 |
| 82 | 89.7310 | 1.09193 | 12 | 0.35000 | 13 | 220 |

## 6.1.2 Hasil Karakterisasi sampel geothit suhu 70 °C



|    |         |         |    |         |    |      |
|----|---------|---------|----|---------|----|------|
| 31 | 34.7931 | 2.57640 | 26 | 0.59000 | 22 | 851  |
| 32 | 36.6431 | 2.45046 | 78 | 0.72000 | 66 | 2761 |
| 33 | 37.6306 | 2.38839 | 5  | 0.15000 | 4  | 56   |
| 34 | 38.2302 | 2.35230 | 11 | 0.13000 | 9  | 119  |
| 35 | 39.0695 | 2.30368 | 4  | 0.03000 | 3  | 6    |
| 36 | 39.8905 | 2.25814 | 22 | 0.56670 | 19 | 526  |
| 37 | 40.3336 | 2.23434 | 9  | 0.00000 | 8  | 0    |
| 38 | 41.1731 | 2.19071 | 28 | 0.56000 | 24 | 811  |
| 39 | 42.2624 | 2.13673 | 15 | 0.38000 | 13 | 307  |
| 40 | 42.8320 | 2.10962 | 11 | 0.36000 | 9  | 241  |
| 41 | 43.3917 | 2.08370 | 11 | 0.16000 | 9  | 162  |
| 42 | 44.8508 | 2.01924 | 8  | 0.20000 | 7  | 184  |
| 43 | 45.9435 | 1.97373 | 12 | 0.18670 | 10 | 199  |
| 44 | 46.6299 | 1.94626 | 5  | 0.04000 | 4  | 32   |
| 45 | 47.0996 | 1.92794 | 19 | 0.22000 | 16 | 387  |
| 46 | 48.0242 | 1.89296 | 14 | 0.21000 | 12 | 273  |
| 47 | 48.8920 | 1.86137 | 5  | 0.03330 | 4  | 31   |
| 48 | 49.3751 | 1.84428 | 7  | 0.09330 | 6  | 55   |
| 49 | 50.2881 | 1.81292 | 8  | 0.16000 | 7  | 132  |
| 50 | 50.8778 | 1.79328 | 14 | 0.38000 | 12 | 315  |
| 51 | 52.1073 | 1.75382 | 8  | 0.08000 | 7  | 69   |
| 52 | 53.1934 | 1.72054 | 34 | 0.58670 | 29 | 973  |
| 53 | 54.2739 | 1.68881 | 24 | 0.62500 | 20 | 609  |
| 54 | 55.3460 | 1.65861 | 8  | 0.08000 | 7  | 53   |
| 55 | 56.1807 | 1.63593 | 13 | 0.17000 | 11 | 171  |
| 56 | 56.8055 | 1.61941 | 6  | 0.12000 | 5  | 54   |
| 57 | 57.2253 | 1.60853 | 7  | 0.24000 | 6  | 86   |
| 58 | 57.5352 | 1.60060 | 8  | 0.14000 | 7  | 90   |
| 59 | 58.3249 | 1.58079 | 8  | 0.00000 | 7  | 0    |
| 60 | 59.0746 | 1.56251 | 28 | 0.50000 | 24 | 940  |
| 61 | 60.5108 | 1.52881 | 15 | 0.18670 | 13 | 188  |
| 62 | 61.3239 | 1.51048 | 26 | 0.32000 | 22 | 441  |
| 63 | 62.2436 | 1.49035 | 16 | 0.24000 | 14 | 164  |
| 64 | 63.0683 | 1.47283 | 19 | 0.71000 | 16 | 542  |
| 65 | 63.9913 | 1.45379 | 28 | 0.60330 | 24 | 672  |
| 66 | 65.5626 | 1.42270 | 13 | 0.24000 | 11 | 266  |
| 67 | 66.8272 | 1.39882 | 6  | 0.07000 | 5  | 41   |
| 68 | 67.7319 | 1.38232 | 5  | 0.06000 | 4  | 31   |
| 69 | 68.5717 | 1.36742 | 18 | 0.34000 | 15 | 444  |
| 70 | 69.5814 | 1.35003 | 4  | 0.04000 | 3  | 15   |
| 71 | 69.7613 | 1.34699 | 4  | 0.04000 | 3  | 22   |
| 72 | 70.5177 | 1.33438 | 13 | 0.23330 | 11 | 164  |
| 73 | 71.3909 | 1.32019 | 12 | 0.30000 | 10 | 177  |
| 74 | 71.8640 | 1.31266 | 11 | 0.28670 | 9  | 210  |
| 75 | 72.4406 | 1.30362 | 7  | 0.00000 | 6  | 0    |
| 76 | 72.8105 | 1.29791 | 15 | 0.26000 | 13 | 233  |
| 77 | 73.3003 | 1.29044 | 19 | 0.28000 | 16 | 247  |
| 78 | 73.7252 | 1.28405 | 15 | 0.19000 | 13 | 132  |
| 79 | 74.2401 | 1.27642 | 5  | 0.16000 | 4  | 86   |
| 80 | 74.6800 | 1.26998 | 8  | 0.14660 | 7  | 76   |
| 81 | 75.0899 | 1.26406 | 6  | 0.14000 | 5  | 46   |
| 82 | 75.9996 | 1.25118 | 11 | 0.28000 | 9  | 163  |
| 83 | 76.5478 | 1.24358 | 13 | 0.40330 | 11 | 237  |
| 84 | 77.4892 | 1.23081 | 9  | 0.22000 | 8  | 111  |
| 85 | 78.7789 | 1.21386 | 18 | 0.26000 | 15 | 246  |

### 6.1.3 Hasil Karakterisasi sampel geothit suhu 80 °C



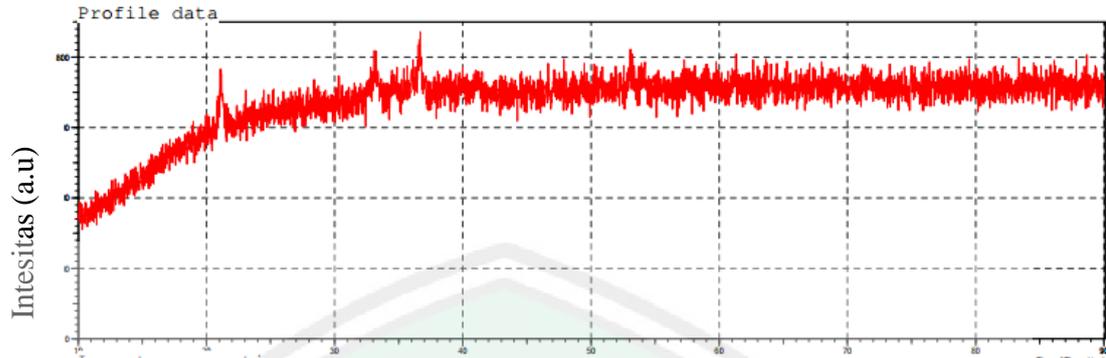
| # Strongest 3 peaks |          |              |         |                  |         |                    |                         |
|---------------------|----------|--------------|---------|------------------|---------|--------------------|-------------------------|
| no.                 | peak no. | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/I <sub>1</sub> | 2θ      | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
| 1                   | 12       | 21.2768      | 4.17258 | 100              | 0.77500 | 108                | 5657                    |
| 2                   | 27       | 36.6564      | 2.44960 | 65               | 0.64000 | 70                 | 2111                    |
| 3                   | 24       | 33.2696      | 2.69081 | 48               | 0.66000 | 52                 | 1913                    |

#### Peak Data List

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/I <sub>1</sub> | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------------------|------------|--------------------|-------------------------|
| 1        | 10.8136      | 8.17499 | 5                | 0.04000    | 5                  | 37                      |
| 2        | 11.6833      | 7.56832 | 4                | 0.13000    | 4                  | 66                      |
| 3        | 12.7730      | 6.92499 | 4                | 0.14000    | 4                  | 57                      |
| 4        | 13.6544      | 6.47990 | 5                | 0.05000    | 5                  | 28                      |
| 5        | 14.3469      | 6.16864 | 6                | 0.18000    | 6                  | 105                     |
| 6        | 15.1545      | 5.84168 | 10               | 0.24000    | 11                 | 240                     |
| 7        | 16.0023      | 5.53404 | 9                | 0.46000    | 10                 | 327                     |
| 8        | 16.8304      | 5.26357 | 15               | 0.48000    | 16                 | 380                     |
| 9        | 18.1479      | 4.88431 | 26               | 1.96000    | 28                 | 2626                    |
| 10       | 19.3648      | 4.58003 | 30               | 0.00000    | 32                 | 0                       |
| 11       | 20.4216      | 4.34534 | 36               | 0.00000    | 39                 | 0                       |
| 12       | 21.2768      | 4.17258 | 100              | 0.77500    | 108                | 5657                    |
| 13       | 22.5162      | 3.94562 | 31               | 0.00000    | 34                 | 0                       |
| 14       | 23.1947      | 3.83172 | 28               | 0.00000    | 30                 | 0                       |
| 15       | 24.2525      | 3.66693 | 35               | 0.00000    | 38                 | 0                       |
| 16       | 25.1907      | 3.53245 | 27               | 0.00000    | 29                 | 0                       |
| 17       | 26.2289      | 3.39493 | 31               | 1.20000    | 34                 | 2344                    |
| 18       | 27.6699      | 3.22132 | 23               | 0.80670    | 25                 | 1086                    |
| 19       | 28.9048      | 3.08644 | 16               | 0.80000    | 17                 | 595                     |
| 20       | 29.5040      | 3.02511 | 12               | 0.54660    | 13                 | 456                     |
| 21       | 30.2930      | 2.94809 | 12               | 0.14000    | 13                 | 181                     |
| 22       | 31.3717      | 2.84914 | 14               | 0.46000    | 15                 | 444                     |
| 23       | 32.3106      | 2.76845 | 9                | 0.34000    | 10                 | 225                     |
| 24       | 33.2696      | 2.69081 | 48               | 0.66000    | 52                 | 1913                    |
| 25       | 34.7881      | 2.57676 | 27               | 0.54000    | 29                 | 904                     |
| 26       | 35.8771      | 2.50100 | 20               | 0.72000    | 22                 | 803                     |
| 27       | 36.6564      | 2.44960 | 65               | 0.64000    | 70                 | 2111                    |
| 28       | 38.6049      | 2.33033 | 6                | 0.22000    | 6                  | 131                     |
| 29       | 39.2510      | 2.29344 | 8                | 0.15330    | 9                  | 87                      |
| 30       | 40.0438      | 2.24984 | 15               | 0.68000    | 16                 | 568                     |
| 31       | 41.2363      | 2.18749 | 22               | 0.56670    | 24                 | 673                     |
| 32       | 41.9459      | 2.15211 | 9                | 0.34670    | 10                 | 276                     |
| 33       | 44.2012      | 2.04740 | 16               | 0.48660    | 17                 | 738                     |
| 34       | 46.2401      | 1.96175 | 8                | 0.36000    | 9                  | 280                     |
| 35       | 47.3195      | 1.91949 | 18               | 0.46000    | 19                 | 475                     |

|    |         |         |    |         |    |      |
|----|---------|---------|----|---------|----|------|
| 36 | 48.0616 | 1.89157 | 6  | 0.30500 | 6  | 107  |
| 37 | 49.5184 | 1.83928 | 9  | 0.22000 | 10 | 177  |
| 38 | 50.4280 | 1.80821 | 14 | 0.24000 | 15 | 301  |
| 39 | 51.6475 | 1.76835 | 9  | 0.16000 | 10 | 95   |
| 40 | 53.2293 | 1.71947 | 27 | 0.66500 | 29 | 904  |
| 41 | 54.0065 | 1.69654 | 19 | 0.83000 | 21 | 789  |
| 42 | 55.0661 | 1.66638 | 6  | 0.16000 | 6  | 70   |
| 43 | 56.3539 | 1.63131 | 13 | 0.23670 | 14 | 396  |
| 44 | 57.3019 | 1.60656 | 19 | 0.31330 | 21 | 441  |
| 45 | 58.3649 | 1.57980 | 8  | 0.32000 | 9  | 169  |
| 46 | 59.0721 | 1.56257 | 30 | 0.84500 | 32 | 1296 |
| 47 | 60.3642 | 1.53217 | 11 | 0.28000 | 12 | 232  |
| 48 | 61.3959 | 1.50888 | 24 | 0.50400 | 26 | 701  |
| 49 | 63.0816 | 1.47255 | 11 | 0.46330 | 12 | 265  |
| 50 | 64.0163 | 1.45329 | 18 | 0.44000 | 19 | 446  |
| 51 | 65.0927 | 1.43183 | 6  | 0.10000 | 6  | 28   |
| 52 | 65.9704 | 1.41489 | 8  | 0.21600 | 9  | 146  |
| 53 | 66.7622 | 1.40002 | 10 | 0.24000 | 11 | 156  |
| 54 | 67.6069 | 1.38457 | 9  | 0.19000 | 10 | 96   |
| 55 | 68.8216 | 1.36307 | 13 | 0.80000 | 14 | 544  |
| 56 | 69.5814 | 1.35003 | 12 | 0.42000 | 13 | 272  |
| 57 | 70.5751 | 1.33344 | 13 | 0.41200 | 14 | 287  |
| 58 | 71.4808 | 1.31875 | 18 | 0.88000 | 19 | 774  |
| 59 | 71.9807 | 1.31082 | 14 | 0.00000 | 15 | 0    |
| 60 | 72.5306 | 1.30223 | 13 | 0.22000 | 14 | 412  |
| 61 | 73.3853 | 1.28916 | 8  | 0.15000 | 9  | 108  |
| 62 | 74.7166 | 1.26945 | 10 | 0.23330 | 11 | 237  |
| 63 | 76.0496 | 1.25048 | 6  | 0.10000 | 7  | 95   |
| 64 | 78.3756 | 1.21909 | 6  | 0.08670 | 6  | 60   |
| 65 | 79.2087 | 1.20835 | 3  | 0.06000 | 3  | 30   |
| 66 | 80.9633 | 1.18653 | 6  | 0.07000 | 6  | 63   |
| 67 | 81.8314 | 1.17612 | 9  | 0.29330 | 10 | 184  |
| 68 | 82.3879 | 1.16958 | 10 | 0.26000 | 11 | 188  |
| 69 | 83.0977 | 1.16139 | 7  | 0.20000 | 8  | 89   |
| 70 | 83.5876 | 1.15582 | 13 | 0.34000 | 14 | 343  |
| 71 | 85.1622 | 1.13843 | 9  | 0.29000 | 10 | 205  |
| 72 | 85.7570 | 1.13205 | 6  | 0.08000 | 6  | 52   |
| 73 | 86.2619 | 1.12672 | 10 | 0.63000 | 11 | 371  |
| 74 | 87.4116 | 1.11483 | 7  | 0.13000 | 8  | 88   |
| 75 | 88.5913 | 1.10301 | 6  | 0.09000 | 6  | 63   |
| 76 | 89.9092 | 1.09023 | 3  | 0.02670 | 3  | 8    |

## 6.1.4 Hasil Karakterisasi sampel geothit suhu 90 °C



| # Strongest 3 peaks |              |         |         |     | 2θ      |                    |                         |
|---------------------|--------------|---------|---------|-----|---------|--------------------|-------------------------|
| no. peak            | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/II    |     | (avg)   | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
| 1                   | 12           | 21.1878 | 4.18990 | 100 | 0.72330 | 89                 | 4274                    |
| 2                   | 27           | 36.5993 | 2.45329 | 74  | 0.72570 | 66                 | 2291                    |
| 3                   | 24           | 33.1830 | 2.69764 | 58  | 0.75330 | 52                 | 2314                    |

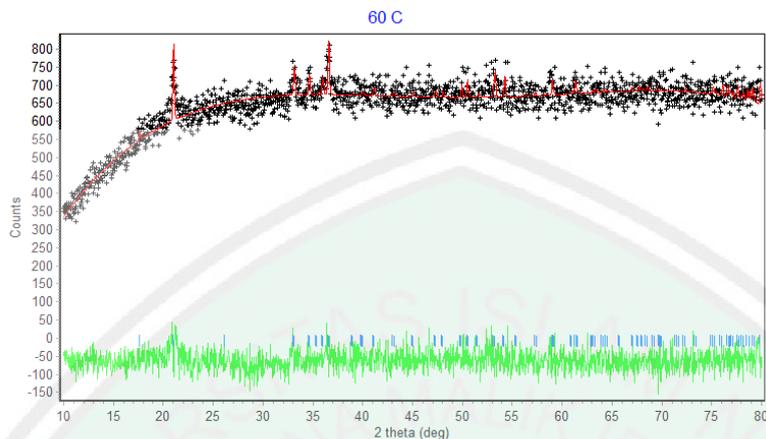
| # Peak Data List |              |         |      |            |                    |                         |  |
|------------------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|--|
| peak no.         | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/II | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |  |
| 1                | 10.3369      | 8.55089 | 7    | 0.12000    | 6                  | 67                      |  |
| 2                | 11.5690      | 7.64284 | 9    | 0.52000    | 8                  | 229                     |  |
| 3                | 12.9621      | 6.82439 | 9    | 0.44000    | 8                  | 185                     |  |
| 4                | 14.0529      | 6.29703 | 10   | 0.29000    | 9                  | 217                     |  |
| 5                | 14.9052      | 5.93882 | 9    | 0.26000    | 8                  | 280                     |  |
| 6                | 15.6132      | 5.67107 | 9    | 0.00000    | 8                  | 0                       |  |
| 7                | 16.7705      | 5.28224 | 22   | 1.00000    | 20                 | 1500                    |  |
| 8                | 17.6288      | 5.02695 | 28   | 0.00000    | 25                 | 0                       |  |
| 9                | 18.8066      | 4.71470 | 30   | 0.00000    | 27                 | 0                       |  |
| 10               | 19.7236      | 4.49752 | 28   | 0.00000    | 25                 | 0                       |  |
| 11               | 20.2022      | 4.39204 | 29   | 0.00000    | 26                 | 0                       |  |
| 12               | 21.1878      | 4.18990 | 100  | 0.72330    | 89                 | 4274                    |  |
| 13               | 22.1770      | 4.00520 | 28   | 0.00000    | 25                 | 0                       |  |
| 14               | 23.1947      | 3.83172 | 30   | 0.00000    | 27                 | 0                       |  |
| 15               | 24.3323      | 3.65509 | 25   | 0.00000    | 22                 | 0                       |  |
| 16               | 25.0509      | 3.55184 | 26   | 0.98660    | 23                 | 1242                    |  |
| 17               | 26.1290      | 3.40769 | 19   | 0.84000    | 17                 | 799                     |  |
| 18               | 27.2073      | 3.27503 | 18   | 0.52000    | 16                 | 576                     |  |
| 19               | 28.0460      | 3.17897 | 18   | 0.20000    | 16                 | 206                     |  |
| 20               | 28.5053      | 3.12878 | 17   | 0.72000    | 15                 | 582                     |  |
| 21               | 29.6013      | 3.01538 | 9    | 0.07500    | 8                  | 63                      |  |
| 22               | 31.3517      | 2.85091 | 3    | 0.06000    | 3                  | 33                      |  |
| 23               | 31.8611      | 2.80648 | 3    | 0.04000    | 3                  | 27                      |  |
| 24               | 33.1830      | 2.69764 | 58   | 0.75330    | 52                 | 2314                    |  |
| 25               | 34.6767      | 2.58478 | 36   | 0.50700    | 32                 | 907                     |  |
| 26               | 35.8172      | 2.50505 | 31   | 0.54660    | 28                 | 933                     |  |
| 27               | 36.5993      | 2.45329 | 74   | 0.72570    | 66                 | 2291                    |  |
| 28               | 38.5782      | 2.33188 | 19   | 1.16670    | 17                 | 1038                    |  |
| 29               | 39.9139      | 2.25687 | 24   | 0.56000    | 21                 | 636                     |  |
| 30               | 41.1806      | 2.19032 | 27   | 0.64500    | 24                 | 822                     |  |
| 31               | 42.5921      | 2.12095 | 8    | 0.24000    | 7                  | 168                     |  |
| 32               | 43.1718      | 2.09380 | 7    | 0.12000    | 6                  | 57                      |  |
| 33               | 43.9064      | 2.06046 | 7    | 0.29000    | 6                  | 156                     |  |
| 34               | 45.2356      | 2.00295 | 16   | 0.23000    | 14                 | 280                     |  |
| 35               | 46.4450      | 1.95357 | 10   | 0.15000    | 9                  | 130                     |  |
| 36               | 47.3745      | 1.91739 | 22   | 0.37000    | 20                 | 568                     |  |
| 37               | 48.6089      | 1.87154 | 9    | 0.08000    | 8                  | 45                      |  |
| 38               | 49.3660      | 1.84460 | 11   | 0.45500    | 10                 | 256                     |  |
| 39               | 50.2481      | 1.81427 | 3    | 0.08000    | 3                  | 30                      |  |
| 40               | 50.4630      | 1.80704 | 10   | 0.25000    | 9                  | 235                     |  |

|    |         |         |    |         |    |     |
|----|---------|---------|----|---------|----|-----|
| 41 | 51.6475 | 1.76835 | 7  | 0.12000 | 6  | 50  |
| 42 | 52.1873 | 1.75132 | 6  | 0.08000 | 5  | 29  |
| 43 | 53.1269 | 1.72254 | 44 | 0.46000 | 39 | 996 |
| 44 | 54.0465 | 1.69538 | 25 | 0.46000 | 22 | 536 |
| 45 | 55.1061 | 1.66526 | 12 | 0.20000 | 11 | 174 |
| 46 | 56.0307 | 1.63995 | 3  | 0.05000 | 3  | 13  |
| 47 | 57.3453 | 1.60544 | 18 | 0.48000 | 16 | 383 |
| 48 | 57.8651 | 1.59225 | 4  | 0.08000 | 4  | 45  |
| 49 | 58.9347 | 1.56588 | 25 | 0.50000 | 22 | 594 |
| 50 | 59.8677 | 1.54369 | 13 | 0.16670 | 12 | 118 |
| 51 | 61.2339 | 1.51248 | 20 | 0.46000 | 18 | 448 |
| 52 | 62.3669 | 1.48770 | 10 | 0.08670 | 9  | 70  |
| 53 | 63.7481 | 1.45875 | 25 | 0.29000 | 22 | 568 |
| 54 | 64.2829 | 1.44790 | 7  | 0.20000 | 6  | 80  |
| 55 | 65.2709 | 1.42835 | 9  | 0.39670 | 8  | 192 |
| 56 | 66.3323 | 1.40805 | 10 | 0.10000 | 9  | 125 |
| 57 | 67.2421 | 1.39119 | 8  | 0.12000 | 7  | 66  |
| 58 | 67.7285 | 1.38238 | 8  | 0.13330 | 7  | 80  |
| 59 | 68.1168 | 1.37544 | 4  | 0.11000 | 4  | 33  |
| 60 | 69.1498 | 1.35740 | 10 | 0.23670 | 9  | 172 |
| 61 | 69.6414 | 1.34901 | 6  | 0.08000 | 5  | 30  |
| 62 | 71.5808 | 1.31715 | 18 | 0.72000 | 16 | 567 |
| 63 | 72.6605 | 1.30022 | 3  | 0.04000 | 3  | 15  |
| 64 | 75.2078 | 1.26237 | 16 | 0.21600 | 14 | 172 |
| 65 | 75.6897 | 1.25553 | 3  | 0.14000 | 3  | 24  |
| 66 | 76.4645 | 1.24473 | 15 | 0.37000 | 13 | 250 |
| 67 | 77.0253 | 1.23706 | 13 | 0.22800 | 12 | 229 |
| 68 | 78.3690 | 1.21918 | 12 | 0.18000 | 11 | 124 |
| 69 | 79.2803 | 1.20744 | 18 | 0.29670 | 16 | 333 |
| 70 | 79.7852 | 1.20106 | 13 | 0.29330 | 12 | 261 |
| 71 | 80.6517 | 1.19033 | 7  | 0.10670 | 6  | 62  |
| 72 | 81.4482 | 1.18069 | 8  | 0.18000 | 7  | 96  |
| 73 | 82.3679 | 1.16982 | 10 | 0.18000 | 9  | 154 |
| 74 | 84.1008 | 1.15007 | 16 | 0.31330 | 14 | 279 |
| 75 | 84.5423 | 1.14519 | 19 | 0.35000 | 17 | 342 |
| 76 | 86.0069 | 1.12940 | 18 | 0.46000 | 16 | 415 |
| 77 | 86.4568 | 1.12468 | 17 | 0.32000 | 15 | 286 |
| 78 | 87.2666 | 1.11631 | 6  | 0.06000 | 5  | 33  |
| 79 | 88.5063 | 1.10385 | 12 | 0.28660 | 11 | 202 |
| 80 | 89.2436 | 1.09663 | 15 | 0.34500 | 13 | 260 |

## Lampiran 7

### Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

#### 7.1 Suhu 60 °C



PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000

CELL PARAMETERS = 9.944053 0.000014 0.000000

3.019031 -0.000014 0.000000

4.613456 0.000013 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.101 0.331 0.217 90.000 90.000 90.000

CELL VOLUME = 138.502411 0.000000

SCALE \* VOLUME = 1.385024 0.000000

Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |

+-----+

| 1 | 3.32 | 4.59 | 5.10 | 1.817 | 1.677 | 1739 |

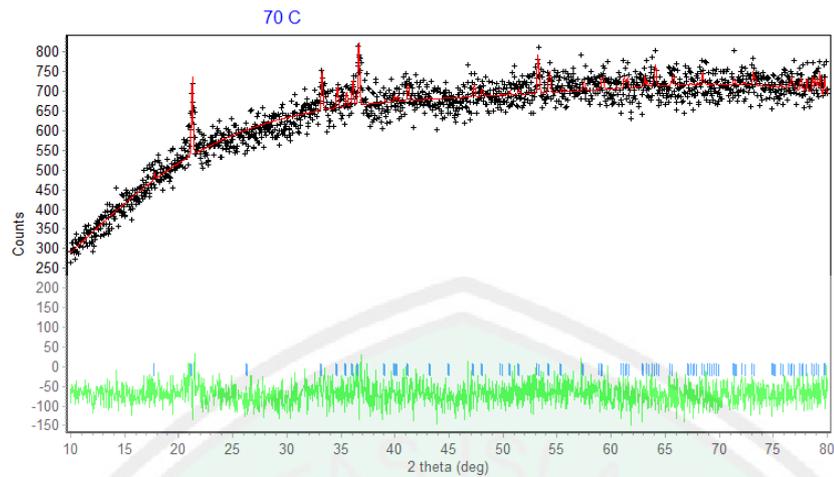
+-----+

| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |

+-----+

| 0.3742E+05 | 0.1127E+07 | 0.1127E+07 | 0.6699E+06 | 0.8104E+00 | 0.1384E+20 |

## 7.2 Suhu 70 °C



PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000

CELL PARAMETERS = 9.958837 -0.005464 0.000000

3.027141 -0.001659 0.000000

4.607518 -0.002582 0.000000

90.000008 0.000008 0.000000

90.000008 0.000008 0.000000

90.000008 0.000008 0.000000

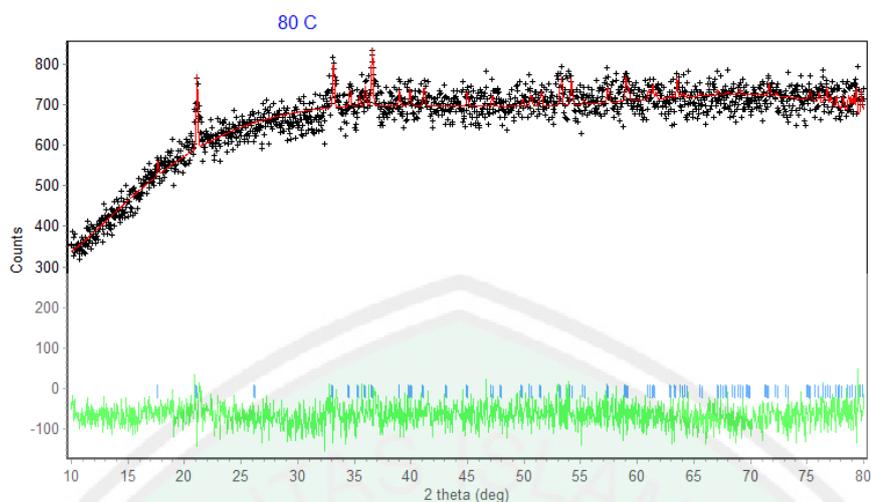
RECIPROCAL CELL = 0.100 0.330 0.217 90.000 90.000 90.000

CELL VOLUME = 138.901947 0.000000

SCALE \* VOLUME = 1.389019 0.000000

| Hist       | Rp         | Rwp        | Rexp       | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P  |
|------------|------------|------------|------------|---------------|-------------|------|
| 1          | 3.22       | 4.56       | 5.49       | 1.907         | 1.812       | 1739 |
| SUMYDIF    | SUMYOBS    | SUMYCALC   | SUMWYOBSQ  | GOF           | CONDITION   |      |
| 0.3617E+05 | 0.1122E+07 | 0.1122E+07 | 0.5774E+06 | 0.6909E+00    | 0.1384E+20  |      |

## 7.3 Suhu 80 °C



PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000

CELL PARAMETERS = 9.934766 -0.000134 0.000000

3.018128 -0.000072 0.000000

4.610046 -0.000053 0.000000

90.000008 0.000008 0.000000

90.000008 0.000008 0.000000

90.000008 0.000008 0.000000

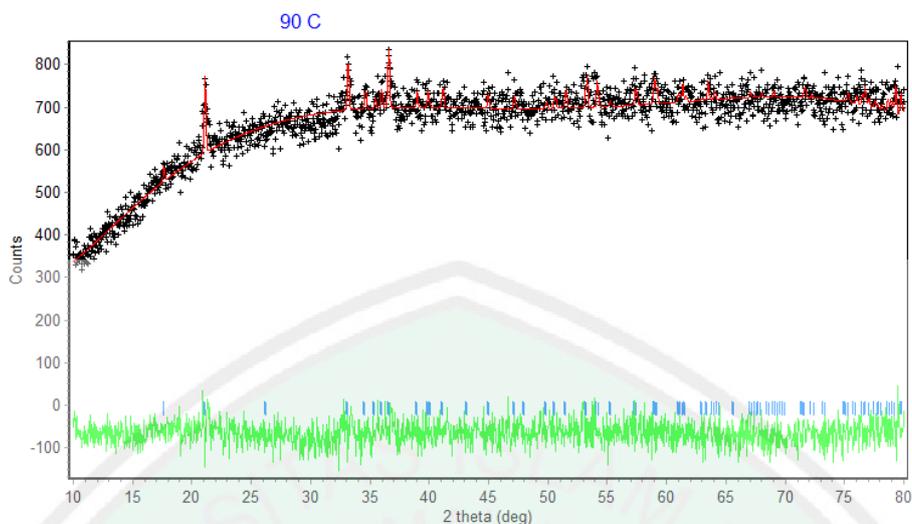
RECIPROCAL CELL = 0.101 0.331 0.217 90.000 90.000 90.000

CELL VOLUME = 138.229477 0.000000

SCALE \* VOLUME = 1.382295 0.000000

| -----+  |      |      |      |               |             |      |
|---|------|------|------|---------------|-------------|------|
| Hist  | Rp   | Rwp  | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P  |
| -----+  |      |      |      |               |             |      |
| 1   | 3.20 | 4.35 | 5.03 | 1.700         | 1.638       | 1739 |
| -----+  |      |      |      |               |             |      |
| SUMYDIF   SUMYOBS   SUMYCALC   SUMWYOBSQ   GOF   CONDITION                  |      |      |      |               |             |      |
| -----+  |      |      |      |               |             |      |
| 0.3831E+05   0.1196E+07   0.1196E+07   0.6886E+06   0.7501E+00   0.1384E+20 |      |      |      |               |             |      |

## 7.4 Suhu 90 °C



PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000

CELL PARAMETERS = 9.965591 -0.000116 0.000000

3.027335 -0.000066 0.000000

4.610007 -0.000091 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.100 0.330 0.217 90.000 90.000 90.000

CELL VOLUME = 139.080154 0.000000

SCALE \* VOLUME = 1.390802 0.000000

| Hist | Rp   | Rwp  | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P  |
|------|------|------|------|---------------|-------------|------|
| 1    | 3.13 | 4.35 | 5.10 | 1.759         | 1.649       | 1740 |

-----+

| 1 | 3.13 | 4.35 | 5.10 | 1.759 | 1.649 | 1740 |

-----+

| SUMYDIF    | SUMYOBS    | SUMYCALC   | SUMWYOBSQ  | GOF        | CONDITION  |
|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| 0.3640E+05 | 0.1163E+07 | 0.1163E+07 | 0.6684E+06 | 0.7271E+00 | 0.1363E+16 |

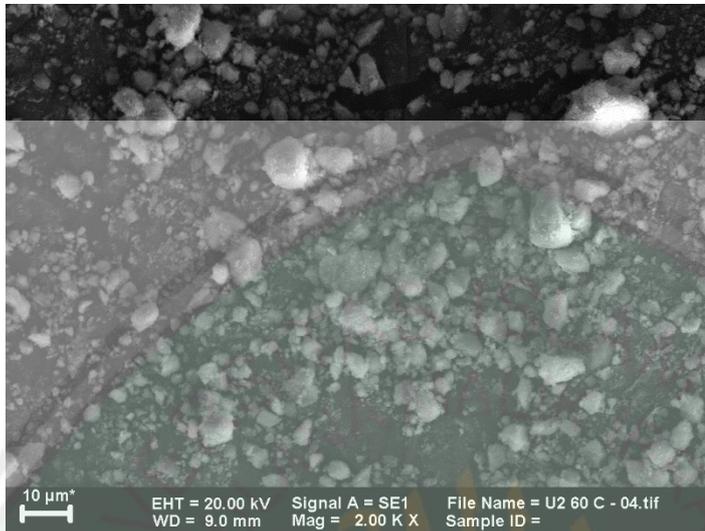
-----+

| 0.3640E+05 | 0.1163E+07 | 0.1163E+07 | 0.6684E+06 | 0.7271E+00 | 0.1363E+16 |

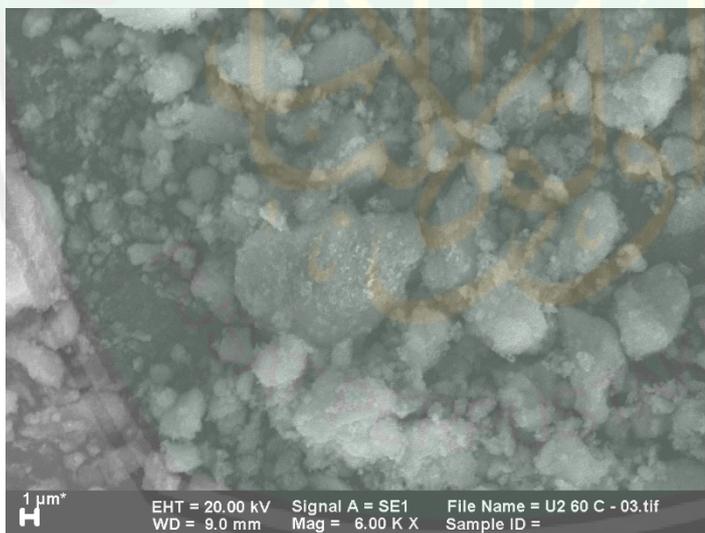
## Lampiran 8

### Hasil Karakterisasi SEM-EDX

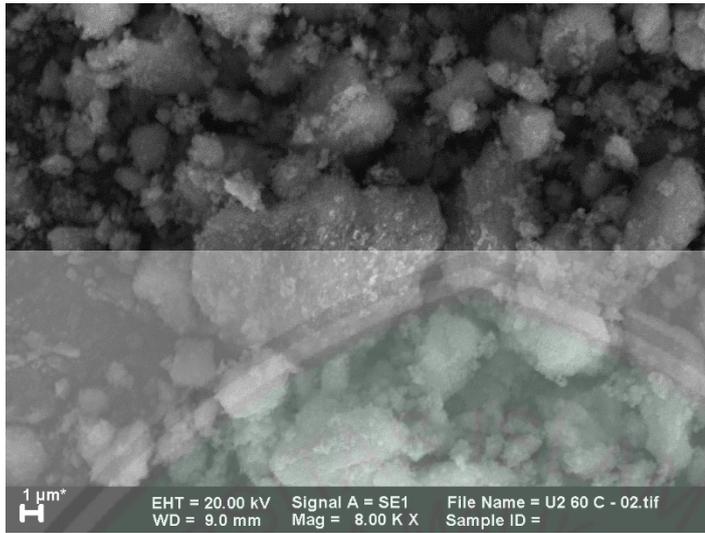
#### 8.1 Karakterisasi suhu 60 C perbesaran 2000x



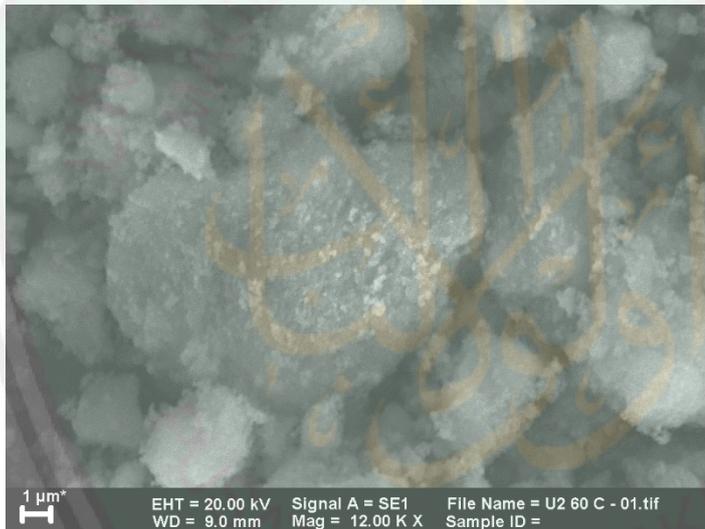
#### 8.2 Karakterisasi suhu 60 C perbesaran 6000x



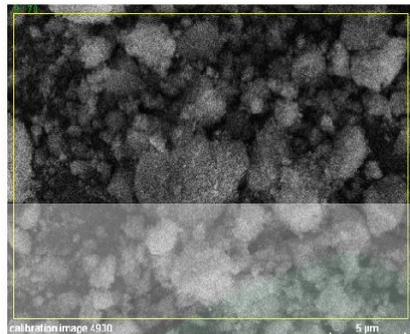
### 8.3 Karakterisasi suhu 60 C perbesaran 8000x



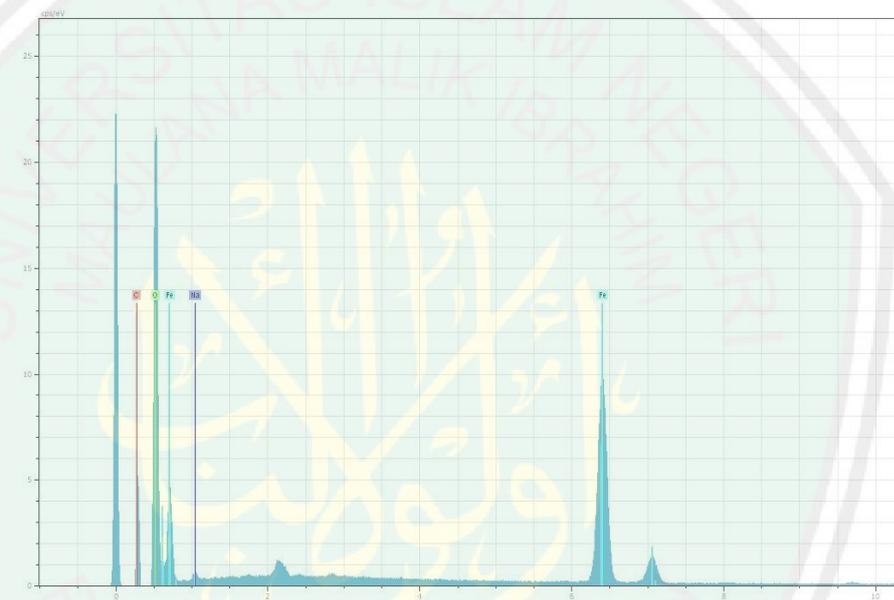
### 8.4 Karakterisasi suhu 60 C perbesaran 12000x



### 8.5 Perbesaran 6000x di Karakterisasi EDX



calibration image 4930  
SE MAG: 6000 x HV: 20.0 kV WD: 9.1 mm  
calibration image 4930 Date: 9/14/2017 1:36:59 PM Image  
size: 512 x 384 Mag: 6000x HV: 20.0 kV



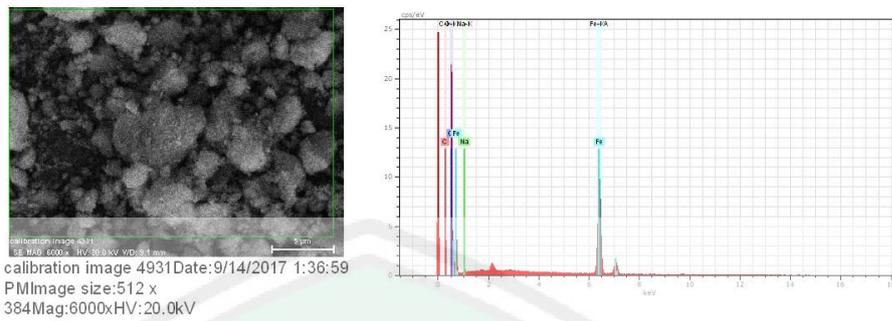
3 178 Date: 9/14/2017 1:37:43 PM HV: 20.0 kV Puls th.: 6.72 kcps

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

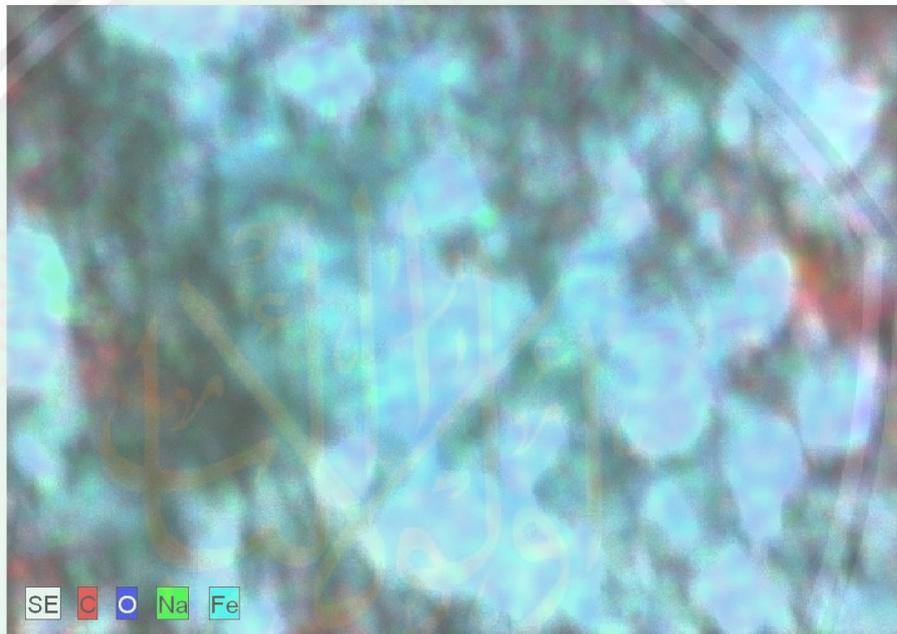
|    |    |          |       |       |       |     |
|----|----|----------|-------|-------|-------|-----|
| Fe | 26 | K-series | 44.54 | 48.49 | 20.67 | 1.2 |
| O  | 8  | K-series | 40.65 | 44.25 | 65.86 | 4.6 |
| C  | 6  | K-series | 5.77  | 6.29  | 12.46 | 0.8 |
| Na | 11 | K-series | 0.89  | 0.97  | 1.00  | 0.1 |

Total: 91.85 100.00 100.00

## 8.6 Pengukuran dengan EDX



calibration image 21 3887 Date:9/14/2017 1:40:33 PM Image size:495 x 349 Mag:6000x HV:20.0kV



## Lampiran 9

### Hasil Uji Warna Pigmen Geothit Menggunakan Color Reader

| Kode     | L*   | a*   | b*   |
|----------|------|------|------|
| U1 60 °C | 37,8 | 31,7 | 20,6 |
| U2 60 °C | 38,2 | 23,4 | 15,8 |
| U3 60 °C | 37,3 | 25,7 | 14,8 |
| U1 70 °C | 39,8 | 23,4 | 23,3 |
| U2 70 °C | 39,7 | 20,8 | 21,4 |
| U3 70 °C | 40,5 | 19,9 | 21,5 |
| U1 80 °C | 39,0 | 21,7 | 22,9 |
| U2 80 °C | 41,1 | 20,7 | 22,6 |
| U3 80 °C | 39,0 | 23,1 | 22,1 |
| U1 90 °C | 37,7 | 18,7 | 18,3 |
| U2 90 °C | 38,7 | 18,6 | 19,4 |
| U3 90 °C | 39,7 | 20,6 | 19,2 |

#### 9.1 Menghitung Nilai C\* dan H

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

$$\text{Hue} = \text{Tan}^{-1} (b^*/a^*)$$

Keterangan:

C\*= Chroma jika (+) cerah, (-) kusam

a\*= Koordinat variasi warna dari hijau sumbu (-) hingga merah sumbu (+)

b\*= Koordinat variasi warna dari biru sumbu (-) hingga kuning sumbu (+)

L\*= Sumbu kecerahan nilainya berkisar dari 0 hitam hingga 100 putih

##### 1. Suhu 60 °C ulangan 1

$$\begin{aligned} C^* &= [(31,7)^2 + (20,6)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (20,6/31,7) \\ &= (1004,89 + 424,36)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,64984 \\ &= (1429,25)^{1/2} & &= 33,0174 \\ &= 37,8054 \end{aligned}$$

##### 2. Suhu 60 °C ulangan 2

$$\begin{aligned} C^* &= [(23,4)^2 + (15,8)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (15,8/23,4) \\ &= (547,56 + 249,64)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,675213 \\ &= (797,2)^{1/2} & &= 34,027 \\ &= 28,2347 \end{aligned}$$

## 3. Suhu 60 °C ulangan 3

$$\begin{aligned} C^* &= [(25,7)^2 + (14,8)^2]^{1/2} \\ &= (660,49 + 219,04)^{1/2} \\ &= (879,53)^{1/2} \\ &= 29,65687 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (14,8/25,7) \\ &= \text{Tan}^{-1} 0,5758754 \\ &= 29,936 \end{aligned}$$

## 4. Suhu 70 °C ulangan 1

$$\begin{aligned} C^* &= [(23,4)^2 + (23,3)^2]^{1/2} \\ &= (547,56 + 542,89)^{1/2} \\ &= (1090,41)^{1/2} \\ &= 33,021 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (23,3/23,4) \\ &= \text{Tan}^{-1} 0,99572 \\ &= 44,877 \end{aligned}$$

## 5. Suhu 70 °C ulangan 2

$$\begin{aligned} C^* &= [(20,8)^2 + (21,4)^2]^{1/2} \\ &= (432,64 + 457,96)^{1/2} \\ &= (890,6)^{1/2} \\ &= 29,8429 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (21,4/20,8) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,02884 \\ &= 45,8144 \end{aligned}$$

## 6. Suhu 70 °C ulangan 3

$$\begin{aligned} C^* &= [(19,9)^2 + (21,5)^2]^{1/2} \\ &= (396,01 + 462,25)^{1/2} \\ &= (858,26)^{1/2} \\ &= 29,29607 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (21,5/19,9) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,0804 \\ &= 47,2131 \end{aligned}$$

## 7. Suhu 80 °C ulangan 1

$$\begin{aligned} C^* &= [(21,9)^2 + (22,9)^2]^{1/2} \\ &= (470,89 + 524,41)^{1/2} \\ &= (995,3)^{1/2} \\ &= 31,5483 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (22,9/21,9) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,0552 \\ &= 46,538 \end{aligned}$$

## 8. Suhu 80 °C ulangan 2

$$\begin{aligned} C^* &= [(20,7)^2 + (22,6)^2]^{1/2} \\ &= (428,49 + 510,76)^{1/2} \\ &= (939,25)^{1/2} \\ &= 30,6471 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (22,6/20,7) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,09178 \\ &= 47,5123 \end{aligned}$$

9. Suhu 80 °C ulangan 3

$$\begin{aligned} C^* &= [(23,1)^2 + (22,1)^2]^{1/2} \\ &= (533,61 + 488,41)^{1/2} \\ &= (1022,02)^{1/2} \\ &= 31,969 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (22,1/23,1) \\ &= \text{Tan}^{-1} 0,95670 \\ &= 43,7323 \end{aligned}$$

10. Suhu 90 °C ulangan 1

$$\begin{aligned} C^* &= [(18,7)^2 + (18,3)^2]^{1/2} \\ &= (349,69 + 334,89)^{1/2} \\ &= (684,58)^{1/2} \\ &= 26,16447 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (18,7/18,3) \\ &= \text{Tan}^{-1} 0,97860 \\ &= 44,3803 \end{aligned}$$

11. Suhu 90 °C ulangan 2

$$\begin{aligned} C^* &= [(18,6)^2 + (19,4)^2]^{1/2} \\ &= (345,96 + 376,36)^{1/2} \\ &= (722,32)^{1/2} \\ &= 26,87601 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (19,4/18,6) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,043010 \\ &= 46,206 \end{aligned}$$

12. Suhu 90 °C ulangan 3

$$\begin{aligned} C^* &= [(20,6)^2 + (19,2)^2]^{1/2} \\ &= (424,36 + 368,64)^{1/2} \\ &= (793)^{1/2} \\ &= 28,16025 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (19,2/20,6) \\ &= \text{Tan}^{-1} 0,93203 \\ &= 42,9851 \end{aligned}$$

## Lampiran 10

### Perhitungan Ukuran Kristal Pigmen Geothit

#### 9.1 Ukuran Kristal Geothit

Persamaan Debye-Scherrer

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta)$$

Dimana:

D = ukuran partikel (nm)       $\lambda$  = panjang gelombang radiasi  
 K = konstanta (0,9)               $\beta$  = integrasi luas puncak refleksi(FWHM)  
 $\theta$  = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

1. Suhu 60 °C

Diketahui :

$\lambda$  (K $\alpha$ )            : 1,54060

$\beta$  (FWHM)        : 0,75330°  $\longrightarrow$   $= \frac{0,75330}{180} \times 3,14 = 0,0131409$

2 $\theta$                  : 21,1030  $\longrightarrow$   $= \frac{21,1030}{2} = 10,5515$

Cos  $\theta$              : 0,98309

Ditanya            : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0131409 \times 0,98309} = 114,976 \text{ \AA} = 11,4976 \text{ nm}$$

Perhitungan variasi lain dan posisi 2 theta yang berbeda dilakukan dengan cara yang sama sehingga diperoleh hasil perhitungan pada Tabel dibawah ini.

| Produk             | 2 Theta | Ukuran Kristal (nm) |
|--------------------|---------|---------------------|
| Geothit suhu 60 °C | 21,1030 | 11,4976             |
|                    | 36,5198 | 11,9985             |
|                    | 33,1155 | 15,0727             |
| Geothit suhu 70 °C | 21,2707 | 12,3224             |
|                    | 36,6431 | 12,1106             |
|                    | 33,3020 | 16,4951             |
| Geothit suhu 80 °C | 21,2768 | 11,1763             |
|                    | 36,6564 | 13,6249             |
|                    | 33,2696 | 14,1215             |
| Geothit suhu 90 °C | 21,1878 | 11,9747             |
|                    | 36,5993 | 12,0148             |
|                    | 33,1830 | 12,3700             |

## Lampiran 11

## Dokumentasi Penelitian



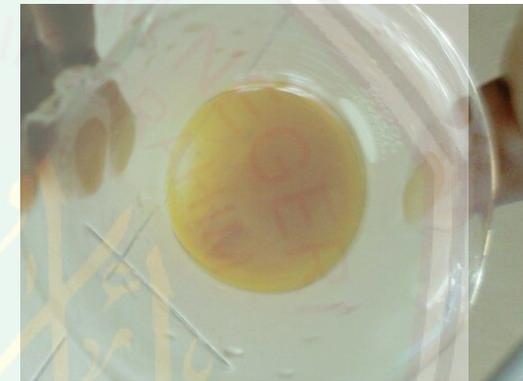
Sampel limbah bubuk besi



Pemanasan prekursor



Prekursor Keras

Cek prekursor  $\text{Fe}^{3+}$  dengan  $\text{NaOH}$ Penambahan Aquademin dan  $\text{NaHCO}_3$ Pengaturan pH dengan  $\text{NaOH}$



Proses sintesis variasi suhu



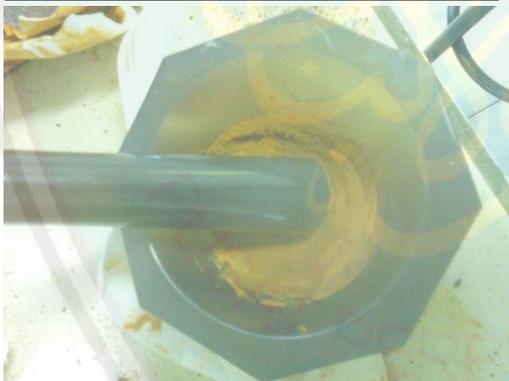
Setelah proses sintesis didiamkan 24 jam



Penyaringan hasil sintesis geothit



Proses pengeringan hasil sintesis geothit



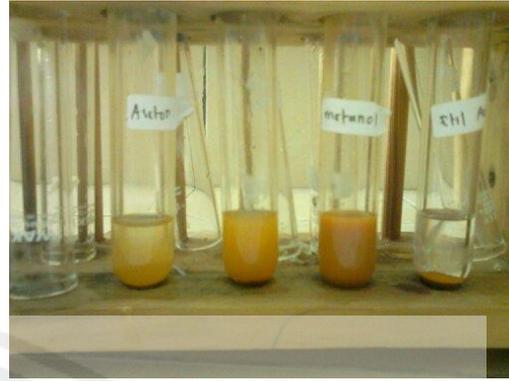
Penghalusan serbuk geothit



Hasil serbuk geothit



Uji kelarutan dengan n-Heksana, etanol



Uji kelarutan dengan aseton, metanol, etil asetat



Kelarutan dengan campurn metanol dan aseton



Kelarutan dengan diklorometana dan metil benzena



Kelarutan dengan Toulena