

**SINTESIS PIGMEN MAGHEMIT (γ -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT
INDUSTRI KERAJINAN BESI DENGAN VARIASI SUHU KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
LISANA SIDQI RODLIYA
NIM. 13630048



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018**

**SINTESIS PIGMEN MAGHEMIT (γ -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT
INDUSTRI KERAJINAN BESI DENGAN VARIASI SUHU KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
LISANA SIDQI RODLIYA
NIM. 13630048

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 TEKNOOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018**

**SINTESIS PIGMEN MAGHEMIT ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) DARI LIMBAH BUBUT
INDUSTRI KERAJINAN BESI DENGAN VARIASI SUHU KALSINASI**

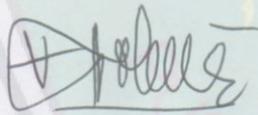
SKRIPSI

Oleh:
LISANA SIDQI RODLIYA
NIM. 13630048

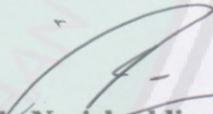
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 5 Februari 2018

Pembimbing I

Pembimbing II



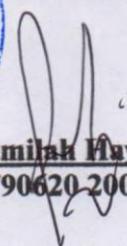
Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070



Ach. Nasiehuddin, M.A
NIP. 19730705 200003 1 002



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


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

**SINTESIS PIGMEN MAGHEMIT ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) DARI LIMBAH BUBUT
INDUSTRI KERAJINAN BESI DENGAN VARIASI SUHU KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
LISANA SIDQI RODLIYA
NIM. 13630048

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 5 Februari 2018

Penguji Utama	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007	(.....)
Ketua Penguji	: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si NIDT. 19831226 20180201 2 249	(.....)
Sekretaris Penguji	: Nur Aini, M.Si NIDT. 19840608 20160801 2 070	(.....)
Anggota Penguji	: Ach. Nasichuddin, M.A NIP. 19730705 200003 1 002	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



Elok Karimah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Lisana Sidqi Rodliya

Nim : 13630048

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesi Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Industri Kerajian Besi dengan Variasi Suhu Kalsinasi

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan 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, Februari 2018

Yang membuat pernyataan,



Lisana Sidqi Rodliya
NIM. 13630048

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum, Wr. Wb.

Syukur alhamdulillah penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul **“Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Industri Kerajinan Besi dengan Variasi Suhu Kalsinasi”**. Sholawat serta salam kepada Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan syafaatnya.

Dengan segala kerendahan hati, penulis menyadari bahwa selama berlangsungnya proses penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua yang selalu memberikan do'a, semangat, motivasi, dukungan moral dan materil dalam menyelesaikan studi dan penulisan skripsi.
2. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si sebagai Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si dan Bapak Ach. Nasichuddin, M.A yang memberikan bimbingan, pengarahan dan kesabarannya tentang penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
5. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

6. Seluruh Laboran dan Staff administrasi Jurusan Kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.
7. Teman-teman tim besi oksida yang membantu penulis dengan penuh kesabaran dan keikhlasan dalam menyelesaikan skripsi ini.
8. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

Penulis menyadari atas terbatasnya ilmu yang penulis miliki. Penulisan skripsi ini tetntu masih jauh dari sempurna. Untuk itu penulis dengan senang hati mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dalam penulisan selanjutnya. Terlepas dari segala kekurangan, semoga skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta manfaat bagi kita semua. Amin

Wassalamu'alaikum, Wr. Wb

Malang, Februari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
ABSTRACT	xiii
ملخص البحث	xiv
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	5
1.3. Tujuan Penelitian	6
1.4. Batasan Masalah	6
1.5. Manfaat Penelitian	6
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Limbah Bubut Besi sebagai Bahan Dasar Besi Oksida	7
2.2. Potensi Besi Oksida sebagai Pigmen	8
2.3. Besi dalam Alqur'an	13
2.4. Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) sebagai Pigmen Besi Oksida	16
2.5. Metode Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)	19
2.5.1. Metode-Presipitasi Kalsinasi	20
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	28
3.2. Alat dan Bahan Penelitian	28
3.2.1. Alat	28
3.2.2. Bahan	28
3.3. Rancangan Penelitian	29
3.4. Tahapan Penelitian	29
3.5. Prosedur Penelitian	30
3.5.1. Preparasi Sampel	30
3.5.2. Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Suhu Kalsinasi	31
3.5.3. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	31
3.5.4. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i> CR-10	32
3.5.5. Karakterisasi Hasil Kalsinasi Terbaik Mikroskop Pemindai Elektron –Spektroskopi Dispersif Energi(SEM-EDS)	32
3.6. Analisa Data	32

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Limbah Bubut Besi	34
4.1.1 Karakterisasi Sampel dengan Fluoresensi Sinar-X (XRF)	34
4.1.2 Pembuatan Prekursor Ferro (Fe^{2+}) dan Ferric (Fe^{3+})	35
4.2. Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Suhu Kalsinasi ..	37
4.3. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	40
4.4. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i> CR-10	46
4.5. Karakterisasi Hasil Kalsinasi dengan Mikroskop Pemindai Elektron – Spektroskopi Dispersif Energi (SEM-EDS)	50
4.6. Pemanfaatan Limbah Bubut Besi sebagai Pigmen dalam Pandangan Islam	53

BAB V PENUTUP

5.1. Kesimpulan	57
5.2. Saran	57

DAFTAR PUSTAKA	58
-----------------------------	----

LAMPIRAN	64
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Warna besi oksida	12
Gambar 2.2	Struktur kubus maghemit	17
Gambar 2.3	Diagram pourboix besi – air	24
Gambar 2.4	Difraktogram XRD standar magnetit (No. 19-0629) dan maghemit (No. 39-1346)	25
Gambar 4.1	Uji magnet pada sampel limbah besi	34
Gambar 4.2	Hasil uji kimia a) Besi (II) dan b) Besi (III)	37
Gambar 4.3	Produk a) sebelum kalsinasi dan b) sesudah kalsinasi	40
Gambar 4.4	Uji magnet sampel a) sebelum kalsinasi dan b) setelah kalsinasi	40
Gambar 4.5	Pola difraktogram XRD sampel dengan variasi suhu kalsinasi...41	
Gambar 4.6	Pola difraktogram XRD pada posisi 2θ	43
Gambar 4.7	Hasil <i>refinement</i> sampel sebelum kalsinasi	44
Gambar 4.8	Hasil <i>refinement</i> sampel setelah kalsinasi suhu 350 °C	45
Gambar 4.9	Struktur tetragonal maghemit	46
Gambar 4.10	Hasil Kalsinasi Suhu a) 300 °C, b) 350 °C, c) 400 °C dan d) 450 °C	47
Gambar 4.11	Grafik hubungan nilai a^* dan b^* hasil kalsinasi	48
Gambar 4.12	Diagram warna kroma dan <i>hue</i>	49
Gambar 4.13	Hasil SEM maghemit perbesaran (a) 3000x, (b) 5000x, (c) 10000x dan d) 15000x	51
Gambar 4.14	Hasil pengukuran ukuran partikel sampel maghemit	52

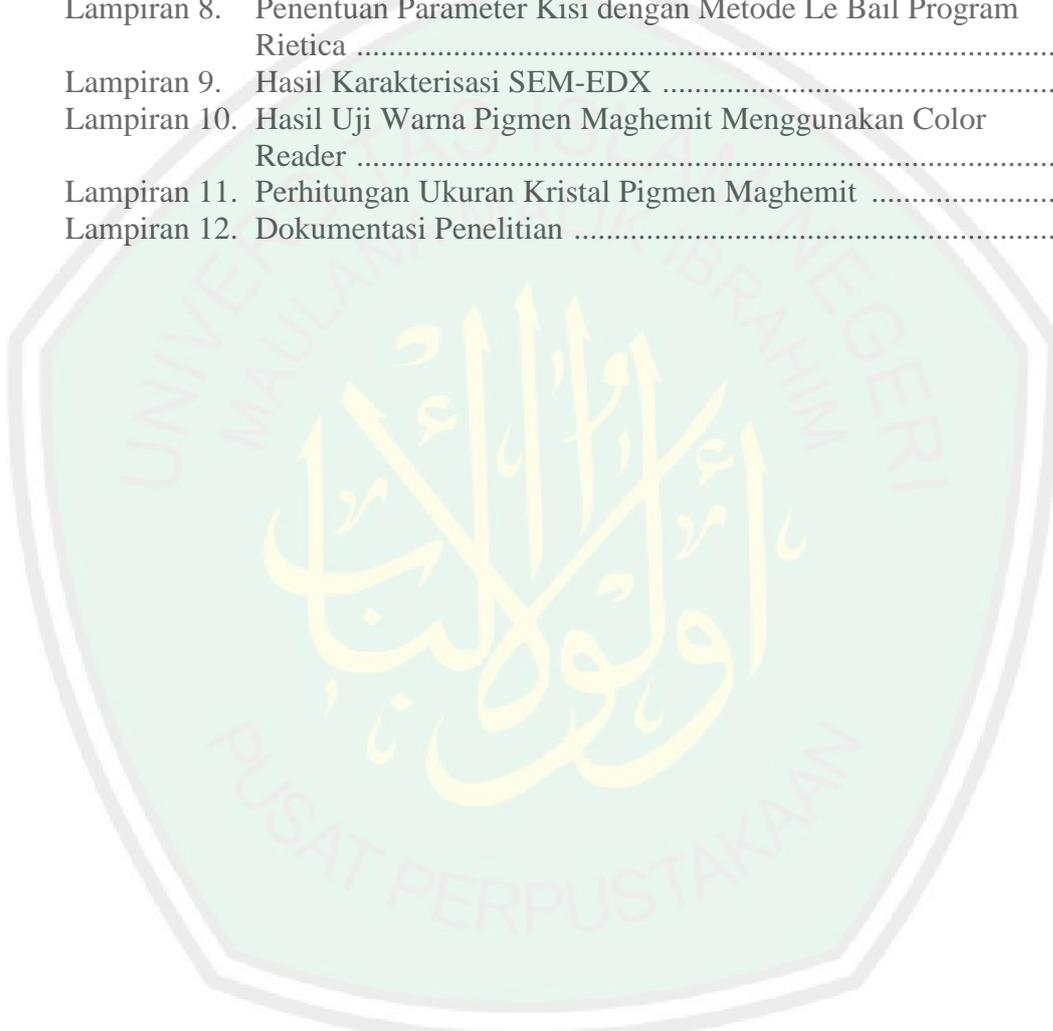
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan limbah bubuk besi	8
Tabel 2.2	Macam – macam besi oksida	11
Tabel 2.3	Karakteristik maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)	18
Tabel 4.1	Hasil XRF limbah bubuk besi	35
Tabel 4.2	Perbandingan posisi 2θ standar dan sampel	42
Tabel 4.3	Ukuran kristal produk kalsinasi	46
Tabel 4.4	Komponen maghemit 350 °C hasil EDX	52



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Rancangan Penelitian	64
Lampiran 2.	Diagram Alir Penelitian	65
Lampiran 3.	Hasil Refinemen Sampel Hasil Kalsinasi	67
Lampiran 4.	Perhitungan	68
Lampiran 5.	Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Limbah Bubut Besi	71
Lampiran 6.	Standar Maghemit ICSD 87121	72
Lampiran 7.	Hasil Karakterisasi XRD	74
Lampiran 8.	Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica	77
Lampiran 9.	Hasil Karakterisasi SEM-EDX	96
Lampiran 10.	Hasil Uji Warna Pigmen Maghemit Menggunakan Color Reader	100
Lampiran 11.	Perhitungan Ukuran Kristal Pigmen Maghemit	102
Lampiran 12.	Dokumentasi Penelitian	103



ABSTRAK

Rodliya, Lisana Sidqi. 2018. **Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Dari Limbah Bubut Industri Kerajinan Besi dengan Variasi Suhu Kalsinasi**. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Pembimbing I: Nur Aini, M.Si; Pembimbing II: Ach. Nasichuddin, M.A;
Konsultan: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

Kata Kunci: Limbah bubuk, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, suhu kalsinasi, pigmen

Limbah bubuk besi merupakan limbah padat yang dihasilkan oleh industri kerajinan besi selama proses produksinya. Limbah tersebut dapat menyebabkan pencemaran lingkungan jika dibuang sembarangan, untuk itu perlu didaur ulang menjadi pigmen. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis pigmen maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi suhu kalsinasi. Pigmen maghemit diperoleh dari presipitasi prekursor *ferrous:ferric* ($\text{Fe}^{2+}:\text{Fe}^{3+}$) menggunakan amonium hidroksida dan dikalsinasi pada variasi suhu 300, 350, 400 dan 450 °C selama 3 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD, *Color Reader* dan SEM-EDX

Hasil XRD menunjukkan seluruh sampel hasil kalsinasi sesuai dengan standar maghemit tetragonal, dengan karakter dan intensitas tertinggi pada suhu 350 °C. Ukuran kristal sampel kalsinasi pada suhu 350 °C 31,20 nm. Berdasarkan analisis warna, sampel hasil kalsinasi sesuai dengan range kecerahan dan kroma maghemit. Tidak terjadi perbedaan warna yang signifikan pada sampel. Hasil warna sampel hasil kalsinasi suhu 350 °C memiliki karakter kecerahan (L^*) optimum dibandingkan yang lain. Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa ukuran dan bentuk partikel yang dihasilkan tidak seragam, serta terdapat impuritis seperti C dan Mn.

ABSTRACT

Rodliya, Lisana Sidqi. 2018. **Synthesis of Maghemite Pigment ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) From Lathe Waste Iron Craft Industry with Calcination Temperature Variation.** Thesis. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang.
Supervisor I: Nur Aini, M.Si; Supervisor II: Ach. Nasichuddin, M.A; Consultant : Lilik Miftahul Khoiroh, M. Si.

Keyword: Waste iron lathe, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, calcination temperature, pigment

Iron lathe was a solid waste generated by iron craft industry during the production process. The waste may cause pollution of the environment if disposed carelessly, therefore, can be recycled into pigment. This main aim to synthesize of maghemite pigment ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) with calcination temperature variation. Maghemite pigment was obtained from the precipitation of ferrous; *ferric* precursors ($\text{Fe}^{2+}:\text{Fe}^{3+}$) using ammonium hydroxide and calcined with temperature variations of 300, 350, 400 and 450 °C for 3 hours. The results were characterized by XRD, Color Reader and SEM-EDX.

The XRD data showed that tetragonal maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) was obtained at all temperature, with the highest character and intensity of tetragonal geometric at 350 °C. Crystallite size of sample at 350 °C was 31,20 nm. Based on color analysis, the samples were corresponded to lightness and chroma of maghemite. And had no color difference, but sample at 350 °C showed the optimum lightness (L^*). SEM-EDX result showed, the morphology of maghemite had not uniform particles and impurities, such as C and Mn.

ملخص البحث

راضيا، ليسانا صدق. ٢٠١٨. توليفات صبغ (Maghemit (γ -Fe₂O₃) من قمامة مخرطة صناعة الفلاذية بعدة درجة التكلّيس. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، وجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: نور عيني الماجستير، المشرف الثاني: أحمد ناصح الدين الماجستير، المستشارة: ليليك مفتاح الخيرة الماجستير.

الكلمات الأساسية: قمامة المخرطة، γ -Fe₂O₃، درجة التكلّيس، الصبغ.

أن قمامة مخرطة فلاذية القمامة الرطبية التي تحصلها صناعة الفلاذية ما دام عملية الصناعة. إن ضاعت القمامة في أيّ مكان فتؤدى إلى تلوث البيئة، من أجل ذلك يحتاج إلى إعادة التدوير لكي يكون صبغا. تهدف هذه الدراسات ليقوم توليفة الصبغ (Maghemit (γ -Fe₂O₃) بعدة درجة التكلّيس. أن صبغ maghemit مكتسب من أمطار سلائف. $ferrous:ferric$ (Fe²⁺:Fe³⁺) باستخدام الأمونيوم الهيدروكسيدة والمكلس على درجة ٣٠٠، ٣٥٠، ٤٠٠، و ٤٥٠ °C مادام ثلاث ساعات. أما النتيجة المكتسبة التوصيفة باستخدام XRD، Color Reader، SEM-EDX. تدل نتيجة XRD إلى أن جميع عينة حصول التكلّيس مناسبة بمعيار maghemit رباعي الزوايا، بالطبيعة والكثافة العالية على الدرجة ٣٥٠ °C. مقياس بلورة عينة التكلّيس على الدرجة ٣٥٠ °C ٣١،٢٠ nm. إضافة إلى تحليل الألوان، أن عينة نتيجة التكلّيس مناسبة بمجموعة السطوع وكروم maghemit. لا يقع اختلاف الألوان الملحوظ على العينة. أن نتيجة الوان العينة هي نتيجة التكلّيس على الدرجة ٣٥٠ °C التي لها طبيعة البلوعة (L*) الأمثلية مقارنة بالأخري. وأما نتيجة SEM-EDX فتدلّ إلى أن المقياس وشكل الذرة المكتسبة لا يناسب، وفيها الشوائب مثلما C و Mn.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Kebutuhan pigmen besi oksida dunia dewasa ini terus meningkat. Sejak tahun 2011 sampai 2013 total konsumsi pigmen besi oksida dunia mencapai 1,010,000 – 1,056,000 m³ ton (Sørensen, dkk., 2015). Pigmen tersebut banyak diaplikasikan dalam pewarna semen dan material konstruksi, cat, pewarna plastik, kertas dan lain-lain (Sørensen, dkk., 2015). Keunggulan pigmen besi oksida yaitu tidak beracun, stabil, dan *biodegradable* (Machala, dkk., 2011).

Saat ini, berbagai negara tengah melakukan pengembangan diberbagai sektor, khususnya konstruksi dan bangunan. Meningkatnya kegiatan dalam sektor konstruksi tentunya kebutuhan akan pigmen oksida sebagai bahan pewarna material konstruksi menjadi sangat tinggi. Untuk mengatasi masalah tersebut, kita sebagai insan *ulul albab* dituntut untuk berpikir. Allah berfirman dalam surat al-Imran ayat 190 – 191 :

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

Artinya :” Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. Yaitu orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka”.

Sintesis pigmen besi oksida merupakan solusi untuk mengatasi hal tersebut. Beberapa peneliti telah melakukan sintesis dari bahan yang tersedia di alam seperti pasir besi (Bilalodin, dkk., 2015; Mashuri, dkk., 2007), bahan murni (Khoiroh, dkk., 2013; Pauzan, dkk., 2013) dan daur ulang limbah baja (Aji, dkk., 2007; Legodi dan de Waal, 2007).

Khoiroh, dkk (2013) telah mensintesis pigmen merah dari bahan murni yaitu campuran garam besi klorida. Karakteristik warna pigmen yang dihasilkan diketahui dari nilai *lightness* atau kecerahan (L^*), *chroma* atau kemurnian (C^*) dan *hue* atau intensitas (H°) menggunakan *Color Reader*. Warna pigmen yang dihasilkan memiliki nilai L^* antara 34,1 – 35,2, nilai C^* antara 22,6–24,1 dan nilai H° antara 26,3–37,8 dengan ukuran mulai dari 15-17 μm (Khoiroh, dkk., 2013). Legodi dan de Waal (2007) juga telah mensintesis maghemit dari limbah baja (*mill scale*). Hasil yang diperoleh memiliki kemurnian yang tinggi dan ukuran 1 μm . Selain nilai L^* , C^* dan H° , karakteristik warna juga dapat diketahui dari nilai warna hijau – merah (a^*) dan warna biru – kuning (b^*). Rahman, dkk (2013) juga telah mensintesis pigmen goethit dan hematit dari *mill scale*. Hasil yang diperoleh masing-masing memiliki nilai $L = 56.92$, $a^* = 18.40$, $b^* = 49.76$ dan $L^* = 28.94$, $a^* = 28.58$, $b^* = 30.52$ (500 °C) dan $L^* = 94.12$, $a^* = 1.141$, $b^* = 0.41$ (900 °C) (Rahman, dkk., 2013).

Pigmen besi juga dapat disintesis dari bahan lokal, seperti pasir besi. Bilalodin, dkk (2015) telah mensintesis pigmen besi oksida berwarna hitam, merah dan kuning dari pasir besi. Pigmen yang dihasilkan memiliki nilai L^* , a^* , b^* masing-masing adalah pigmen hitam, 23,76; 1,35; 1,43, pigmen merah 43,23; 16,00; 17,30 dan pigmen warna kuning 66,76; 14,84; 49,95 (Bilalodin, dkk., 2015). Berdasarkan

Cornell dan Schwertman (2003) pigmen oksida besi yang telah disintesis dari bahan-bahan tersebut sesuai dengan standar masing-masing pigmen. Kualitas pigmen hasil sintesis dari limbah menunjukkan nilai yang bagus, tidak berbeda jauh dengan hasil sintesis dari bahan murni, sehingga dalam penelitian ini bahan dasar digunakan ialah limbah dari industri kerajinan.

Salah satu jenis limbah dari industri kerajinan besi ialah limbah bubut. Limbah bubut besi merupakan limbah padat yang dihasilkan bengkel bubut selama proses produksinya. Limbah besi yang dihasilkan oleh bengkel bubut mencapai 10-20 kg/bulan (Sunardi dan Wijayanti, 2010). Besi yang terkandung dalam limbah bubut lebih tinggi dari pada *mill scale* (Gaballah, dkk., 2013), bijih besi alam (Septityana, dkk., 2013), dan pasir besi (Kartika dan Pratapa, 2014) yaitu sebesar 97,11% (Khoiroh, 2013). Menurut PP No. 85 Tahun 1999 limbah besi tergolong sebagai limbah beracun dan berbahaya yang dapat mencemari lingkungan. Sunardi dan Wijayanti (2010) menyebutkan bahwa limbah besi yang dibuang secara langsung ke lingkungan dapat menyebabkan pencemaran, karena limbah tersebut bersifat korosif dan dapat menurunkan kesuburan tanah. Hal tersebut dapat dihindari dengan melakukan daur ulang limbah besi menjadi pigmen, salah satunya maghemit.

Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) merupakan salah satu jenis pigmen besi oksida yang memiliki struktur kubik dan tetragonal serta berwarna coklat. Maghemit bersifat ferrimagnetik dengan *band gap* 2,0 eV (Wu, dkk., 2015). Karakteristik warna maghemit menurut Cornell and Schwertmann (2003) ialah nilai L^* antara 25-37, nilai C^* antara 15-24 dan nilai H° antara 61-72. Lanxess (2003) telah memproduksi pigmen maghemit berwarna coklat terang – gelap dengan ukuran partikel 0,1 μm

– 1 μm dan bebentuk irregular. Maghemit dengan bentuk *accicular* telah digunakan sejak tahun 1940 sebagai pigmen magnetik pada media penyimpanan komputer dan radio. Untuk material pigmen, ukuran dan bentuk partikel serta distribusi ukuran partikel harus seragam. Hal ini dikarenakan dapat berpengaruh terhadap *hiding power* dan *tinging strenght* pigmen (Bauxbaum dan Pfaff, 2005).

Metode yang digunakan dalam sintesis pigmen maghemit dalam penelitian ini ialah dengan presipitasi–kalsinasi. Keuntungan menggunakan metode tersebut ialah sederhana dan hasil yang diperoleh banyak serta hasil pigmen yang diperoleh akan memiliki distribusi ukuran seragam (Mohapatra dan Anand, 2011). Selain itu, metode tersebut sesuai dengan metode standar pembuatan pigmen besi oksida menurut ASTM D 3724. Salah satu faktor yang berpengaruh dalam metode tersebut ialah suhu kalsinasi.

Suhu kalsinasi dapat berpengaruh terhadap terhadap beberapa karakteristik pigmen seperti ukuran dan bentuk pigmen. Legodi dan de Waal (2007) melakukan kalsinasi magnetit pada suhu 200 °C selama 3 jam. Pigmen maghemit yang diperoleh berupa nanopartikel berukuran $<1 \mu\text{m}$ dengan bentuk irregular (Legodi dan de Waal, 2007). Aji, dkk (2007) telah mensintesis serbuk pigmen maghemit dengan ukuran dibawah 100 nm dari kalsinasi magnetit pada suhu 300 °C.

Suhu pemanasan dalam pembuatan pigmen juga dapat mempengaruhi warna pigmen yang dihasilkan. Berdasarkan Kazeminezhad dan Mosivand (2014) dengan suhu kalsinasi 150 °C maghemit yang dihasilkan berwarna coklat gelap. Suhu 200 °C dihasilkan maghemit berwarna coklat terang. Warna pigmen berubah menjadi coklat kemerahan pada suhu 550 - 650 °C. Pada suhu 700 – 1000 °C pigmen yang dihasilkan berupa hematit berwarna merah sampai abu-abu.

Struktur kristal juga dapat dipengaruhi oleh suhu kalsinasi. Kazeminzhad dan Mosivand (2014) telah mensintesis maghemit dari larutan besi pada suhu 150 °C menghasilkan kristal kubik tidak sempurna. Suhu 200 °C dihasilkan maghemit dengan bentuk kubik sempurna. Maghemit berubah menjadi bentuk tetragonal tidak sempurna pada suhu 550 – 600 °C, dan berbentuk tetragonal sempurna pada suhu 650 °C. Mashuri, dkk (2007) menyatakan bahwa maghemit yang disintesis dari pasir besi pada suhu 250 °C mulai terjadi transisi fasa dari magnetit dan maghemit dalam bentuk kubik. Magnetit akan bertransformasi menjadi maghemit dalam bentuk kubik secara sempurna pada suhu 350 °C.

Berdasarkan uraian diatas, suhu kalsinasi dapat berpengaruh terhadap ukuran, bentuk, warna dan struktur pigmen, sehingga dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis pigmen maghemit dari limbah bubut besi dengan variasi suhu kalsinasi.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka rumusan masalah dalam penelitian ini antara lain :

1. Bagaimana pengaruh suhu kalsinasi terhadap warna pigmen maghemit ?
2. Bagaimana pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur pigmen maghemit ?
3. Bagaimana morfologi dan bentuk partikel pigmen maghemit hasil sintesis pada suhu optimum?

1.3. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap warna pigmen maghemit.
2. Untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur pigmen maghemit.
3. Untuk mengetahui morfologin dan bentuk partikel pigmen maghemit hasil sintesis pada suhu optimum.

1.4. Batasan Penelitian

1. Limbah bubuk besi yang digunakan sebagai sampel berasal dari salah satu industri kerajinan besi di Kota Malang.
2. Metode sintesis yang digunakan adalah metode presipitasi yang dilanjutkan dengan kalsinasi.
3. pH yang digunakan dalam proses presipitasi ialah 11.
4. Suhu kalsinasi yang digunakan ialah 300 °C, 350 °C, 400 °C dan 450 °C.
5. Suhu sintesis optimum merupakan suhu kalsinasi dengan hasil XRD dan nilai warna terbaik.
6. Senyawa maghemit yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan *color reader* dan XRD, serta karakterisasi SEM-EDS untuk suhu optimum.

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini ialah dapat memberikan informasi pembuatan pigmen maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari limbah bubuk industri kerajinan besi, dengan memaksimalkan pemanfaatan limbah menjadi bahan dasar pembuatan pigmen maghemit, serta mencegah pencemaran lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Limbah Bubut Besi sebagai Bahan Dasar Besi Oksida

Sunardi dan Wijayanti (2010) menyatakan bahwa limbah besi merupakan limbah yang dihasilkan oleh bengkel bubut dan industri pelapisan logam. Bengkel bubut menghasilkan limbah besi sebesar 10-20 kg/bulan. 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 besi yang dibuang secara langsung ke lingkungan dapat menyebabkan pencemaran, karena limbah tersebut bersifat korosif dan dapat menurunkan kesuburan tanah (Sunardi dan Wijayanti, 2010). Dalam jumlah besar, besi dapat menyebabkan biota dalam air mati dan keseimbangan ekologi akan terganggu (Sunardi dan Wijayanti, 2010). Tingginya logam Fe juga berdampak terhadap kesehatan manusia, seperti menyebabkan keracunan (muntah), kerusakan usus, penuaan dini hingga kematian mendadak, radang sendi, cacat lahir, gusi berdarah, kanker, sembelit, diabetes, diare, pusing, mudah lelah, hepatitis, tekanan darah tinggi dan insomnia (Supriyantini dan Endrawati, 2015).

Berdasarkan hasil *X-Ray Fluorescence* (XRF) dalam Khoiroh (2013) limbah bubut besi mengandung unsur-unsur logam seperti Fe, Cr, Ca, Mn, Rb dan lain sebagainya (Tabel 2.1). Kadar besi yang terkandung dalam limbah bubut besi lebih

tinggi dibandingkan dari *mill scale* sebesar 72% (Gaballah, dkk., 2013), bijih besi alam yaitu 51,12% (Septityana, dkk., 2013), dan 85 – 87% dari pasir besi (Kartika dan Pratapa, 2014). Kadar besi dalam limbah bubut besi sebesar 97,11% dimanfaatkan oleh Khoiroh (2013) sebagai bahan dasar pembuatan pigmen besi oksida. Sunardi dan Wijayanti (2010) juga menggunakan limbah bubut besi sebagai bahan dasar sintesis koagulan untuk penjernih air.

Tabel 2.1. Kandungan limbah bubut besi

No.	Logam	Kadar (%)
1.	Besi (Fe)	97,11
2.	Europium (Eu)	0,67
3.	Rubidium (Rb)	0,65
4.	Mangan (Mn)	0,54
5.	Kalsium (Ca)	0,30
6.	Kromium (Cr)	0,26
7.	Fosfor (P)	0,2
8.	Renium (Re)	0,2
9.	Tembaga (Cu)	0,13
10.	Skandium (Sc)	0,053
11.	Nikel (Ni)	0,037
12.	Lantanum (La)	0,03
13.	Ytterbium (Yb)	0,03
14.	Seng (Zn)	0,03

Sumber : Khoiroh (2013).

2.2. Potensi Besi Oksida sebagai Pigmen

Besi merupakan logam ke-4 penyusun kerak bumi berwarna putih abu-abu yang dapat melebur pada suhu 1535 °C. Logam besi sangat reaktif dan mudah berkarat terutama dalam kondisi udara lembab. Besi memiliki 4 alotrop yaitu sebagai besi- α , besi- β , besi- γ dan besi- δ . Sumber besi di alam menurut Cole dan Weihe (2016) ialah *pyrite* (FeS_2), *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), *magnetite* (Fe_3O_4), *limonite* (FeOOH), *goethite* ($\alpha\text{-FeOOH}$), *ochre* ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) dan juga *siderite* (FeCO_3). Umumnya senyawa besi sukar larut, kecuali *siderite* yang

bersifat mudah larut dalam air (Cole dan Weihe, 2016). Cadangan besi yang tersebar di Indonesia menurut Pusat Sumber Daya Geologi (2012) dalam Laporan Kementerian Perindustrian (2014) ialah sebesar 329.448.326,70 ton, yang terdiri dari besi laterit, besi primer dan pasir besi.

Besi oksida merupakan salah satu jenis mineral yang banyak ditemukan dalam fragmen batuan pada tanah. Umumnya besi oksida digunakan sebagai zat pewarna, katalis, dan bahan utama pada pembuatan magnet. Besi oksida tidak beracun, tetapi jika debunya terhirup dalam jumlah banyak dapat menyebabkan iritasi pada tenggorokan dan saluran pernafasan (Hamsah, 2007).

Secara garis besar besi oksida dibagi menjadi 2 yaitu dalam bentuk oksida dan oksihidroksida, yang terdiri 6 oksida dan 10 oksihidroksida selengkapnya disajikan dalam Tabel 2.2 (Cornell dan Schwertmann, 2003). Besi oksida dapat dimanfaatkan dalam berbagai hal, seperti katalis dan bahan pembuatan magnet (Hamsah, 2007), absorben (Adegoke dan Halimat, 2016), dan pigmen (Aji, dkk., 2007; Bilalodin, dkk, 2015; Khoiroh, dkk., 2013; Rahman, dkk., 2013).

Pigmen besi oksida dapat ditemukan di alam, khususnya di benua Eropa dan Amerika. Pigmen besi oksida alami telah digunakan sebagai pewarna sejak zaman prasejarah. Orang-orang Mesir, Yunani dan Romawi kuno menggunakan pigmen besi oksida alami sebagai material pewarna pada bahan bangunan seperti batu bata dan semen. Selain itu, juga digunakan sebagai pelapis, pewarna pada batu buatan, *wallpaper*, krayon dan kapur (Bauxbaum dan Pffaf, 2005). Akan tetapi, seiring dengan perkembangan zaman penggunaan pigmen besi oksida alami mengalami penurunan, yang disebabkan karena pigmen besi oksida alami memiliki kemurnian rendah (<90%), dan *tinting strenght* rendah. Selain itu, pigmen besi oksida alami

dapat menyebabkan kerapuhan pada karet dan memiliki tahan korosi rendah. Hal tersebut dipengaruhi oleh kandungan MnO_2 , SiO_2 dan bahan organik yang tinggi di dalam pigmen besi oksida alami.

Modern ini, pigmen besi oksida sintesis lebih disukai karena memiliki kemurnian yang tinggi (>90%), *tinting strength* tinggi, *resistance* tinggi, *hiding power* baik, dan lain-lain. Pigmen besi oksida sintesis banyak digunakan sebagai pewarna pada material konstruksi, sisanya sebagai pewarna pada cat dan pelapis, plastik dan karet dan lain sebagainya (Bauxbaum dan Pffaf, 2005). Konsumsi pigmen besi oksida sintesis dunia sejak tahun 2011 – 2013 mengalami peningkatan, mulai dari 1,010,000 – 1,056,000 m³ ton (Sørensen, dkk., 2015).

Di Amerika kebutuhan pigmen besi oksida sintesis meningkat tiap tahunnya (Jewell dan Kimball, 2016). Sejak tahun 2011 sampai 2015 total konsumsi pigmen besi oksida ialah 177,000 – 217,000 m³ ton (Jewell dan Kimball, 2016). Pigmen besi oksida sintesis digunakan karena tidak beracun, *biodegradable*, stabil, tahan pada suhu tinggi (Machala, dkk., 2011) dan memiliki daya tahan yang baik (Bauxbaum dan Pfaff, 2005). Pigmen besi oksida yang banyak digunakan diantaranya hematit, goethit, magnetit dan maghemit (Bauxbaum dan Pfaff, 2005). Warna beberapa pigmen besi oksida dapat dilihat di Gambar 2.1

Menurut Bauxbaum dan Pffaf (2005) besi oksida sebagai salah satu pigmen anorganik rata-rata berukuran 0,01 μm – 10 μm . Pada rentang ukuran < 10 μm dalam Legodi dan de Waal (2007) disebutkan bahwa pigmen menunjukkan karakteristik pigmen yang baik seperti *tinting strength* dan penyerapan minyak tinggi. Akan tetapi, modern ini telah banyak dikembangkan pigmen besi oksida dalam skala nano (Aji, dkk., 2007; Bilalodin, dkk., 2015; Septityana, dkk., 2013).

Tabel. 2.2 Macam – macam besi oksida

Oksihidroksida	Warna	Oksida	Warna
Geothit	α -FeOOH	Hematit	α -Fe ₂ O ₃
Lepidocrit	γ -FeOOH	Magnetit	Fe ₃ O ₄
Akaganeit	β -FeOOH	Maghemit	γ -Fe ₂ O ₃
Schwertmannit	Fe ₁₆ O ₁₆ (OH) _y (SO ₄) _z .nH ₂ O	β -Fe ₂ O ₃	-
δ -FeOOH	-	ϵ -Fe ₂ O ₃	-
Feroxyhyt	δ' -FeOOH	Wustit	FeO
FeOOH tekanan tinggi	-	-	-
Ferrihydrit	Fe ₅ HO ₈ . 4H ₂ O	Merah – Cokelat	-
Bernalit	Fe(OH) ₃	-	-
Fe(OH) ₂	-	-	-
Green Rusts	Fe _x ^{III} Fe _y ^{II} (OH) _{3x+2y-z} .A ⁻ = Cl ⁻ ; 1/2 SO ₄ ²⁻	-	-

Sumber : Cornell dan Schwertmann (2003)

Mohapatra dan Anand (2011) menyatakan bahawa pigmen besi oksida berukuran 2 – 10 nm bersifat transparan. Transparansi pigmen besi oksida pada rentang ukuran tersebut memiliki transparansi 3 – 10 kali lebih baik dibandingkan dalam bentuk bulknnya. Pigmen besi oksida transparan lebih disukai karena memiliki kestabilan yang baik pada suhu yang tinggi, mulai 160 °C – 300 °C. Selain itu, juga dapat meningkatkan luas permukaan partikel dan ketahanan korosinya (Katikaneani, dkk., 2016).

Hosokawa, dkk (2012) menyatakan bahawa nanopartikel merupakan partikel dalam ukuran nanometer, yaitu antara 1-100 nm. Besi oksida sebagai salah satu jenis material nano yang berdimensi nol (*nanoparticle*), memiliki sifat luas permukaan dan volume yang berbeda dari atom atau molekul penyusunnya

(Hosokawa, dkk., 2012). Secara umum keunggulan sifat material berorde nano menurut Abdullah, dkk (2008) antara lain :



Gambar 2.1 Warna besi oksida (Sumber : Cornell dan Schwertmann, 2003).

1. Memiliki luas permukaan dan volume yang lebih besar sehingga nanomaterial bersifat lebih reaktif.
2. Pengaruh ukuran butir partikel pada sifat elektrik nanopartikel dapat meningkatkan konduktivitas logam-logam nano,
3. Ukuran partikel juga berpengaruh terhadap sifat optik nanopartikel yaitu dapat meningkatkan penyerapan (absorbansi) dalam range ultraviolet (*blue shift*), osilasi penyerapan optik dan meningkatkan nilai *band gap*.
4. Ukuran butir juga berpengaruh terhadap sifat mekaniknya, yaitu dapat meningkatkan kekerasan (*hardness*), kekuatan (*strenght*), duktilitas (*fracture ductility*) dan lain sebagainya. Nanomaterial memiliki kekerasan dan tahan gores yang lebih besar dibandingkan material berukuran biasa.

Metode dasar yang digunakan untuk mengetahui ukuran partikel yaitu menggunakan mikroskop elektron transmisi (TEM) atau *scanning Electron Microscopy* (SEM). Alat-alat tersebut juga dapat memberikan ukuran distribusi dari materi tersebut. Ukuran partikel juga dapat dianalisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Data hasil XRD menghasilkan puncak yang tingginya dapat dianalisis sebagai ukuran rata-rata dari partikel (Hosokawa, dkk., 2012).

2.3. Besi dalam Qur'an

Dalam bahasa Arab besi disebut dengan kata *alhadid*. Besi merupakan satu-satunya mineral yang disebut langsung oleh Allah dalam Qur'an. Sebanyak enam ayat dalam Qur'an yang menyebutkan kata *alhadid*, baik dengan kata *alhadid* atau *hadiid* (Dewi, dkk., 2006). Kata *alhadid* diambil dari kata yang terdapat pada surat al-Hadid pada ayat 25. Allah berfirman :

وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَن يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ ﴿٢٥﴾

Artinya : “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”.

Surat besi (al-Hadid) diturunkan oleh Allah kepada nabi Muhammad saw pada masa terjadinya perang Uhud, pada awal terbentuknya pemerintah Islam di Madinah (Mulyono dan Abtokhi, 2006). Beberapa ahli tafsir telah menjelaskan makna tentang surat al-Hadid ayat 25 tersebut. Kata وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ, berdasarkan kitab Tafsir Ibnu Katsir memiliki makna bahwa Allah menurunkan besi untuk menekan

orang-orang yang menolak kebenaran dan menentang hujjah yang disampaikan kepadanya. Menurut Al-Maraghi (tt) dalam buku Tafsir Al-Maraghi, disebutkan kata yang berarti “Dan Kami ciptakan besi” memiliki makna bahwa besi diturunkan supaya dibuat pedang, tombak, baju-baju perang, kapal-kapal laut dan lain sebagainya. Yang berarti, semua hal tersebut memiliki kekuatan yang dapat menundukkan orang-orang yang berbuat aniaya dan untuk mengayomi orang-orang yang teraniaya. Menurut Al-Mahalli dan As-Suyuti (2009) dalam kitab terjemahan Tafsir Jalalain menyebutkan bahwa kata tersebut memiliki makna bahwasannya Allah mengeluarkan besi dari tempat-tempat tambangnya.

Kata فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ yang berarti “yang padanya terdapat kekuatan hebat”, menurut kitab Tafsir Ibnu Katsir merupakan berupa persenjataan, seperti pedang, lembing, baju besi dan lain-lain (diterjemahkan oleh Ghoffar dan Al-Atsari, 2006). Berdasarkan Tafsir Muyassar (2007), kekuatan hebat yang terkandung dalam besi dapat digunakan untuk keperluan militer dan beraneka faedah untuk perindustrian dan pertanian.

Makna kata وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ yang berarti “dan berbagai manfaat bagi manusia”, yaitu dalam kehidupan manusia seperti (bahan membuat) mata bajak, kampak, beliuang, gergaji dan alat-alat untuk bertenun, berladang, memasak membuat roti dan apapun yang manusia tidak dapat beraktifitas kecuali dengan menggunakan alat itu. (diterjemahkan oleh Ghoffar dan Al-Atsari, 2006). Menurut Al-Maraghi kata tersebut memiliki makna bahwa besi itu juga memiliki manfaat lain bagi manusia, untuk keperluan kehidupan mereka, seperti alat-alat industri, dan keperluan-keperluan rumah tangga, kereta api dan sebagainya. Dalam kitab terjemahan Tafsir Ibnu Katsier (1994) besi sangat bermanfaat bagi manusia dalam keperluan sehari-

hari, seperti dalam pertukangan, pertanian dan lain sebagainya. Al-Jazairi (2009) dalam buku Tafsir Alqur'an Al-Aisar menyatakan besi dapat memiliki manfaat besar bagi manusia, karena semua produk manusia diciptakan atau dihasilkan oleh besi (mesin).

Dalam kitab Tafsir Yusuf Ali (2009) dijelaskan bahwa besi merupakan logam yang memiliki berbagai manfaat bagi manusia. Besi dapat dibuat menjadi baja, dari baja dan besi dibuat peralatan perang, seperti pedang tombak, senapan dan lain sebagainya. Besi juga sangat berguna untuk kepentingan di masa depan, seperti peralatan untuk arsitek dan insinyur serta industri. Besi juga dianggap sebagai lambang kekuatan dan kuasa serta kemakmuran bangsa.

Fakta menarik dari surat alhadid ayat 25 ini, dalam kata "Dan Kami turunkan besi" menurut beberapa ahli tafsir bahwa kata tersebut bermakna Allah menurunkan besi (untuk memberikan manfaat bagi manusia. Menurut Dewi, dkk (2006) kata diturunkan (secara fisik dari langit) menunjukkan bahwasannya besi merupakan material yang berasal dari luar bumi. Hal tersebut dibuktikan oleh Arthur Bears dalam bukunya *The Earth*, bahwasannya besi terkandung dalam meteorit yang jatuh ke bumi, seperti siderit, siderolid, aerolid dan lain sebagainya. Ahmad (2008) menyebutkan bahwa terdapat sebuah meteorit yang jatuh di wilayah Arizona, Amerika Serikat membentuk sebuah kawah dengan kedalaman 600 kaki dan diameter 4000 kaki. Meteorit tersebut memiliki kandungan campuran besi dan nikel sebanyak 10 ton.

Syaikh asy-Sya'rawi mengatakan : Dr. Astroch, salah seorang ilmuwan ternama di Badan Antariksa Amerika Serikat (NASA), pernah mengatakan dalam Konferensi tentang Kemukjizatan Sains Alqur'an: Kami telah melakukan

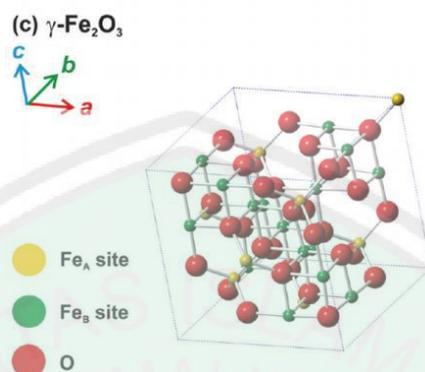
serangkaian penelitian terhadap berbagai bahan tambang (mineral) bumi, termasuk penelitian dilaboratorium. Dan besi merupakan satu-satunya logam mineral yang membingungkan para ilmuwan. Besi memiliki struktur yang berbeda dengan jenis mineral yang lain. Untuk mempersenyawakan partikel-partikel elektron dan neutron yang terdapat dalam atom besi dibutuhkan energi sangat besar yang mencapai empat kali seluruh energi yang ada di tata surya kita ini. Dengan kata lain, besi tidak mungkin terbentuk di bumi. Yang pasti, besi adalah unsur asing yang datang ke bumi dan tidak terbentuk di bumi itu sendiri (Ahmad, 2008).

Kekuatan besar yang terkandung dalam besi menurut para pakar kimia besi merupakan logam kimia paling kuat dilihat dari kekuatan, kelenturan, ketebalan dan sifat istimewa besi lainnya. Tanpa besi, bumi tidak akan memiliki medan magnet yang dapat menahan gas dan benda cair dengan lapisan gas dan lapisan airnya. Serta juga tidak akan bisa menahan segala bentuk kehidupan di permukaan bumi (Ahmad, 2008).

2.4. Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) sebagai Pigmen Besi Oksida

Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) menurut Cornell dan Schwertmann (2003) merupakan mineral berwarna coklat dan bersifat ferrimagnetik dengan komposisi kimia yang sama dengan hematit tetapi strukturnya sama dengan magnetit yaitu kubik, seperti pada Gambar 2.2. Maghemit memiliki struktur kristal spinel kubik yang mengandung Fe^{3+} dengan parameter kisi a adalah $8,351 \text{ \AA}$ (Shokrollahi, 2017). Maghemit juga memiliki momen magnetik sebesar $2,5 \mu_B$ /unit sel dan temperatur Curie $\sim 950 \text{ K}$ (Shokrollahi, 2017). Struktur kubik maghemit memiliki *space group* $P4_332$ atau $P4_132$, dimana setiap satu sel satuan terdapat 32 ion O^{2-} , $21\frac{1}{3}$ ion Fe^{3+}

dan $2\frac{1}{3}$ ruang kosong (Wu, dkk., 2015). Maghemit juga memiliki struktur tetragonal dengan *space group* $P4_12_12$ (Teja dan Koh, 2009).



Gambar 2.2 Struktur kubus maghemit (Sumber : Machala, dkk., 2011).

Maghemit merupakan salah satu besi oksida yang tidak larut dalam air, tetapi larut dalam pelarut organik. Maghemit memiliki densitas sebesar $4,87 \text{ kg/cm}^3$ (Cornell dan Schwertmann, 2003). Karakteristik maghemit selengkapnya sesuai Tabel 2.3. Sato, dkk (1967) dalam Xiuming, dkk (2010) menyatakan bahwa meskipun maghemit memiliki struktur dan sifat kemagnetan yang sama dengan magnetit tetapi tidak sama dengan kestabilan termalnya. Suhu transformasi maghemit ialah mulai $350 - 500 \text{ }^\circ\text{C}$ (Xiuming, dkk., 2010).

Secara komersial pigmen maghemit telah diproduksi Lanxess (2003) memiliki berwarna cokelat terang – gelap atau cokelat kemerahan dengan ukuran partikel $0,1 \text{ } \mu\text{m} - 0,8 \text{ } \mu\text{m}$ dan berbentuk irregular serta memiliki *tinting strength* sebesar 95 – 105%. Selain itu, menurut Cornell dan Schwertmann (2003) warna standar maghemit ialah memiliki nilai L^* (*Lightness*) antara 25-37, nilai C^* (*Chroma*) antara 15-24 dan nilai H° (*Hue*) antara 61-72. Pigmen tersebut umumnya

diaplikasikan pada material konstruksi, cat, pelapis, plastik, karet dan kertas dengan kandungan Fe_2O_3 92 – 96 %.

Tabel 2.3 Karakteristik maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Karakteristik	Maghemit
Sistem Kristalografi	Kubik atau tetragonal
Dimensi Sel (nm)	$a : 0.83474$ (kubik) $a : 0,8374, c : 2,501$ (tetragonal)
Sel unit, Z	8
Densitas (gm/cm^3)	4,87
Warna	Cokelat – Cokelat Kemerahan
Kekerasan	5
Tipe Magnet	Ferrimagnetik
Temperatur Curie (K)	(820-986)
Standar Energi Pembentukan ΔG (Kj/mol)	-711.1
Tipe Struktur	Cacat spinel
Space Group	Kubik $P4_332$ atau $P4_132$ Tetragonal $P4_12_12$

Sumber : Cornell dan Schwertmann (2003) ; Teja dan Koh (2009)

Salah satu keunggulan pigmen maghemit ialah memiliki sifat magnet yang kuat, sehingga digunakan sebagai pigmen magnetik pada media penyimpanan pada radio dan komputer sejak tahun 1940. Maghemit sebagai pigmen magnetik terbaik berbentuk seperti jarum (*accicular*), medan koersivitas (H_c) tinggi antara 20 – 35 kA m^{-1} dan harus memiliki kemurnian tinggi (>99,5%). Untuk media penyimpanan, digunakan maghemit yang memiliki panjang partikel 0,6 μm dan 25% berbentuk *accicular*. Selain maghemit, pigmen magnetik lainnya ialah magnetit (Fe_3O_4). Akan tetapi magnetit tidak sesuai untuk media penyimpanan karena sifat magnetiknya tidak stabil (Cornell dan Schwertmann, 2003).

2.5. Metode Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Maghemit telah disintesis sebelumnya menggunakan beberapa metode, seperti presipitasi-kalsinasi (Aji, dkk., 2007; Legodi dan de Waal, 2007; Nazari, dkk., 2014), kopresipitasi (Layek, dkk., 2010; Mashuri., 2007), hidrotermal (Horner, dkk., 2009). Legodi dan de Waal (2007) telah mensintesis maghemit dari presipitasi limbah baja (*mill scale*) dan dikalsinasi pada suhu 200 °C selama 3 jam. Maghemit yang dihasilkan berwarna coklat terang dengan ukuran $< 1 \mu\text{m}$ dan berbentuk irregular. Maghemit hasil sintesis Aji, dkk (2007) diperoleh dari kalsinasi magnetit hasil presipitasi limbah baja dan pasir besi pada suhu 300 °C. Maghemit yang dihasilkan memiliki ukuran $< 100 \text{ nm}$. Nazari, dkk (2014) menghasilkan maghemit berwarna coklat, berbentuk sferik dengan ukuran 8 nm dan 12 nm dari presipitasi garam besi.

Layek, dkk (2010) telah mensintesis maghemit dari campuran garam besi dengan dioktil natrium sulfo suksinat (AOT) menggunakan metode kopresipitasi. Maghemit yang dihasilkan Layek, dkk (2010) memiliki bentuk jarum dengan ukuran 15 – 25 nm dengan kristalinitas rendah dan menunjukkan aglomerasi setelah dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 5 jam (Layek , dkk., 2010). Mashuri, dkk (2007) juga mensintesis maghemit dengan metode kopresipitasi. Maghemit diperoleh pasir besi memiliki fasa campuran yang berbeda yaitu kubik dan tetragonal setelah dikalsinasi pada suhu 250 °C – 550 °C selama 1 jam. Horner, dkk (2009) telah mensintesis maghemit dengan ukuran 10 – 110 nm dengan metode hidrotermal.

Metode presipitasi – kalsinasi dipilih karena menurut Mohapatra dan Anand (2011) hasil sintesis mempunyai rendemen yang banyak dan memiliki distribusi

ukuran seragam. Adanya kalsinasi pada suhu tinggi dapat menurunkan aglomerasi (Sahoo, dkk., 2010) dan sesuai dengan metode standar sintesis pigmen besi oksida coklat menurut ASTM D 3724. Umumnya maghemit disintesis dari kalsinasi magnetit (Legodi dan de Waal, 2007; Sahoo, dkk., 2010; Aji, dkk., 2007). Magnetit dapat diperoleh salah satunya dengan presipitasi (Legodi dan de Waal, 2007).

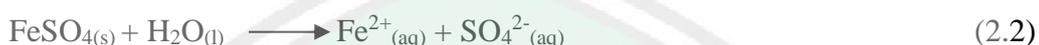
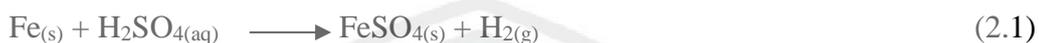
2.4.1. Metode Presipitasi - Kalsinasi

Menurut Mohapatra dan Anand (2011) presipitasi merupakan metode sederhana yang efektif untuk membuat partikel besi oksida. Umumnya dilakukan dengan menambahkan alkali pada larutan garam besi dan didiamkan sampai terbentuk suspensi (Mohapatra dan Anand, 2011). Andaka (2008) menyatakan bahwa presipitasi merupakan metode yang umum digunakan dalam pengolahan limbah yang banyak mengandung logam berat dalam limbah cair dengan menambahkan sejumlah zat kimia tertentu untuk mengubah senyawa yang terlarut menjadi bentuk padatan yang tidak larut. Prinsip metode tersebut menurut Purwasmita dan Gultom (2008) adalah adanya pencampuran asam dengan basa yang menghasilkan padatan kristal dan air.

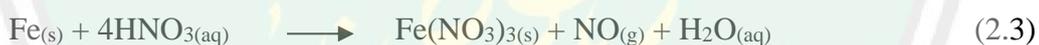
Magnetit (pigmen hitam) yang digunakan dapat disintesis dari bahan yang murni seperti garam-garam besi klorida (Sahoo, dkk., 2010) atau dari limbah (Legodi dan de Waal, 2007). Limbah bubut dengan kandungan besi sebesar 97,11% (Khoiroh, 2013) dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar dalam pembuatan pigmen besi oksida. Magnetit dapat dipresipitasi menggunakan campuran prekursor ferro:*ferric* menggunakan basa.

Berdasarkan Legodi dan de Waal (2007) prekursor ferro dapat diperoleh dari perendaman limbah bubut besi dengan asam sulfat. Menurut Vogel (1990)

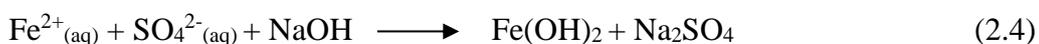
campuran besi dan asam sulfat dapat membentuk garam ferro sulfat dan gas hidrogen. Asam sulfat pekat bekerja secara pasif, sebaliknya asam sulfat dapat membentuk ferro sulfat lebih cepat. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada persamaan 2.1 dan 2.2.



Legodi dan de Waal (2007) menjelaskan prekursor *ferric* dapat dibuat dari perendaman besi dengan asam sulfat atau campuran asam-asam kuat. Prekursor *ferric* dibuat dengan mencampurkan limbah besi menggunakan asam sulfat pekat, akan tetapi reaksi pembentukannya cenderung lambat karena asam sulfat pekat bersifat pasif. Prekursor *ferric* juga dapat dibuat dengan asam nitrat. Menurut Vogel (1990) asam nitrat dapat melarutkan besi membentuk garam besi (III) dan gas nitrogen oksida, sebagaimana reaksi berikut :



Berdasarkan diagram pourbaix besi (Gambar 2.3) Fe^{2+} terbentuk pada rentang pH yang luas, antara 0 – 9 (El-Kharrag, dkk., 2011). Secara kimia, Fe^{2+} dan Fe^{3+} dalam larutan dapat diketahui dengan menambahkan basa sehingga menghasilkan endapan berwarna hijau (Legodi dan de Waal, 2007) dan coklat kemerahan (Vogel, 1990) . Reaksi terbentuknya endapan berwarna hijau menurut Will dan Kishi (2001) ialah



Warna hijau yang terbentuk ialah $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Menurut Effendi (2003) ion ferro mudah teroksidasi menjadi ion *ferric*. Selama proses oksidasi terjadi pelepasan elektron, sebagaimana reaksi berikut :



Effendi (2003) menyatakan bahwa oksidasi tersebut terjadi pada pH 7,5-7,7 dan ion *ferric* yang terbentuk akan berikatan dengan hidoksida membentuk $\text{Fe}(\text{OH})_3$ yang berwarna coklat kemerahan, bersifat tidak larut dan mengendap (presipitasi).

Reaksi pengendapan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ berdasarkan Svehla (1996) :



Magnetit dapat terbentuk jika yang diendapkan dengan basa, salah satunya NH_4OH (Neger, dkk., 2008). Menurut Neger, dkk (2008), magnetit yang diendapkan dengan NH_4OH memiliki warna hitam terbaik dibandingkan dengan basa atau garam lain seperti NaOH , Na_2CO_3 dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Berdasarkan Peternele, dkk (2014) partikel magnetit yang dihasilkan dari pengendapan NH_4OH memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan yang diendapkan menggunakan NaOH . Reaksi terbentuknya magnetit berdasarkan Neger, dkk (2008) ialah :



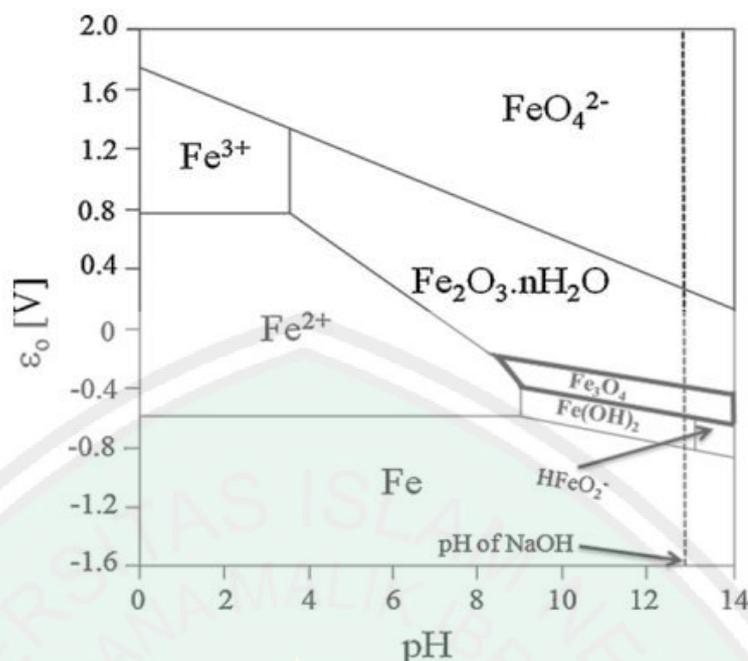
Magnetit dapat diendapkan menggunakan NH_4OH pada pH 11 dengan menambahkan NaOH (Legodi dan de Waal, 2007). Pada penelitian terdahulu magnetit diendapkan mulai pH 11 (Legodi dan de Waal, 2007; Sulistyaningsih,

dkk., 2017), dan 11,5 (Suyanta, 2009). Magnetit yang diendapkan pada pH 11 berbentuk pseudobik dan berukuran $< 1 \mu\text{m}$ (Legodi dan de Waal, 2007) kristalinitas tinggi dan berbentuk sperik (Sulistyaningsih, dkk., 2015). Berdasarkan diagram pourboix Gambar 2.3 magnetit (Fe_3O_4) mulai terbentuk pada pH 9 (El-Kharrag, dkk., 2011) dan akan mengendap sempurna pada pH 11 (Sulistyaningsih, dkk., 2015). Berdasarkan Kusumawati, dkk (2013) pH juga berpengaruh terhadap warna dan ukuran kristal, dimana semakin besar pH yang digunakan warnanya semakin cerah dan ukuran kristalnya semakin besar.

Magnetit dapat terbentuk dengan cepat dengan dilakukan pemanasan. Hal tersebut dilakukan pada suhu 60°C selama 90 menit dengan diaduk pada kecepatan pengadukan 450 rpm. Magnetit yang dihasilkan memiliki warna hitam pekat dengan ukuran 11,9 nm dan bersifat magnetik (Pauzan, dkk., 2013). Fasa magnetit dapat diketahui dengan karakterisasi menggunakan XRD dan dibandingkan dengan JCPDS No. 19-0629 (Wu, dkk., 2015).

Maghemit dapat diperoleh dari kalsinasi magnetit (Adekoge dan Halimat, 2016). Kalsinasi merupakan proses pembakaran tahap awal yang berupa reaksi dekomposisi secara endotermik. Kalsinasi berfungsi melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida sehingga menghasilkan bahan dalam bentuk oksida. Kalsinasi juga menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan seperti H_2O , air kristal (dalam bentuk OH) dan gas (CO_2) (Reed, 1995). Reaksi transformasi fasa yang terjadi selama proses kalsinasi magnetit ialah (Cornell dan Schwertmann, 2003) :



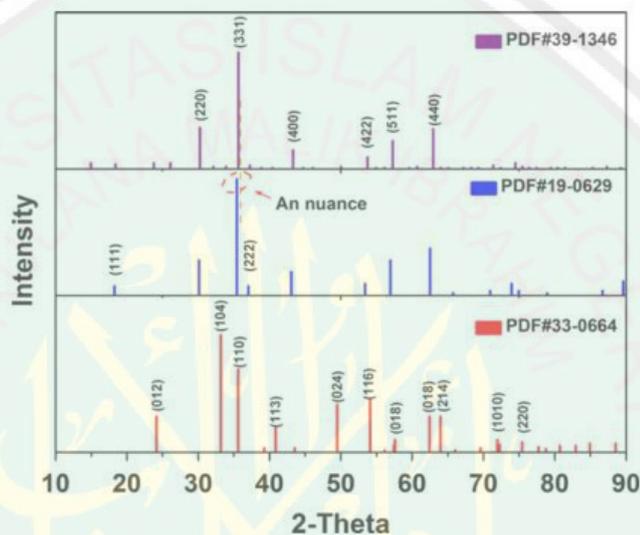


Gambar. 2.3 Diagram pourboix besi – air (El-Kharrag, dkk., 2011)

Berdasarkan beberapa penelitian terdahulu magnetit akan bertransformasi menjadi maghemit pada suhu tertentu. Menurut Kazheminezhad dan Moshivand (2014) magnetit berubah menjadi magnetit pada mulai suhu 150 – 650 °C, maghemit berwarna gelap – coklat terang yang dihasilkan pada suhu 150 – 200 °C memiliki struktur kubik dan berubah menjadi tetragonal pada suhu 550 – 650 °C dengan warna coklat kemerahan. Mashuri, dkk (2007) menyatakan bahwa struktur tetragonal maghemit mulai muncul pada suhu 500 °C. Struktur kubik dan tetragonal maghemit dapat diketahui dari pola XRD berdasarkan JCPDS No. 39-1346 (Wu, dkk., 2015) dan No. 25-1402 (Kazeminzhad dan Moshivand, 2014). Difraktogram XRD berdasarkan Wu, dkk (2015) JCPDS No. 19-0629 dan 39-1346 dapat dilihat pada Gambar 2.4.

Berdasarkan Aliahmad dan Moghaddam (2013), Aji, dkk (2007) dan Legodi dan de Waal (2007) suhu pada saat kalsinasi dapat berpengaruh pada warna, ukuran

dan bentuk partikel maghemit. Menurut Legodi dan de Waal (2007) maghemit yang dihasilkan pada suhu 200 °C berwarna coklat dengan ukuran < 1µm dan bentuk irregular. Aji, dkk (2007) menghasilkan serbuk maghemit berwarna coklat dengan ukuran < 100 nm. Maghemit yang dihasilkan Aliahmad dan Moghaddam (2013) berwarna coklat terang dengan ukuran 22 nm dengan bentuk sferik.



Gambar 2.4 Difraktogram XRD standar magnetit (No. 19-0629) dan maghemit (No. 39-1346).

Faktor-faktor yang dapat berpengaruh dalam sintesis pigmen maghemit dengan metode presipitasi-kalsinasi diantaranya adalah suhu (Kazeminezhad & Mosivand, 2014; Kusumawati, dkk., 2013) pH (Kusumawati, dkk., 2013), kecepatan pengadukan (Khoiroh, dkk., 2013), basa pengendap (Neger dan Parvin, 2008; Peternele dkk., 2014) dan waktu sintesis (Pauzan, dkk., 2013).

1. Suhu

Berdasarkan Kusumawati, dkk (2013) adanya peningkatan suhu menyebabkan warna pigmen yang dihasilkan menjadi semakin cerah. Hal tersebut

juga berpengaruh terhadap ukuran kristal. Semakin tinggi suhu sintesis yang digunakan maka ukuran kristal yang dihasilkan semakin besar. Suhu juga berpengaruh terhadap struktur kristal pigmen. Berdasarkan Kazeminzhad dan Mosivand (2014) suhu 150 - 200 °C maghemit memiliki struktur kubik dan berubah menjadi tetragonal pada suhu 550 – 650 °C.

2. pH

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

3. Kecepatan Pengadukan

Berdasarkan Khoiroh, dkk (2013) kecepatan pengadukan dapat mempengaruhi ukuran partikel hasil sintesis. Semakin besar kecepatan pengadukan yang digunakan semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan. Sebaliknya, semakin kecil kecepatan pengadukan yang digunakan maka semakin besar ukuran partikel yang dihasilkan.

4. Basa Pengendap

Berdasarkan Neger, dkk (2008) dan Peternele, dkk (2014) jenis basa pengendap dapat berpengaruh terhadap warna dan ukuran partikel. Neger, dkk (2008) menyatakan magnetit yang diendapkan dengan NH_4OH memiliki warna hitam terbaik dibandingkan dengan basa atau garam lain seperti NaOH , Na_2CO_3 dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Berdasarkan Peternele, dkk (2014) partikel magnetit yang dihasilkan dari pengendapan NH_4OH memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan yang diendapkan menggunakan NaOH .

5. Waktu Sintesis

Berdasarkan Pauzan, dkk (2013) waktu sintesis dapat berpengaruh terhadap ukuran partikel. Dengan suhu 60 °C dan kecepatan pengadukan 450 rpm, magnetit yang dihasilkan setelah 30, 90 dan 150 menit memiliki ukuran masing – masing 14,1 nm; 11,9 nm dan 14,7 nm.



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan selama 7 bulan mulai Maret - September 2017 di Laboratorium Riset Kimia Fisika dan Laboratorium Kimia Edukasi di Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi *Color Reader* dilakukan di Laboratorium Teknik Pangan Universitas Brawijaya. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Material dan SEM-EDX di Laboratorium Energi Institut Teknik Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya.

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya seperangkat alat gelas, tanur, *hot plate*, lemari asam, corong buchner, erlenmeyer vakum, *magnetic stirrer*, timbangan analitik, kertas saring. Karakterisasi limbah bubuk dengan fluoresensi sinar-X (XRF). Karakterisasi hasil menggunakan *color reader* Minolta CR-10, difraksi sinar-X (XRD), dan mikroskop pemindai elektron – spektroskopi dispersif energi (SEM-EDS).

3.2.2. Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain limbah bubuk dari industri kerajinan besi, aqua demineral, asam sulfat 96% p.a (Merck), asam nitrat 65% (Merck), amonium hidroksida 25% p.a dan NaOH p.a (Merck).

3.3. Rancangan Penelitian

Sintesis senyawa pigmen maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dilakukan dengan metode presipitasi dilanjutkan dengan kalsinasi dengan berbagai variasi suhu. Hasil yang diperoleh dianalisis secara deskriptif dengan penampakan warna yang dihasilkan pada masing-masing suhu menggunakan *color reader* Minolta CR - 10. Hasil sintesis juga dikarakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD), untuk mengetahui struktur kristal dan fasa produk dapat dibandingkan dengan struktur standar maghemit dari ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) menggunakan program *Origin* dan *Rietica*. Hasil sintesis dengan warna dan XRD terbaik dikarakterisasi menggunakan mikroskop pemindai elektron – spektroskopi dispersif energi (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi dan komposisinya.

3.4. Tahapan Penelitian

Berikut tahapan-tahapan dalam penelitian ini :

1. Preparasi Sampel
 - 1.1. Karakterisasi Sampel dengan Fluoresensi Sinar-X (XRF)
 - 1.2. Pembuatan Prekursor Ferro (Fe^{2+}) dan Ferric (Fe^{3+})
2. Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Suhu Kalsinasi
3. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)
4. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader* Minolta CR-10
5. Karakterisasi Hasil Kalsinasi dengan Mikroskop Pemindai Elektron – Spektroskopi Dispersif Energi (SEM-EDS)
6. Analisa Data

3.5. Prosedur Penelitian

3.5.1. Preparasi Sampel

Sampel limbah bubuk besi disortir dengan magnet, untuk memisahkan limbah bubuk lain. Kemudian sampel dipotong kecil-kecil untuk mempermudah proses pembuatan prekursor.

3.5.1.1. Karakterisasi Sampel dengan Fluoresensi Sinar X (XRF)

(Kriswarini, dkk., 2010)

Sampel yang telah dipotong dan bersih dikarakterisasi dengan XRF. Komposisi besi dan logam lain dalam sampel dapat diketahui dengan dikarakterisasi menggunakan XRF. Sampel kecil-kecil yang bersih ditempatkan pada sampel holder dan diukur pada tegangan 14 kV dan kuat arus 90 μ A.

3.5.1.2. Pembuatan Prekursor Ferro (Fe^{2+}) dan Ferric (Fe^{3+}) (Legodi dan de Waal, 2007)

Sebanyak 30 gr sampel besi dimasukkan dalam 150 ml asam sulfat 30% dalam beaker glass 500 ml. Campuran didiamkan selama 24 jam dalam lemari asam dan kemudian dipanaskan sampai menjadi endapan putih sedikit kering. Endapan putih yang dihasilkan akan membentuk endapan hijau atau biru gelap jika ditambah dengan basa. Sifat kimia tersebut merupakan karakteristik adanya $\text{Fe}(\text{OH})_2$ dalam campuran. Hal tersebut menunjukkan bahwa sebagian besar besi dalam campuran keruh mengandung Fe^{2+} .

Sebanyak 30 gr sampel besi dimasukkan dalam 300 ml asam nitrat 35 M dalam beaker glass 500 ml. Campuran didiamkan selama 24 jam dalam lemari asam dan kemudian dipanaskan sampai menjadi endapan cokelat sedikit kering. Endapan

cokelat tersebut akan berubah menjadi warna cokelat kemerahan jika ditambahkan basa. Sifat tersebut menunjukkan adanya ion Fe^{3+} dalam campuran tersebut.

3.5.2. Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Suhu Kalsinasi (Legodi dan de Waal, 2007).

Sebanyak 60 gr prekursor ferro dan 30 gr *ferric* dicampur dan ditambahkan dengan 540 ml aqua demineral sambil diaduk dengan stirer. Lalu ditambahkan 580 ml amonium hidroksida 25% secara perlahan kedalam campuran. Diatur campuran pada pH 11. Selanjutnya campuran dipanaskan pada suhu 60 °C selama 90 menit sambil diaduk dengan kecepatan 450 rpm. Setelah itu didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang. Selanjutnya, endapan hitam yang terbentuk dicuci dengan aquademineral sampai bau amoniaknya hilang. Setelah tidak tercium bau amoniak, endapan hitam disaring lalu dikeringkan. Untuk mengetahui fasa yang terbentuk, produk dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X dan untuk mengetahui warnanya dikarakterisasi dengan color reader Minolta CR-10.

Endapan hitam yang terbentuk dipanaskan pada suhu, 300 °C, 350 °C, 400 °C dan 450 °C selama 3 jam dalam tanur. Produk yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi dengan *color reader* Minolta CR-10 dan XRD. Senyawa hasil sintesis dengan derajat warna dan kristalinitas terbaik kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisinya.

3.5.3. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Senyawa hasil sintesis dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui fasa dan kristalinitas pigmen dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) sehingga diperoleh pola difraksi sinar X dalam bentuk difraktogram hubungan antara intensitas relatif terhadap sudut 2θ .

3.5.4. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader* Minolta CR-10 (Misnawi, dkk., 2006)

Senyawa hasil sintesis ditempelkan pada color reader Minolta CR-10 dan ditekan sampai berbunyi atau lampu menyala. Angka yang ditampilkan kemudian diukur pada grafik untuk mengetahui spesifikasi warna. Hasil yang diperoleh berupa nilai L^* , a^* dan b^* dengan skala 0 – 100. Dari hasil tersebut dihitung nilai kroma (C^*) dan *hue* (H°)nya.

3.5.5. Karakterisasi Hasil Kalsinasi Terbaik dengan Mikroskop Pemindai Elektron – Spektroskopi Dispersif Energi (SEM-EDS) (Sujatno, dkk., 2015)

Produk kalsinasi dengan warna dan kristalinitas yang tinggi dianalisis dengan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi permukaannya dan komposisi serta pengotor yang masih terkandung dalam pigmen. Analisis tersebut dilakukan dengan menembakkan sinar X pada sampel, sehingga muncul data berupa puncak-puncak unsur yang terkandung dalam sampel. Sampel ditempatkan pada mesin pelapis emas dengan tebal sekita 8 mm. Selanjutnya sampel ditempatkan dalam sampel holder dengan ketebalan 12-15 mm. SEM akan menembakkan berkas elektron berenergi tinggi yang akan dipantulkan sehingga sehingga ukuran dan bentuk partikel objek terlihat dengan jelas.

3.6. Analisa Data

Berdasarkan nilai L^* , a^* dan b^* yang diperoleh dari *Color Reader* Minolta CR-10 dapat diketahui perhitungan nilai kroma (C^*) dan *hue* (H°) dengan menggunakan persamaan 3.1 dan 3.2 (Misnawi et al., 2006).

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

$$H^{\circ} = \tan^{-1} b^*/a^* \quad (3.2)$$

Keterangan : L* : warna hitam – putih

a* : warna hijau – merah

b* : warna biru – kuning

Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai L*, C* dan H^o standar pigment maghemit menurut Cornell dan Schwertmann (2003).

Hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan XRD. Data yang diperoleh kemudian dianalisis strukturnya dari kemiripan antara senyawa hasil sintesis dengan database yang telah tersedia, yaitu dicocokkan dengan ICSD standar maghemit menggunakan program *Origin* dan *Rietica* sehingga diperoleh difraktogram. Berdasarkan difraktogram XRD juga dapat diperoleh ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer dari persamaan 3.7 (Aliahmad dan Moghaddam, 2013).

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.7)$$

Keterangan : D : ukuran kristal (nm)

β : nilai dari FWHM (Full Widht at Half Maximum) (radian)

θ : sudut difraksi (derajat)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Limbah Bubut Besi

Senyawa maghemit berhasil disintesis dari limbah bubut besi. Limbah bubut besi yang digunakan sebagai sampel merupakan limbah yang diperoleh dari salah satu bengkel bubut yang terletak di Jl. Simpang Gajayana Kota Malang. Limbah bubut besi memiliki warna abu-abu gelap kebiruan. Limbah bubut tersebut masih bercampur dengan limbah bubut lain, seperti aluminium sehingga perlu dilakukan uji magnet pada setiap sampel besi, seperti pada Gambar 4.1



Gambar 4.1. Uji magnet pada sampel limbah besi

4.1.1. Karakterisasi Sampel dengan Fluoresensi Sinar-X (XRF)

Sampel besi terlebih dahulu diuji dengan fluoresensi sinar-X (XRF), untuk mengetahui komposisinya. Hasil XRF menunjukkan sampel limbah besi mengandung beberapa jenis logam seperti besi, mangan, nikel, tembaga, krom dan logam-logam lain (Tabel 4.1). Logam-logam tersebut digunakan sebagai campuran

untuk anti korosi pada benda-benda yang terbuat dari besi. Dibandingkan dengan hasil XRF limbah bubuk besi Khoiroh (2013), kandungan besi dalam sampel ini lebih sedikit yaitu 96,08%.

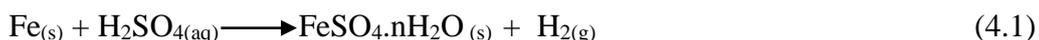
Tabel 4.1 Hasil XRF limbah bubuk besi

No.	Logam	Kadar (%)
1.	Besi (Fe)	96,08
2.	Europium (Eu)	0,9
3.	Kalsium (Ca)	0,28
4.	Kromium (Cr)	0,096
5.	Lantanum (La)	0,02
6.	Mangan (Mn)	1,3
7.	Nikel (Ni)	0,82
8.	Rubidium (Rb)	0,66
9.	Tembaga (Cu)	0,093

4.1.2. Pembuatan Prekursor Ferro (Fe^{2+}) dan *Ferric* (Fe^{3+})

Besi yang terkandung dalam limbah bubuk dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar atau *precursor* dalam pembuatan besi oksida, seperti maghemit. Dalam penelitian ini, prekursor yang digunakan ialah prekursor ferro (Fe^{2+}) dan *ferric* (Fe^{3+}). Prekursor ferro yang digunakan berupa padatan putih keabuan yang diperoleh dari hasil perendaman sampel besi pada asam sulfat selama 24 jam. Asam sulfat berfungsi sebagai oksidator untuk mengoksidasi logam besi menjadi ion besi (II).

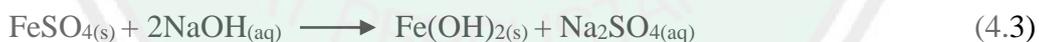
Menurut Vogel (1990) asam sulfat pekat akan bereaksi dengan besi membentuk ion besi (III) dengan lambat. Sebaliknya, dengan konsentrasi yang rendah asam sulfat akan bereaksi cepat dengan besi membentuk ion besi (II), sehingga dalam tahap ini, asam sulfat yang digunakan memiliki konsentrasi yang rendah yaitu 30%, seperti Persamaan Reaksi 4.1 (Will dan Kishi, 2001).



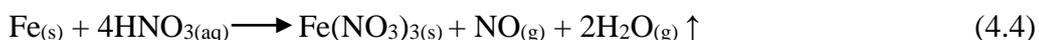
Selama proses perendaman, terjadi pemutusan ikatan-katan antar logam akibat adanya asam-asam kuat. Perendaman dilakukan selama 24 jam bertujuan untuk melarutkan besi dan pembentukan ferro sulfat. Terdapat beberapa besi yang tidak larut dalam asam sulfat selama 24 jam, untuk itu dilakukan pemanasan yang bertujuan untuk mempercepat reaksi pelarutan besi serta untuk menguapkan sisa – sisa pelarut. Pemanasan dilakukan sampai sedikit kering, sehingga membentuk endapan putih. Menurut Will dan Kishi (2001) adanya pemanasan menyebabkan hidrat dalam garam ferro sulfat dapat menguap (Persamaan Reaksi 4.2).



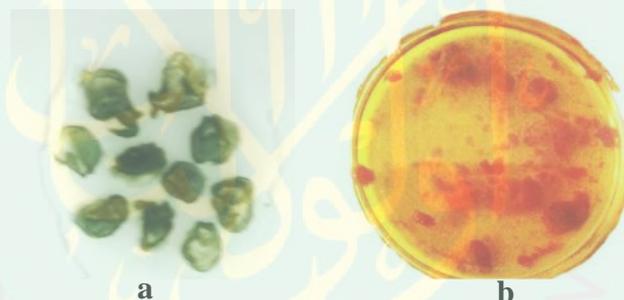
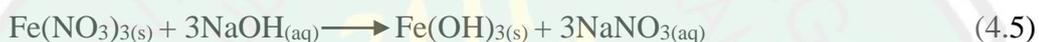
Kandungan ion besi (II) dalam prekursor dapat diketahui dengan dilakukan uji kimia dengan menggunakan basa kuat. Endapan putih terlarut berubah menjadi warna hijau (Gambar 4.2) setelah direaksikan dengan basa, sebagaimana Persamaan Reaksi 4.2 (Will dan Kishi, 2001). Hal tersebut sesuai dengan prosedur uji kimia ion besi (II) dengan basa menurut Vogel (1990).



Dalam sintesis magnetit, juga perlu dilakukan preparasi prekursor *ferric*. Prekursor *ferric* yang diperoleh dari perendaman sampel besi dalam asam nitrat 3,5 M selama 24 jam. Asam nitrat digunakan sebagai oksidator untuk mengoksidasi logam besi menjadi besi (III), seperti pada Persamaan Reaksi 4.3.



Hasil perendaman sampel besi dengan asam nitrat merupakan besi (III) nitrat yang padatan berwarna cokelat. Vogel (1990) mengungkapkan bahwa besi akan membentuk besi (III) ketika direaksikan dengan asam nitrat. Untuk mengetahui kandungan besi (III) dalam prekursor, dilakukan uji secara kimia dengan menambahkan basa kuat ke dalam prekursor yang telah dicampur dengan aquademin. Hasil uji kimia menunjukkan adanya endapan berwarna cokelat kemerahan (Gambar 4.2) (Svehla, 1996). Berdasarkan Svehla (1996) endapan cokelat kemerahan tersebut merupakan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (Persamaan Reaksi 4.4). Pengujian secara kualitatif dilakukan dengan menggunakan NaOH .



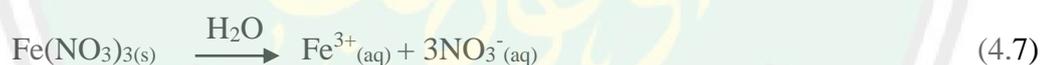
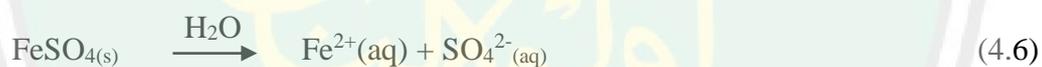
Gambar 4.2. Hasil uji kimia a) Besi (II) dan b) Besi (III)

4.2. Sintesis Pigmen Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Suhu Kalsinasi

Maghemit umumnya disintesis dari magnetit atau besi oksida berwarna hitam. Berdasarkan beberapa literatur, magnetit diperoleh dari sintesis campuran antara prekursor ferro dan *ferric*. Dalam penelitian ini, digunakan campuran ferro dan *ferric* dengan perbandingan berat 2:1. Menurut Faivre (2016) magnetit akan terbentuk ketika rasio perbandingan $\text{Fe}^{2+} : \text{Fe}^{3+}$ (1:2). Alibeigi dan Vaezi (2008) menyatakan bahwa pada kondisi udara terbuka tidak terbentuk magnetit jika rasio

perbandingan $\text{Fe}^{2+} : \text{Fe}^{3+}$ (1:2). Hal tersebut disebabkan karena adanya oksidasi ion Fe^{2+} menjadi ion Fe^{3+} , sehingga rasio perbandingan akan berubah.

Oleh sebab itu, digunakan perbandingan berat prekursor ferro (Fe^{2+}) dan *ferric* (Fe^{3+}) sebesar 2:1, karena sintesis dilakukan dalam kondisi terbuka. Berdasarkan Kumar, dkk (2015) campuran prekursor yang mengandung garam besi (II) sulfat dan besi (III) nitrat akan terdisosiasi menjadi ion ketika bereaksi dengan air (Persamaan Reaksi 4.5 dan 4.6) menghasilkan warna kuning dan akan berubah menjadi hidroksida setelah ditambahkan ammonia (Persamaan Reaksi Reaksi 4.8) membentuk warna hijau gelap. Untuk mendapatkan magnetit campuran disintesis pada suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 90 menit sambil diaduk pada 450 rpm. Berdasarkan Pauan, dkk (2013) magnetit yang disintesis pada suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 90 menit sambil diaduk dengan kecepatan pengadukan 450 rpm memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan pada suhu lain. Berikut Persamaan Reaksi 4.6 – 4.8.



Berdasarkan Sulistyaningsih, dkk (2017) hasil sintesis menunjukkan terdapat adanya dua lapisan terpisah antara filtrat dan endapan berwarna hitam (Persamaan Reaksi 4.9). Untuk mempermudah diambilnya endapan hitam tersebut dilakukan pemisahan dari filtratnya melalui dekantasi, dan dengan bantuan magnet. Adanya magnet dalam proses pengendapan menunjukkan adanya daya tarik antara magnet dengan endapan hitam tersebut. Secara kualitatif, endapan tersebut merupakan magnetit (Gambar 4.4). Tingginya ammonia dalam filtrat menimbulkan bau yang

sangat khas, sehingga perlu dilakukan beberapa kali pencucian dengan aquademin untuk menghilangkan bau ammonia sehingga nantinya mempermudah proses penyaringan.



Salah satu cara magnetit (Fe_3O_4 atau $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$) dapat bertransformasi menjadi maghemit melalui kalsinasi. Berdasarkan Mashuri, dkk (2007), magnetit bertransformasi menjadi maghemit dengan kalsinasi pada suhu 300 – 500 °C. Septityana, dkk (2013) menyatakan pada suhu 500 °C telah terbentuk fasa lain yaitu hematit (besi oksida merah). Dalam penelitian ini, suhu kalsinasi yang digunakan ialah suhu 300 °C, 350 °C, 400 °C dan 450 °C. Terbentuknya maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) diketahui pada Persamaan Reaksi 4.10 (Bauxbaum dan Pfaff (2005)).



Produk hasil kalsinasi dengan variasi suhu berbeda menunjukkan warna cokelat kemerahan yang tidak berbeda secara visual. Untuk mengetahui perbedaan warna pada produk dapat dilakukan uji warna dengan *Color Reader*. Serta untuk mengetahui fasa yang terbentuk adalah maghemit dapat diketahui dengan uji menggunakan difraksi sinar-X (XRD).

Berdasarkan Gambar 4.3 warna sampel sebelum dan setelah kalsinasi terlihat berbeda yaitu dari warna hitam (sebelum kalsinasi) menjadi berwarna cokelat kemerahan (setelah kalsinasi). Berdasarkan Kazeminezhad dan Mosivand (2014), hal tersebut merupakan akibat dari kalsinasi dan dapat diasumsikan bahwa magnetit telah bertransformasi menjadi maghemit. Produk setelah dikalsinasi juga

dapat ditarik magnet, sebagaimana Gambar 4.4. Secara kualitatif, menurut Shokrollahi (2017) hal ini mengindikasikan bahwa produk hasil sintesis merupakan maghemit.



Gambar 4.3. Produk a) sebelum kalsinasi dan b) sesudah kalsinasi

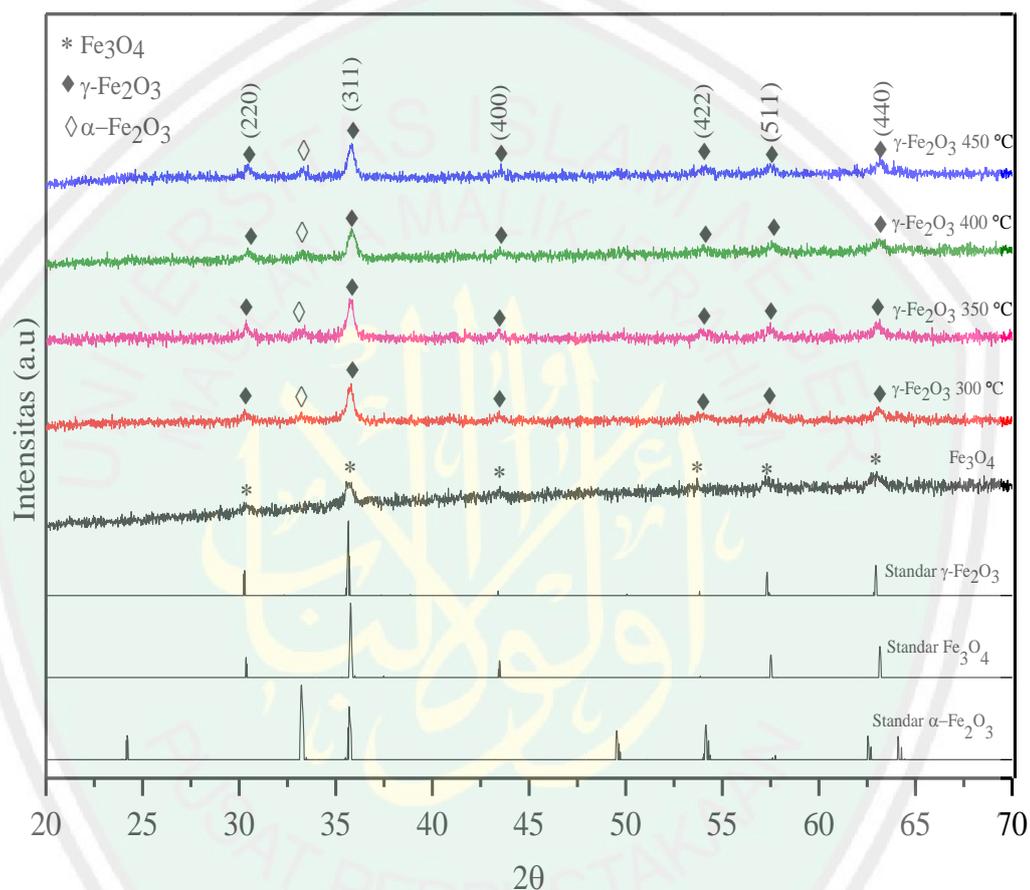


Gambar 4.4. Uji magnet sampel a) sebelum kalsinasi dan b) setelah kalsinasi

4.3. Karakterisasi Hasil Kalsinasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraktogram XRD menunjukkan bahwa endapan hitam sebelum kalsinasi ialah magnetit. Hal tersebut terbukti adanya kecocokan puncak sampel pada Gambar 4.5 dengan *ICSD* No. 158505 (magnetit) pada posisi 2θ 30,36 (220); 35,76 (311); 43,48 (440); 53,94 (422); 57,52 (511); dan 63,15 (400). Puncak-puncak yang dihasilkan sampel sebelum kalsinasi sesuai dengan standar magnetit yaitu pada 2θ 30,24 (220); 35,54 (311); 43,49 (440); 53,69 (422); 57,23 (511) dan 62,99 (400). Puncak dengan serapan tertinggi terletak pada 2θ 35,54 (311) (Gambar 4.5). Pada

dasarnya antara magnetit dan maghemit memiliki puncak-puncak khas tidak jauh berbeda, sehingga cukup sulit untuk membedakan antara keduanya, namun terlihat secara visual bahwa sebelum dan sesudah kalsinasi menunjukkan warna yang berbeda, sebagaimana Gambar 4.3.



Gambar. 4.5. Pola difraktogram XRD sampel dengan variasi suhu kalsinasi

Hasil XRD menunjukkan bahwa produk setelah kalsinasi memiliki kecocokan dengan *ICSD* 87121 untuk maghemit. Senyawa maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) yang memiliki struktur tetragonal dengan puncak pada 2θ 30,26 (220); 35,66 (311), 43,34 (440); 53,76 (422); 57,32 (511) dan 62,94 (400), sebagaimana Gambar 4.5.

Terlihat bahwa pada puncak-puncak khas 2θ sampel kalsinasi suhu $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ memiliki intensitas yang lebih tinggi dari yang lain. Intensitas pada posisi 2θ tersebut mengalami kenaikan dari suhu $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ke suhu $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan mengalami penurunan intensitas pada suhu $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, akan tetapi intensitas kembali naik pada suhu $450\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dapat dikatakan bahwa sampel setelah kalsinasi suhu $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ memiliki kristalinitas lebih tinggi dibandingkan sampel lain.

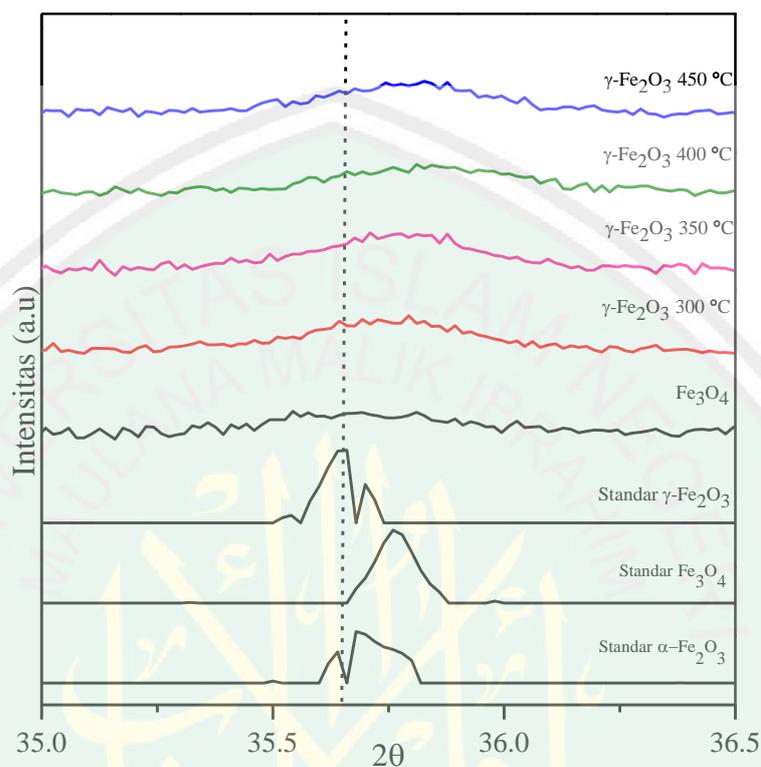
Tabel 4.2 Perbandingan posisi 2θ standar dan sampel

<i>hkl</i>	2θ				
	Standar	S. $300\text{ }^{\circ}\text{C}$	S. $350\text{ }^{\circ}\text{C}$	S. $400\text{ }^{\circ}\text{C}$	S. $450\text{ }^{\circ}\text{C}$
220	30,26	30,28	30,36	30,45	30,46
311	35,66	35,79	35,71	35,81	35,83
440	43,34	43,46	43,43	43,50	43,57
422	53,76	53,76	53,87	53,97	53,52
511	57,32	57,40	57,48	57,55	57,47
400	62,94	63,08	63,15	63,12	63,15

Berdasarkan standar puncak pada posisi $2\theta = 35,66$, terlihat bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi yang digunakan maka posisi 2θ semakin bergeser kekanan (Tabel 4.2). Perbedaan posisi 2θ tidak jauh berbeda dengan standar maghemit. Hal tersebut dibuktikan dengan pola XRD pada saat dilakukan perbesaran posisi $2\theta = 35,66$ (Gambar 4.6). Menurut Kumar, dkk (2015) adanya pergeseran puncak 2θ menunjukkan adanya sedikit perubahan parameter kisi.

Terjadinya pergeseran posisi 2θ dapat dipengaruhi oleh adanya fasa lain. Berdasarkan hasil difraktogram diketahui bahwa puncak pada posisi 2θ (33,21). Puncak tersebut (tanda “ \diamond ”) merupakan puncak khas dari hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Semakin tinggi suhu kalsinasi intensitas puncak khas hematit semakin tinggi. Hal tersebut menyebabkan pergeseran semakin kekanan seiring dengan tingginya suhu

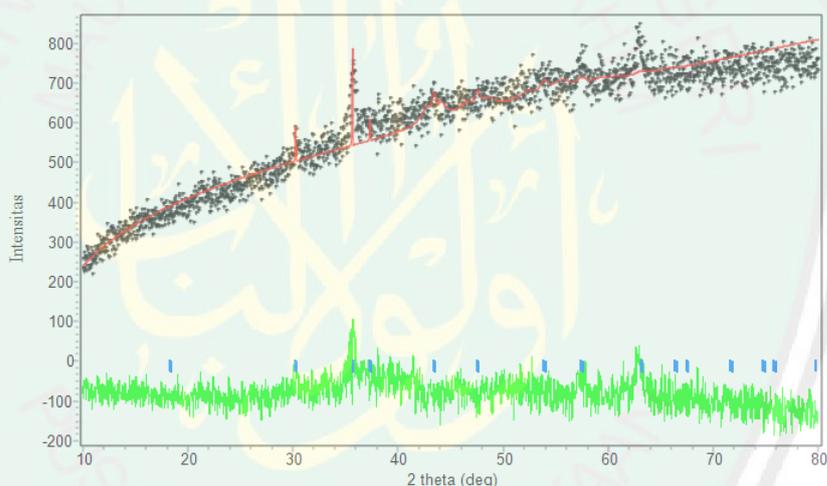
kalsinasi. Munculnya puncak hematit pada hasil produk sintesis disebabkan oleh bahan-bahan sintesis, seperti jenis asam dan bahan dasar laini.



Gambar 4.6. Pola difraktogram XRD pada posisi 2θ

Prosentase karakteristik kisi kristal dapat diketahui dari hasil *refinement* dengan metode La Bail. Proses *refinement* merupakan proses pencocokan pola difraksi data terhitung dan data terukur dengan data dari ICSD. Hasil yang diperoleh dari proses *refinement* ialah berupa indeks kecocokan (*Figure of Merit*) dari pola difraksi terhitung (garis merah) dengan pola garis terukur (garis '+'). Kecocokan tersebut ditunjukkan dengan R_p , R_{wp} dan $GOF(x)^2$. Hasil *rifenement* dianggap baik ketika x^2 kurang dari 4% (Kisi, 1994). Hasil *refinement* juga dapat menunjukkan perbedaan parameter kisi sampel dengan standar.

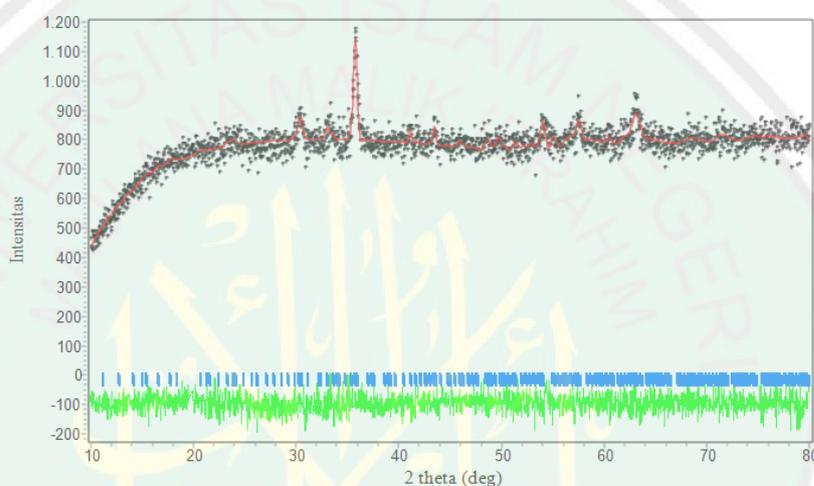
Hasil *Refinement* pada sampel sebelum kalsinasi (Gambar 4.7) diketahui memiliki nilai R_p , R_{wp} dan $GOF(x)^2$ masing – masing sebesar 4,58%, 6,23% dan 0,95%. Hal tersebut menunjukkan sampel memiliki kecocokan yang tinggi karena x^2 yang diperoleh kurang dari 4%, selain itu juga nilai R_p dan R_{wp} yang diperoleh juga memiliki nilai $<7\%$. Magnetit tersebut memiliki struktur kubus dengan *space group* $Fd\bar{3}m$. Parameter kisi magnetit a ialah 8,3196 Å dengan sel unit ($z=8$) dan memiliki sudut $\alpha=\beta=\gamma$ yaitu 90 °. Parameter kisi yang diperoleh sampel sebelum kalsinasi sebesar $a= 8,3109$ Å. Berdasarkan parameter kisi, dapat disimpulkan bahwa sampel sebelum kalsinasi ialah magnetit.



Gambar 4.7 Hasil *refinement* sampel sebelum kalsinasi

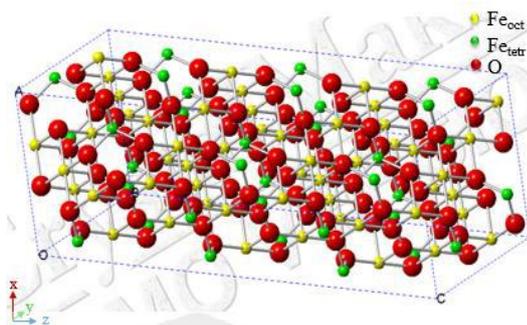
Berdasarkan Machala, dkk (2011) maghemit memiliki dua struktur yaitu kubik dan tetragonal. Standar tetragonal maghemit (*ICSD 87121*) memiliki parameter kisi $a = 8,3457$ Å dan $c = 25,034$ Å dengan sel unit $z=32$, serta memiliki *space group* $P4_32_12$. Maghemit dengan struktur kubik (*ICSD 249048*) memiliki parameter kisi $a = 8,56608$ Å dengan *space group* $P4_332$ dan sel unit $z=1$. Kecocokan sampel setelah kalsinasi dengan standar maghemit dipelajari dengan

refinement data XRD. Hasil *refinement* menunjukkan bahwa semua sampel memiliki kecocokan yang tinggi dengan standar maghemit, akan tetapi relative cenderung memiliki struktur tetragonal. Hal tersebut ditunjukkan oleh nilai $x^2 < 4\%$, selain itu nilai R_p dan R_{wp} yang diperoleh $< 5\%$ (Lampiran 3). Sampel yang dikalsinasi pada suhu $350\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki nilai R_p dan R_{wp} terendah dibanding yang lain, yaitu $< 4\%$.



Gambar 4.8. Hasil *refinement* sampel setelah kalsinasi suhu $350\text{ }^\circ\text{C}$

Berdasarkan parameter kisi, terlihat bahwa hasil pencocokan yang diperoleh menunjukkan bahwa maghemit cenderung membentuk kisi kristal tetragonal (Lampiran 3). Sesuai dengan teori yang disebutkan oleh Introna dan Wood (2004) bahwa maghemit yang diperoleh dari hasil sintesis lebih cenderung memiliki struktur tetragonal, sebagaimana Gambar 4.9 diilustrasi berdasarkan struktur maghemit dengan program *CrystalMaker*.



Gambar 4.9. Struktur tetragonal maghemit

Berdasarkan hasil XRD, ukuran kristal sampel sebelum dan setelah kalsinasi dapat diketahui melalui perhitungan (Lampiran 11) menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Ukuran kristal maghemit dihitung dari puncak tertinggi yaitu pada hkl 311. Ukuran kristal pada puncak 2θ tertinggi (hkl 311) sampel sebelum kalsinasi (magnetit) ialah 24,94 nm. Ukuran kristal masing-masing sampel setelah kalsinasi (maghemit) sebagaimana Tabel 4.3. Ukuran kristal sampel setelah kalsinasi semakin besar seiring dengan naiknya suhu kalsinasi, akan tetapi ukuran kristal mengalami penurunan pada suhu 450 °C.

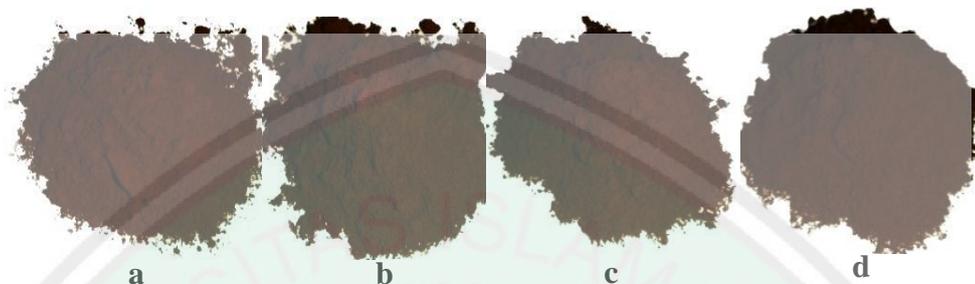
Tabel 4.3 Ukuran kristal produk kalsinasi

Produk	Hkl	Ukuran kristal (nm)
Magnetite	311	24,94
Maghemit 300 °C	311	27,72
Maghemit 350 °C	311	31,20
Maghemit 400 °C	311	49,92
Maghemit 450 °C	311	31,20

4.4. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader Minolta CR-10*

Sampel hasil kalsinasi memiliki warna coklat kemerahan. Secara visual, tidak tampak perbedaan warna yang signifikan pada sampel yang dikalsinasi pada

variasi suhu, sebagaimana Gambar 4.10. Untuk mengetahui nilai warna pada hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan *Color Reader* Minolta CR-10. Hasil analisis warna dapat dilihat pada tabel Lampiran 10.

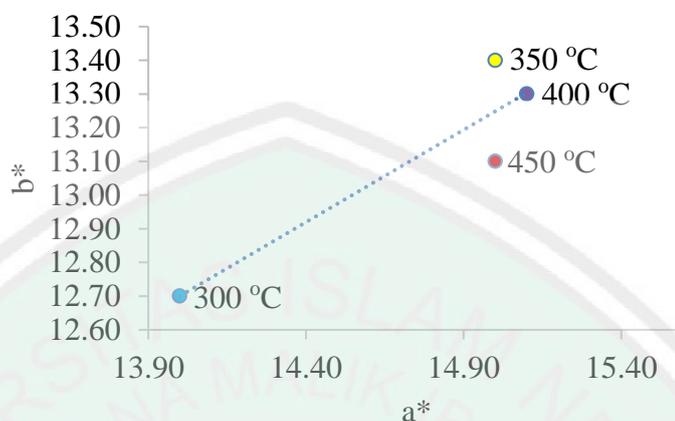


Gambar 4.10. Hasil kalsinasi suhu a) 300 °C, b) 350 °C, c) 400 °C dan d) 450 °C.

Berdasarkan tabel Lampiran 10, dapat diketahui bahwa seluruh sampel yang dikalsinasi masuk pada range standar maghemit, baik dari nilai kecerahan (L^*) dan kroma (C^*). Berdasarkan data L^* , diketahui bahwa sampel yang dikalsinasi pada suhu 350 °C memiliki kecerahan optimum. Tingkat kenaikan kecerahan (L^*) dari suhu 300 °C ke suhu 350 °C mengalami sedikit kenaikan dan mengalami penurunan setelah dipanaskan pada suhu 400 °C sampai 450 °C. Berdasarkan Darmaprawira (2002) tingkat kecerahan sampel setelah kalsinasi mulai dari abu-abu gelap sampai menuju gelap. Hal tersebut diperoleh setelah tingkat kecerahan sampel dibandingkan dengan sistem Munsell (Briggs, 2017).

Menurut Cornell dan Swerthmann (2003), kecerahan warna pada pigmen dipengaruhi oleh ukuran partikelnya, semakin kecil ukuran partikel maka warna pigmen semakin terang. Pemanasan pada suhu yang lebih tinggi dapat menaikkan energi permukaan material sehingga partikel-partikel kecil cenderung bergabung

menjadi partikel yang lebih besar untuk menurunkan energi permukaannya. Ukuran partikel dapat berpengaruh pada *tinting strenght* dan *light power* pigmen.

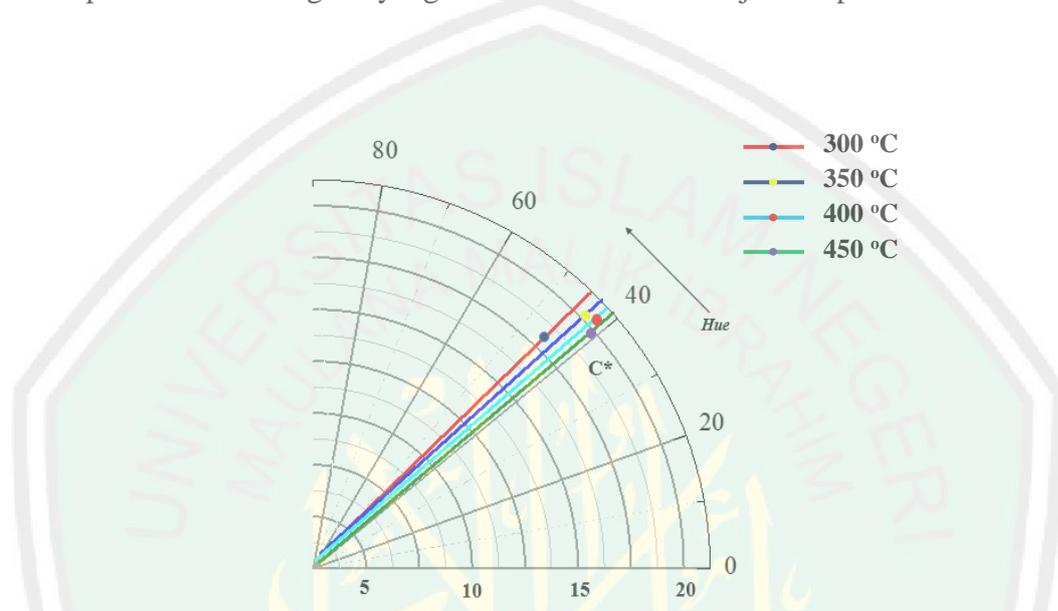


Gambar 4.11. Grafik hubungan nilai a^* dan b^* hasil kalsinasi

Lampiran 10 menunjukkan bahwa seluruh sampel memiliki nilai a^* dan b^* yang bernilai positif, yang menunjukkan bahwa sampel memiliki karakter warna kuning dan merah. Hubungan nilai a^* dan b^* digambarkan dengan grafik pada Gambar 4.11. Berdasarkan grafik tersebut terlihat bahwa sample kalsinasi 350 °C memiliki nilai terbaik. Hal tersebut berkaitan dengan nilai derajat warna maghemit yang lebih mengarah ke derajat warna kuning (Bauxbaum dan Pffaf, 2005). Menurut Darmaprawira (2002) campuran warna kuning dan merah akan membentuk warna jingga atau oranye, dimana warna tersebut merupakan tergolong warna sekunder. Intensitas warna (*chroma*) yang rendah membentuk warna coklat. Corak kemerahan yang muncul diakibatkan adanya besi oksida merah (hematit). Hal tersebut dibuktikan munculnya puncak hematit pada difraktogram XRD.

Hasil kroma atau intensitas warna sampel sesuai dengan rentang standar maghemit. Nilai kroma optimum berada pada sampel yang dikalsinasi pada suhu

400 °C. Semakin meningkat suhu, nilai kroma juga semakin meningkat, namun pada suhu 450 °C terjadi penurunan. Nilai kroma pada suhu 350 °C dan 400 °C tidak berbeda secara signifikan, namun nilai L^* pada suhu 350 °C adalah yang tertinggi. Hal tersebut menunjukkan sampel pada suhu 350 °C memiliki nilai warna optimum dibandingkan yang lain. Nilai kroma ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12. Diagram warna kroma dan *hue*

Berdasarkan nilai *hue* atau derajat warna, terjadi penurunan seiring dengan naiknya suhu kalsinasi. Semakin tinggi suhu maka nilai *hue* semakin turun, sebagaimana Gambar 4.12. Berdasarkan Bauxbaum dan Pfaff (2005) nilai *hue* pigmen maghemit lebih mendekati *hue* kuning (90°), akan tetapi nilai *hue* yang dihasilkan bergeser ke arah merah (0°), serta *hue* yang diperoleh masuk dalam rentang warna merah dengan nilai *a* lebih dominan dibandingkan nilai *b*. Hal tersebut diakibatkan oleh adanya hematit atau besi oksida merah, sebagaimana munculnya puncak pada 2θ (33,16) dalam difraktogram XRD. Berdasarkan ukuran kristal, semakin tinggi suhu ukuran kristal semakin besar, namun ukuran turun kembali pada suhu 450° C. Hal tersebut sebanding dengan nilai *a* (warna merah)

yang menunjukkan semakin tinggi suhu dapat meningkatkan nilai a , namun turun kembali pada suhu 450 °C, sebagaimana tabel pada Lampiran 10.

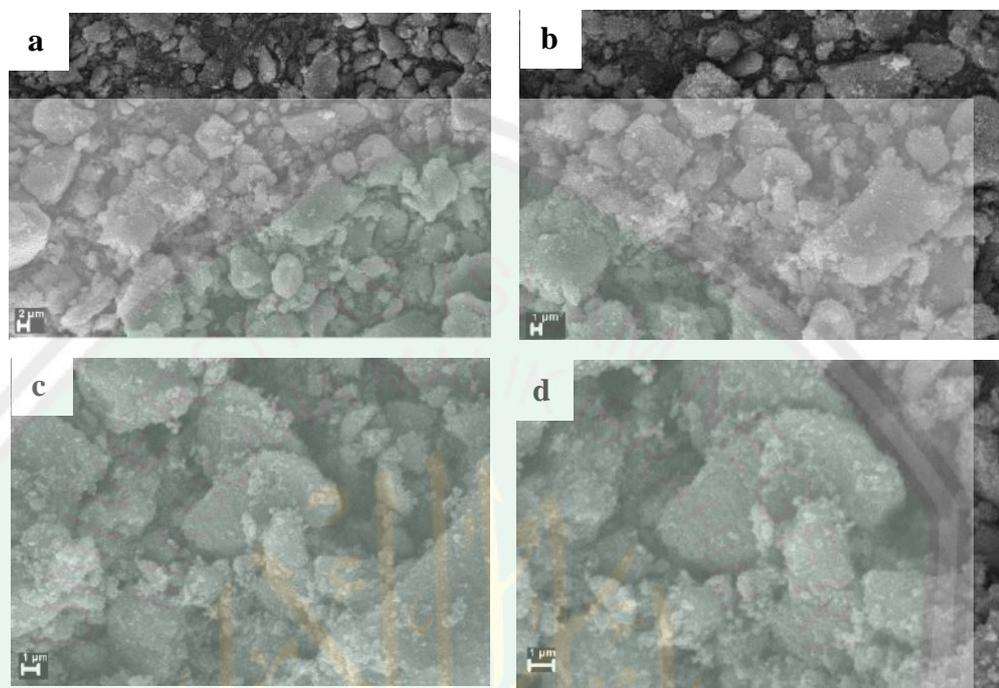
Secara teoritis, warna coklat maghemit terbentuk dari mineral besi (III) oksida atau yang disebut dengan *idiochromatic*. Berdasarkan Sakamoto, dkk (2017), mekanisme terbentuknya warna pada besi (III) oksida akibat adanya transisi elektron-elektron atom diorbital d-d. Elektron-elektron ion Fe^{3+} pada orbital terluar mengalami transisi ke tingkat energi yang lebih tinggi akibat menyerap cahaya atau sinar tertentu sehingga membentuk warna-warna tampak.

4.5. Karakterisasi Hasil Kalsinasi dengan Mikroskop Pemindai Elektron – Spektroskopi Dispersif Energi (SEM-EDS)

Karakterisasi dengan SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi dan komposisi senyawa dalam produk maghemit, dan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel dari sampel. Sampel dipreparasi dengan dilapisi dengan Au-Pd. Sampel perlu dilapisi (*coating*) karena dalam besi oksida terdapat oksigen yang merupakan atom non-logam, selain itu juga bertujuan agar elektron lebih cepat dihantarkan sampai tekanan vakum 10^{-1} mbar.

Dalam penelitian ini, hasil SEM dilihat mulai dari perbesaran 3000x – 15000x. Pada perbesaran 3000x, sampel terlihat dengan jelas memiliki bentuk yang tidak seragam, mulai dari bentuk bulat, datar, lonjong, *irregular* dan lain-lain. Tidak berbeda jauh, SEM pada perbesaran 5000x bentuk partikel semakin terlihat jelas tidak seragam dan terlihat saling tumpang tindih antara partikel. Pada perbesaran 10000x, terlihat bahwa terdapat partikel-partikel kecil yang menumpuk pada partikel yang lebih besar. Pada saat dilakukan perbesaran 15000x, semakin jelas

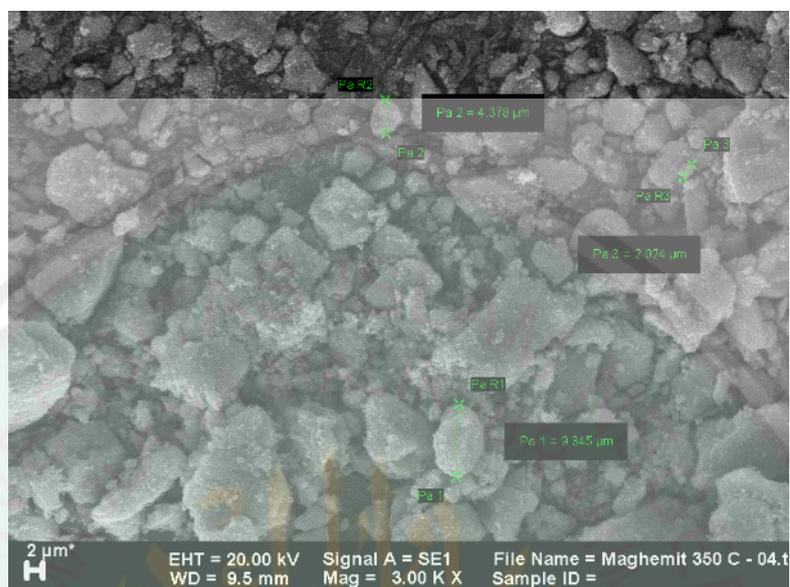
terlihat bahwa banyak partikel-partikel kecil yang saling bertumpuk pada partikel yang lebih besar, sebagaimana Gambar 4.13.



Gambar 4.13. Hasil SEM maghemit perbesaran (a) 3000x, (b) 5000x, (c) 10000x dan d) 15000x

Berdasarkan hasil SEM terlihat bahwa ukuran partikel tidak seragam, sebagaimana Gambar 4.14. Pengukuran ukuran partikel dilakukan pada 3 partikel pada perbesaran 3000x dan diketahui antara 2 μm , 4 μm dan 9 μm . Terlihat bahwa terdapat partikel-partikel yang lebih kecil yang tidak dapat diukur karena adanya penumpukan. Berdasarkan Bauxbaum dan Pfaff (2005) ukuran dan bentuk partikel merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi kapasitas pigmen dalam memantulkan dan menyebarkan cahaya, yang juga dapat berdampak pada ketahanan pigmen terhadap cahaya dan cuaca. Gambar SEM yang dihasilkan terlihat tidak fokus. Menurut Layek, dkk (2010), hal tersebut disebabkan adanya interaksi antara

partikel maghemit dengan lensa magnetic yang digunakan untuk memfokuskan gambar.



Gambar 4.14 Hasil pengukuran ukuran partikel sampel maghemit

Kandungan sampel maghemit dapat diketahui melalui EDX. Berdasarkan hasil EDX, pada Tabel 4.4 diketahui bahwa dalam sampel maghemit terkandung besi dan oksigen, serta masih terdapat beberapa pengotor yaitu, mangan dan karbon. Mangan tersebut diasumsikan sebagai mangan oksida. Berdasarkan perhitungan nilai Q_{sp} (Lampiran 4), mangan mengendap sebagai mangan (II) hidroksida ($Mn(OH)_2$) pada pH 11 ketika penambahan ammonia ($Q_{sp} > K_{sp}$), dan dapat berubah menjadi mangan oksida pada saat pemanasan.

Tabel 4.4 Komponen maghemit 350 °C hasil EDX

Unsur	Besi (Fe)	Karbon (C)	Mangan (Mn)	Oksigen (O)
Kadar (%)	74,59	3,06	1,19	21,16

Karbon berasal dari sampel yang digunakan sebagai campuran dalam pembuatan bahan-bahan yang mengandung besi agar bersifat kuat dan keras. Karbon diasumsikan sebagai karbon hitam. Karbon hitam tersebut tidak terlarut selama proses pencucian dan tidak menguap selama proses kalsinasi. Hal tersebut disebabkan karbon hitam memiliki titik leleh yang tinggi, yaitu 3550 °C (Mulyono, 2006). Berdasarkan hasil XRF, karbon tidak terdeteksi karena ketika disinari karbon tidak berpedar.

Mangan oksida dan karbon hitam tersebut dapat menempati ruang-ruang kosong yang terdapat di struktur maghemit, Hal tersebut dibuktikan dari hasil XRD (Gambar 4.7) tidak adanya puncak baru yang muncul. Berdasarkan spesifikasi standar pigmen cokelat besi oksida sintesis ASTM D 3724, kadar karbon yang terkandung dalam pigmen maghemit masih dibawah dari standar karbon maksimum (5%).

4.6. Pemanfaatan Limbah Bubut Besi Sebagai Pigmen dalam Pandangan Islam

Telah disebutkan sebelumnya, dalam Alqur'an surat al-Hadid ayat 25 Allah berfirman bahwasanya besi memiliki manfaat besar bagi manusia. Dari penggalan ayat tersebut terdapat kata *وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ* yang berarti "dan berbagai manfaat bagi manusia". Beberapa ulama' tafsir telah menafsirkan manfaat besi bagi manusia dalam berbagai hal, antara lain sebagai bahan dasar untuk membuat alat-alat perkakas yang umum digunakan manusia seperti mata bajak, gergaji, alat tenun, alat berladang, untuk keperluan pembuata alat-alat rumah tangga, transportasi dan mesin untuk membuat produk-produk lain. Disamping barang-barang atau alat-alat

yang disebutkan oleh para ulama' tafsir, ada manfaat lain dari besi. Yaitu sebagai bahan dasar pembuatan pigmen, khususnya pigmen besi oksida.

Pigmen besi oksida merupakan pigmen berbahan dasar besi yang umum digunakan diberbagai industri. Saat ini kebutuhan pigmen besi oksida terus meningkat seiring dengan semakin pesatnya pertumbuhan industri yang menggunakan pigmen besi oksida, seperti industri cat, plastik, tinta pada kertas dan tekstil, material konstruksi, keramik, karet, gelas dan sebagainya (Bauxbaum dan Pfaff, 2005). Maghemit sebagai salah satu jenis pigmen besi oksida umum digunakan pada industri-industri tersebut, selain itu maghemit juga digunakan sebagai pigmen magnetik dalam media penyimpanan pada radio dan komputer. Maghemit bersifat tidak beracun, *biodegradable*, stabil, dan tahan pada suhu tinggi (Machala,dkk., 2011).

Dilihat dari makna وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ, besi oksida sebagai pigmen memiliki manfaat atau peranan besar dalam industri-industri yang telah disebutkan. Yakni sebagai bahan yang memberikan warna pada benda yang diwarnai. Sebagai contoh, gelas yang telah diwarnai akan terlihat lebih indah jika diberi warna. Selain menambahkan nilai estetika pada gelas juga dapat meningkatkan harga jual dari gelas tersebut. Untuk itu, perlunya pigmen besi ini nyata adanya.

Manusia sebagai insan *ulul albab* yang dituntut untuk berfikir segala sesuatu yang terjadi dilangit dan bumi, sebagaimana firman Allah surat al-Imran ayat 190-191. Menurut Shihab (2005) ayat 190 menguraikan tentang penciptaan-Nya serta memerintahkan kita untuk memikirkannya. Pada ayat 191 menjelaskan tentang sebagian ciri-ciri *ulul albab*, yaitu orang-orang baik laki-laki maupun perempuan yang terus menerus mengingat Allah SWT dengan ucapan atau hati, dalam kondisi

dan situasi apapun selalu memikirkan penciptaan alam raya ini. Setelah itu mereka berkesimpulan bahwa Allah SWT menciptakan alam raya ini dengan tidak sia-sia. Kaum *ulul albab* pada ayat ini adalah orang-orang yang mengintegrasikan antara berpikir dan berdzikir, dan menjadikannya sebagai satu kesatuan yang tidak terpisahkan.

Terdapat berbagai hal yang terjadi di alam semesta dapat difikirkan oleh kaum *ulul albab* ini. Salah satunya ialah berpikir tentang cara untuk memenuhi kebutuhan akan pigmen besi oksida yang tinggi. Solusi untuk hal tersebut ialah dengan melakukan sintesis. Pada dasarnya pigmen besi oksida tersedia di alam, karena jumlahnya terbatas sehingga perlu dilakukan sintesis pigmen besi oksida untuk memenuhi kebutuhan pasar. Limbah bubuk besi dapat digunakan sebagai solusi dalam sintesis pigmen besi oksida.

Limbah bubuk besi merupakan limbah yang dihasilkan oleh industri-industri kerajinan besi yang menggunakan mesin bubuk. Industri kerajinan besi merupakan salah satu industri yang memproduksi berbagai barang dan alat berbasis besi, seperti *candle* holder, pagar, teralis, sabit dan lain-lain. Limbah bubuk besi (berukuran kecil) hasil produksi ini menurut Sunardi dan Wijayanti (2010) biasanya tidak dimanfaatkan lagi dan akan dibuang secara langsung ke lingkungan. Hal tersebut jelas akan berdampak buruk bagi lingkungan.

Menurut PP No. 85 Tahun 1999, limbah yang berasal dari kegiatan bubuk dan pengelasan ditetapkan sebagai bahan berbahaya dan beracun. Kadar maksimum besi yang boleh dibuang ke lingkungan sekitar 5 mg/L (SNI 06-6989.49-2005). Tingginya kadar besi dalam limbah bubuk dapat berpotensi terhadap pencemaran lingkungan. Untuk itu, sintesis pigmen besi oksida dari limbah bubuk besi ini perlu

dilakukan untuk mencegah potensi pencemaran lingkungan. Sebagaimana yang dikatakan oleh pepatah bahwa “mencegah lebih baik dari pada mengobati”.

Sesuai dengan larangan Allah yang tertulis dalam firman-Nya surat al-Qashas ayat 77 tentang larangan berbuat kerusakan dimuka bumi ini:

﴿۷۷﴾ وَأَحْسِنَ كَمَا أَحْسَنَ اللَّهُ إِلَيْكَ وَلَا تَبْغِ الْفَسَادَ فِي الْأَرْضِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ

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

Shihab (2005) menjelaskan dalam Tafsir al-Misbah bahwa maksud “*berbuat kerusakan*” dapat mencakup banyak hal seperti pembunuhan, perampokan, berfoya-foya, pengurangan timbangan, gangguan terhadap kelestarian lingkungan dan lain-lain yang puncaknya adalah merusak fitrah kesucian manusia. Sesuai dengan pernyataan Ar-Rifa’i (2000) dalam Tafsir Ibnu Katsir bahwa janganlah *himmah* akan sesuatu, dapat membuat kerusakan di muka bumi dan berbuat jahat kepada makhluk Allah. Manusia seringkali menggunakan berbagai cara untuk mencapai segala yang dicita-citakan tanpa memikirkan akibatnya yang secara langsung atau tidak akan merugikan banyak pihak. Oleh karena itu sebagai umat beragama semestinya mampu untuk membedakan antara yang baik dan buruk, benar atau salah dan yang penting adalah mau mengamalkannya.

Sintesis pigmen besi oksida dari limbah bubuk besi merupakan salah satu usaha manusia dalam memenuhi kebutuhan akan pigmen untuk berbagai industri. Selain itu, juga sebagai usaha dalam mencegah potensi pencemaran lingkungan akibat limbah bubuk dari industri kerajinan besi. Serta menjalankan perintah Allah, bahwasannya Allah melarang manusia untuk berbuat kerusakan dibumi.

BAB V

PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan dalam penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Suhu kalsinasi tidak memberikan perbedaan warna yang signifikan pada pigmen maghemit.
2. Pada variasi suhu kalsinasi yang digunakan diketahui bahwa maghemit yang dihasilkan memiliki struktur tetragonal yang lebih dominan.
3. Berdasarkan hasil SEM-EDX pada maghemit suhu 350 °C diketahui bahwa sampel memiliki ukuran dan bentuk partikel yang tidak seragam.

5.2. Saran

1. Perlu dilakukan variasi asam untuk membuat prekursor agar diperoleh hasil pigmen yang optimal, yakni warna lebih cerah.
2. Selama proses sintesis perlu dilakukan pengaliran gas nitrogen untuk mengurangi tingkat oksidasi ion ferro sehingga produk yang dihasilkan lebih murni.
3. Untuk mendapatkan gambar morfologi dan ukuran partikel yang lebih bagus dapat diperoleh dari karakterisasi menggunakan Mikroskop Transmisi Elektron (TEM).

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikajuddin., Virgus, Yudistira., Nirmin., dan Khairurrijal. 2008. Review: Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 1(2): 33-57.
- Adegoke, J. A., dan Halimat, I. A. 2016. Absorption Studies of Arsenic Using Maghemite Crystals Synthesized from Iron Waste Extracted from Ogun State Iron Mill Dumpsite. *American Journal of Analytical Chemistry*, 7:294–298.
- Ahmad, Yusuf al-Hajj. 2008. *Sisi Kemukjizatan Alqur'an dan Sunnah : Kemukjizatan Bumi dalam Alqur'an dan Sunnah*. Yogyakarta: Sajadah Press.
- Aji, Mahardika P., Yulianto, Agus., dan Bijaksana, S. 2007. Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia Edisi Khusus Oktober 2007*, Hal: 106–108.
- Ali, Abdullah Yusuf. 2009. *Tafsir Yusuf Ali : Teks, Terjemahan dan Tafsir Qur'an 30 Juz Jilid 2*. Terjemahan Audah, Ali. 2009. Jakarta : PT. Pustaka Litera Antar Nusa.
- Aliahmad, M., dan Moghaddam, N.N. 2013. Synthesis of Maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Nanoparticles by Thermal-Decomposition of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles. *Materials Science-Poland*, 31(2): 264–268.
- Alibeigi, S., dan Vaezi, M. R. 2008. Phase Transformation of Iron Oxide Nanoparticles by Varying The Molar Ratio of $\text{Fe}^{2+}:\text{Fe}^{3+}$. *Chemical Engineering and Technology*, 31(11): 1591–1596.
- Al-Jazairi, Abu Bakar Jabir. tt. *Tafsir Alqur'an Al-Aisar Jilid 7*. Terjemahan Amaliy, F dan Suwanto, Edi. 2009. Jakarta: Darus Sunnah.
- Al-Mahalli dan As-Suyuthi. 2009. *Tafsir Jalalain*. Terjemahan Junaidi, N. 2010. Suranaya : Pustaka eLBA.
- Al-Maraghi, Ahmad M. 1974. *Tafsir Al-Maraghi 27*. Terjemahan Aly K, H. N., Sitanggal, A. U dan Abu Bakar Bahrin. Semarang: CV. Toha Putra
- Andaka, G. 2008. Penurunan Kadar Tembaga pada Limbah Cair Industri Kerajinan Perak dengan Presipitasi Menggunakan Natrium Hidroksida. *Jurnal Teknologi*, 1(2): 127–134.
- Anonimous. tt. *Tafsir Muyassar*. Terjemahan Tim Qisthi Press 2007. Jakarta: Qisthi Press.
- Bauxbaum, G., dan Pfaff, G. 2005. *Industrial Inorganic Pigments*. Weinhem: Wiley-VCH Verlag GmbH dan Co KGaA.

- Bilalodin., Irayani, Zarah., Sehad., dan Sugito. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Warna Hitam, Merah dan Kuning Berbahan Dasar Pasir Besi. *Molekul*, 10(2): 129–134.
- Briggs, David. 2017. *The Dimensions of Colour : Lightness, Value and Tone*. (Online), (<http://www.huevaluechroma.com/013.php>), diakses 22 Desember 2017.
- Cole, G. A., dan Weihe, P. E. 2016. *Textbook of Limnology : Fifth Edition*. Illinois: Waveland Press Inc.
- Cornell, R. M., dan Schwertmann, U. 2003. *The Iron Oxides : Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses. Techniques*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH dan Co.
- Darmaprawira, Sulasmi. 2002. *Warna : Teori dan Kreatifitas Penggunaannya Edisi Ke-2*. Bandung: ITB.
- Dewi, Diana C., Adi, Tri K., dan Baroroh, H. 2006. *Besi Material Istimewa dalam Alqur'an*. Malang: UIN Malang Press.
- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan : Cetakan Kelima*. Yogyakarta: Kanisius.
- El-Kharrag, Rkia., Amin, Amr., dan Greish, Yaser E. 2011. Low Temperature Synthesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles. *Ceramics International*, 38(2012): 627–634.
- Faivre, D. 2016. *Iron Oxides: From Nature to Applications*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH dan Co KGaA.
- Gaballah, N. M., Zikry, A. F., Farag, A. B., El-Hussiny, N. A., dan Shalabi, M. E. H. 2013. Production of Iron from Mill Scale Industrial Waste Via Hydrogen. *Open Journal of Inorganic Non-Metallic Materials*, 3: 23–28.
- Hamsah, D. 2007. Pembuatan, Pencirian, dan Uji Aplikasi Nanokomposit Berbasis Montmorilonit dan Besi Oksida. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Horner, Oliver., Neveu, Sophie., Montredon, Sophie de., Siaugue, Jean-Michel., dan Cabuil, Valerie. 2009. Hydrothermal Synthesis of Large Maghemite Nanoparticles: Influence of The pH on The Particle Size. *Journal of Nanoparticle Research*, 11: 1247–1250.
- Hosokawa, M., Nogi, K., Naito, M., dan Yokoyama, T. 2012. *Nanoparticle Technology Handbook*. Amsterdam: Elsevier.
- Introna, L. D., dan Wood, D. 2004. *Picturing algorithmic surveillance: The politics of facial recognition systems*. *Surveillance and Society*. USA: Elsevier Ltd.
- Jewell, S., dan Kimball, S. M. 2016. *Mineral Commodities Summaries 2016. U.S*

Geological Survey. Virginia.

- Kartika, D. L., dan Pratapa, S. 2014. Sintesis Fe_2O_3 dari Pasir Besi dengan Metode Logam Terlarut Asam Klorida. *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*, 3(2): 33–35.
- Katikaneani, Pavani., Vaddelapally, Ajay K., Tipanna, N. Reddy., Banavath, Ramu., dan Koummu, Srivani. 2016. Phase Transformation of Iron Oxide Nanoparticles from Hematite to Maghemite in Presence of Polyethylene Glycol: Application as Corrosion Resistant Nanoparticle Paints. *Journal of Nanoscience*, 2016: 1-7.
- Kazeminezhad, I., dan Mosivand, S. 2014. Phase Transition of Electrooxidized Fe_3O_4 to γ and α - Fe_2O_3 Nanoparticles Using Sintering Treatment. *Acta Physica Polonica A*, 125(5): 1210–1214.
- Kementrian Perindustrian. Profil Industri Baja 2014. Retrieved from <http://www.kemenerin.go.id/download/7547/Profil-Industri-Baja>.
- Khoiroh, Lilik., M. 2013. Pengaruh pH dan Suhu Kalsinasi Terhadap Sintesis Pigmen Hematit (α - Fe_2O_3) dengan Metode Termal Transformasi FeOOH . Thesis. Program Studi Kimia. Pascasarjana Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
- Khoiroh, Lilik M., Mardiana, Diah., Sabarudin, Akhmad., dan Ismuyanto, Bambang. 2013. Synthesis of Hematite Pigments (α - Fe_2O_3) by Thermal Transformations of FeOOH . *J. Pure App. Chem. Res.*, 2(1): 27–34.
- Kriswarini, Rosika., Nggraini, Dian., dan Djamaludin, Agus. 2010. Validasi Metoda XRF (X-Ray Fluorescence) Secara Tunggal dan Simultan Untuk Analisis Unsur Mg , Mn Dan Fe Dalam Paduan Aluminum. *Seminar Nasional VI SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta, 18 November 2010*, Hal: 273–278.
- Kumar. Deepak., Singh, Hema., Jouen, Samuel., Hannover, Beatrice., dan Banarjee, Shaibal. 2015. Effect of Precursor on the Formation of Different Phases of Iron Oxide Nanoparticles. *RSC Adv*, Hal: 1-31.
- Kusumawati, Tri Atma., Mufti, Nandang., dan Hartatiek. 2013. Sintesis Nanopartikel Pigmen Oksida Besi Hitam (Fe_3O_4), Merah (Fe_2O_3) Dan Kuning (FeOOH) Berbasis Pasir Besi Tulungagung, Hal: 1–7.
- Lanxess. 2003. *Iron Oxide Pigments : Shade Card for Building Industry*. Shanghai: LANXESS Shanghai Pigments Co Ltd.
- Layek, Samar., Pandey, Anjana., Pandey, Ashutosh., dan Verma, H. C. 2010. Synthesis of γ - Fe_2O_3 Nanoparticles with Cristallographic and Magnetic Texture. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8): 33–39.
- Legodi, M. A., dan de Waal, D. 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite,

- Hematite And Maghemite of Pigment Quality From Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*, 74(2007): 161–168.
- Machala, Libor., Tucek, Jiri., dan Zboril, Radek. 2011. Polymorphous Transformations of Nanometric Iron (III) Oxide : A Review. *Chemistry of Material*, 23: 3255–3272.
- Mashuri., Masruroh, Nasatul., Baqiya, Malik A., Yahya, Eddy., Triwikantoro., dan Darminto. 2007. Transformasi Fasa pada Nanokomposit Fe₃O₄-Fe₂O₃. *Jurnal Sains Materi Indonesia Edisi Khusus Desember 2009*, Hal:135–140.
- Misnawi., Susijahadi., Selamat, Jinap., Wahyudi, Teguh., dan Putriani, Novrita. 2006. Pengaruh Konsentrasi Alkali dan Suhu Koncing Terhadap Cita Rasa , Kekerasan dan Warna Permen Cokelat Effects of Alkali Concentration and Conching Temperature on Flavour. *Pelita Perkebunan*, 22(2): 119–135.
- Mohapatra, M., dan Anand, S. 2011. Synthesis and Applications of Nano-Structured Iron Oxides/Hydroxides – A Review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8): 127–146.
- Mulyono. 2006. *Kamus Kimia*. Jakarta: PT. Bumi Aksara.
- Mulyono, Agus dan Abtokhi, Ahmad. 2006. *Besi Fe dan Penjelasannya dalam Alqur'an*. Malang: UIN Malang Press.
- Nazari, Mousa., Ghasemi, Nahid., Maddah, Heydar., dan Motlagh, Mohammad N. 2014. Synthesis and Characterization Of Hydroxyapatite Nanopowders by Chemical Precipitation Method. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 4(99): 1-5.
- Neger, A. J. M. T., dan Parvin, S. 2008. Studies on Black Iron Oxide Pigment . Part I: Effect of Preparation Parameter on Physical and Optical Properties of Ferrosoferric Oxide. *BCSIR*, 43(2): 183–196.
- Pauzan, Muh., Kato, Takeshi., Iwata, Satoshi., dan Suharyadi, Edi. 2013. Pengaruh Ukuran Butir dan Struktur Kristal terhadap Sifat Kemagnetan pada Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄). *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng dan DIY Solo 23 Maret 2013*, Hal: 24–28.
- Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999* tentang Perubahan Atas Peraturan No. 18 Tahun 1999 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun.
- Peternele, Wilson Sacchi., Fuentes, Victoria Monge., Fascineli, Maria L., Silva, Jaqueline R., Silva, Renata C., Lucci, Carolina M., dan Azevedo, Richardo B. 2014. Experimental Investigation of The Coprecipitation Method: An Approach to Obtain Magnetite and Maghemite Nanoparticles with Improved Properties. *Journal of Nanomaterials*, 2014, Hal: 1–10.
- Purwasasmita, B. S., dan Gultom, R. S. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit Skala Sub-Mikron Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal*

Bionatura, 10(2): 155–167.

- Rahman, Tito P., Sukarto, Agus., Rochman, Nurul T., dan Manaf, Azwar. 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). *Jurnal Fisika*, 3(1): 86–89.
- Sahoo, S. K., Agarwal, K., Singh, A. K., Polke, B. G., dan Raha, K. C. 2010. Characterization of γ - and α -Fe₂O₃ Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of α -Fe₂O₃. *International Journal of Engineering, Science and Technology Science And Technology*, 8(2): 118–126.
- Sakamoto, Kazutami., Lochhead, Robert Y., Maibach, Howard I., dan Yamashita, Yuji. 2017. *Cosmetic Science and Technology: Theoretical Principles and Applications*. Amsterdam: Elviesier.
- Septityana, dkk., 2013. Sintesis Dan Karakterisasi Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Procsiding Semirata FMIPA Universitas Lampung 2013*. Halaman 451–455).
- Shihab, M. Quraish. 2005. *Tafsir Misbah : Pesan, Kesan dan Keserasian Alqur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shokrollahi, H. 2017. A Review of the Magnetic Properties, Synthesis Methods and Applications of Maghemite. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 426(2017): 74–81.
- Sørensen, Mikkel A., Ingerslev., Bom, Katrine., Lassen, Carsten., Christensen, Frans., dan Warming, Marlies. 2015. *Survey of products with nanosized pigments (Environmetal project No. 1638)*.
- Sujatno, Agus., Salam, Rohmad., Bandriyana., dan Dimiyati, Arbi. 2015. Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) Untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir (JFN)*, 9(2): 44–50.
- Sulistyaningsih, Triastuti., Santosa, Sri Juan., Siswanta, Dwi., dan Rusdiarso, Bambang. 2017. Synthesis and Characterization of Magnetites Obtained from Mechanically and Sonochemically Assisted Co-precipitation and Reverse Co-precipitation Methods. *International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing*, 5(1): 16–19.
- Sunardi, dan Wijayanti, K. 2010. Pengolahan Limbah Bengkel Bubut Menjadi Koagulan untuk penjernih air. *SN-KPK II 13 Maret 2010*, Hal: 417–422.
- Supriyantini, Endang dan Endrawati, Hadi. 2015. Kandungan Logam berat Besi (Fe) pada Air , Sedimen, dan Kerang hIjau (*Perna viridis*) di Perairan Tanjung Emas Semarang. *Jurnal Kelautan Tropis*, 18(1): 38-45.
- Suyanta. 2009. Kajian Komparasi Metode dalam Sintesis Magnetit (Fe₃O₄) dengan Metode Hidrolisis Oksidatif dan Metode Kopresipitasi. *Prosiding Seminar*

Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2009. Halaman 319–328.

Svehla, G. 1996. *Vogel's Qualitative Inorganic Analysis Seventh Edition*. England: Addison Wesley Longman Ltd.

Syaikh, Abdullah. 1994. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 8*. Terjemahan Ghoffar E, Abdul dan Al-Atsari, Abu I. 2006. Jakarta: Pustaka Imam Syafi'i.

Syaikh, Abdullah. 1994. *Tafsir Ibnu Katsier Jilid 6*. Terjemahan Bahreisy, Salim dan Bahreisy Said. 1994. Kuala Lumpur: Victory Agencie.

Teja, A. S., dan Koh, P. Y. 2009. Synthesis, Properties, and Applications of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55(1–2): 22–45.

Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Jilid I*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

Will, R., dan Kishi, A. 2001. *CEH Marketing Research Report: Pigments*. Chemical Economic Handbook - SRI International.

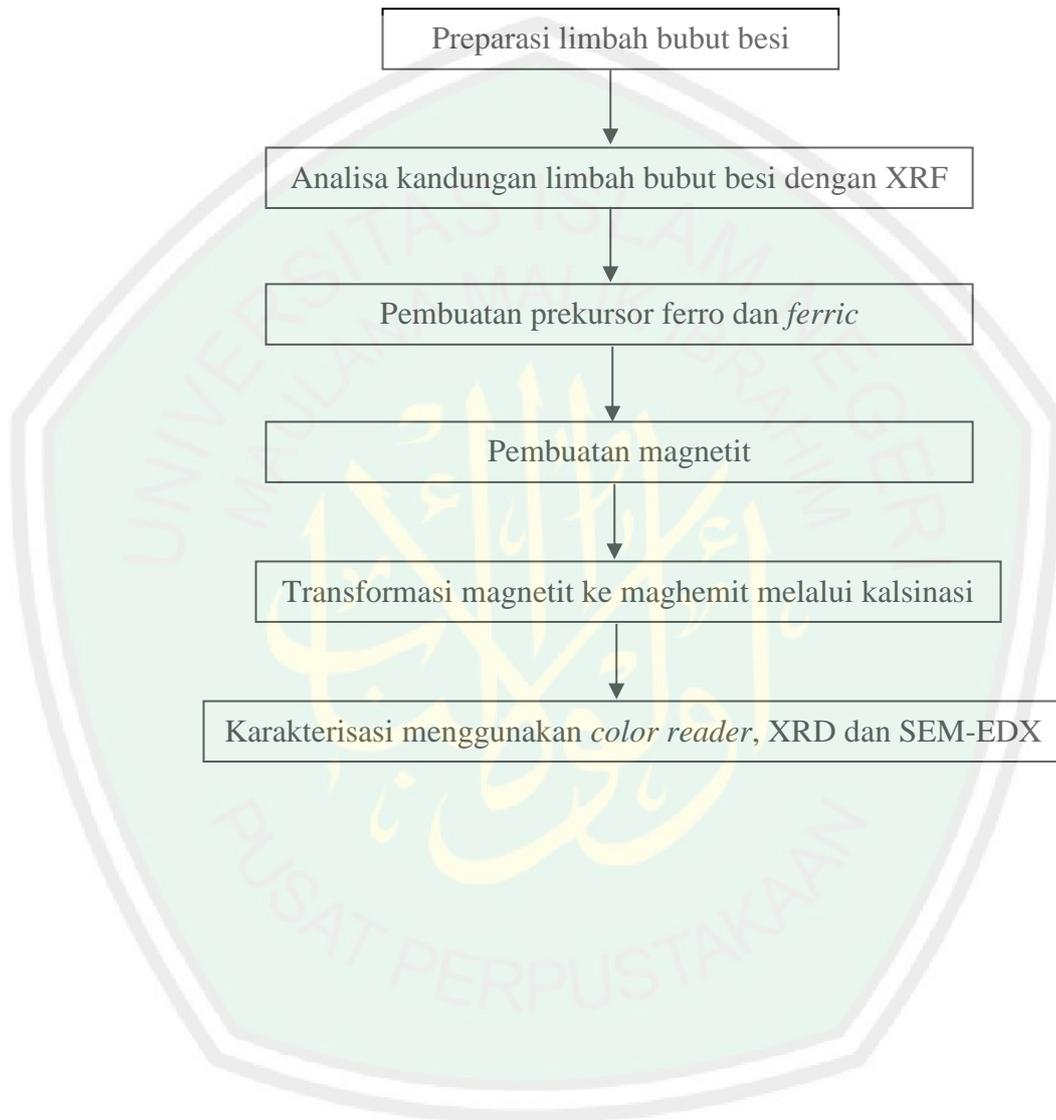
Wu, Wei., Wu, Zhaohui., Yu, Taekyung., Jiang, Changzhong., dn Kim, Woo-Sik. 2015. Recent Progress on Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Synthesis , Surface Functional Strategies and Biomedical Applications. *Science and Technology of Advanced Materials*, 16: 1–44.

Xiuming, Liu., Jhon, Shaw., Jianzhong, Jian., Jan, B., Paul, Hesse., Tim, Rolph., dan Xuegang, Mao. 2010. Analysis on Variety and Characteristic of Maghemite. *Science China :Earth Sciences*, 53(8): 1153-1162.

LAMPIRAN

Lampiran 1

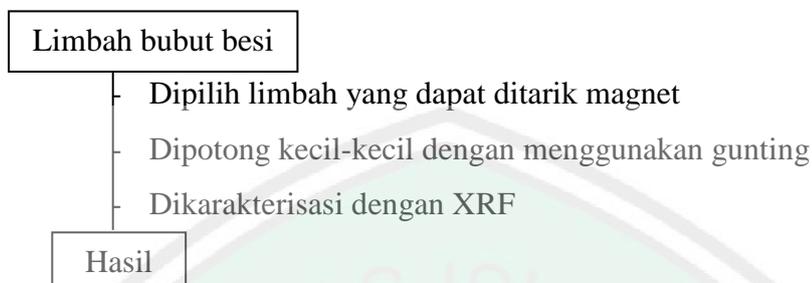
Rancangan Penelitian



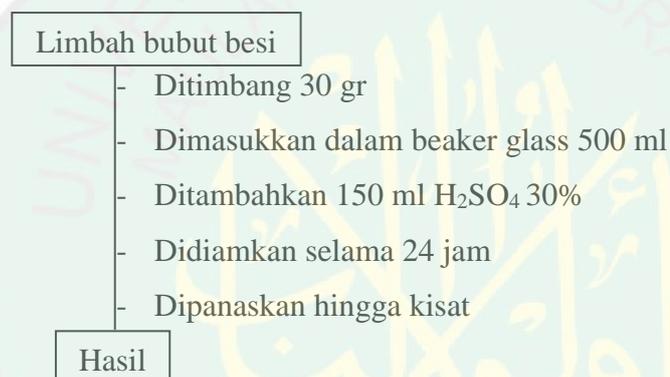
Lampiran 2

Diagram Alir Penelitian

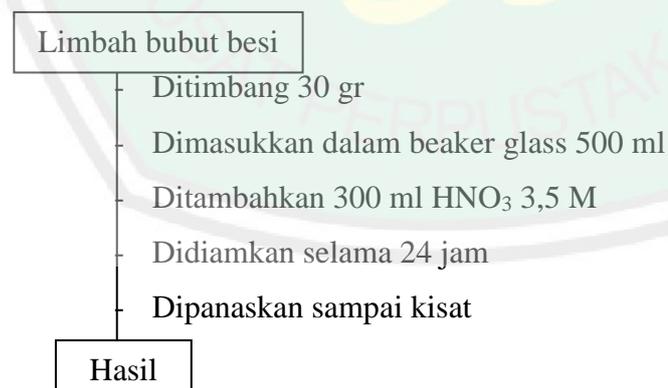
2.1 Preparasi Sampel



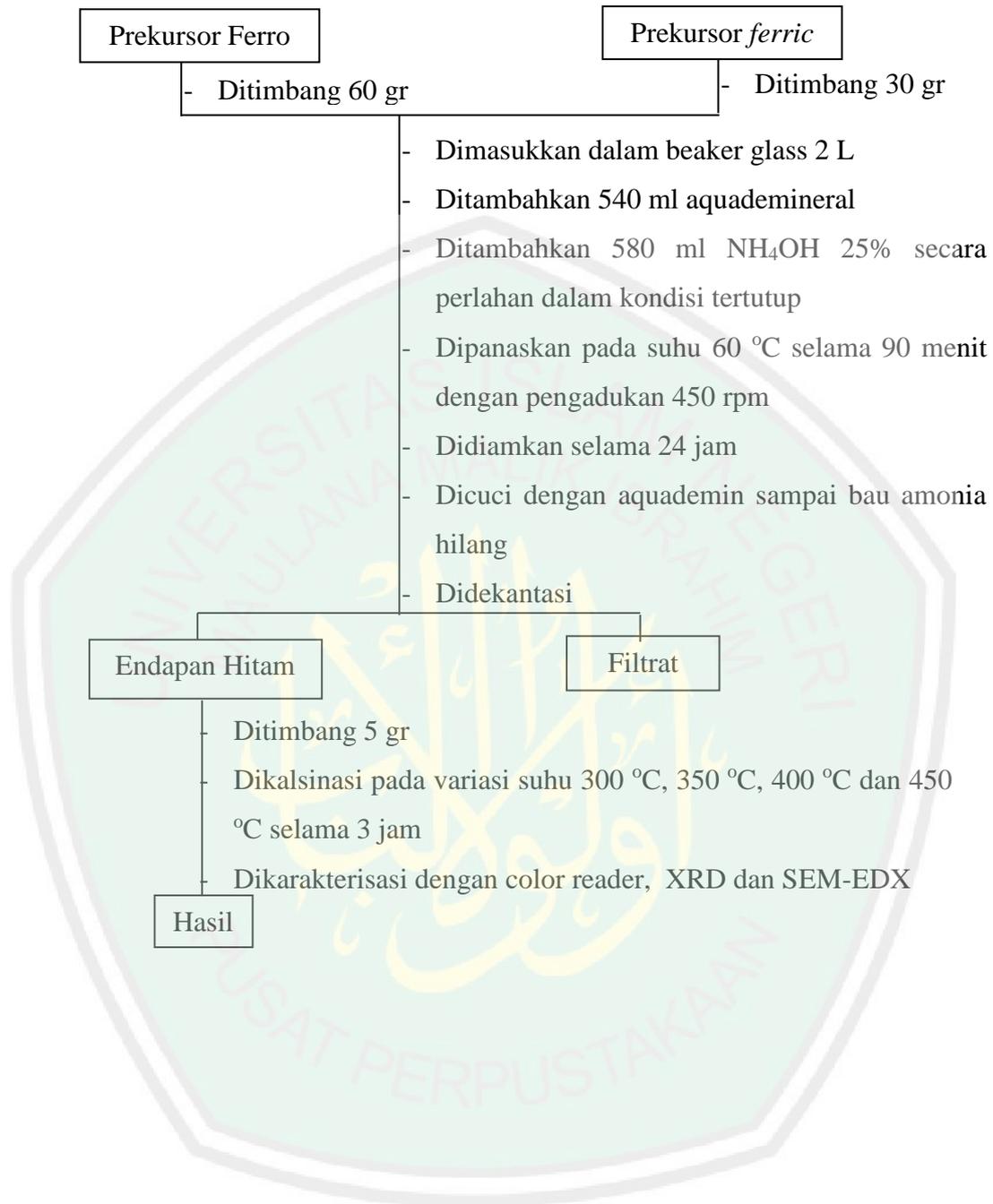
2.2 Pembuatan Prekursor Ferro



2.3 Pembuatan Prekursor Ferric



2.4 Sintesis Pigmen Maghemit Variasi Suhu Kalsinasi



Lampiran 3

3.1 Hasil Refinement Sampel Hasil Kalsinasi

Parameter	Maghemit 300 °C		Maghemit 350 °C		Maghemit 400 °C		Maghemit 450 °C	
<i>Space Group</i>	P 4 ₃ 32	P 4 ₃ 2 ₁ 2	P 4 ₃ 32	P 4 ₃ 2 ₁ 2	P 4 ₃ 32	P 4 ₃ 2 ₁ 2	P 4 ₃ 32	P 4 ₃ 2 ₁ 2
Kisi Kristal	Kubik	Tetragonal	Kubik	Tetragonal	Kubik	Tetragonal	Kubik	Tetragonal
Unit Sel (Z)	1	32	1	32	1	32	1	32
a (Å)	8,8129	8,3453	8,6866	8,3393	8,7135	8,3241	8,8449	8,3338
b (Å)	8,8129	8,3453	8,6866	8,3393	8,7135	8,3241	8,8449	8,3338
c (Å)	8,8129	25,0090	8,6866	24,9774	8,7135	25,0366	8,8449	25,0333
Volume Sel (Å ³)	684,46	1741,72	655,48	1737,03	661,58	1734,82	691,97	1738,64
Rp (%)	4,29	3,04	3,38	2,97	4,78	3,42	4,14	3,14
Rwp (%)	6,07	4,37	4,22	3,89	6,81	5,00	5,91	4,38
GOF (X ²)	2,14	1,11	1,08	0,92	1,52	0,82	1,84	1,01

3.2 Hasil Refinement Sampel Hasil Kalsinasi Dua Fasa

Parameter	Maghemit 300 °C		Maghemit 350 °C		Maghemit 400 °C		Maghemit 450 °C	
<i>Space Group</i>	P 4 ₃ 32	P 4 ₃ 2 ₁ 2	P 4 ₃ 32	P 4 ₃ 2 ₁ 2	P 4 ₃ 32	P 4 ₃ 2 ₁ 2	P 4 ₃ 32	P 4 ₃ 2 ₁ 2
Kadar (%)	1,04	98,96	1,04	98,96	1,06	98,94	1,06	98,94
Kisi Kristal	Kubik	Tetragonal	Kubik	Tetragonal	Kubik	Tetragonal	Kubik	Tetragonal
Unit Sel (Z)	1	32	1	32	1	32	1	32
a (Å)	8.3603	8,3495	8.3542	8.3322	8.4258	8.3301	8.4038	8.3357
b (Å)	8.3603	8,3495	8.3542	8.3322	8.4258	8.3301	8.4038	8.3357
c (Å)	8.3603	25,0215	8.3542	25.0518	8.4258	25.0279	8.4038	25.0283
Volume Sel (Å ³)	584.35	1744,37	583.06	1739.25	598.19	1736.72	593.50	1739.09
Rp (%)		2.99		3.15		3.52		3.06
Rwp (%)		4.28		3.97		5.19		4.42
GOF (X ²)		1.06		0.96		0.88		1.03

Lampiran 4

PERHITUNGAN

4.1. Larutan HNO₃ 3,5 M

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

$$\text{BM (Mr)} = 63 \text{ g/mol}$$

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

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

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

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

4.2. Larutan H₂SO₄ 30%

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

$$95\% \cdot V_1 = 30\% \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 31,58 \text{ mL}$$

4.3. Perhitungan Qsp

Rumus Kimia	Ksp
Ca(OH) ₂	6,5 x 10 ⁻⁶
Fe(OH) ₂	4,1 x 10 ⁻¹⁵
Fe(OH) ₃	2 x 10 ⁻³⁹
Mn(OH) ₂	2 x 10 ⁻¹³
Ni(OH) ₂	6 x 10 ⁻¹⁶
Cr(OH) ₃	3 x 10 ⁻²⁹
Cu(OH) ₂	4,8 x 10 ⁻²⁰

1. Fe(OH)₂



$$K_{sp} = [\text{Fe}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

$$4,1 \times 10^{-15} = (s) (2s)^2$$

$$s = 1 \times 10^{-5}$$

$$Q_{sp} = [\text{Fe}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

$$= (1 \times 10^{-5}) (10^{-3})^2$$

$$= 1 \times 10^{-11} \quad Q_{sp} > K_{sp} \text{ (Mengendap)}$$

2. Fe(OH)₃



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

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

$$s = 0,05 \times 10^{-10}$$

$$= 5 \times 10^{-8}$$

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

$$= (5 \times 10^{-8}) (10^{-3})^3$$

$$= 5 \times 10^{-7} \quad Q_{sp} > K_{sp} \text{ (Mengendap)}$$

3. Mn(OH)₂

$$K_{sp} = [\text{Mn}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

$$2 \times 10^{-13} = (s) (2s)^2$$

$$S = 8 \times 10^{-4}$$

$$Q_{sp} = [\text{Mn}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

$$= (8 \times 10^{-4}) (10^{-3})^2$$

$$= 8 \times 10^{-10} \quad Q_{sp} > K_{sp} \text{ (Mengendap)}$$



Lampiran 5

Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Limbah Bubut Besi

29-Mar-2017 10:10:43

Sample results - Averages

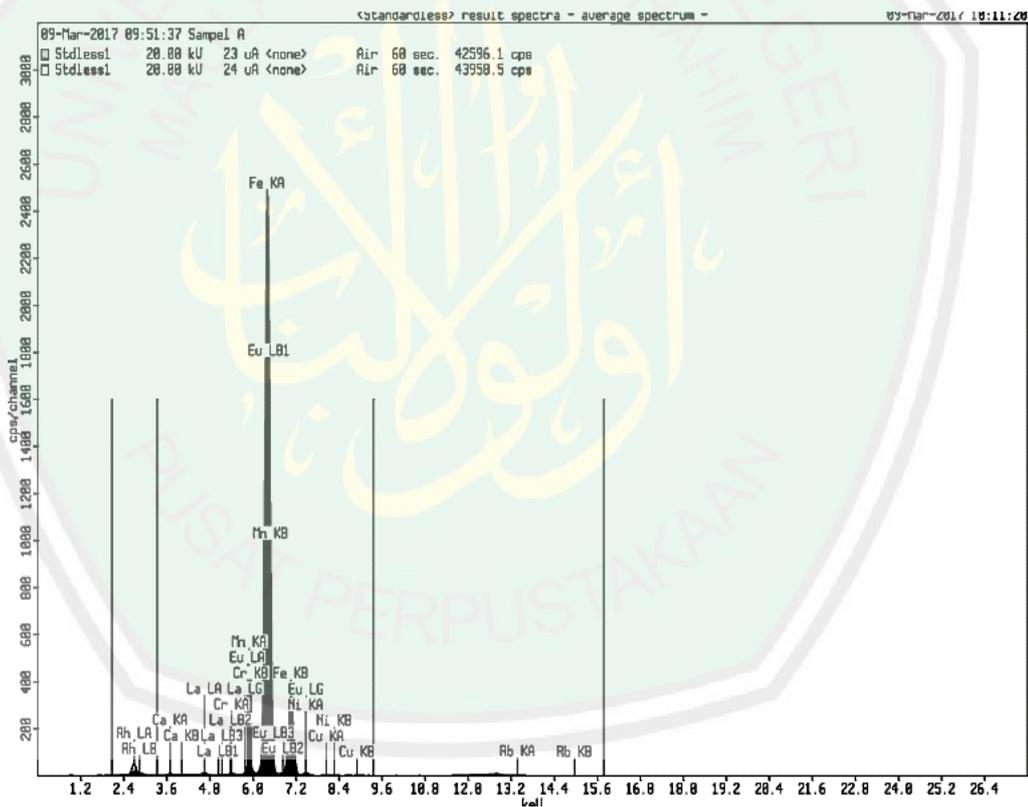
Page

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

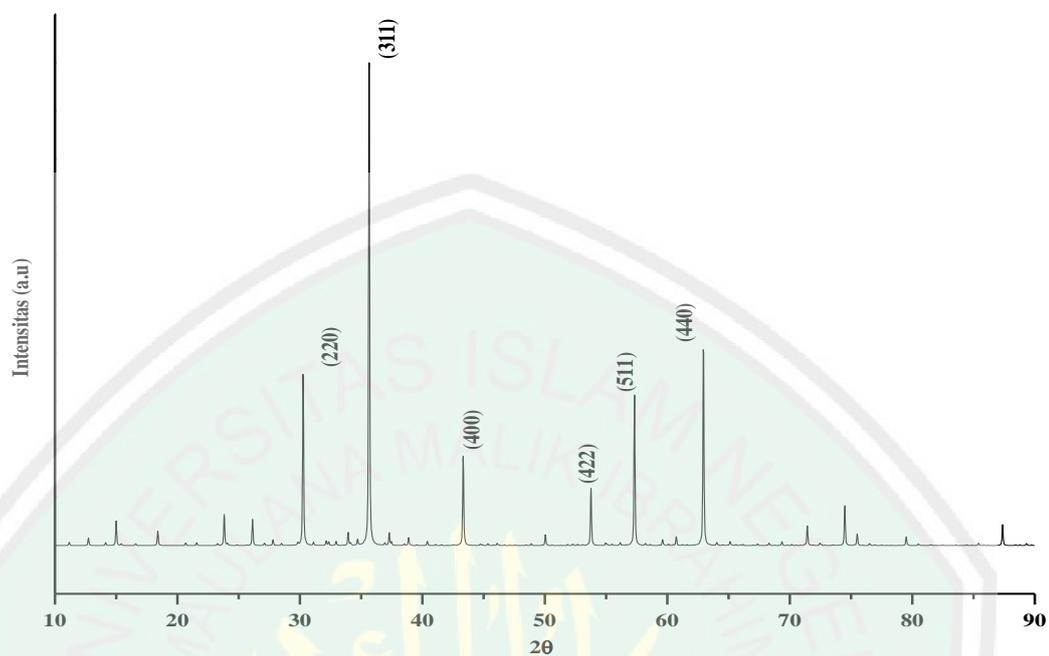
Compound	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu
Conc	0.29 +/- 0.01	0.096 +/- 0.003	1.3 +/- 0.03	96.08 +/- 0.28	0.82 +/- 0.05	0.093 +/- 0.005
Unit	%	%	%	%	%	%

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



Lampiran 6

Standar Maghemit ICSD 87121



ICSD #87121

Chem Name : Iron(III) Oxide - Gamma

Structured : Fe1.966 O2.963

Sum : Fe1.966 O2.963

Min Name : Maghemite Q

Unit Cell : 8.346 8.346 25.034 90. 90. 90.

Vol : 1743.76

Z : 32

Space Group : P 4₃ 2₁ 2

Cryst Sys : Tetragonal

Lampiran 7**Hasil Karakterisasi XRD**

Diffraction type : X pert MPD

Diffraction Number : Cu

Anode : Cu

Labda Alpha 1 : 1.54060

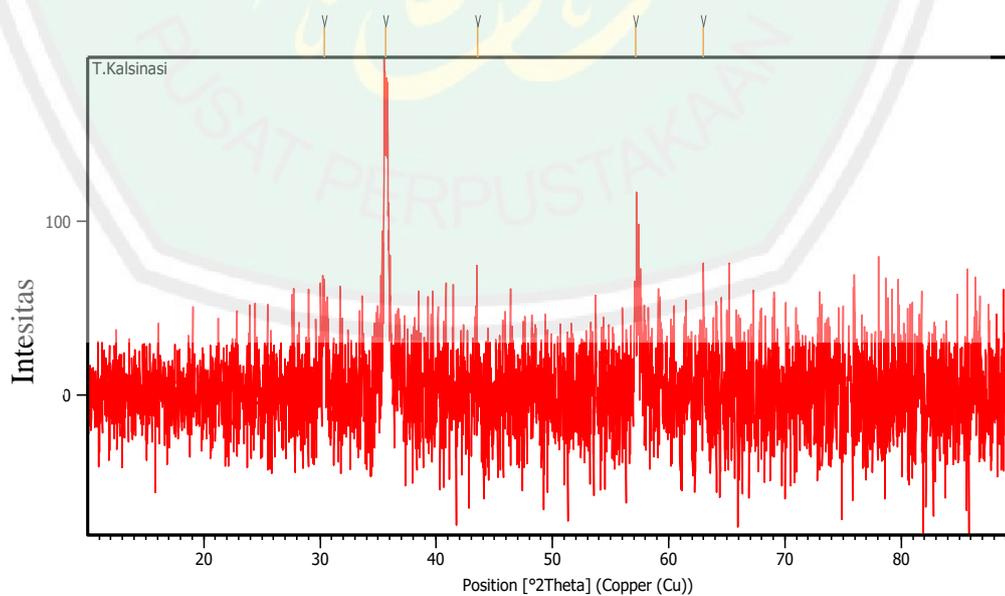
Labda Alpha 2 : 1.54443

Ratio alpha 21 : 0.50000

Generator Voltage : 40 Kv

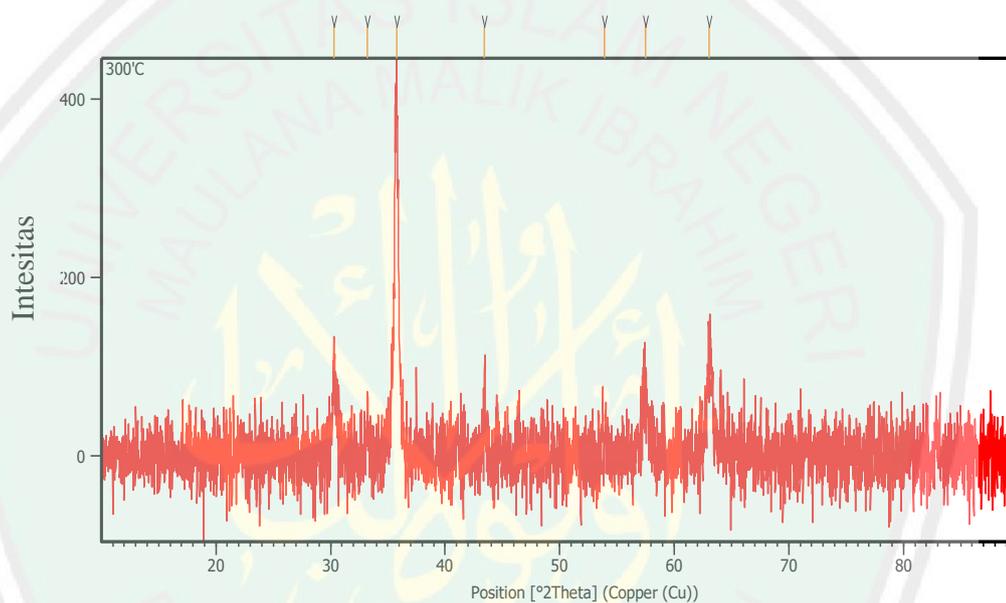
Tube Current : 30 mA

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

6.1. Pola difraksi material**6.1.1 Hasil karakterisasi sampel sebelum kalsinasi**

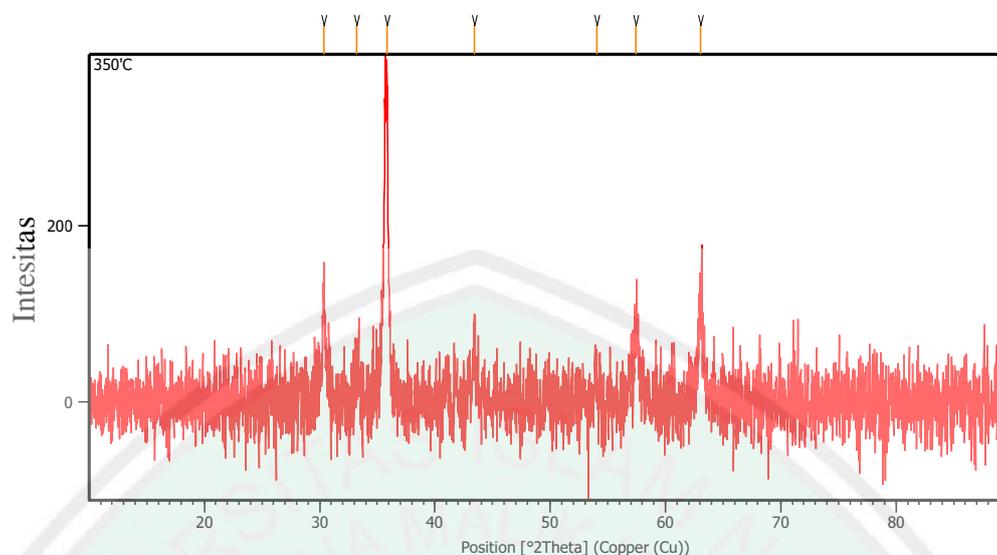
Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.3808	44.04	0.4015	2.94220	25.87
35.6475	170.22	0.3346	2.51866	100.00
43.5695	35.59	0.6691	2.07732	20.91
57.1352	55.09	0.4684	1.61218	32.36
62.9425	85.79	0.5353	1.47669	50.40

6.1.2 Hasil karakterisasi sampel kalsinasi suhu 300 $^{\circ}\text{C}$ **Peak List**

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.2755	104.46	0.4684	2.95219	25.91
33.2388	60.47	0.5353	2.69547	15.00
35.7742	403.11	0.3011	2.51003	100.00
43.4400	58.28	0.5353	2.08321	14.46
53.9354	55.53	0.8029	1.70002	13.77
57.4782	91.17	0.2676	1.60337	22.62
63.0568	129.55	0.4015	1.47429	32.14

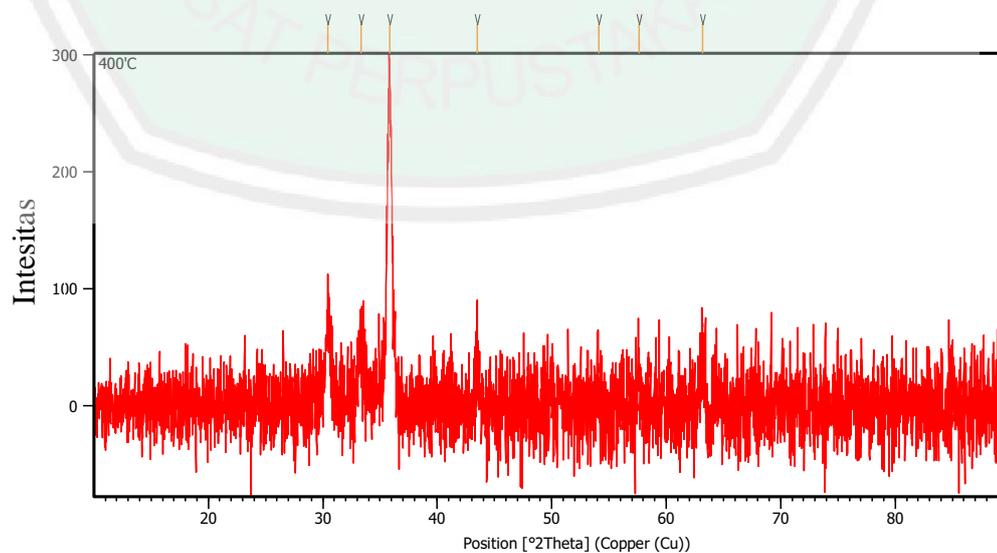
6.1.3 Hasil Karakterisasi sampel kalsinasi suhu 350 °C



Peak List:

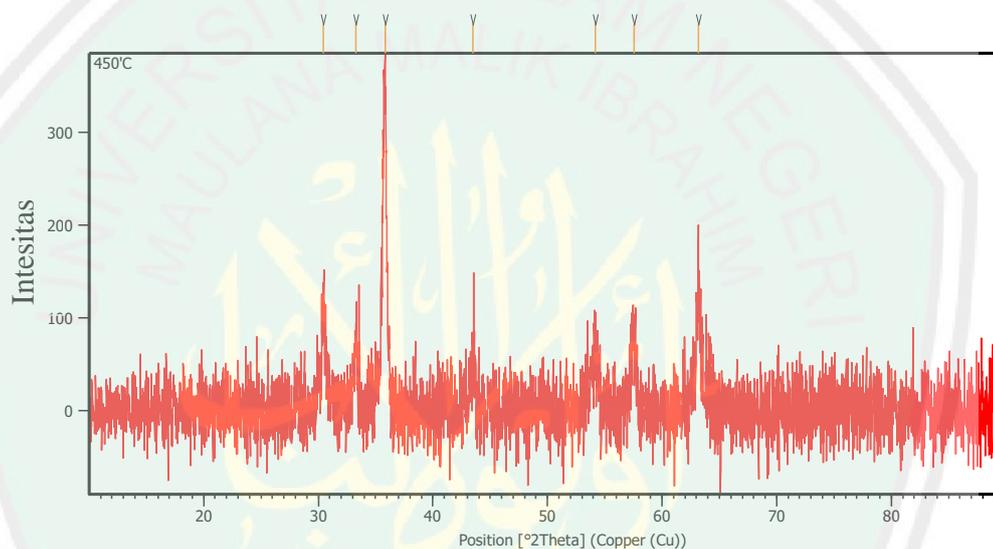
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.3691	129.31	0.2007	2.94331	34.65
33.2204	58.39	0.6691	2.69692	15.65
35.8248	373.16	0.2676	2.50660	100.00
43.4249	79.88	0.2007	2.08390	21.41
54.0519	47.69	0.8029	1.69663	12.78
57.4150	82.97	0.3346	1.60499	22.23
63.0476	94.43	0.4015	1.47448	25.31

6.1.4 Hasil karakterisasi sampel kalsinasi suhu 400 °C



Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.4591	80.31	0.2007	2.93481	28.80
33.3400	55.70	0.4015	2.68751	19.98
35.8280	278.82	0.1673	2.50638	100.00
43.4699	38.12	0.5353	2.08185	13.67
54.0808	54.29	0.5353	1.69579	19.47
57.6069	65.03	0.5353	1.60010	23.32
63.1818	84.97	0.5353	1.47167	30.47

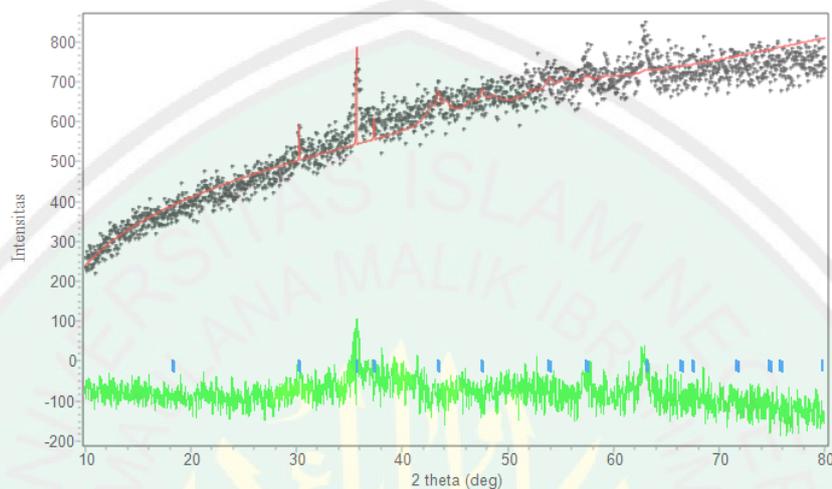
6.1.5 Hasil karakterisasi sampel kalsinasi suhu 450 $^{\circ}\text{C}$ **Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.4692	123.50	0.2342	2.93386	33.59
33.3050	76.60	0.4015	2.69026	20.83
35.8204	367.65	0.2676	2.50690	100.00
43.4646	52.47	0.4015	2.08209	14.27
54.2086	59.72	0.4015	1.69209	16.24
57.5422	80.93	0.4015	1.60174	22.01
63.1500	136.62	0.2676	1.47234	37.16

Lampiran 8

Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

8.1. Sampel sebelum kalsinasi



Phase: 1

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.310964 0.000861 0.005749
 8.310964 0.000861 0.005749
 8.310964 0.000861 0.005749
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.120 0.120 0.120 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 574.055847 0.687758

Scale * Volume = 5.740558 0.006878

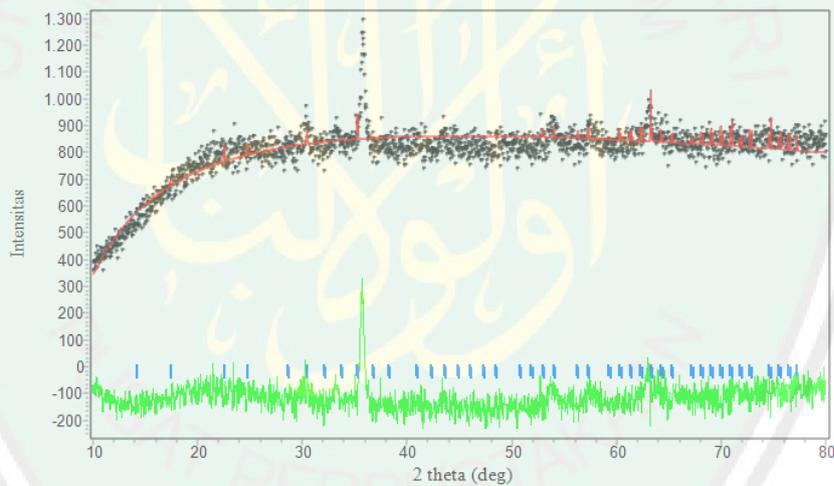
```

+-----+
|Hist|Rp|Rwp | Rp(-B) | Rwp(-B)| Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 4.58 | 6.23 | 10.92 | 11.35 | 6.38 |***** | 1.283 | 2085 |
+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.5726E+05| 0.1251E+07| 0.1254E+07| 0.5123E+06| 0.9549E+00| 0.1824E+16 |
+-----+

```

8.2. Hasil *Refinement* Sampel Kalsinasi dengan Struktur Kubik

8.2.1. Sampel kalsinasi suhu 300 °C



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+

```

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.812868 0.000028 0.000300

8.812868 0.000028 0.000300

8.812868 0.000028 0.000300

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

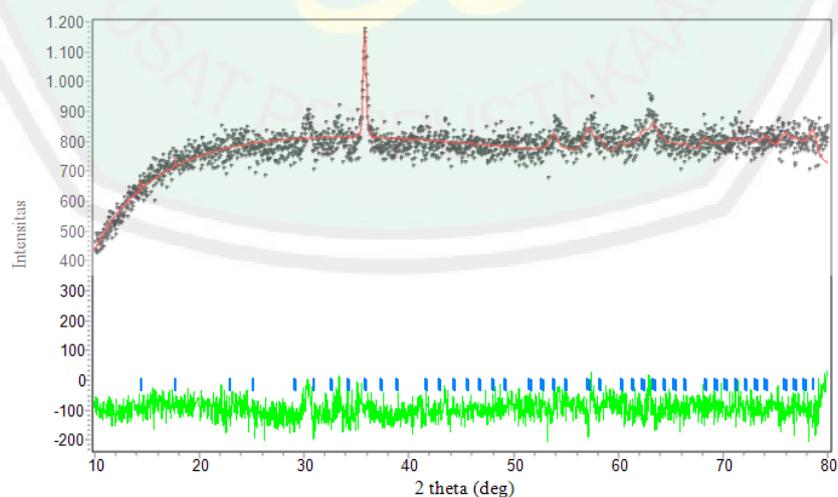
Reciprocal Cell = 0.113 0.113 0.113 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 684.465881 0.040343

Scale * Volume = 6.844659 0.000403

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	4.29	6.07	10.09	16.57	4.15	*****	0.889	2086
Sumydif	Sumyobs	Sumycalc	Sumwyobssq	Gof	Condition			
0.7189E+05	0.1676E+07	0.1676E+07	0.1213E+07	0.2140E+01	0.7984E+16			

8.2.2. Sampel kalsinasi suhu 350 °C



Phase: 1

```

+-----+
Phase Scale Factor = 0.100000e-01  0.000000  0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000  0.000000  0.000000

Cell Parameters      = 8.686649 -0.000268  0.003305
                    8.686649 -0.000268  0.003305
                    8.686649 -0.000268  0.003305
                    90.000008  0.000000  0.000000
                    90.000008  0.000000  0.000000
                    90.000008  0.000000  0.000000

Reciprocal Cell     = 0.115  0.115  0.115  90.000  90.000  90.000

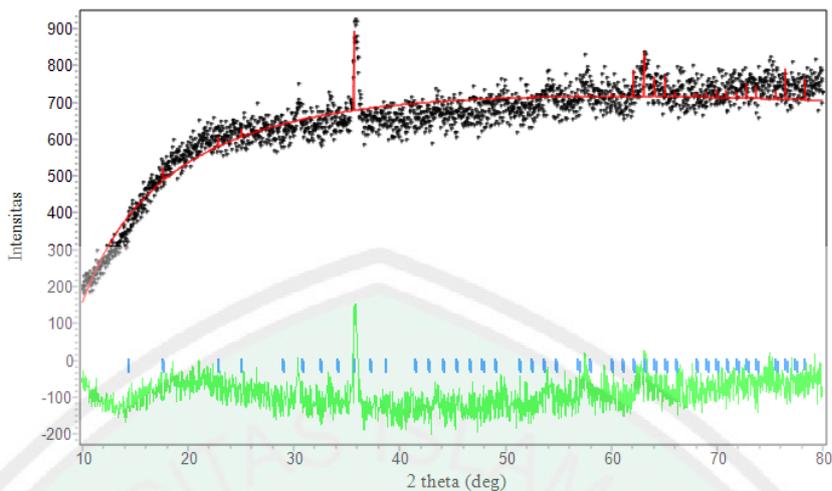
Cell Volume         = 655.476135  0.432013

Scale * Volume      = 6.554761  0.004320

+-----+
|Hist| Rp | Rwp| Rp(-b) | Rwp(-b)|  Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1 | 3.38 | 4.22 | 8.76 | 5.82 | 4.05 |*****|  1.670 | 2084 |
+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq |  Gof  | Condition |
+-----+
| 0.5507E+05| 0.1632E+07| 0.1630E+07| 0.1273E+07| 0.1086E+01| 0.3683E+15 |
+-----+

```

8.2.3. Sampel kalsinasi suhu 400 °C



-----+

| Phase: 1 |

-----+

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.713530 -0.000151 0.000561

8.713530 -0.000151 0.000561

8.713530 -0.000151 0.000561

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.115 0.115 0.115 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 661.579956 0.073804

Scale * Volume = 6.615799 0.000738

-----+

|Hist |Rp |Rwp |Rp(-b) | Rwp(-b)| Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |

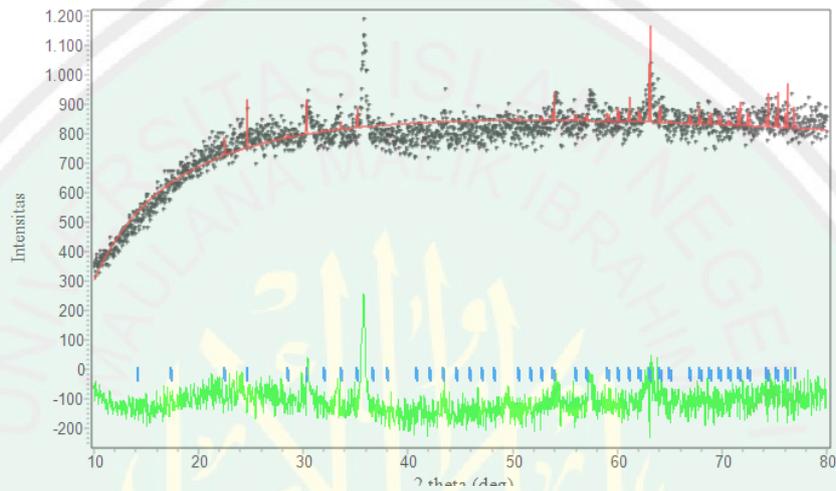
-----+

| 1 | 4.78 | 6.81 | 11.18 | 13.63 | 5.53 |*****| 0.782 | 2084 |

```

+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.6469E+05| 0.1354E+07| 0.1351E+07| 0.6812E+06| 0.1516E+01| 0.1220E+17 |
+-----+
    
```

8.2.4. Sampel kalsinasi suhu 450 °C



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
Phase Scale Factor = 0.100000e-01  0.000000  0.000000
Overall Temp. Factor = 0.000000  0.000000  0.000000
Cell Parameters    = 8.844946 -0.000005  0.000199
                   8.844946 -0.000005  0.000199
                   8.844946 -0.000005  0.000199
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
Reciprocal Cell   = 0.113  0.113  0.113  90.000  90.000  90.000
    
```

Cell Volume = 691.967285 0.027025

Scale * Volume = 6.919672 0.000270

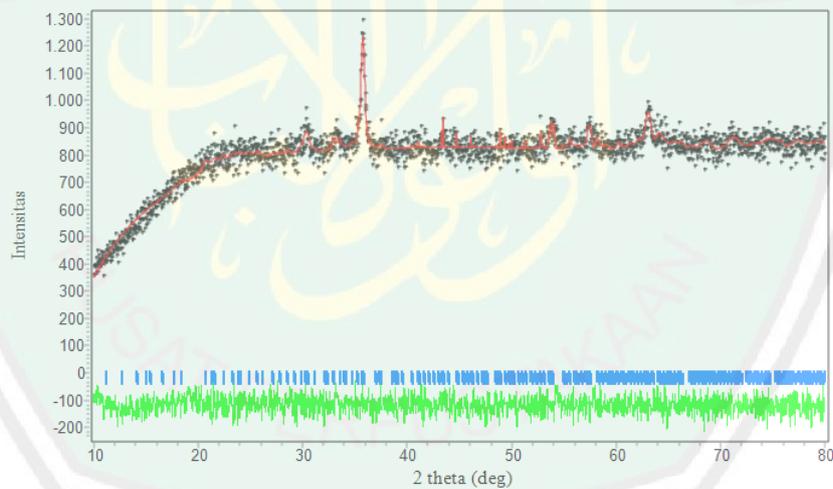
```

+-----+
| Hist |Rp |Rwp |Rp(-b)|Rwp(-b)| Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 |4.14|5.91| 9.17| 13.85| 4.35|*****| 0.893 | 2086 |
+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.6777E+05|0.1636E+07|0.1635E+07|0.1100E+07|0.1842E+01|0.2108E+17|
+-----+

```

8.3. Hasil *Refinement* Sampel Kalsinasi dengan Struktur Tetragonal

8.3.1. Sampel kalsinasi suhu 300 °C



```

+-----+
|          Phase: 1          |
+-----+

```

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.345295 -0.000070 0.004763

8.345295 -0.000070 0.004763

25.009001 -0.000231 0.014761

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.120 0.120 0.040 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 1741.725586 1.741732

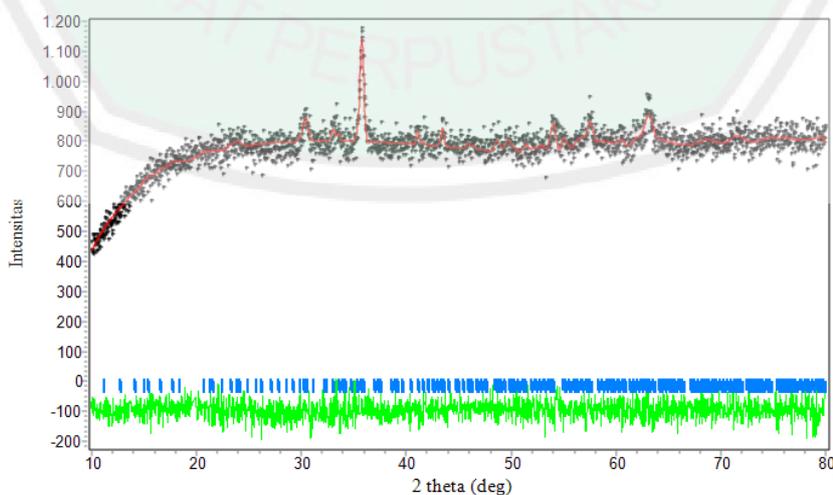
Scale * Volume = 17.417255 0.017417

```

+-----+
| Hist |Rp  |Rwp  |Rp(-b)|Rwp(-b)|Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  |3.04| 4.37|  5.58|  5.97|  4.14|*****      |  1.684 | 2083 |
+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.5100E+05| 0.1676E+07| 0.1677E+07| 0.1213E+07| 0.1110E+01| 0.1147E+17 |
+-----+

```

8.3.2. Sampel kalsinasi suhu 350 °C



```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
Phase Scale Factor = 0.100000e-01  0.000000  0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000  0.000000  0.000000

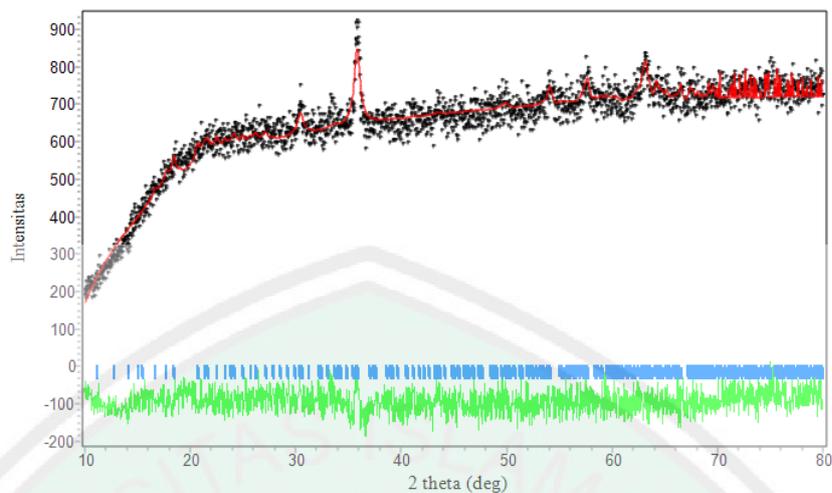
Cell Parameters      = 8.339310 -0.000051  0.010263
                    8.339310 -0.000051  0.010263
                    24.977379 -0.000093  0.041513
                    90.000008  0.000000  0.000000
                    90.000008  0.000000  0.000000
                    90.000008  0.000000  0.000000

Reciprocal Cell     = 0.120  0.120  0.040  90.000  90.000  90.000
Cell Volume         = 1737.028931  4.180281
Scale * Volume      = 17.370289  0.041803

+-----+
| Hist |Rp  |Rwp |Rp(-b) |Rwp(-b)|Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 2.97| 3.89|  8.71 |  4.69 |  4.05 |*****|  1.971 | 2083 |
+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.4843E+05| 0.1632E+07| 0.1631E+07| 0.1273E+07| 0.9240E+00| 0.1961E+16 |
+-----+

```

8.3.3. Suhu kalsinasi 400 °C



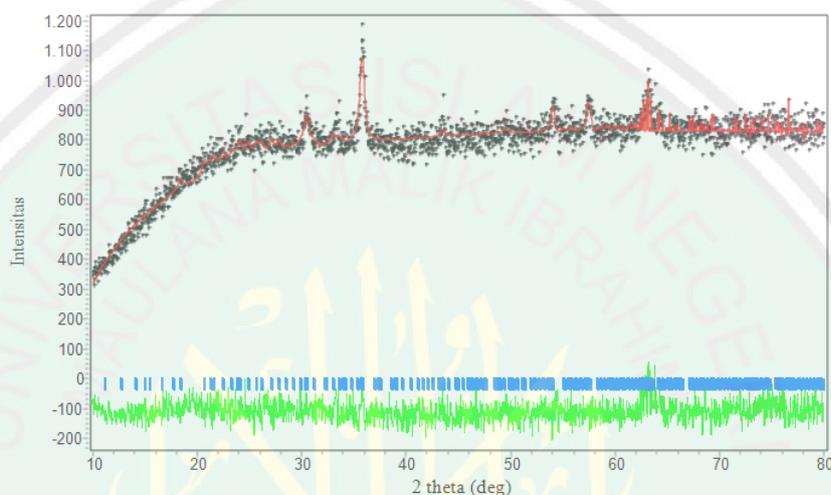
Phase: 1								
Phase Scale Factor	= 0.100000e-01	0.000000	0.000000					
Overall Temp. Factor	= 0.000000	0.000000	0.000000					
Cell Parameters	= 8.324135	0.000004	0.001386					
	8.324135	0.000004	0.001386					
	25.036625	0.000019	0.004167					
	90.000008	0.000000	0.000000					
	90.000008	0.000000	0.000000					
	90.000008	0.000000	0.000000					
Reciprocal Cell	= 0.120	0.120	0.040	90.000	90.000	90.000		
Cell Volume	= 1734.818359	0.500259						
Scale * Volume	= 17.348183	0.005003						
Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	3.42	5.00	6.97	7.35	5.53	*****	1.407	2083

```

+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.4632E+05| 0.1354E+07| 0.1354E+07| 0.6812E+06| 0.8180E+00| 0.8432E+18 |
+-----+

```

8.3.4. Suhu kalsinasi 450 °C



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
Phase Scale Factor = 0.100000e-01  0.000000  0.000000
Overall Temp. Factor = 0.000000  0.000000  0.000000
Cell Parameters    = 8.333847 -0.000021  0.000765
                  8.333847 -0.000021  0.000765
                  25.033337 -0.000080  0.002240
                  90.000008  0.000000  0.000000
                  90.000008  0.000000  0.000000
                  90.000008  0.000000  0.000000
Reciprocal Cell   = 0.120  0.120  0.040  90.000  90.000  90.000
Cell Volume       = 1738.640381  0.274006

```

Scale * Volume = 17.386404 0.002740

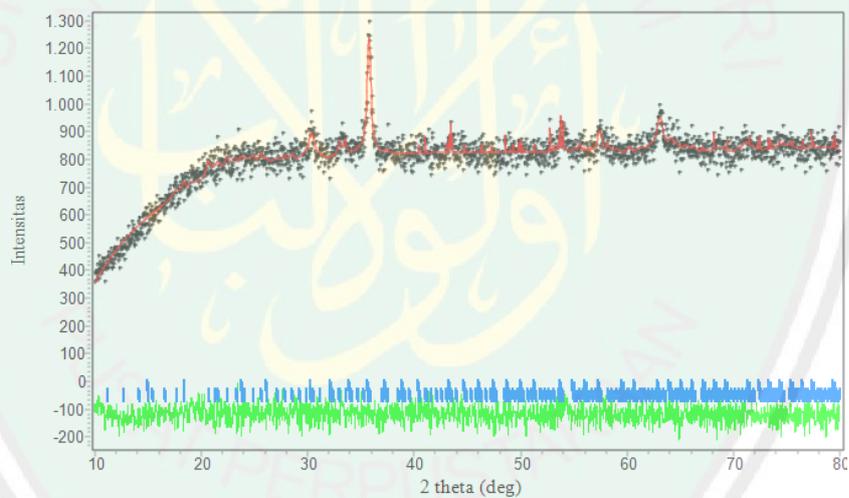
```

+-----+
| Hist |Rp |Rwp |Rp(-b) |Rwp(-b)| Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 3.14 | 4.38 | 5.83 | 6.29 | 4.35 |***** | 1.571 | 2083 |
+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.5141E+05| 0.1636E+07| 0.1635E+07| 0.1100E+07| 0.1014E+01| 0.1842E+19 |
+-----+

```

8.4 Hasil Refinement Sampel Kalsinasi dengan Dua Fasa

8.4.1. Suhu 300 °C



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+

```

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.360373 0.000043 0.001517

8.360373 0.000043 0.001517

8.360373 0.000043 0.001517

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.120 0.120 0.120 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 584.355164 0.183657

Scale * Volume = 5.843552 0.001837

+-----+

| Phase: 2 |

+-----+

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.349543 0.000080 0.002271

8.349543 0.000080 0.002271

25.021538 0.000328 0.007424

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.120 0.120 0.040 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 1744.372925 0.847301

Scale * Volume = 17.443729 0.008473

Molar Percentage Of Phases: Weight Percentage Of Phases:

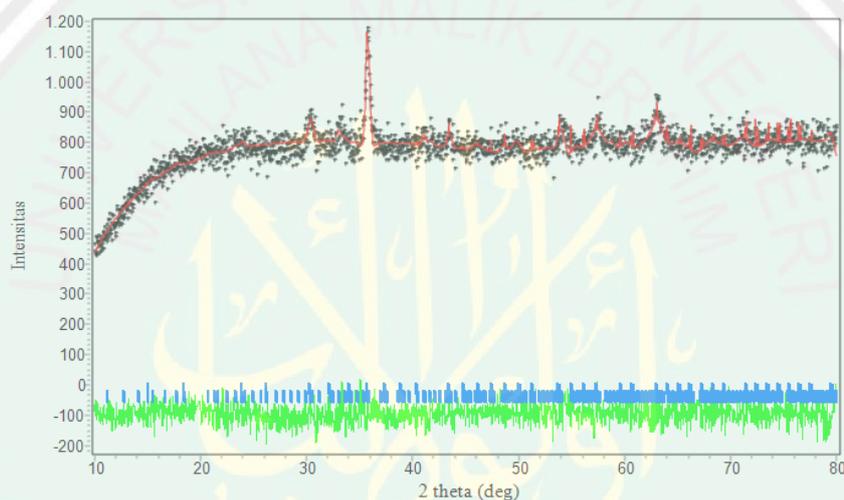
1phase 1: 1.04 0.00 0.00 0.00

1phase 2: 98.96 0.07 0.00 0.00

+-----+

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	2.99	4.28	5.36	5.61	4.14	*****	1.752	2079
Sumydif	Sumyobs	Sumycalc	Sumwyobssq	Gof	Condition			
0.5009E+05	0.1676E+07	0.1677E+07	0.1213E+07	0.1069E+01	0.5152E+17			

8.4.2. Suhu 350 °C



Phase: 1			
Phase Scale Factor	= 0.100000e-01	0.000000	0.000000
Overall Temp. Factor	= 0.000000	0.000000	0.000000
Cell Parameters	= 8.353478	-0.000720	0.000954
	8.353478	-0.000720	0.000954
	8.353478	-0.000720	0.000954
	90.000008	0.000000	0.000000
	90.000008	0.000000	0.000000

90.000008 0.000000 0.000000
 Reciprocal Cell = 0.120 0.120 0.120 90.000 90.000 90.000
 Cell Volume = 582.910767 0.115277
 Scale * Volume = 5.829108 0.001153

+-----+
 | Phase: 2 |
 +-----+

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.331538 -0.001259 0.006492

8.331538 -0.001259 0.006492

25.039045 -0.010317 0.029675

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.120 0.120 0.040 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 1738.073486 2.812715

Scale * Volume = 17.380735 0.028127

Molar Percentage Of Phases: Weight Percentage Of Phases:

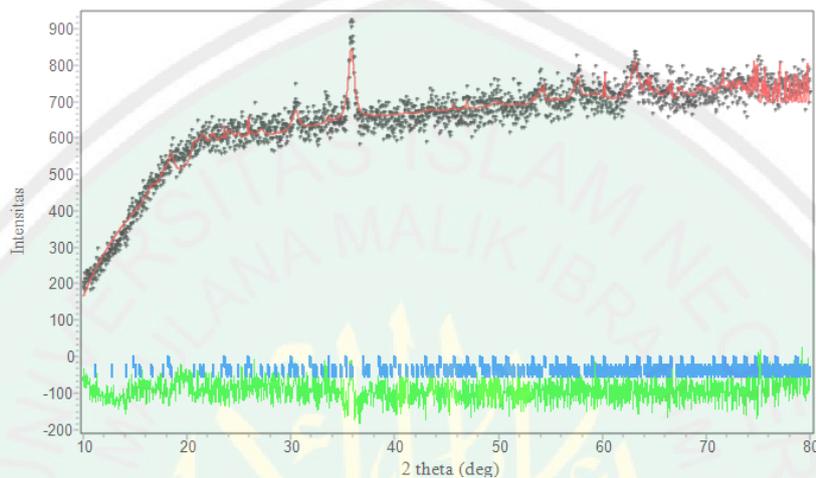
1phase 1: 1.04 0.00 0.00 0.00

1phase 2: 98.96 0.23 0.00 0.00

+-----+
 | Hist | Rp | Rwp |Rp(-B) |Rwp(-B)|Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
 +-----+
 | 1 | 3.11 | 3.96 | 11.28 | 19.74 | 4.04 |***** | 1.912 | 2079 |
 +-----+

```
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.5071E+05| 0.1632E+07| 0.1631E+07| 0.1273E+07| 0.9598E+00| 0.7101E+16 |
+-----+
```

8.4.3. Suhu 400 °C



```
+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
Phase Scale Factor = 0.100000e-01  0.000000  0.000000
Overall Temp. Factor = 0.000000  0.000000  0.000000
Cell Parameters    = 8.425838 -0.000266  0.000643
                   8.425838 -0.000266  0.000643
                   8.425838 -0.000266  0.000643
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000

Reciprocal Cell = 0.119  0.119  0.119  90.000  90.000  90.000
Cell Volume     = 598.190125  0.079042
```

Scale * Volume = 5.981901 0.000790

+-----+

| Phase: 2 |

+-----+

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.330162 -0.000195 0.000380

8.330162 -0.000195 0.000380

25.027954 -0.000610 0.001294

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.120 0.120 0.040 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 1736.729858 0.143665

Scale * Volume = 17.367298 0.001437

Molar Percentage Of Phases: Weight Percentage Of Phases:

1phase 1: 1.06 0.00 0.00 0.00

1phase 2: 98.94 0.01 0.00 0.00

+-----+

| Hist | Rp | Rwp |Rp(-b) |Rwp(-b)|Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |

+-----+

| 1 | 3.52 | 5.19 | 8.00 | 8.80 | 5.52 |***** | 1.308 | 2079 |

+-----+

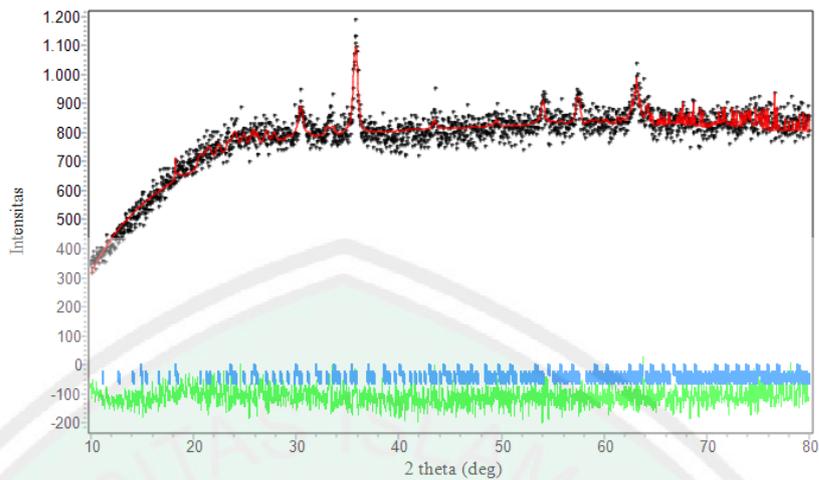
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |

+-----+

| 0.4771E+05| 0.1354E+07| 0.1354E+07| 0.6812E+06| 0.8812E+00| 0.2865E+18 |

+-----+

8.4.4. Suhu 450 °C



-----+

| Phase: 1 |

-----+

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.403801 -0.000243 0.001182

8.403801 -0.000243 0.001182

8.403801 -0.000243 0.001182

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.119 0.119 0.119 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 593.508972 0.144645

Scale * Volume = 5.935090 0.001446

-----+

| Phase: 2 |

-----+

Phase Scale Factor = 0.100000e-01 0.000000 0.000000

Overall Temp. Factor = 0.000000 0.000000 0.000000

Cell Parameters = 8.335768 -0.000500 0.000651

8.335768 -0.000499 0.000651

25.028383 -0.001493 0.002062

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

Reciprocal Cell = 0.120 0.120 0.040 90.000 90.000 90.000

Cell Volume = 1739.097778 0.239564

Scale * Volume = 17.390978 0.002396

Molar Percentage Of Phases: Weight Percentage Of Phases:

1phase 1: 1.06 0.00 0.00 0.00

1phase 2: 98.94 0.02 0.00 0.00

```

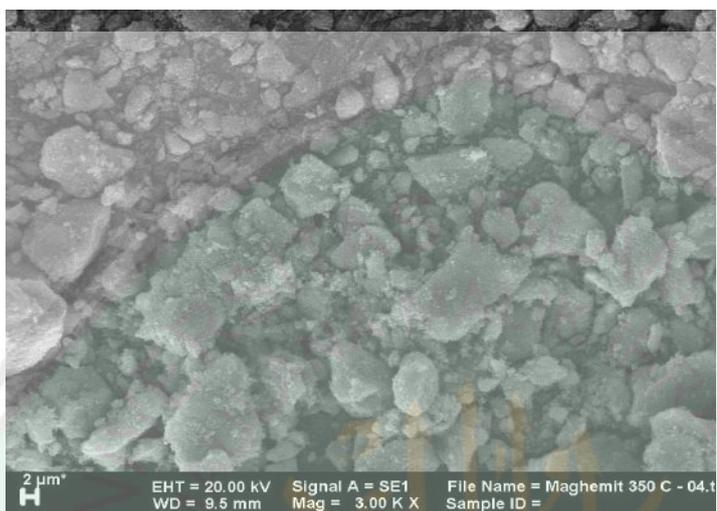
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 3.06 | 4.42 | 5.56 | 6.31 | 4.35 | ***** | 1.536 | 2079 |
+-----+
| Sumydif | Sumyobs | Sumycalc | Sumwyobssq | Gof | Condition |
+-----+
| 0.4997E+05 | 0.1636E+07 | 0.1636E+07 | 0.1100E+07 | 0.1033E+01 | 0.3352E+18 |
+-----+

```

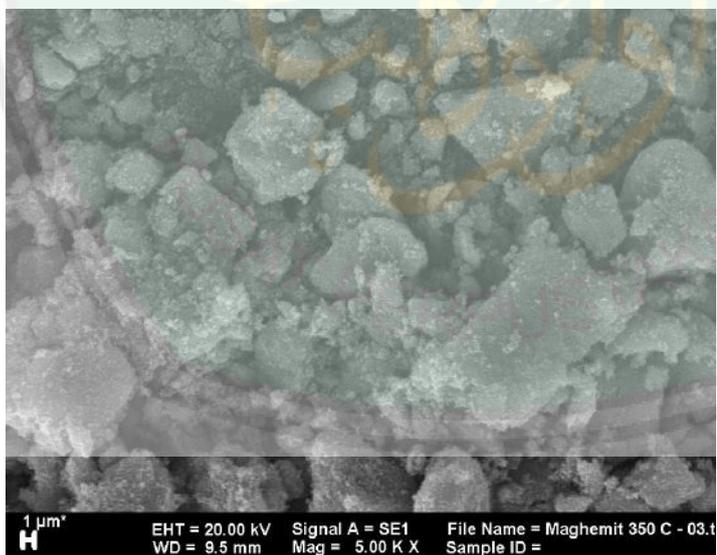
Lampiran 9

Hasil Karakterisasi SEM-EDX

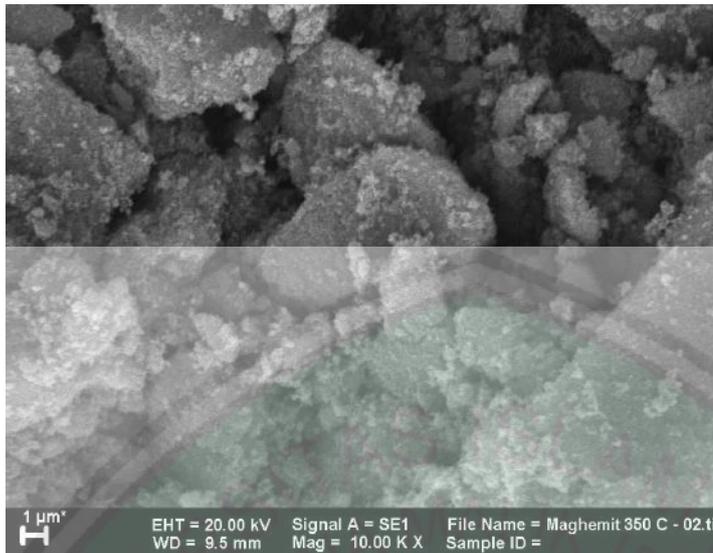
9.1. Karakterisasi suhu 350 °C perbesaran 3000x



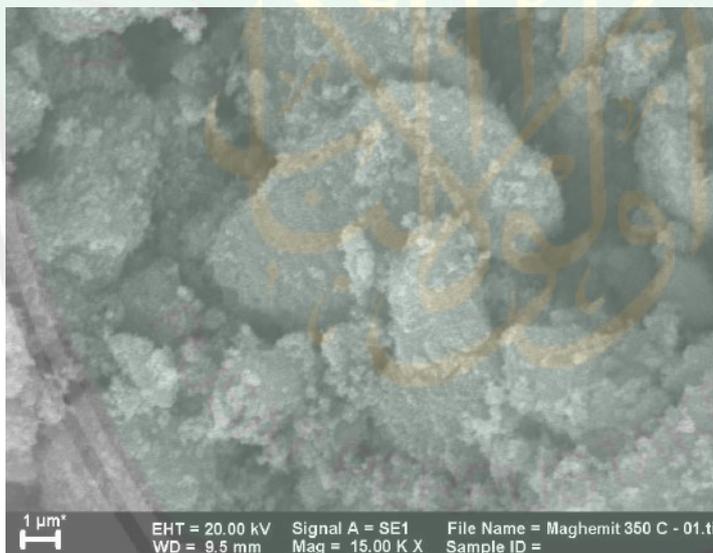
9.2. Karakterisasi suhu 350 °C perbesaran 5000x



9.3. Karakterisasi suhu 350 °C perbesaran 10000x

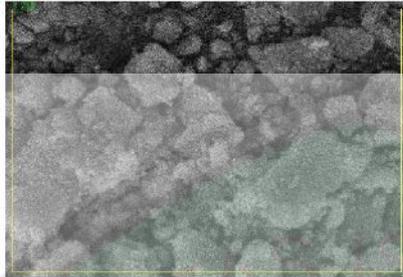


8.4 Karakterisasi suhu 350 °C perbesaran 15000x

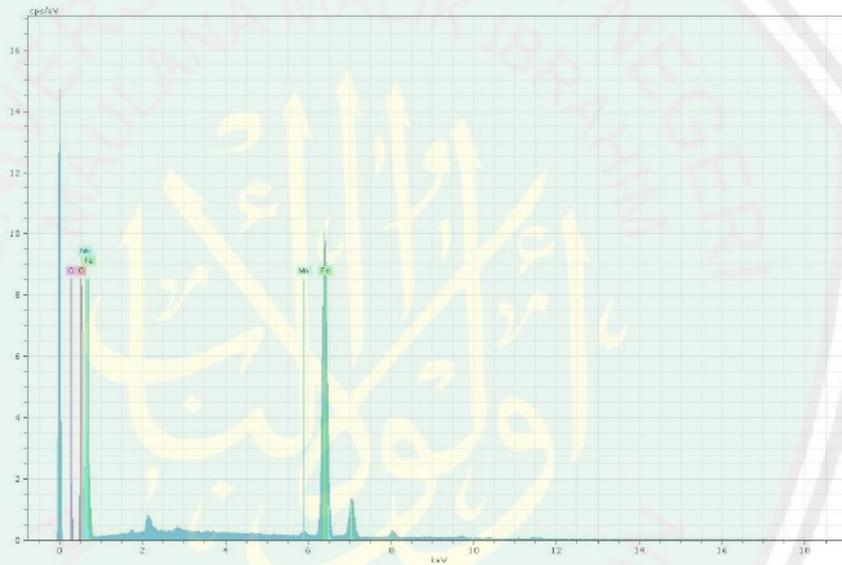


9.4. Perbesaran 3000x dikarakterisasi EDX

Maghemit 350 C



calibration image 4971
 SL MAG 5000 x HV 20.0 kV WD 8.4 mm
 calibration image 4971 Date 11/7/2017 10:46:18 AM Image size 512 x
 384 Mag:5000xHV:20.0kV



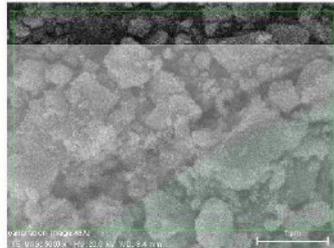
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Fe	26	K-series	74.28	74.59	45.51	2.0
O	8	K-series	21.07	21.16	45.06	2.5
C	6	K-series	3.05	3.06	8.69	0.5
Mn	25	K-series	1.19	1.19	0.74	0.1
Total:			99.59	100.00	100.00	

11/13/2017

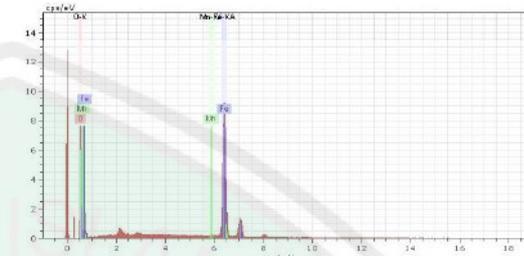
1. Page

9.5. Pengukuran dengan EDX

Maghemit 350 C

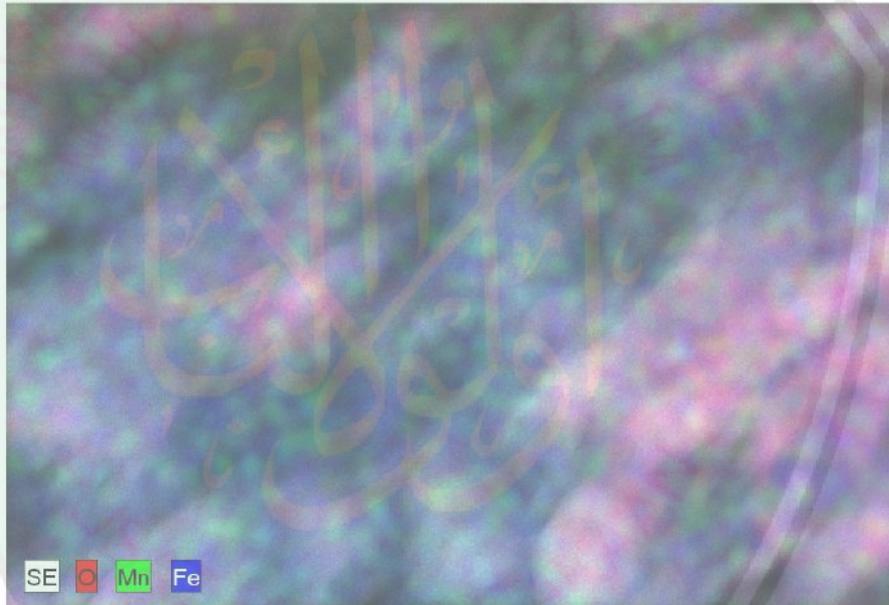


calibration image 4972 Date:11/7/2017
10:46:16 AM Image size:512 x
384 Mag:5000x HV:20.0kV



Map Date:11/7/2017 10:52:02 AM HV:20.0kV
Puls th.:4.08kcps

calibration image 21 3923 Date:11/7/2017 10:52:02 AM Image size:496 x
340 Mag:5000x HV:20.0kV



11/13/2017

2. Page

Lampiran 10

Hasil Uji Warna Pigmen Maghemit Menggunakan Color Reader

Kode	L*	a*	b*	C*	H°
Standar	25 - 37 (32)			15 - 24 (20)	61 - 72 (68)
T. Kalsinasi	27,30	8,20	8,50	11,81	46,03
Suhu 300 °C	31,30	14,00	12,70	18,90	42,21
Suhu 350 °C	31,40	15,00	13,40	20,11	41,77
Suhu 400 °C	30,80	15,10	13,30	20,12	41,37
Suhu 450 °C	30,40	15,00	13,10	19,92	41,13

10.1. Menghitung Nilai Kroma (C*) dan Hue (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 antar 0 hitam hingga 100 putih

1. Sampel Sebelum Kalsinasi

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(8,20)^2 + (8,50)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (8,50/8,50) \\
 &= (67,24 + 72,25)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 1,036 \\
 &= (139,49)^{1/2} & &= 46,03 \\
 &= 11,81 & &
 \end{aligned}$$

2. Sampel kalsinasi suhu 300 °C

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(14,00)^2 + (12,70)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (12,70/14,00) \\
 &= (196 + 161,29)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,907 \\
 &= (357,29)^{1/2} & &= 42,21 \\
 &= 18,90
 \end{aligned}$$

3. Sampel kalsinasi suhu 350 °C

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(15,00)^2 + (13,40)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (13,40/15,00) \\
 &= (225 + 197,56)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,893 \\
 &= (404,56)^{1/2} & &= 41,77 \\
 &= 20,11
 \end{aligned}$$

4. Sampel kalsinasi suhu 400 °C

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(15,10)^2 + (13,30)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (13,30/15,10) \\
 &= (228,01 + 176,89)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,880 \\
 &= (404,9)^{1/2} & &= 41,37 \\
 &= 20,12
 \end{aligned}$$

5. Sampel kalsinasi suhu 450 °C

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(15,00)^2 + (13,10)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (13,10/15,00) \\
 &= (225 + 171,61)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,873 \\
 &= (396,61)^{1/2} & &= 41,13 \\
 &= 19,91
 \end{aligned}$$

Lampiran 11

Perhitungan Ukuran Kristal Pigmen Maghemit

11.1. Ukuran Kristal Maghemit

Persamaan Debye-Scherrer

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

Dimana:

D = ukuran partikel (nm) λ = panjang gelombang radiasi

K = konstanta (0,9) β = integrasi luas puncak refleksi(FWHM)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

1. Suhu 300 °C

Diketahui : λ ($K\alpha$) : 1,54060

$$\beta \text{ (FWHM)} : 0.3011^\circ \rightarrow \frac{0,3011}{180} \times 3,14 = 0,00525$$

$$2\theta : 35.7742 \rightarrow \frac{35.77421}{2} = 17,8871$$

$\cos \theta$: 0,9517

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00525 \times 0,9517} = 277,250 \text{ \AA} = 27,7250 \text{ nm}$$

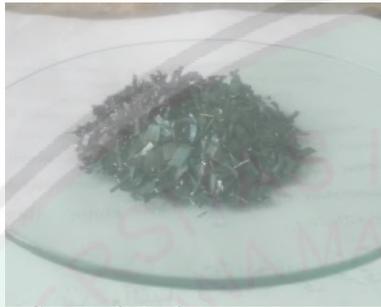
Perhitungan ukuran kristal dilakukan pada puncak 2θ tertinggi (hkl 311) pada berbagai variasi suhu dengan metode perhitungan yang sama, Berikut Tabelnya

Produk	hkl	Ukuran kristal (nm)
Magnetite	311	24,94
Maghemit 300 °C	311	27,72
Maghemit 350 °C	311	31,20
Maghemit 400 °C	311	49,92
Maghemit 450 °C	311	31,20

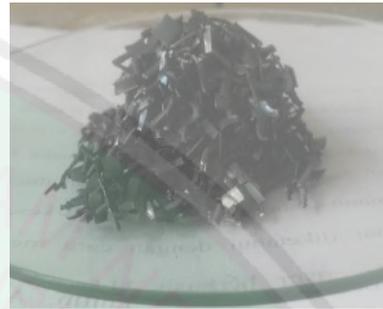
Lampiran 12

Dokumentasi Penelitian

12.1. Preparasi Sampel



Sampel Prekursor Ferro

Sampel Prekursor *Ferric*Preparasi Prekursor ferro dan *ferric*

Prekursor ferro setelah pemanasan

Prekursor *ferric* setelah pemanasan

12.2. Sintesis Pigmen Maghemit Variasi Suhu Kalsinasi



Penambahan Aquademin pada campuran prekursor



Penambahan NH_4OH



Proses Sintesis



pH sintesis



Hasil didiamkan selama 24 jam



Pengendapan untuk dekantasi



Filtrat hasil dekantasi



pH setelah pencucian dengan aquades



Sampel hasil presipitasi dikalsinasi pada variasi suhu 300-450 °C