

**SINTESIS SENYAWA PIGMEN GEOTHIT ( $\alpha$ -FeOOH)  
DARI LIMBAH INDUSTRI KERAJINAN BESI  
DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN**

**SKRIPSI**

oleh:  
**CHOIRUN NISA**  
**NIM. 13630057**



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

**SINTESIS SENYAWA PIGMEN GEOTHIT ( $\alpha$ -FeOOH)  
DARI LIMBAH INDUSTRI KERAJINAN BESI  
DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**CHOIRUN NISA**  
NIM.13630057

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

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

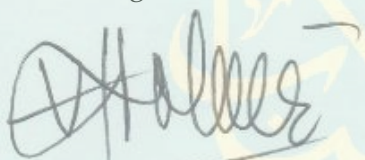
**SINTESIS SENYAWA PIGMEN GEOTHIT ( $\alpha$ -FeOOH)  
DARI LIMBAH INDUSTRI KERAJINAN BESI  
DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**CHOIRUN NISA**  
**NIM.13630057**

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :  
Tanggal : 14 September 2018

Pembimbing I



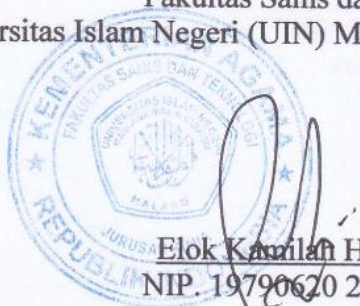
Nur Aini, M.Si  
NIDT.19840608 20160801 2 070

Pembimbing II



Akyunul Jannah, S.Si, M.P  
NIP.19750410 200501 2 009

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang



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

**SINTESIS SENYAWA PIGMEN GEOTHIT ( $\alpha$ -FeOOH)  
DARI LIMBAH INDUSTRI KERAJINAN BESI  
DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**CHOIRUN NISA**  
NIM.13630057

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal : 14 September 2018

Penguji Utama	: Diana Chandra Dewi, M.Si NIP. 19779720 200312 2 001	(.....)
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	: Akyunul Jannah, S.Si, M.P NIP.19750410 200501 2 009	(.....)

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang



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

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Choirun Nisa

NIM : 13630057

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul : Sintesis Senyawa Pigmen Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Variasi Kecepatan Pengadukan

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan 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, 14 September 2018

Yang membuat pernyataan,



Choirun Nisa  
NIM.13630057

# MOTTO

"Hanya orang yang berani menerima kegagalan yang akan mendapat keberhasilan"



## HALAMAN PERSEMBAHAN

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

1. Bapak dan mama tercinta yang selalu memberi kasih sayang, pengertian, semangat dan do'a tiada henti serta memberi dukungan materi selama menempuh pendidikan dasar sampai selesainya studi S-1 ini.
2. Untuk seseorang yang selalu sabar mendidik jasmani dan rohani, memberi dukungan moril selama menempuh pendidikan menengah atas sampai saat ini, sehingga dapat mengarahkan penulis untuk menjadi pribadi yang lebih baik.
3. Saudara-saudaraku tercinta, Choirul Rizal, Arif Aditya Rahman dan Muhammad Farhan Susanto yang selalu menuntut penulis untuk menjadi panutan yang lebih baik.
4. Ibu dosen Nur Aini, M.Si, Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, Akyunul Jannah, S.Si, M.P dan Diana Chandra Dewi, M.Si yang telah membimbing penyusunan skripsi.
5. Teman-teman setim riset oksida besi, Lisana Sidqi Rodliyah dan Muhimma Naela dan Elysia Dewi Nur'ani yang selalu membantu dan memberi dukungan selama proses penelitian hingga ujian akhir skripsi.
6. Seluruh dosen jurusan kimia dan teman-teman kimia angkatan 2013 yang telah banyak memberikan ilmu dan pengalamannya selama ini.
7. Tak lupa kepada sahabat-sahabatku, Putri Novita, Ilmin Nasifah dan Nazifatun Nisa'. Terimakasih atas do'a dan dukungannya selama ini.
8. Seluruh staf laboran kimia UIN Malang yang telah banyak memberikan bantuan selama proses penelitian berlangsung, khususnya Mbak Susilowati.

## KATA PENGANTAR

*Assalamu 'alaikum Wr. Wb.*

Puji syukur saya haturkan kehadirat Allah SWT dengan atas segala rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan hasil penelitian dengan judul **“Sintesis Senyawa Pigmen Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Variasi Kecepatan Pengadukan”**. Sholawat beserta salam semoga selalu tercurah kepada junjungan kita nabi Muhammad SAW yang telah memberikan petunjuk dan bimbingan kepada seluruh ummatnya. Laporan ini telah memberikan banyak manfaat baik dari segi keilmuan maupun pengalaman yang sangat diperlukan bagi penulis.

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

1. Orang tua tercinta Bapak Budi Susanto dan Ibu Fadillah yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa dan dukungan baik moril maupun materi yang tak mungkin terbalaskan.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh M.Si, ibu Nur Aini M,Si, ibu Akyunul Jannah S,Si M,P yang dengan sabar dan tekun memberikan dorongan semangat serta memberikan bimbingan dengan penuh keikhlasan dan keterbukaan sehingga laporan ini bisa terselesaikan dengan baik.
4. Semua staf Tata Usaha dan karyawan dilingkungan Fakultas Sains dan Teknologi serta Laboratorium UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Jurusan Kimia yang secara langsung maupun tidak langsung telah membantu terselesaikannya laporan ini.
5. Seluruh sahabat dan teman seperjuangan, khususnya semua anggota riset besi oksida 2016-2018 yakni Elysia Dewi N, Lisana Sidqi R, Muhimma Naela Al Chabib terima kasih banyak atas bantuan dan dorongan selama ini sehingga laporan ini dapat terselesaikan.



6. Semua pihak yang turut membantu dalam menyelesaikan penyusunan laporan ini.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari sempurna. Penulis hanya dapat berdoa semoga mereka mendapatkan balasan kebaikan yang berlipat ganda Allah SWT. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

*Wassalamu'alaikum Wr.Wb.*

Malang, 14 September 2018

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN PENGAJUAN</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xiv</b>
<b>المُلَخَّص</b> .....	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	6
1.3. Tujuan .....	6
1.4. Batasan Masalah .....	7
1.5. Manfaat .....	7
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1. Pencemaran Limbah Besi .....	8
2.2. Besi Oksida sebagai Nanomaterial .....	10
2.3. Geothit sebagai Pigmen .....	12
2.4. Potensi Geothit sebagai Pigmen .....	15
2.5. Sintesis Pigmen Geothit dengan Metode Presipitasi .....	18
2.6. Sintesis dalam Perspektif Islam .....	22
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian .....	25
3.2. Alat dan Bahan Penelitian .....	25
3.2.1. Alat .....	25
3.2.2. Bahan .....	25
3.3. Rancangan Penelitian .....	26

3.4. Tahapan Penelitian .....	26
3.5. Prosedur Penelitian .....	26
3.5.1. Preparasi Bahan .....	26
3.5.2. Pembuatan Prekursor .....	27
3.5.3. Sintesis Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) Dengan Variasi Kecepatan) .....	27
3.6 Karakterisasi Hasil Penelitian .....	28
3.6.1 Kolorimetri (Color Reader) (Minolta CR-10).....	28
3.6.2 UV-Visible Spektroskopi .....	28
3.6.3 Difraksi Sinar-X (XRD) (PAN analytical type expert pro).....	28
3.6.4 SEM-EDX (EVO @MA 10) .....	29
3.7 Analisis Data Penelitian .....	29
3.7.1 Distribusi Warna Pigmen .....	29
3.7.2 Panjang Gelombang Maksimum .....	30
3.7.3 Struktur dan Ukuran Kristal .....	30
3.7.4 Morfologi dan Komposisi .....	30
 <b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1. Proses Pembuatan Prekursor ( $Fe^{3+}$ ) .....	32
4.2. Proses Sintesis Pigmen .....	34
4.3. Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan Color Reader.....	36
4.4. Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan XRD.....	42
4.5. Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan Spektroskopi UV-VIS.....	46
4.6. Karakterisasi Hasil Dengan SEM-EDX.....	48
4.7. Pengurangan Dampak Pencemaran Limbah Bubut Besi dalam Prespektif Islam.....	50
 <b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1. Kesimpulan .....	53
5.2. Saran .....	53
 <b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>54</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>57</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Warna-Warna Besi Oksida .....	11
Gambar 2.2	Struktur Geothit .....	13
Gambar 2.3	Hasil XRD Dengan Variasi Kecepatan Pengadukan Pada 430 – 1200 rpm .....	14
Gambar 2.4	Morfologi Geothit Berbentuk Jarum Panjang Pada Gambar a Dan Jarum Pendek Pada Gambar b .....	14
Gambar 2.5	Warna Dengan Perbandingan Nilai $a^*$ Dengan $b^*$ Pada Color Reader .....	16
Gambar 2.6	Warna Kuning Dengan Perbandingan Nilai Chroma Dan Hue .....	17
Gambar 2.7	Diagram Pourboix Pada Besi .....	21
Gambar 4.1	Prekursor Sebelum Dan Sesudah Pemanasan .....	33
Gambar 4.2	Pengujian Adanya Ion $Fe^{3+}$ Pada Prekursor .....	33
Gambar 4.3	Koloid $Fe(OH)_3$ .....	34
Gambar 4.4	Endapan $FeOOH$ dan Serbuk $FeOOH$ .....	36
Gambar 4.5	Warna Pigmen Geothit Pada Variasi Kecepatan Pengadukan .....	36
Gambar 4.6	Nilai $L^*$ Pada Variasi Kecepatan Pengadukan Ulangan 1,2 dan 3 .....	38
Gambar 4.7	Nilai Perbandingan $a^*$ dan $b^*$ Variasi Kecepatan Pengadukan Pada Ulangan 1,2 dan 3.....	39
Gambar 4.8	Korelasi Nilai $C^*$ dan $H^0$ Variasi Kecepatan Pengadukan Pada Ulangan 1,2 dan 3.....	40
Gambar 4.9	Pola Difraksi Sinar-X Senyawa Geothit ( $\alpha$ - $FeOOH$ ) Variasi Kecepatan Pengadukan .....	43
Gambar 4.10	Struktur Kristal Geothit ( $\alpha$ - $FeOOH$ ) .....	45
Gambar 4.11	Hasil Refinement Geothit Pada Kecepatan 550 rpm .....	44
Gambar 4.12	Korelasi Nilai $H^0$ dan Panjang Gelombang Maksimum Variasi Kecepatan Pengadukan Ulangan 1, 2 dan 3 .....	46
Gambar 4.13	Morfologi Geothit Perbesaran 2000, 4000, 6000 dan 25000 Kali .....	48

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil XRF Komponen yang Terkandung dalam Limbah Besi Bubut .....	9
Tabel 2.2 Macam – Macam Besi Oksida .....	12
Tabel 2.3 Karakteristik Geothit .....	13
Tabel 4.1 Unsur-Unsur Dari Limbah Bubut Besi .....	31
Tabel 4.2 Hasil Puncak Difraksi Sinar-X Pada Variasi Kecepatan Pengadukan .....	43
Tabel 4.3 Hasil Refinement Geothit Hasil Sintesis Dengan Geothit Standar .....	44
Tabel 4.4 Ukuran Kristal Geothit Pada Variasi Kecepatan Pengadukan.....	45

## ABSTRAK

Nisa, Choirun. 2018. **Sintesis Senyawa Pigmen Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Variasi Kecepatan Pengadukan**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.  
Pembimbing I : Nur Aini, M.Si, Pembimbing II : Akyunul Jannah, S.Si, M.P, Konsultan : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

---

**Kata kunci:** limbah bubuk besi, presipitasi, kecepatan pengadukan,  $\alpha$ -FeOOH, pigmen

Limbah bubuk besi mengandung unsur besi sebesar 96,08 % yang berpotensi sebagai bahan baku (prekursor) sintesis pigmen geothit. Metode yang digunakan adalah metode presipitasi dengan pengendap  $\text{NaHCO}_3$ . Sintesis dilakukan pada suhu  $70^\circ\text{C}$  dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 650, 750 dan 850 rpm dengan pengulangan sebanyak tiga kali. Produk hasil sintesis dikarakterisasi dengan *color reader*, spektroskopi ultraviolet-tampak, XRD, SEM-EDX. Data *color reader* menunjukkan pada kecepatan pengadukan 550 rpm nilai  $b^*$ (derajat kekuningan) yaitu 24,1. Data UV-Vis menunjukkan panjang gelombang maksimum pigmen geothit adalah 600-624 nm. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan pigmen hasil sintesis berfasa geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dengan derajat kristalinitas yang tinggi pada kecepatan pengadukan 550 rpm. Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa morfologi pigmen ( $\alpha$ -FeOOH) hasil sintesis tidak seragam dan ditemukan adanya pengotor berupa Na dan C.

## ABSTRACT

Nisa, Choirun. 2018. **Synthesis of Geothite Pigment ( $\alpha$ -FeOOH) from Industrial iron lathe with Variation of Stirring Speed**. Thesis. Chemistry Department, Science and Technology Faculty Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Advisor I : Nur Aini, M.Si, Advisor II : Akyunul Jannah, S.Si, M.P,  
Consultant : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

---

**Keywords:** iron lathe, precipitation, stirring speed,  $\alpha$ -FeOOH, pigment

Iron lathe contain 96.08% iron metal, which is potentially to be a precursor for the synthesis of geothite pigment. The method was precipitation using  $\text{NaHCO}_3$  as precipitator. Synthesis condition at  $70^\circ\text{C}$  with variations stirring speed in 550, 650, 750 and 850 rpm with three repetitions. The products are characterized by color reader, ultraviolet-visible (UV-Vis) spectroscopy, XRD and SEM-EDX. Color reader data, showed at a stirring speed 550 rpm has value  $b^*$  (yellowness index) is 24.1. UV-Vis data showed that the maximum wavelength of geothite pigment is 600-624 nm. From XRD data, that the sample is geothite phase ( $\alpha$ -FeOOH) with the highest crystallinity at 550 rpm. SEM-EDX data showed that morphology pigment ( $\alpha$ -FeOOH) was not uniform, there were impurities such as Na and C.

## الْمُلَخَّصُ

مِنَ النُّفَايَاتِ مِنْ صِنْعَةِ الْحَدِيدِ ( $\alpha$ -FeOOH) نَيْسَاءً, حَيْرَ. 2018. تَخْلِيْقُ الصَّبَاغِ جِيُوْطِيْتُ الْحَرْفِيَّةِ مَعَ اِخْتِلَافِ التَّحْرِيكِ التَّقْلِيْبِ. اَطْرُوْحَةٌ. قَسَمَ الكِيْمِيَاءِ كَلِيَّةُ الْعُلُوْمِ وَالتَّكْنُوْلُوْجِيَا جَامِعَةُ الْوَلَايَةِ الْاِسْلَامِيَّةِ مَوْلَانَا مَالِكُ اِبْرَاهِيْمَ مَالَانَج. الْمَشْرِفَةُ الْاُولَى : نُورُ عَيْبِي الْمَاجِسْتِيْر, الْمَشْرِفَةُ التَّيْبِي : اَعْزِيْنُ الْجَنَّةُ الْمَاجِسْتِيْر, الْمُسْتَشَارَةُ : لَيْلِيْكُ مِفْتَاْحُ الْحَيْرِيَّةِ الْمَاجِسْتِيْر.

كَلِمَاتُ الْبَحْثِ : مِحْرَطَةُ الْحَدِيدِ, الصَّبَاغِ, سُرْعَةُ التَّحْرِيكِ. ( $\alpha$ -FeOOH), هَطُوْلُ الْأَمْطَارِ,

نُفَايَاتِ حَدِيْدٍ تَحْتَوِي الْعُوْدُ عَلٰى عُنْصُرٍ حَدِيْدٍ 96,08 % وَالَّذِي يَحْتَمِلُ اَنْ يَكُوْنَ مَادَّةُ خَامٍ  $\text{NaHCO}_3$  (سَلِيْقَةٌ) تَخْلِيْقُ صِنْعَةَ جِيُوْطِيْتُ. الطَّرِيْقَةُ الْمُسْتَحْدَمَةُ هِيَ طَّرِيْقَةُ التَّرْسِيْبِ بِاسْتِحْدَامِ تَخْلِيْقِ الصَّبَاغِ جِيُوْطِيْتُ التَّجْمِيْعِ عِنْدَ 70 دَرَجَةِ مِعْوِيَّةٍ مَعَ سُرْعَةِ اِخْتِلَافِ التَّقْلِيْبِ 550, 650, 750, 850 دَوْرَةً فِي الدَّقِيْقَةِ مَعَ تَكَرَّرٍ ثَلَاثَ مَرَّاتٍ. يَنْمِيْزُ نَتِيْجَةَ تَخْلِيْقِ فِي الْمُرْكَبِ مَعَ بَقَاْرِي . يُظْهَرُ بَقَاْرِي الْاَلْوَانِ الْبَيَّانَاتِ عِنْدَ التَّقْلِيْبِ SEM-EDX، XRD الْاَلْوَانِ, الْاَشْعَةُ فَوْقَ الْبِنْفَسَجِيَّةِ, هِيَ 24,1. وَيُظْهَرُ الْاَشْعَةُ فَوْقَ الْبِنْفَسَجِيَّةِ الْبَيَّانَاتِ اَنْ (b\*) سُرْعَةِ 550 دَوْرَةً فِي الدَّقِيْقَةِ مَعَ الْبَيَّانَاتِ XRD الطُّوْلِ الْوُجِيِّ الْاَقْصَى لَصَبْعَةُ جِيُوْطِيْتُ هُوَ 600-624 نَانُوْمِيْتر. يُظْهَرُ نَتِيْجَةَ دَرَجَةِ التُّبْلُوْرِ مِنْ عَالِيَّةٍ عِنْدَ التَّقْلِيْبِ سُرْعَةِ 550 دَوْرَةً فِي ( $\alpha$ -FeOOH) تَخْلِيْقِ الصَّبَاغِ جِيُوْطِيْتُ نَتِيْجَةَ التَّرْكِيْبِ لَمْ ( $\alpha$ -FeOOH) الْبَيَّانَاتِ اَنْ مُورْفُوْلُوْجِيَّةُ صِنْعَةِ SEM-EDX الدَّقِيْقَةِ. يُظْهَرُ نَتِيْجَةَ C وَ Na تَكُنْ مُوَحَّدَةٌ وَوَجَدَتْ النِّجَاسَةَ مِنْ



## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar belakang

Penggunaan besi dan baja di Indonesia menurut data *South East Asia Iron and Steel Institute* (SEAISI) telah mencapai rata-rata 12.7 juta ton per tahun. Konsumsi besi dan baja tersebut akan menghasilkan limbah berupa padatan. Pada proses produksi industri yang ada di Indonesia, salah satunya adalah industri kerajinan besi yang telah menghasilkan limbah padat berupa bubuk besi sebesar 10-20 kg/bulan (Sunardi, 2007). Berdasarkan Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999, limbah besi bubuk ditetapkan sebagai limbah bahan berbahaya dan beracun (B3). Serbuk besi bubuk dikategorikan sebagai limbah B3 karena pada limbah tersebut terindikasi mengandung sejumlah logam berat yang dapat menimbulkan dampak negatif bagi kesehatan dan lingkungan. Paparan debu serbuk besi bubuk secara terus menerus akan berpotensi menyebabkan iritasi pada kulit dan gangguan pernapasan.

Limbah besi bubuk yang tidak mendapatkan penanganan, atau langsung dibuang akan berpotensi mencemari lingkungan dan menyebabkan permasalahan yang baru dilingkungan. Apabila permasalahan ini terjadi secara terus menerus dan disertai dengan lemahnya penegakan hukum, maka akan terjadi perusakan lingkungan yang semakin parah (Yohanes, 2010). Limbah besi bubuk memiliki manfaat lain apabila dapat mengolah dan memodifikasinya, karena besi sendiri

memiliki sifat yang menguntungkan dan banyak dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari, sebagaimana salah satu ayat yang ada di Al-Qur'an surah Al-Hadid (25), berbunyi :

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

Artinya : “*Sesungguhnya Kami telah mengutus Rasul-rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka Al kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. dan Kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya Padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha kuat lagi Maha Perkasa*” (Surah Al-Hadid ayat 25).

Menurut tafsir Jalalayn menjelaskan bahwa Allah telah menciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat yaitu dapat dipakai sebagai alat untuk berperang dan berbagai manfaat bagi manusia. Dalam hal ini bahwa lempengan besi, dengan berbagai macamnya yang mempunyai keistimewaan dalam bertahan menghadapi panas, tarikan, kekaratan dan kerusakan, disamping juga lentur hingga dapat menampung daya magnet. Karena itu, besi adalah logam paling cocok untuk bahan senjata dan peralatan perang.

Dalam tafsir Ibnu Katsir yaitu besi dapat dijadikan senjata seperti pedang, tombak, anak panah, dan tameng serta senjata lainnya. Selain itu, besi itu dapat dijadikan sebagai sarana untuk pekerjaan mereka seperti cangkul, kapak, gergaji, pahat, alat untuk membajak tanah, dan peralatan lainnya yang digunakan untuk keperluan pertanian dan pertukangan.

Menurut tafsir Quraish Shihab besi merupakan salah satu dari tujuh unsur kimia yang telah dikenal oleh ilmuwan-ilmuwan pada zaman dahulu seperti emas, perak, air raksa, loyang, timah hitam (plumbum). Besi dan timah merupakan logam yang paling banyak tersebar di bumi. Besi biasanya terdapat dalam komponen unsur kimia lain seperti oksida, sulfida (sulfat). Sejumlah kecil besi murni juga terdapat dalam batu meteor. Besi merupakan bahan baku berbagai macam industri besar maupun kecil, misalnya dalam industri kerajinan besi, industri material bangunan dan lain-lain.

Industri kerajinan besi merupakan salah satu industri yang mengolah bijih besi menjadi produk kerajinan dan menghasilkan limbah bubut besi. Berdasarkan Khoiroh (2013) kandungan terbesar yang ada pada limbah besi bubut adalah logam besi sebesar 97.11 %. Sehingga limbah besi bubut sangat berpotensi digunakan sebagai bahan baku pembuatan produk besi oksida.

Besi oksida adalah senyawa kimia yang terdiri dari besi dan oksigen. Sebanyak 16 senyawa telah ditemukan hingga saat ini, memiliki sifat dan karakteristik yang berbeda pada masing-masing senyawa. Besi oksida memiliki banyak kegunaan, salah satunya adalah sebagai zat pewarna atau pigmen. Pigmen besi oksida memiliki keunggulan dari pada bahan material lain, seperti *hiding power* yang lebih baik, anti korosi, ketahanan pada suhu tinggi, stabil dan sifatnya yang tidak beracun (Bauxbaum, 1998). Sehingga banyak digunakan sebagai cat, pewarna plastik, pewarna semen dan material konstruksi (Sorensen, dkk., 2015).

Menurut (Tanner, 2015) konsumsi pigmen besi oksida dunia pada tahun 2014 hingga 2015 mencapai 212.000–217.000 m<sup>2</sup>ton, yang terdiri dari 37 % dari bahan alam dan 63% hasil sintesis. Seiring dengan meningkatnya jumlah konsumsi maka

jumlah impor juga meningkat hingga 175.000–180.000 m<sup>2</sup>ton (Tanner, 2015), hal ini menyebabkan harga pigmen besi oksida dunia mengalami kenaikan sebesar 6 persen (Tanner, 2015). Berdasarkan warna yang dihasilkan, pigmen besi oksida digolongkan menjadi warna kuning gothit ( $\alpha$ -FeOOH), merah hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan hitam maghemit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) (Kusumawati, 2013). Beberapa warna khas tersebut dihasilkan dari perbedaan panjang gelombang *visible*, semakin terang warna *visible* yang dihasilkan maka semakin kecil panjang gelombang maksimum (Nassau, 1996).

Gothit merupakan pigmen oksida besi berwarna kuning yang merupakan salah satu jenis pigmen terbanyak yang dikonsumsi di Indonesia maupun di dunia (Will, dkk., 2004). Sintesis oksida besi menjadi pigmen gothit harus memenuhi kesesuaian ukuran partikel dengan standar ukuran partikel 25-50 nm (Schwertmann & Cornell, M, 2000). Ukuran partikel harus seragam karena mempengaruhi *tinting strength* (Bauxbaum, 1998). Warna meliputi *value* (L\*), *chroma* (C\*), *hue* (H\*). *Value* merupakan derajat kecerahan, *chroma* merupakan intensitas kemurnian warna sedangkan *hue* merupakan corak warna. Nilai L\* berkisar 51-71, C\* berkisar 41-62, sedangkan H° berkisar 72-84. Adapun nilai rata-rata L\*, C\*, H° berturut-turut adalah 63, 47, 80 (Schwertmann & Cornell, M, 2000).

Kualitas pigmen dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain bahan yang digunakan (berdasarkan bilangan oksidasinya, kemurniannya), ukuran butir pigmen, struktur dan bentuk partikel pigmen, metode sintesis, kondisi sintesis seperti kecepatan pengadukan (Neger & Parvin, 2008). Menurut Bauxbaum (1998) pigmen anorganik memiliki ukuran partikel 1-100 nm. Sintesis pigmen

yang baik adalah pada ukuran nanopartikel, dengan ukuran  $<100$  nm memiliki keuntungan sifat *tinting strength* yang bagus, transparansi yang bagus dan luas permukaan yang besar, ukuran partikel yang merata menyebabkan penyebaran dan penyerapan warna yang dihasilkan akan maksimal (Mohapatra, 2010).

Salah satu metode sintesis nanopartikel geothit yaitu dengan menggunakan metode presipitasi (Rahman, dkk., 2014). Metode presipitasi merupakan metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan substansi ketika melewati titik jenuhnya. Presipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif cukup singkat. Beberapa bahan kimia yang paling umum digunakan sebagai agen pengendap dalam presipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Fernandez, 2011).

Pemilihan metode presipitasi pada sintesis pigmen geothit akan berpengaruh terhadap ukuran partikel dan warna pigmen yang dihasilkan. Dengan menggunakan metode ini, struktur kristal dan ukuran dari sampel yang disintesis dapat dioptimalkan dengan mengontrol beberapa parameter, salah satunya adalah kecepatan pengadukan, (Salavati-Niasari, dkk., 2010). Pada kecepatan 430 rpm akan menghasilkan nanopartikel geothit dengan ukuran 50-60 nm, sedangkan ketika menggunakan kecepatan pengadukan 1200 rpm akan menghasilkan ukuran partikel 2–14 nm (Gilbert, dkk., 2008).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, dimungkinkan kecepatan pengadukan akan mempengaruhi ukuran partikel dengan semakin besar kecepatan pengadukan maka akan memperkecil ukuran partikel. Kecepatan pengadukan dimungkinkan akan berpengaruh terhadap warna pada pigmen yang

dihasilkan. Apabila ukuran partikel sama rata maka akan menghasilkan struktur nanopartikel dan warna pigmen yang stabil.

Penjelasan sebelumnya masih belum dapat menjelaskan secara detail tentang pengaruh kecepatan pengadukan terhadap warna, panjang gelombang maksimum, ukuran kristal, struktur, morfologi dan komposisi dari goethit ( $\alpha$ -FeOOH) yang nantinya akan mempengaruhi kualitas pigmen goethit yang dihasilkan. Sehingga penelitian ini bertujuan untuk mencari pengaruh kecepatan pengadukan sintesis pada variasi 550, 650, 750, 850 rpm terhadap warna, panjang gelombang maksimum, ukuran kristal, struktur, morfologi dan komposisi dari pigmen goethit ( $\alpha$ -FeOOH) hasil sintesis.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh kecepatan pengadukan terhadap warna berdasarkan kolorimeter sistem CIE-Lab dari pigmen hasil sintesis?
2. Bagaimana pengaruh kecepatan pengadukan terhadap panjang gelombang maksimum pigmen hasil sintesis?
3. Bagaimana pengaruh kecepatan pengadukan terhadap struktur dan ukuran kristal dari pigmen hasil sintesis?
4. Bagaimana morfologi dan komposisi dari pigmen hasil sintesis?

## 1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan terhadap warna berdasarkan

kolorimeter sistem CIE-Lab dari pigmen hasil sintesis.

2. Mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan terhadap panjang gelombang maksimum pigmen hasil sintesis.
3. Mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan terhadap struktur dan ukuran kristal dari pigmen hasil sintesis.
4. Mengetahui morfologi dan komposisi dari pigmen hasil sintesis.

#### **1.4 Batasan Masalah**

Menghindari meluasnya objek kajian dalam penelitian ini maka diberikan batasan masalah sebagai berikut :

1. Limbah besi yang digunakan sebagai sampel berasal dari salah satu industri kerajinan besi di kota Malang.
2. Variasi kecepatan pengadukan yang digunakan ialah 550 rpm, 650 rpm, 750 rpm, 850 rpm.
3. Metode sintesis yang digunakan adalah metode presipitasi.
4. Uji kualitas pigmen hasil sintesis pada warna berdasarkan kolorimeter sistem CIE-Lab, struktur dan ukuran kristal, panjang gelombang maksimum, morfologi dan komposisi dari pigmen hasil sintesis.
5. Pigmen hasil sintesis terbaik berdasarkan nilai  $b^*$ (derajat kekuningan) tertinggi pada hasil kolorimeter dan hasil XRD dengan derajat kristalinitas yang tinggi.

#### **1.5 Manfaat**

Penelitian ini diharapkan dapat dimanfaatkan untuk :

1. Mengurangi pencemaran lingkungan akibat limbah besi bubuk.
2. Menambah nilai guna limbah besi bubuk.
3. Dapat digunakan sebagai zat pewarna.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Pencemaran Limbah Besi**

Limbah besi merupakan sisa pengolahan industri yang sangat mencemari lingkungan karena terdiri dari beberapa jenis besi dan baja. Pada proses produksi industri kerajinan besi akan menghasilkan limbah padat berupa serbuk besi sebesar 10-20 kg/bulan (Sunardi, 2007). Limbah yang dihasilkan berupa limbah padat yang berukuran besar dan kecil. Berdasarkan Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999, limbah yang berasal dari kegiatan bubut dan pengampelasan pada industri kerajinan besi ditetapkan sebagai limbah bahan berbahaya dan beracun (B3). Serbuk besi bubuk dikategorikan sebagai limbah B3 karena pada limbah tersebut terindikasi mengandung sejumlah logam berat yang dapat menimbulkan dampak negatif bagi kesehatan dan lingkungan. Nilai ambang batas (NAB) kadar besi dilingkungan menurut SNI 19-0232-2005 adalah 1-5 mg/m<sup>3</sup>.

Limbah besi bubuk yang tidak mendapatkan penanganan atau langsung dibuang akan berpotensi mencemari lingkungan apalagi jika didukung dengan lemahnya penegakan hukum maka akan terjadi perusakan lingkungan yang semakin parah (Yohanes, 2010). Untuk itu perlu ada penanganan atau pengolahan limbah besi bubuk karena didalam limbah tersebut mengandung kadar besi sebesar 97,11 % sesuai dengan penelitian Khoiroh, dkk (2013) sebagaimana pada Tabel 2.1.

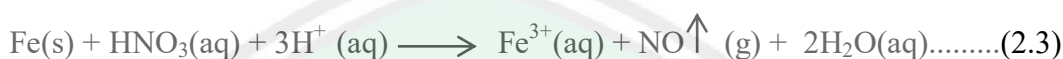


Tabel 2.1 Hasil XRF komponen yang terkandung dalam limbah besi bubuk

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)	0,20
8.	Renium (Re)	0,20
9.	Tembaga (Cu)	0,13
10.	Skandium (Sc)	0,05
11.	Nikel (Ni)	0,04
12.	Lantanum (La)	0,03
13.	Yttrium (Yb)	0,03
14.	Seng (Zn)	0,03

Sumber : (Khoiroh, dkk., 2013)

Kandungan terbesar dari limbah besi bubuk adalah besi. Besi merupakan unsur yang terkandung didalam kerak bumi, memiliki sifat fisik yaitu berwarna putih keperakan, mempunyai nomor atom 26 dan termasuk golongan logam transisi (golongan VIII) dalam SPU, memiliki berat molekul sebesar 55,847 g/mol, titik leleh 1536°C dan titik didih  $\pm 3000$  °C, densitas 7,874 g/cm<sup>3</sup> untuk padatan murni. Besi dapat bereaksi dengan asam membentuk ion-ion besi seperti pada Persamaan reaksi 2.1-2.3 (Vogel, 1990).



Dari reaksi diatas didapatkan ion besi yang sangat mudah teroksidasi membentuk oksida besi. Hal ini menyebabkan besi sangat berpotensi membentuk besi oksida.

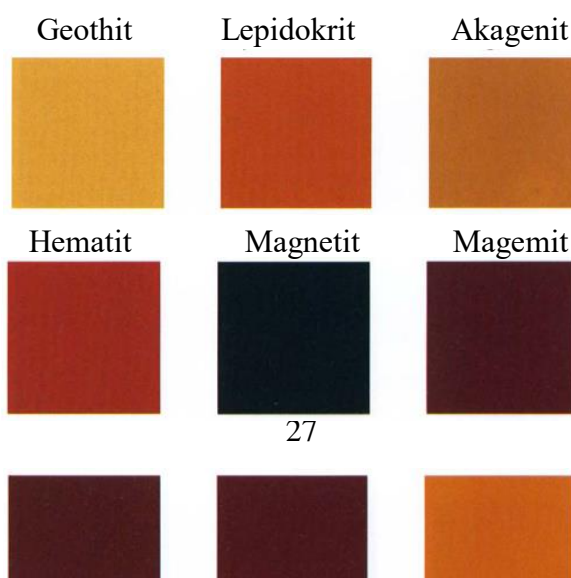
## 2.2 Besi Oksida sebagai Nanomaterial

Besi oksida adalah senyawa kimia yang terdiri dari besi dan oksigen. Umumnya besi oksida dapat digunakan sebagai zat pewarna, katalis dan bahan utama pada pembuatan magnet. Mineral oksida besi yang sering ada dalam tanah adalah geothit, lepidokrosit, hematit, maghemit, dan ferihidrit (Schwertmann dan Cornell, M, 2000). Pembentukan besi oksida dari ion logam besi dapat dipengaruhi beberapa faktor diantaranya pH, kemurnian logam, metode sintesis dan kondisi sintesis yang berupa kecepatan pengadukan dan adanya pemanasan.

Oksida besi dibagi menjadi dua yaitu bentuk oksida dan bentuk oksihidroksida. Hal ini mempengaruhi pada warna yang dihasilkan. Perbandingan warna yang dihasilkan sesuai dengan Tabel 2.2 (Schwertmann dan Cornell, M, 2000). Bentuk-bentuk besi oksida dari Tabel 2.2 dihasilkan dari  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  dalam kondisi yang berbeda-beda. Pengujian kualitatif terhadap adanya ion  $\text{Fe}^{3+}$  yaitu dengan menambahkan kalium sianida akan menghasilkan endapan merah

darah, dengan menambahkan natrium hidroksida akan menghasilkan endapan coklat, sedangkan dengan penambahan argentum nitrat akan menghasilkan endapan putih (Giwangkara, dkk., 2016; Sunardi, 2015). Perubahan selanjutnya akan membentuk besi oksida dalam berbagai fase dan menghasilkan fungsi senyawa, struktur senyawa dan warna senyawa yang berbeda (Schwertmann, Cornell, 2000). Warna-warna yang dihasilkan terlihat pada Gambar 2.1.

Besi oksida dengan ukuran nanopartikel merupakan partikulat yang terdispersi atau partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 1–100 nm (Abdullah, dkk., 2008). Material nano menjadi sangat menarik untuk menjadi objek penelitian karena peranannya sebagai jembatan antara material *bulk* dengan struktur atomik atau molekular. Nanopartikel besi oksida sangat cocok diaplikasikan sebagai pigmen karena dengan ukurannya yang sangat kecil dan penurunan ukuran butir partikel sehingga terjadi kenaikan luas dan volume permukaan yang merata, hal ini akan meningkatkan kestabilan warna pada pigmen, kecepatan reaksi pada pigmen akan menjadi secepat partikel, ketahanan terhadap cahaya, interaksi dengan sifat pengikat pigmen menjadi sangat kuat dengan ukurannya yang sangat kecil, non toksik, anti korosi, ketahanan pada suhu tinggi jika digunakan pada pigmen cat dan kekuatan warna yang baik pada pigmen (Tanner, 2015).



Ferihidrit      Feroksihit      Schwertmanit

Gambar 2.1 Warna-warna besi oksida (Schwertmann dan Cornell, M, 2000).

Tabel. 2.2 Macam-macam besi oksida.

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

Sumber : (Schwertmann dan Cornell, M, 2000)

### 2.3 Geothit Sebagai Pigmen

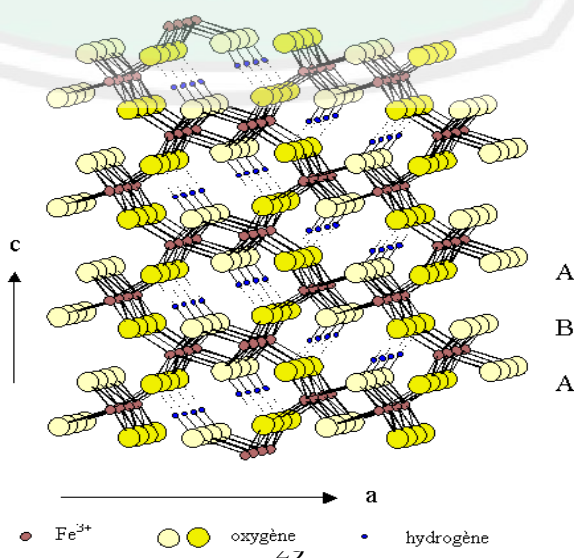
Geothit atau  $\alpha$ -FeOOH merupakan pigmen oksida besi berwarna kuning-oranye yang merupakan salah satu jenis pigmen terbanyak yang dikonsumsi di Indonesia maupun didunia (Mohapatra dan Anand, 2010). Geothit memiliki karakteristik yang dijelaskan pada Tabel 2.3 (Schwertmann dan Cornell, M, 2000).

Geothit termasuk mineral oksida-hidroksida yang simpel dengan anion oksigen dan hidroksil tersusun rapat dalam struktur ortorombik dan kation  $\text{Fe}^{3+}$  menempati pusat oktahedral. Gugus hidroksida (OH) merupakan penyebab situs aktif dari permukaan geothit (Goldberg dan Sposito, 1984), yang berperan aktif dalam proses adsorpsi sorbat. Struktur geothit dijelaskan pada Gambar 2.2 (Schwertmann dan Cornell, M, 2000).

Tabel 2.3 Karakteristik geothit

Karakteristik	Geothit
Sistem Kristalografi	Ortorombik
Dimensi Sel (nm)	a: 4.608 Amstrong b: 9.956 Amstrong c: 3.02 Amstrong
Unit Sel, Z	4
Densitas ( $\text{gm/cm}^3$ )	4,09
Warna	kuning – oranye
Tipe Magnet	Antiferromag
Neel (Curie) temperatur (K)	77
Standar Energi Pembentukan $\Delta G$ (Kj/mol)	-4771.7
Kelarutan Produk ( $\text{pFe} + 3 \text{pOH}$ )	43.3-44

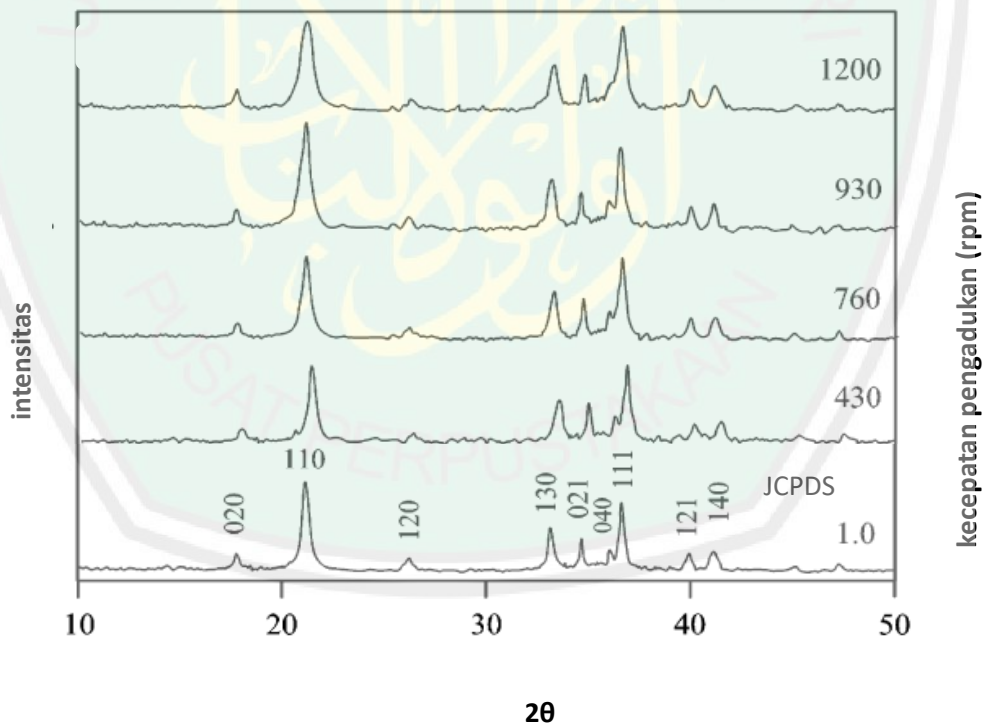
Sumber : (Schwertmann dan Cornell, M, 2000)



Fe<sup>3+</sup> oksigen hidrogen

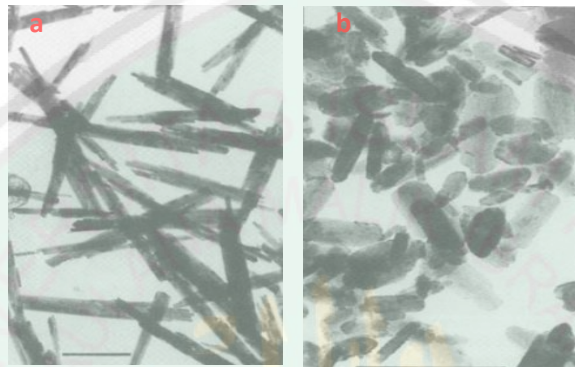
Gambar 2.2 Struktur goethit (Schwertmann dan Cornell, M, 2000).

Menurut Gaseer, dkk (1996) fasa goethit dapat diketahui pada JCPDS (29-713) dengan menggunakan XRD instrumen dengan sumber Cu K  $\alpha$  (1.54 *Amstrong*) menghasilkan puncak yang sering muncul di  $2\theta$  pada hkl 020, 110, 130, 021, 111 (Gilbert, dkk., 2008) sesuai pada Gambar 2.3. Puncak-puncak yang dihasilkan sangat mirip dengan JCPDS (29-713) yaitu pada kecepatan pengadukan 430–1200 rpm.



Gambar 2.3 Hasil XRD dengan variasi kecepatan pengadukan pada 430–1200 rpm  $2\theta$  (Gilbert, dkk., 2008).

Geothit memiliki morfologi bentuk umum kristal yaitu jarum. Panjang/ rasio lebar dari jarum bervariasi seperti jarum yang panjang biasanya diperoleh pada kondisi pH <3, jarum yang pendek biasanya diperoleh pada kondisi pH >4, jarum yang kembar biasanya diperoleh pada kondisi pH 11-12, jarum dibentuk pada pH 13–13,5 sesuai Gambar 2.4 (Schwertmann dan Cornell, M, 2000).



Gambar 2.4 Morfologi geothit berbentuk jarum panjang pada a dan jarum pendek pada b (Schwertmann dan Cornell, M, 2000).

#### 2.4 Potensi Geothit sebagai Pigmen

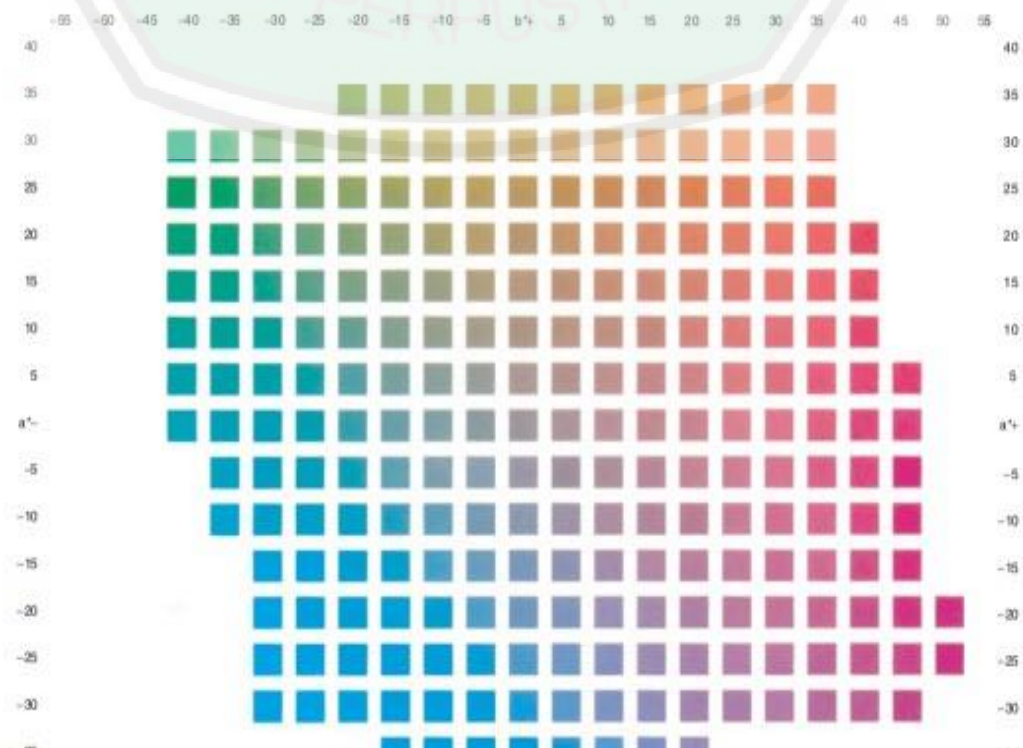
Menurut Singh (2012) pigmen adalah molekul yang menyerap dan memantulkan cahaya. Pigmen adalah zat warna yang dapat dibuat secara kimia (warna sintetis) dan dapat dihasilkan dari makhluk hidup seperti tumbuhan berupa sayur-sayuran. Sifat penting yang harus dimiliki pigmen (Schwertmann dan Cornell, M, 2000) adalah :

1. Sifat kimia dan fisik : komposisi kimia, kelembaban dan kadar garam, kadar air-larut dan asam-larut, ukuran partikel, densitas, dan kekerasan.
2. Sifat stabilitas : ketahanan terhadap cahaya, cuaca, panas, dan bahan kimia, anti sifat korosif, retensi *gloss*

3. Interaksi : interaksi dengan sifat pengikat, *dispersibility*, kompatibilitas, dan efek pemadatan.

Goethit ( $\alpha$ -FeOOH) merupakan pigmen oksida besi yang banyak dikonsumsi oleh dunia. Menurut Will, dkk (2004) pigmen besi oksida merupakan produksi terbesar kedua setelah titanium oksida yang mencapai 23% dari total produksi pigmen dunia. Pigmen adalah zat yang menghasilkan warna, salah satu analisa yang digunakan untuk mengetahui warna yaitu dengan menggunakan instrumen *color reader* dengan metode Lab.

Metode Lab menghasilkan beberapa nilai warna yaitu nilai  $a^*$  (hijau-merah) pada nilai (-) berwarna hijau dan warna merah pada nilai (+). Nilai  $b^*$  (biru-kuning) pada nilai (-) berwarna biru dan warna kuning pada nilai (+). Nilai  $a^*$  dan  $b^*$  ditunjukkan pada Gambar 2.5 (Kriss, dkk., 2011). Nilai  $L^*$  (hitam-putih) pada angka 0 menunjukkan warna hitam dan warna putih pada angka 100. Nilai  $H^\circ$  (corak warna) pada 0 derajat hingga 360 derajat menunjukkan warna yang pekat hingga warna yang telah pudar. Hubungan nilai *chroma* dengan *hue* dapat dijelaskan pada Gambar 2.6 menurut (Kriss, dkk., 2011).

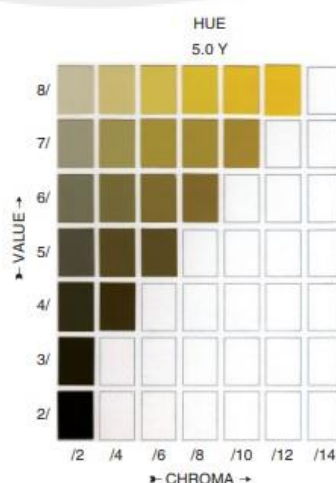




Gambar 2.5 Warna dengan perbandingan nilai  $a^*$  dengan  $b^*$  pada color reader. (Kriss, dkk., 2011).

Pigmen geothit memiliki ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel dengan standar ukuran partikel 25-50 nm (Schwertmann dan Cornell, M, 2000). Distribusi ukuran partikel pigmen harus seragam karena mempengaruhi *tinting strength* (Tanner, 2015). Warna meliputi *value* ( $L^*$ ), *chroma* ( $C^*$ ), *hue* ( $H^\circ$ ). *Value* merupakan derajat kecerahan, *chroma* merupakan intensitas kemurnian warna sedangkan *hue* merupakan corak warna. Nilai  $L^*$  berkisar 51-71,  $C^*$  berkisar 41-62, sedangkan  $H^\circ$  berkisar 72-84. Adapun nilai rata-rata  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  berturut-turut adalah 63, 47, 80 (Schwertmann dan Cornell, M, 2000).

Rahman, dkk (2014) berhasil mensintesis pigmen besi oksida warna kuning geothit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) berbahan dasar *mill scale* menggunakan metode presipitasi. Geothit diperoleh dari prekursor amonia. Koordinat warna kuning geothit  $L^*a^*b$  adalah  $L : 56,92 ; *a : 18,40 ; *b : 49,76$ .



Gambar 2.6 Warna kuning dengan perbandingan nilai chroma dan hue (Kriss, dkk., 2011).

Neger dan Parvin, dkk (2008) berhasil mensintesis pigmen besi oksida goethit ( $\alpha$ -FeOOH) berbahan dasar pasir besi menggunakan metode kopresipitasi. Diendapkan menggunakan amonia pada pH 4, 5, 6, 7 menghasilkan ukuran butir kristal dengan menggunakan rumus *debye scherer* berturut-turut adalah 30,54 nm, 37,82 nm, 42,59 nm, 48,6 nm. Blanco-Andujar, dkk (2012) berhasil mensintesis pigmen goethit dengan bahan dasar *ferric chloride hexahydrate* ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , >99%), *ferrous chloride tetrahydrate* ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 99%). Metode yang digunakan adalah kopresipitasi dengan zat pengendap adalah  $\text{NaHCO}_3$  99%. Variasi pH yang digunakan adalah pada pH 6, 7, 8, 9, 10 dengan hasil ukuran partikel secara berturut-turut adalah 30 nm, 31 nm, 50 nm, 62 nm, 78 nm.

Kusumawati (2013) berhasil juga mensintesis goethit berbahan dasar  $\text{FeCl}_3$ . Dengan menggunakan metode presipitasi dan zat pengendap berupa amonium karbonat. Pada kecepatan sintesis 620 rpm akan menghasilkan pigmen goethit ( $\alpha$ -FeOOH) dengan ukuran partikel 21,14–41,37 nm. Gilbert, dkk (2008) telah mensintesis goethit berbahan dasar  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dengan zat pengendap berupa NaOH menggunakan metode presipitasi pada kecepatan pengadukan sintesis 430 rpm menghasilkan nanopartikel goethit dengan ukuran 50-60 nm, sedangkan ketika menggunakan kecepatan pengadukan sintesis 1200 rpm akan menghasilkan ukuran partikel 2–14 nm.

## 2.5 Sintesis Pigmen Goethit dengan Metode Presipitasi

Pigmen geothit dapat disintesis dengan menggunakan beberapa metode yaitu presipitasi, presipitasi cepat dengan menggunakan ferrik hidroksi gel dan juga dehidrasi. Faktor-faktor yang mempengaruhi dalam sintesis nanopartikel pigmen besi oksida diantaranya :

a) Suhu

Berdasarkan Khoiroh, dkk (2013) sintesis besi oksida berupa pigmen hematit dapat dilakukan pada suhu kalsinasi 750, 800 dan 850°C menghasilkan nilai  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^0$  yang semakin besar atau warna pigmen yang semakin cerah. Hasil yang didapatkan yaitu ukuran partikel yang semakin besar. Peningkatan suhu sintesis menyebabkan warna pigmen yang dihasilkan menjadi semakin cerah dan ukuran kristal yang semakin besar.

b) pH

Hasil penelitian Kusumawati (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.

c) Lama kontak

Sintesis pigmen geothit memerlukan waktu kontak (sintesis) selama 1 jam. Menghasilkan nilai  $H^0$  : 79,4 dan nilai  $C^*$  : 40,55 dan  $L^*$  : 58,54. Semakin lama waktu kontak maka semakin gelap warna pigmen yang dihasilkan (Gaseer, U, dkk., 1996).

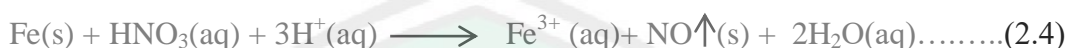
c. Kecepatan Pengadukan

Berdasarkan Bakoyannakis, dkk (2003) sintesis pigmen besi oksida pada kecepatan pengadukan 620 rpm menghasilkan pigmen dengan ukuran partikel 22-41 nm. Khoiroh, dkk (2013) sintesis pigmen besi oksida pada kecepatan pengadukan 750 rpm menghasilkan pigmen dengan ukuran partikel 16-40 nm. Gilbert, dkk (2008) sintesis pigmen besi oksida pada kecepatan 430-1200 rpm menghasilkan pigmen dengan ukuran 2-60 nm. Menurut beberapa sintesis yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa 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 kecil ukuran partikel hasil sintesis.

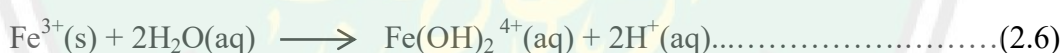
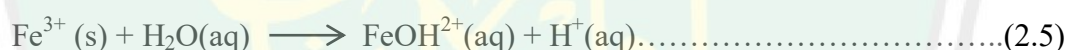
Metode yang umum digunakan dalam sintesis pigmen geothit adalah dengan cara presipitasi atau pengendapan dengan kecepatan tertentu. Pigmen kuning yang digunakan dapat disintesis dari bahan murni alami seperti garam-garam besi klorida dan sulfat atau limbah besi. Limbah besi bubuk dengan kandungan 97,11 % (Khoiroh, dkk., 2013) dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar dalam pembuatan pigmen besi oksida. Berdasarkan Legodi dan de Waal (2006) tahap awal yang dilakukan adalah pembuatan prekursor ferri dengan mencampurkan limbah bubuk besi dengan asam nitrat dan asam sulfat dengan dipanaskan.

Pembentukan prekursor ferri dengan penambahan asam tersebut sesuai dengan diagram *pourboix* pada Gambar 2.7 yang menjelaskan pengaruh pH dengan perubahan senyawa. Pembentukan prekursor ferri yang digunakan untuk sintesis pigmen besi oksida akan menghasilkan ion  $Fe^{3+}$  dapat dibuat dengan

menambahkan asam pada pH sekitar 1,76 (Verink, 2011). Hal ini sesuai dengan reaksi yang terdapat pada (Vogel, 1990) Tentang pembuatan oksida besi (III) secara cepat dapat dihasilkan oleh asam nitrat pekat dan ion-ion besi. Reaksi yang terjadi sebagaimana pada Persamaan reaksi 2.4 :



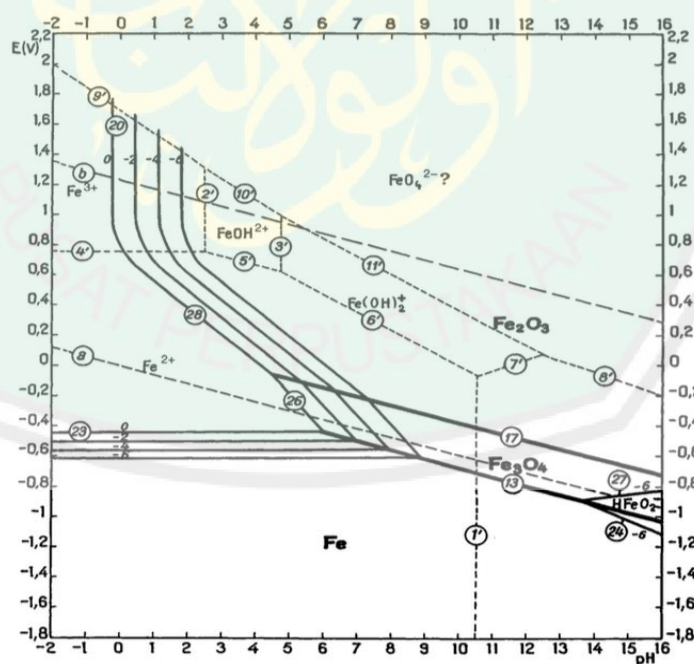
Gambar 2.7 menjelaskan bahwa pembentukan  $\text{Fe}^{3+}$  akan mengalami kesetimbangan pada pH 1-3 kemudian pada proses presipitasi selanjutnya, prekursor ferric akan membentuk  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  dan mengalami kestabilan pada pH 5-12. Reaksi pembentukan geothit yaitu pada Persamaan reaksi 2.5–2.7 (Schwertmann dan Cornell, M, 2000) :



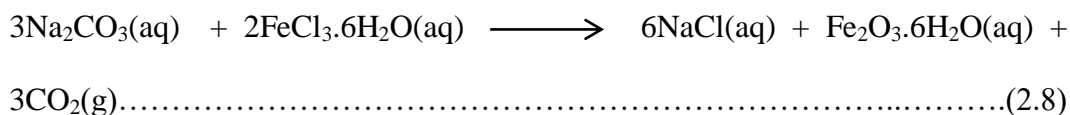
Presipitasi adalah metode pengurangan bahan-bahan terlarut (kebanyakan bahan anorganik) dengan cara penambahan bahan-bahan kimia terlarut yang menyebabkan terbentuknya padatan-padatan (lumpur). Dalam pengolahan air limbah, presipitasi digunakan untuk menghilangkan logam berat,. Metode presipitasi dari geothit ferri akan menghasilkan geothit melalui proses *dissolution*

dan kristalisasi pada pH antara 4-6 maka akan menghasilkan goethit dengan bentuk jarum (Jolivet, dkk., 2004).

Legodi dan de Waal (2006) mensintesis pigmen goethit ( $\alpha$ -FeOOH) menggunakan metode presipitasi. Zat pengendap yang digunakan adalah  $\text{NaHCO}_3$  1M. Menggunakan pH kisaran antara 5–7 menghasilkan pigmen goethit dengan ukuran partikel 39 nm. (Seyedi, dkk., 2015) Reaksi yang terjadi pada penambahan agen pengoksid berupa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan *starting material* berupa  $2\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebagaimana Persamaan reaksi 2.8. Menurut Gilbert, dkk (2008) melakukan sintesis nanopartikel dengan kecepatan pengadukan 430 rpm akan menghasilkan partikel dengan ukuran 50-60 nm. Sintesis nanomaterial pada kecepatan pengadukan 1200 rpm akan menghasilkan ukuran partikel 2–14 nm.



Gambar 2.7 Diagram pourboix pada besi oksida (Verink, 2011)



## 2.6 Sintesis dalam Prespektif Islam

Sintesis menurut ilmu kimia yaitu mereaksikan suatu bahan kimia dengan metode tertentu sehingga diperoleh suatu produk berupa persenyawaan kimia. Sintesis memiliki beberapa tahapan penelitian sesuai dengan metode yang digunakan. Pemilihan suatu senyawa kimia atau reaktan, sangat mempengaruhi hasil senyawa yang diinginkan. Kualitas bahan yang digunakan juga sangat mempengaruhi karakteristik hasil senyawa yang diinginkan.

Hasil sintesis berupa senyawa kimia perlu dikarakterisasi yaitu dengan menganalisa senyawa sehingga dapat diketahui kandungan maupun kualitas dari senyawa yang diteliti. Karakterisasi dalam proses penelitian sangatlah diperlukan untuk mendapatkan keakuratan, sehingga ilmu atau informasi yang didapatkan akan membuktikan kesesuaian teori dengan hasil eksperimen sebagaimana yang telah dijelaskan dalam ajaran Islam bahwa menuntut ilmu adalah kewajiban bagi setiap manusia.

Menuntut ilmu pengetahuan maupun ilmu agama merupakan perintah Allah SWT bagi orang-orang yang beriman. Tujuan utama menuntut ilmu yaitu untuk mendekatkan diri kepada Allah SWT. Cara mendekatkan diri yaitu dengan menyadari keagungan-Nya dalam menciptakan alam semesta dan mempelajari apa yang ada di bumi sehingga orang-orang yang berilmu akan mendapatkan keistimewaan oleh Allah SWT sebagaimana dalam Al-Qur'an surah Al-Mujadilah (11) yang berbunyi :

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا إِذَا قِيلَ لَكُمْ تَفَسَّحُوا فِي الْمَجَالِسِ فَافْسَحُوا يَفْسَحَ اللَّهُ لَكُمْ  
وَإِذَا قِيلَ أَنْشُرُوا فَأَنْشُرُوا يَرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ ءَامَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ  
دَرَجَاتٍ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ ۱۱

Artinya : “*Hai orang-orang beriman apabila kamu dikatakan kepadamu: "Berlapang-lapanglah dalam majlis", Maka lapangkanlah niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. dan apabila dikatakan: "Berdirilah kamu", Maka berdirilah, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat. dan Allah Maha mengetahui apa yang kamu kerjakan*” (Surah Al-Mujadilah ayat 11).

Syaikh Ahmad al-Musthafa al-Maraghi menjelaskan bahwa makna dari ayat tersebut adalah bahwa Allah SWT akan meninggikan orang-orang yang diberikan ilmu di atas imannya kepada Allah SWT dengan banyak tingkatan (derajat), atau meninggikan orang-orang yang berilmu dari kalangan orang-orang beriman secara khusus dengan banyak tingkatan karamah dan ketinggian martabat. Bersemangat menuntut ilmu, berlapang dada, orang-orang yang ikhlas menuntut ilmu dan membagi ilmu menyiapkan kesempatan untuk menghadiri majelis ilmu, bersemangat belajar, menyiapkan segala sumberdaya untuk meningkatkan keilmuan yang dimiliki dan senantiasa meningkatkan keimanan dan ketaqwaan karena Allah memberikan ilmu yang diiringi dengan iman. Allah mengetahui segala sesuatu yang kita kerjakan.

Penelitian ini bertujuan untuk mendalami ilmu pengetahuan dan menjadi salah satu usaha untuk mendekatkan diri kepada Allah dengan meneliti apa yang ada ada di bumi. Sintesis dan karakterisasi senyawa geothit sebagai pigmen



dengan memanfaatkan bahan baku limbah besi bubuk diharapkan penelitian ini dapat menambah ilmu pengetahuan yang berkorelasi dengan bertambahnya iman kepada Allah SWT.

### **BAB III**

#### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilakukan pada Maret 2017 sampai Maret 2018 di Laboratorium Riset Kimia Fisik, Laboratorium Edukasi Kimia, Laboratorium Kimia Organik dan Laboratorium Instrumentasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

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

###### **3.2.1 Alat**

Penelitian ini menggunakan beberapa alat yaitu seperangkat alat gelas, kertas saring, aluminium foil, tang potong besi, neraca analitik, pH meter, corong *buchner*, erlenmeyer vakum, pompa vakum, *magnetic stirrer*, *plastic wrap*, UV-Visible spektroskopi, *X-Ray Fluorescence (PAN analytical Minipal 4 Sulfur)*, *X-Ray Diffraction (PAN analytical type Expert Pro)*, *Color reader (Minolta CR-10)*, *SEM-EDX (EVO MA 10)*.

### 3.2.2 Bahan

Penelitian ini bahan yang digunakan adalah limbah besi bubuk,  $\text{HNO}_3$  65% Merck, Aquademineral,  $\text{NaHCO}_3$  Pure Analysis Merck,  $\text{NaOH}$  Pure Analysis Sigma Aldrich,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  96% Merck. Perhitungan preparasi bahan sebagaimana pada Lampiran 3.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa goethit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) menggunakan metode presipitasi dengan variasi kecepatan pengadukan pada 550, 650, 750 rpm. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *color reader*, spektroskopi ultraviolet-sinar tampak, *XRD* dan *SEM-EDX*. Hasil terbaik dari *color reader* dan spektroskopi ultraviolet-sinar tampak akan dikarakterisasi dengan menggunakan *XRD*. Hasil terbaik berdasarkan *XRD* akan dikarakterisasi dengan menggunakan *SEM-EDX* untuk mengetahui morfologi dan komposisi unturnya. Rancangan penelitian tersebut sebagaimana pada Lampiran 1.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah :

1. Preparasi sampel
2. Pembuatan prekursor ferri
3. Sintesis senyawa goethit dengan variasi kecepatan pengadukan
4. Karakterisasi yang digunakan meliputi : kolorimeter, spektroskopi ultraviolet-sinar tampak, *XRD*, *SEM-EDX*

## 5. Analisa data

### 3.5 Prosedur Penelitian

#### 3.5.1 Preparasi Bahan

Bahan dasar yang digunakan berupa limbah besi bubuk berbentuk padatan kecil yang diambil dari industri kerajinan besi di kota Malang Jawa Timur. Sampel hasil preparasi kemudian dianalisis untuk mengetahui komposisi unsur dari limbah bubuk besi menggunakan *X-Ray Fluorescence (PAN analytical Minipal 4 Sulfur)*. Diagram alir preparasi bahan sebagaimana pada Lampiran 2.1.

#### 3.5.2 Pembuatan Prekursor

Sebanyak 10 g limbah besi bubuk yang telah dipotong kecil-kecil ditambahkan 100 ml  $\text{HNO}_3$ , 3,5M didiamkan selama 3x24 jam. Pemanasan dilakukan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga khat. Diagram alir pembuatan prekursor sebagaimana pada Lampiran 2.2.

#### 3.5.3 Sintesis Geothit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) dengan Variasi Kecepatan Pengadukan

Prekursor ditambahkan 250 ml aquademineral. Ditambahkan 25 ml  $\text{NaHCO}_3$  0,5 M dan diatur pH nya dengan penambahan NaOH hingga pH 6. Dipanaskan pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam dan distirer dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 650, 750, 850 rpm. Sintesis dilakukan dengan pengulangan 3 kali atau

triplo. Hasil sintesis didinginkan pada suhu kamar selama 24 jam. Hasil sintesis didekantasi, selanjutnya disaring dengan menggunakan corong *buchner* dan pompa vakum. Pengeringan dilakukan pada suhu kamar hingga kering, lalu dihaluskan dengan menggunakan *mortar agate* hingga terbentuk serbuk halus. Diagram alir sintesis geothit dengan variasi kecepatan pengadukan sebagaimana pada Lampiran 2.3.

Dua belas produk yang dihasilkan akan dianalisis menggunakan *color reader* (minolta CR-10) sehingga diperoleh empat hasil warna yang mendekati standar. Dua belas produk hasil sintesis dianalisa menggunakan UV-Visible spektroskopi sehingga diperoleh empat hasil panjang gelombang maksimum yang sesuai standar. Empat produk terbaik berdasarkan warna dan panjang gelombang akan dianalisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (PAN analytical type Expert Pro) sehingga diperoleh hasil ukuran dan struktur kristal dengan derajat kristalinitas yang tinggi. Satu produk hasil warna, panjang gelombang, ukuran dan struktur kristal yang mendekati standar akan dianalisis menggunakan *SEM-EDX* (EVO @MA 10) untuk diperoleh morfologi dan analisa komposisi.

### 3.6 Karakterisasi Hasil Penelitian

#### 3.6.1 Kolorimeter (*Color Reader*) Minolta CR-10

Sampel disiapkan kemudian nyalakan *color reader* menggunakan *system L\**, *a\**, *b\** Setelah nyala, dikalibrasi dengan memilih warna putih pada alat dan hasil kalibrasi disimpan. Ujung reseptor ditempelkan pada sampel sampai lampunya hidup. Hasil yang diperoleh yaitu nilai *L\**, *a\**, *b\**. Dicari nilai *C\** dan *H°*.

### 3.6.2 UV-Visible Spektroskopi

Sampel hasil sintesis dilarutkan kedalam asam sulfat 5% dengan perbandingan 0,05 gr serbuk pigmen dan 5 ml asam sulfat 5%. Larutan diaduk dengan batang pengaduk, terdapat sedikit endapan didalam tabung reaksi, lalu diambil sedikit filtrat dan diencerkan dengan menggunakan asam sulfat 5% dan dianalisa hingga absorbansi mendekati 1, kemudian siap dimasukkan kedalam kuvet instrumen untuk *running* instrumen pada panjang gelombang 400-800 nm. Hasil yang diperoleh adalah panjang gelombang maksimum.

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

Serbuk dianalisis menggunakan sumber Cu K $\alpha$  (1.54) dengan monokromator *secondary gravit* dan *detector* kontra sintilasi. Sampel serbuk diletakkan pada piring plastik dasar yang diputar pada 30 rpm. Scan dilakukan pada suhu 25 °C. Kemudian direkam selama 2 sekon tiap langkah, ditambahkan Si sebagai standar internal 2 $\theta$ . Didapatkan difraktogram XRD, kemudian dapat dihitung ukuran kristal dan terlihat fasa yang ada.

### 3.6.4 SEM-EDX (EVO @MA 10)

Serbuk hasil sintesis dilapisi oleh emas (*aurum*) untuk memperbesar kontras antara serbuk yang diamati dengan lingkungan sekitarnya. Diletakan pada tempat sampel, lalu SEM akan menembakkan berkas *electron* berenergi tinggi lalu akan dipantulkan sehingga objek secara umum dilakukan perbesaran hingga 1 juta kali dengan resolusi hingga 3 nm, sehingga didapat morfologi. Analisa selanjutnya dengan menggunakan SEM-EDX dengan menembakkan sinar X pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur

yang terkandung didalam serbuk dengan menggunakan *EDX* kita dapat mengetahui analisa komposisi.

### 3.7 Analisis Data Penelitian

#### 3.7.1 Warna Pigmen

Produk yang telah dikarakterisasi menggunakan *Color reader* (Minolta CR-10) akan menghasilkan nilai  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  yang nantinya akan dirubah menjadi nilai  $C^*$  dan  $H^0$  untuk mengetahui warna yang dihasilkan. Cara mencari nilai  $C^*$  dan  $H^0$  didapat dengan menggunakan persamaan :

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

$$H^0 = 1/\tan (b^*/a^*)$$

Keterangan :

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

$a^*$  = perbedaan merah dan hijau, jika (+) merah, (-) hijau

$b^*$  = perbedaan kuning dan biru, jika (+) kuning, (-) biru

$L^*$  = perbedaan putih dan hitam, jika (+) putih, (-) hitam

#### 3.7.2 Panjang Gelombang Maksimum

Produk yang telah dikarakterisasi dengan menggunakan *UV-Visible* Spektroskopi pada pengukuran panjang gelombang 400-800 nm akan menghasilkan panjang gelombang maksimum dengan absorbansi.

### 3.7.3 Struktur dan Ukuran Kristal

Produk yang telah dikarakterisasi dengan menggunakan X-Ray Diffraction (PAN *analytical type expert pro*) akan menghasilkan difraktogram. Untuk mengetahui ukuran partikel digunakan persamaan *debye-scherer* yaitu :

$$D = 0.9 \lambda / B \cos \theta$$

Keterangan :

D = diameter ukuran kristal

$\lambda$  = panjang gelombang yang digunakan, Cu (1.54056 nm)

B = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dalam radian

1 rad = 57.3 deg

$\theta$  = setengah dari  $2\theta$  (deg)

### 3.7.4 Morfologi dan Komposisi

Hasil karakterisasi menggunakan *SEM-EDX* berupa morfologi dan puncak-puncak unsur yang terkandung didalam serbuk pigmen hasil sintesis sehingga dapat diinformasikan secara kuantitatif dari presentasi komposisi serbuk pigmen hasil sintesis.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pigmen geothit disintesis dari bahan baku limbah bubuk besi yang diperoleh dari industri kerajinan besi di Jalan Simpang Gajayana kota Malang. Sebelum penelitian ini dilakukan, limbah bubuk besi di karakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan unsur lain selain besi. Hasil karakterisasi limbah bubuk besi ditampilkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Unsur-unsur dari limbah bubuk besi

Unsur	Jumlah (%)
Besi (Fe)	96,080
Mangan (Mn)	1,300
Europium (Eu)	0,900
Nikel (Ni)	0,820
Rubidium (Rb)	0,660
Kalsium (Ca)	0,290
Kromium (Cr)	0,096
Tembaga (Cu)	0,093
Lantanum (La)	0,020

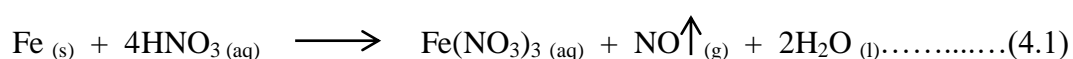
Kandungan unsur Fe di dalam limbah bubuk besi berdasarkan hasil XRF sejumlah 96,08% dan ditemukan beberapa unsur lain yang jumlahnya cukup kecil sebagaimana pada Lampiran 4. Jumlah besi yang sangat dominan memungkinkan limbah tersebut digunakan sebagai bahan baku sintesis pigmen geothit. Proses sintesis dilakukan melalui dua tahapan yaitu tahap pembuatan prekursor dan tahap

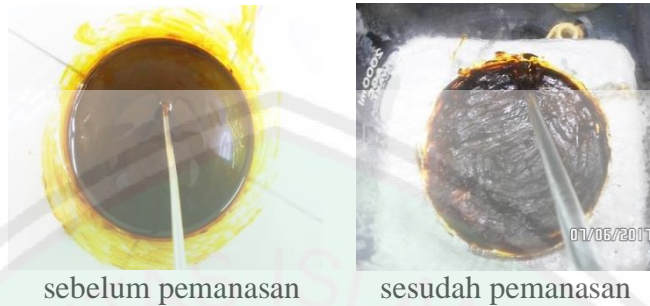
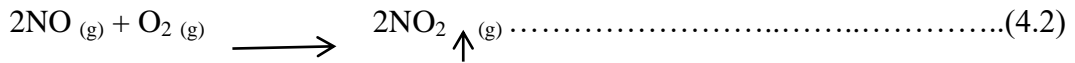


sintesis. Penelitian ini dilakukan dengan metode presipitasi dan dilakukan pengulangan triplo untuk mendapatkan akurasi pada setiap tahapan sintesis pigmen goethit. Adapun senyawa hasil sintesis akan dikarakterisasi dengan menggunakan *color reader*, difraksi sinar-X, spektroskopi ultraviolet-sinar tampak dan SEM-EDX.

#### 4.1 Proses Pembuatan Prekursor ( $\text{Fe}^{3+}$ )

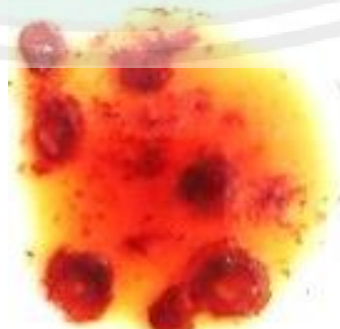
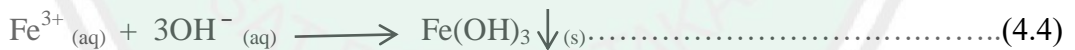
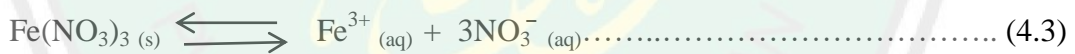
Pembuatan prekursor dilakukan dengan mendestruksi limbah bubuk besi yang telah dipotong kecil-kecil dengan larutan pendestruksi berupa asam nitrat pada konsentrasi 3,5M. Pemotongan limbah dengan ukuran kecil bertujuan untuk memperbesar luas area limbah yang akan didestruksi oleh asam. Destruksi dilakukan dengan menggunakan asam nitrat 3,5M untuk menghasilkan ion  $\text{Fe}^{3+}$  pada kondisi stabil dengan pH 0,544. Berdasarkan Verink (2011) prekursor ferri yang digunakan untuk sintesis pigmen besi oksida akan menghasilkan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dapat dibuat dengan menambahkan asam dengan pH 0-1. Kestabilan ion  $\text{Fe}^{3+}$  berdasarkan diagram pourboix pada Gambar 2.7 terjadi pada pH -2 hingga 2. Persamaan reaksi 4.1 dan 4.2 (Vogel, 1990). Proses destruksi menggunakan asam nitrat 3,5M dengan limbah besi pada perbandingan 1:10. Pada proses destruksi terjadi pemutusan ikatan-ikatan antar logam akibat adanya asam kuat. Destruksi dilakukan dalam waktu 3x24 jam. Prekursor dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  untuk mendestruksi sisa besi yang belum terdestruksi dan menguapkan sisa gas  $\text{NO}_2$ . Pemanasan berlangsung hingga prekursor kihat sesuai pada Gambar 4.1.





Gambar 4.1 Prekursor sebelum dan sesudah pemanasan

Asam nitrat pada proses destruksi berperan sebagai oksidator kuat yang mengoksidasi Fe dengan bilangan oksidasi 0 menjadi 3+. Reaksi destruksi menghasilkan garam berupa  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  yang mengandung ion  $\text{Fe}^{3+}$ . Prekursor diionisasi dengan menambahkan  $\text{H}_2\text{O}$  untuk membentuk ion  $\text{Fe}^{3+}$ . Adanya ion tersebut dapat diketahui dengan cara meneteskan reagen basa kuat pada prekursor encer sehingga membentuk endapan merah bata (Vogel, 1990).



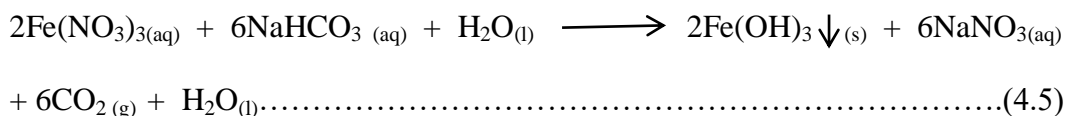
Gambar 4.2 Pengujian adanya ion  $\text{Fe}^{3+}$  pada prekursor.

Prekursor yang sudah terbentuk ion maka dapat diidentifikasi dengan menggunakan basa kuat berupa NaOH. Endapan merah bata akan terbentuk ketika adanya penambahan basa kuat sebagaimana pada Persamaan reaksi 4.3 dan 4.4 (Vogel, 1990). Perubahan terbentuknya endapan sesuai pada Gambar 4.2. Prekursor yang mengandung ion ferri digunakan dalam proses sintesis karena dapat menghasilkan senyawa geothit berdasarkan penelitian (Legodi dan Waal, 2007).

#### 4.2 Proses Sintesis Pigmen

Sintesis pigmen geothit dilakukan melalui tahap pertama yaitu menambahkan aquademineral kedalam prekursor. Aquademineral dipilih karena bebas akan mineral seperti besi dan magnesium, sehingga dapat meminimalisir adanya pengotor. Reaksi yang terjadi sebagaimana Persamaan reaksi pada 4.3 (Cornell dan Schwertmann, 2003). Penambahan zat pengendap berupa  $\text{NaHCO}_3$  menghasilkan larutan keruh berwarna oranye yang tidak dapat mengendap atau memisah saat didiamkan, sehingga dimungkinkan terbentuk koloid. Fasa terdispersi koloid yaitu zat cair berwarna oranye kekuningan sebagaimana Gambar 4.3. Reaksi penambahan  $\text{NaHCO}_3$  sebagaimana pada Persamaan reaksi 4.5.



Gambar 4.3 Koloid Fe(OH)<sub>3</sub>.

Sintesis dengan metode presipitasi dilakukan pada kondisi pH 6 dengan menambahkan basa kuat encer. Berdasarkan nilai Ksp dengan derajat kelarutan pada Fe(OH)<sub>3</sub> didapatkan perbandingan  $Q > K_{sp}$  yang menunjukkan adanya endapan Fe(OH)<sub>3</sub> yang terjadi pada kondisi pH 6 sebagaimana perhitungan pada Lampiran 11. Pada kondisi pH 4 Fe(OH)<sub>3</sub> tidak dapat larut, pH 5 didapatkan kelarutan yang hampir lewat jenuh, sedangkan pada pH 6-8 Fe(OH)<sub>3</sub> dapat larut namun semakin kecil pH maka semakin banyak atom H<sup>+</sup> yang berikatan dengan [OH<sup>-</sup>] sehingga kesetimbangan reaksi 4.5 bergeser ke kanan dan Fe(OH)<sub>3</sub> dapat mengendap. Berdasarkan Lampiran 10-17 dimungkinkan logam yang lain akan larut.

Sintesis dilakukan dengan pemanasan pada suhu 70 °C selama 1 jam, hal ini bertujuan untuk mengubah fasa Fe(OH)<sub>3</sub> menjadi fasa FeOOH berdasarkan reaksi 4.6 (Cornell dan Schwertmann, 2003). Pemanasan ini akan membentuk larutan heterogen. Proses sintesis dilakukan dengan pengadukan pada variasi kecepatan di 550 rpm, 650 rpm, 750 rpm, 850 rpm. Pada setiap variasi dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali atau triplo. Pendinginan dilakukan secara perlahan untuk mengkondisikan larutan menjadi dua fasa.

Hasil sintesis didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam untuk proses penuaan. Proses tersebut terjadi secara alami pada temperatur kamar, didapatkan endapan FeOOH berwarna kuning sebagaimana Gambar 4.4. Proses selanjutnya

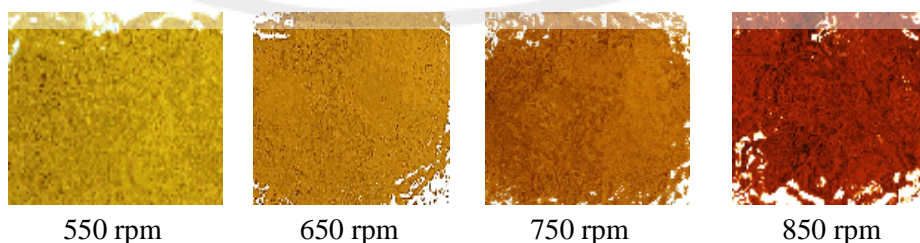
adalah penyaringan, pengeringan dan penghalusan hasil kering menjadi serbuk halus, sebagaimana Gambar 4.4. Pada proses penghalusan digunakan *mortar agate* agar meminimalisir kontaminan dari luar dan memiliki kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan menggunakan *mortar* berbahan porselen.



endapan FeOOH                      serbuk FeOOH  
Gambar 4.4 Endapan FeOOH dan serbuk FeOOH

#### 4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Color Reader

Karakterisasi hasil sintesis menggunakan *color reader* berdasarkan metode analisa CIE-Lab. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui perubahan warna yang dihasilkan pada setiap perbedaan variasi pengadukan dan pengulangan sintesis. Diperoleh hasil warna kuning hingga merah kecoklatan.



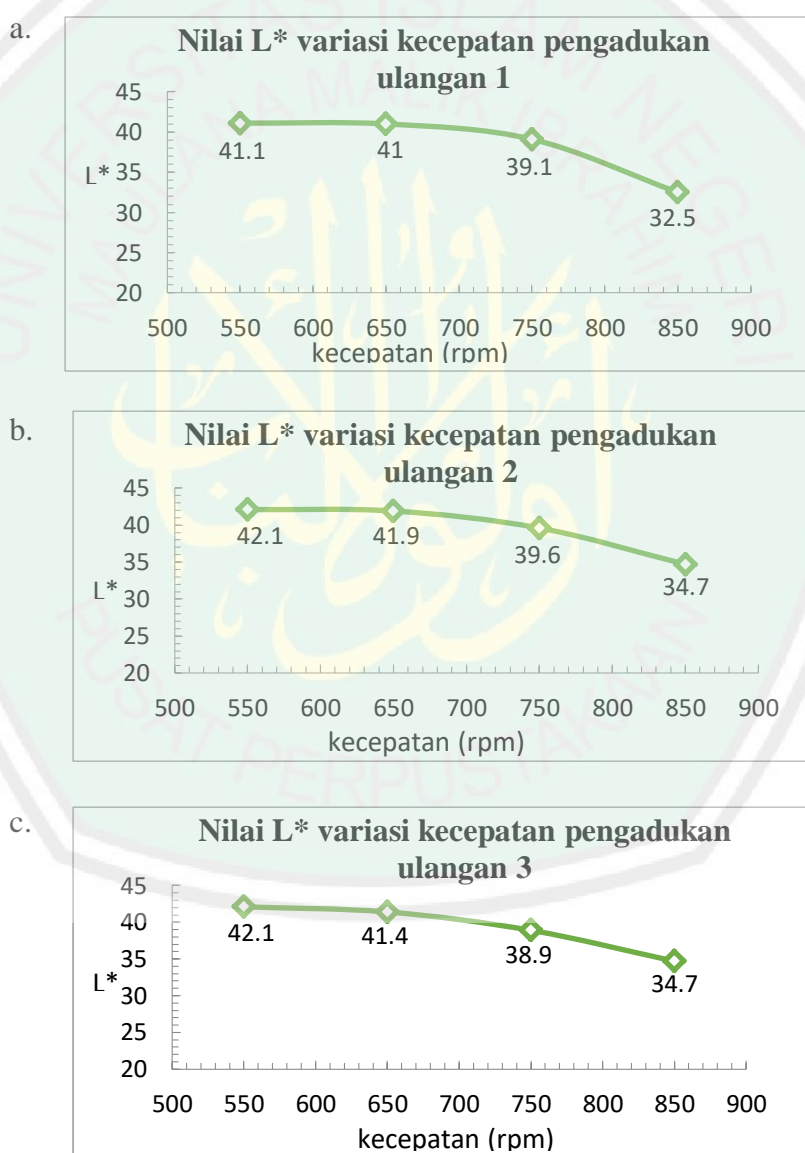
550 rpm                      650 rpm                      750 rpm                      850 rpm  
Gambar 4.5 Warna pigmen goethit pada variasi kecepatan pengadukan.

Berdasarkan Cornell dan Swerthmann (2003) kecerahan warna pigmen dipengaruhi oleh ukuran partikel, semakin kecil ukuran partikel maka warna yang dihasilkan semakin gelap. Kecepatan pengadukan yang semakin tinggi menyebabkan kinetika reaksi semakin besar, sehingga tumbukan antar partikel semakin sering terjadi (Gilbert, dkk., 2008). Peningkatan kecepatan pengadukan juga dilaporkan akan menginduksi peningkatan daerah interface dari udara per suspensi akibatnya terjadi peningkatan aliran oksigen yang akan menyebabkan penurunan ukuran kristal (Gilbert, dkk., 2008). Hal tersebut menghasilkan ukuran partikel yang semakin kecil dengan luas permukaan yang semakin besar. Berdasarkan perhitungan pada Lampiran 8.10 kecepatan pengadukan semakin besar (550 rpm – 850 rpm) menghasilkan ukuran partikel semakin kecil.

Penurunan ukuran partikel menyebabkan perubahan warna pada pigmen hasil sintesis, hal tersebut karena adanya efek *quantum confinement* (Woo, dkk., 2004). Partikel dengan ukuran kecil memiliki perubahan sifat elektron dan optik. Semakin kecil ukuran partikel maka elektron tidak kontinu tetapi diskrit karena adanya efek *quantum confinement*, sehingga energi *bandgap* meningkat, hal tersebut menyebabkan warna pigmen semakin transparan (Shevell, 2003) sebagaimana hasil sintesis dengan adanya penurunan nilai kecerahan ( $L^*$ ) pada Lampiran 5. Menurut Cornell dan Swerthmann (2003) semakin kecil partikel besi oksida maka kecerahan ( $L^*$ ) dan corak warna ( $H^0$ ) pigmen besi oksida akan semakin menurun. Semakin besar kecepatan pengadukan maka warna pigmen akan semakin gelap menuju ke warna merah, sebagaimana pada Gambar 4.5.

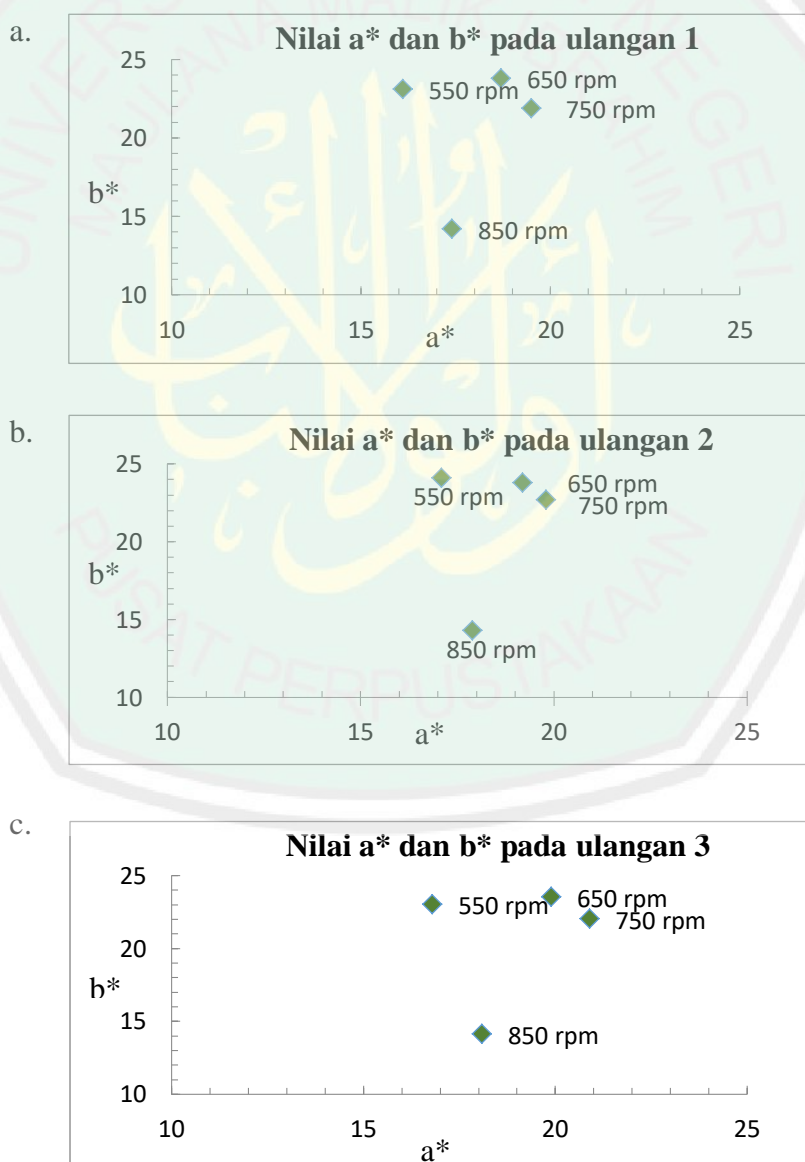
Warna pigmen besi oksida diperoleh dari adanya transisi atau transfer muatan elektron-elektron atom diorbital terluar ke tingkat energi yang lebih tinggi

sebagaimana penelitian yang dilakukan Sakamoto, dkk (2017). Berdasarkan hasil *color reader* pada Lampiran 5 didapatkan nilai  $L^*$ ,  $a^*$  dan  $b^*$ . Nilai  $L^*$  (derajat kecerahan), semakin besar kecepatan pengadukan maka nilai  $L^*$  akan semakin kecil sebagaimana Gambar 4.6. Nilai  $a^*$  (derajat kemerahan), nilai  $b^*$  (derajat kekuningan), semakin besar kecepatan pengadukan maka warna kuning semakin berkurang dan mengarah ke warna merah. Perbandingan nilai  $a^*$  dengan  $b^*$  ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.6 Nilai  $L^*$  pada variasi kecepatan pengadukan ulangan 1, 2 dan 3.

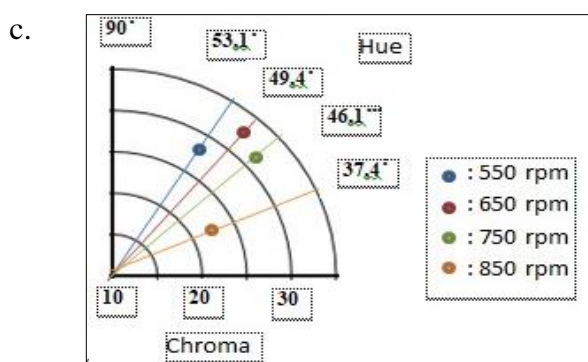
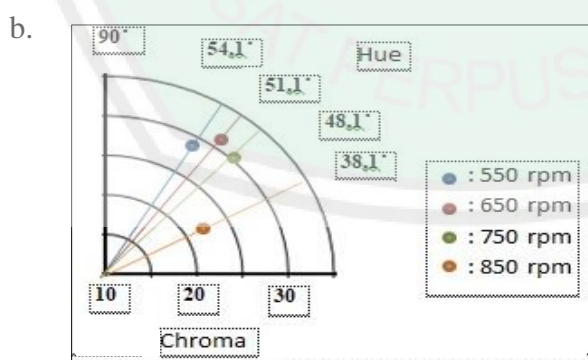
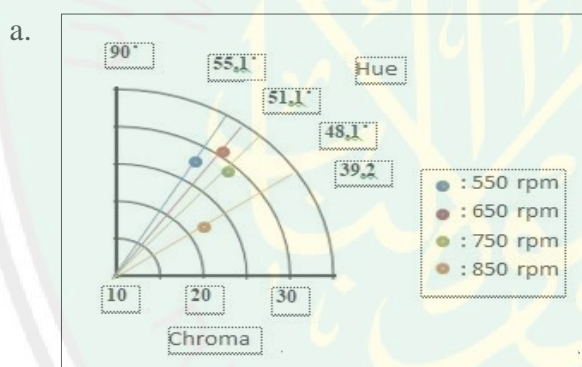
Pada kecepatan pengadukan 550 rpm didapatkan kecerahan yang tinggi pada setiap ulangan. Semakin besar kecepatan pengadukan sintesis maka semakin berkurang kecerahan warna pigmen hasil sintesis. Kecerahan yang menurun ini menunjukkan kualitas warna pigmen yang semakin menurun. Pada setiap ulangan didapatkan grafik yang linier. Nilai  $L^*$  atau kecerahan tertinggi dihasilkan pada kecepatan pengadukan 550 rpm pada ulangan 2 dan 3. Pada ulangan 1 didapatkan nilai  $L^*$  terendah pada kecepatan pengadukan 850 rpm.





Gambar 4.7 Nilai Perbandingan  $a^*$  dan  $b^*$  variasi kecepatan pengadukan pada ulangan 1, 2 dan 3.

Semakin besar nilai  $b^*$  pada *color reader* menunjukkan warna semakin kuning. Semakin besar nilai  $a^*$  akan menunjukkan warna semakin merah. Nilai  $b^*$  tertinggi pada kecepatan pengadukan 650 rpm pada ulangan 1 dan ulangan 3, akan tetapi pada kecepatan pengadukan 850 rpm didapatkan nilai  $b^*$  terendah. Pada kecepatan pengadukan 750 rpm menunjukkan nilai  $a^*$  tertinggi. Kecepatan pengadukan 550 rpm menunjukkan nilai  $a^*$  paling rendah. Pada ulangan 2 didapatkan data yang linier, semakin besar kecepatan pengadukan maka semakin kecil nilai  $b^*$ .



Gambar 4.8 Korelasi nilai  $C^*$  dan  $H^0$  variasi kecepatan ulangan 1, 2 dan 3.

Kecepatan pengadukan 550 rpm didapatkan nilai  $b^*$  tertinggi dengan nilai  $a^*$  terendah sehingga menunjukkan warna yang semakin kuning. Pada kecepatan pengadukan 850 rpm didapatkan nilai  $b^*$  terendah sehingga menunjukkan warna kuning yang memudar. Dapat disimpulkan bahwa semakin besar kecepatan pengadukan, maka warna pigmen hasil sintesis semakin merah.

Nilai  $C^*$  (intensitas kemurnian) atau *chroma* sebagaimana perhitungan pada Lampiran 6 didapatkan dari perhitungan nilai  $a^*$  dan  $b^*$ . Nilai *chroma* tertinggi didapatkan pada kecepatan pengadukan 650 rpm disemua ulangan. Pada kecepatan pengadukan 850 rpm didapatkan nilai *chroma* terendah pada semua ulangan. Nilai  $H^0$  (corak warna) atau *hue* didapatkan dari perhitungan nilai  $a^*$  dan  $b^*$ . Nilai *hue* tertinggi didapatkan pada kecepatan 550 rpm pada setia ulangan. Pada kecepatan pengadukan 850 rpm didapatkan nilai *hue* terendah pada setiap ulangan. Korelasi nilai *chroma* dengan nilai *hue* dapat dilihat pada Gambar 4.8.

Perbandingan nilai  $C^*$  dengan  $H^0$  pada setiap ulangan menunjukkan adanya kenaikan nilai  $H^0$  pada variasi kecepatan pengadukan. Semakin besar kecepatan pengadukan maka semakin kecil nilai  $H^0$  yang berbanding lurus dengan kecerahan dan derajat kekuningan, sehingga dapat disimpulkan bahwa warna pigmen yang dihasilkan yaitu semakin gelap dengan derjat warna kuning yang semakin memudar menuju ke warna merah sebagaimana Gambar 2.6 pada Bab II (Kriss, dkk, 2011). Nilai  $C^*$  dan  $H^0$  pigmen geothit hasil sintesis belum sesuai

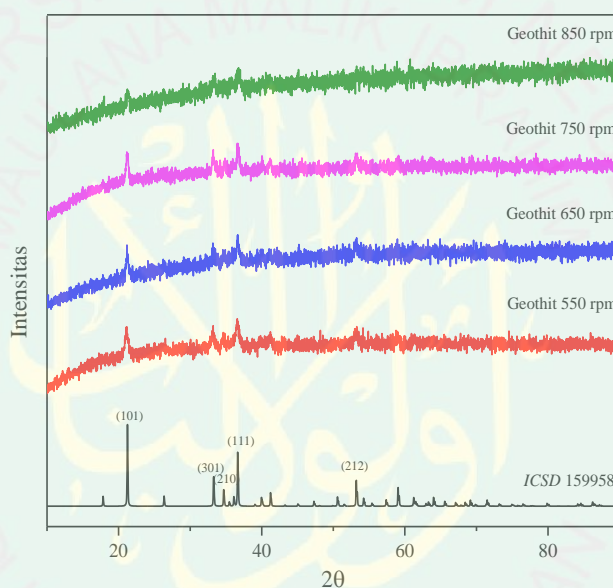
dengan standar. Faktor yang mempengaruhi ketidaksesuaian adalah kemurnian logam dan pemilihan pelarut juga kondisi ketika pembuatan prekursor yang perlu dioptimasi.

#### 4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

Analisa fasa yang dilakukan dengan XRD sebagaimana pada Lampiran 8 menghasilkan puncak-puncak yang sesuai dengan data standar senyawa geothit (*Inorganic Crystal Structure Database*) ICSD (159958). Intensitas pola difraksi diperoleh masih rendah dengan adanya *noise* yang tinggi, hal ini menunjukkan bahwa kristalinitasnya masih rendah. Faktor yang mempengaruhi kurangnya kristalinitas tersebut adalah kurang stabilnya suhu pada saat sintesis sebagaimana penelitian (Kumar, Singh, Jouen, Hannover, dan Banerjee, 2015) dan metode pembuatan prekursor yang perlu dioptimasi.

Pola difraksi sinar X senyawa geothit ditunjukkan pada Gambar 4.9 dan Lampiran 8.6. Variasi kecepatan pengadukan menghasilkan pola difraksi sinar-X dengan jumlah puncak yang semakin berkurang sebagaimana Tabel 4.2. Intensitas puncak yang dihasilkan juga menurun yang menunjukkan bahwa tingkat kristalinitas semakin kecil. Pada kecepatan 550 rpm hingga 750 rpm terdeteksi puncak-puncak yang sama dengan standar dan intensitas yang semakin menurun. Kecepatan 850 rpm terdeteksi hanya 3 puncak yang sama dengan standar sebagaimana pada Lampiran 8.8 dan intensitas paling rendah dibanding kecepatan pengadukan yang lain.

Struktur kristal goethit ( $\alpha$ -FeOOH) hasil sintesis adalah ortorombik sebagaimana Gambar 4.10, dan grup ruang Pnma sesuai ICSD (159958) dan *formula unit* (Z) adalah 4. Volume sel antara 139-142. Kisi kristal yang dihasilkan pada kecepatan 650 rpm dan 850 rpm pada kisi kristal a mengalami kenaikan yang lebih tinggi dibandingkan pada kecepatan 550 rpm dan 750 rpm, sedangkan pada kisi kristal b dan c pada tiap kecepatan pengadukan tidak menunjukkan perubahan yang signifikan.

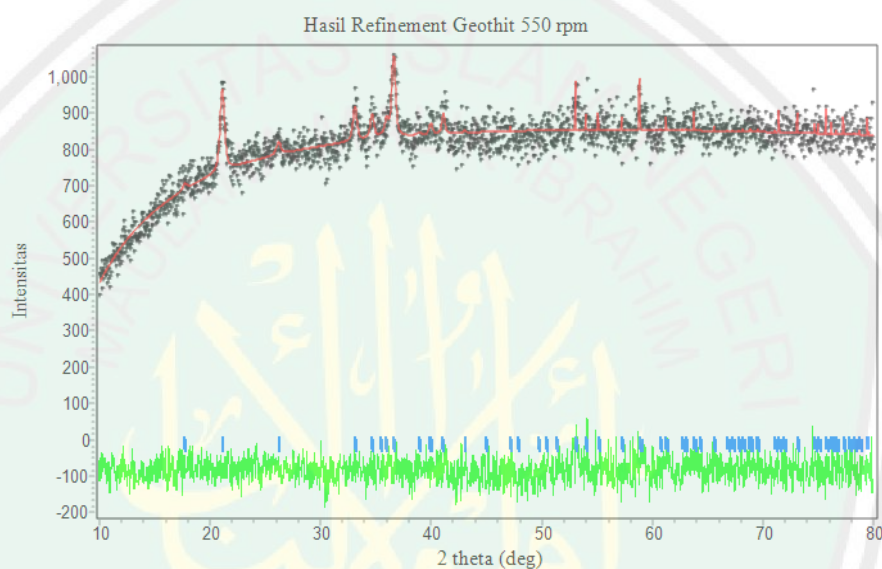


Gambar 4.9 Pola difraksi sinar-X senyawa goethit ( $\alpha$ -FeOOH) pada variasi kecepatan pengadukan.

Tabel 4.2 Hasil puncak difraksi sinar-X pada variasi kecepatan pengadukan.

	ICSD 159958	Geothit 550 rpm	Geothit 650 rpm	Geothit 750 rpm	Geothit 850 rpm
hkl	2 $\theta$	2 $\theta$	2 $\theta$	2 $\theta$	2 $\theta$
101	21,24	21,12	21,16	21,21	21,34
301	33,15	33,18	33,18	33,18	33,42
210	34,73	34,73	34,73	34,77	-
111	36,50	36,64	36,64	36,64	36,77

Hasil *refinement* sebagaimana pada Lampiran 8.7 dan 8.11 dengan metode *Le Bail* terhadap data difraksi sinar-X untuk goethit ( $\alpha$ -FeOOH) pada rentang  $2\theta$  antara 10-80 sebagaimana Tabel 4.3. Nilai  $R_p$ ,  $R_{wp}$  dan  $X$  yang berada pada rentang yang masih dapat diterima untuk proses *refinement*. Dengan demikian terdapat kesesuaian antara struktur goethit hasil sintesis dengan struktur goethit standar.

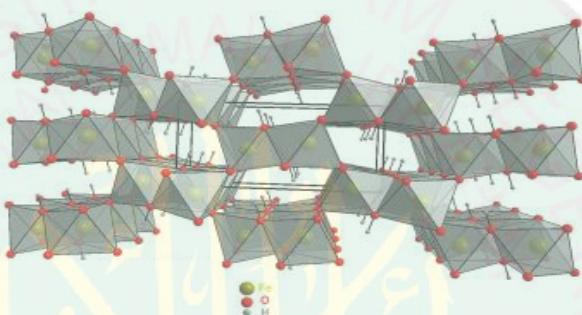


Gambar 4.11 Hasil refinement goethit pada kecepatan 550 rpm.

Tabel 4.3 Hasil refinement goethit hasil sintesis dengan goethit standar.

Parameter	Standar	G. 550	G.650	G. 750	G.850
Space group	Pnma	Pnma	Pnma	Pnma	Pnma
Formula unit (Z)	4	4	4	4	4
Struktur	Ortho rombik	Ortho rombik	Ortho rombik	Ortho rombik	Ortho rombik
Kisi Kristal					
A	9.9413	9.9834	10.0021	9.965352	10.0395
B	3.0248	3.0228	3.0268	3.020783	3.0322
C	4.6091	4.6254	4.6335	4.626021	4.6671
Volume sel	138.60	139.59	140.27	139.25	142.08
$R_p$		3.09	3.30	3.11	4.10
$R_{wp}$		4.09	4.51	4.26	5.53
$GOF(x^2)$		0.1029E	0.9091E	0.9513E	0.8125E

Pada kecepatan pengadukan 550 rpm didapatkan hasil *refinement* kecocokan paling besar berdasarkan data hasil difraksi sinar-X dengan garis kalkulasi, sebagaimana Gambar 4.11. Hasil *refinement* pada setiap variasi yang menunjukkan adanya kecocokan antara data hasil difraksi sinar-X (titik hitam) dan kalkulasi (garis merah) dimana titik-titik difraksi terjangkau oleh garis kalkulasi dan perbedaan keduanya sangat kecil (garis hijau yang mendatar).



Gambar 4.10 Struktur kristal geothit ( $\alpha$ -FeOOH).

Tabel 4.4 Ukuran kristal geothit pada variasi kecepatan pengadukan.

2 $\theta$	Ukuran kristal			
	G.550 rpm	G.650 rpm	G.750 rpm	G.850 rpm
21,12	63,24	40,92	24,92	17,61
36,55	25,06	41,74	50,21	28,87
53,10	16,61	22,17	23,35	-

Perhitungan ukuran kristal dilakukan dengan persamaan *debye scherer* sebagaimana pada Lampiran 8.9 dan 8.10 menghasilkan penurunan ukuran seiring bertambahnya kecepatan pengadukan yang dilakukan, sebagaimana Tabel 4.4. Berdasarkan penelitian yang dilakukan (Cornell dan Schwertmann, 2003) adanya hubungan antara ukuran partikel dengan kecerahan pigmen, yaitu semakin kecil ukuran kristal geothit maka warna pigmen yang dihasilkan akan berkurang

kecerahan warnanya. Hal ini sesuai dengan penelitian ditunjukkan dengan adanya penurunan nilai  $L^*$  dan  $b^*$  pada tiap penurunan ukuran kristal. Penurunan ukuran kristal dimungkinkan karena adanya aglomerasi pada hasil pigmen, sehingga belum dapat terbentuk serbuk secara sempurna.

#### 4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Spektroskopi Ultraviolet-Tampak

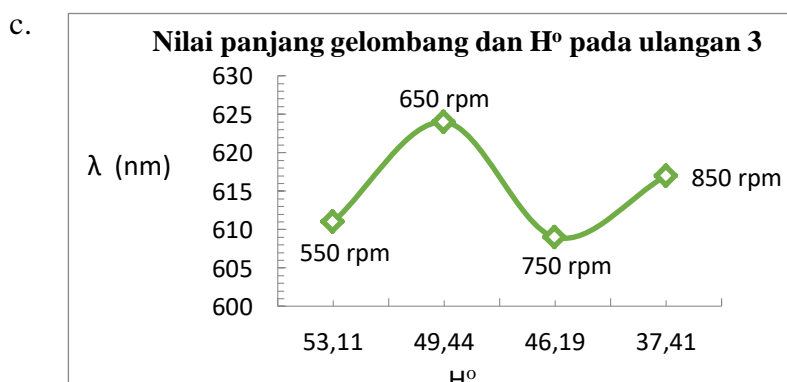
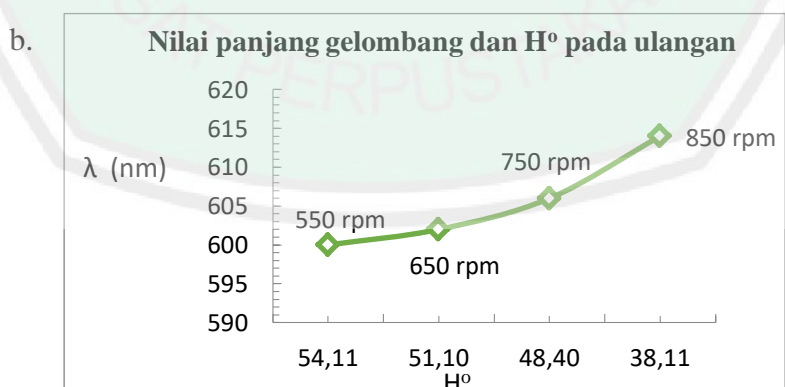
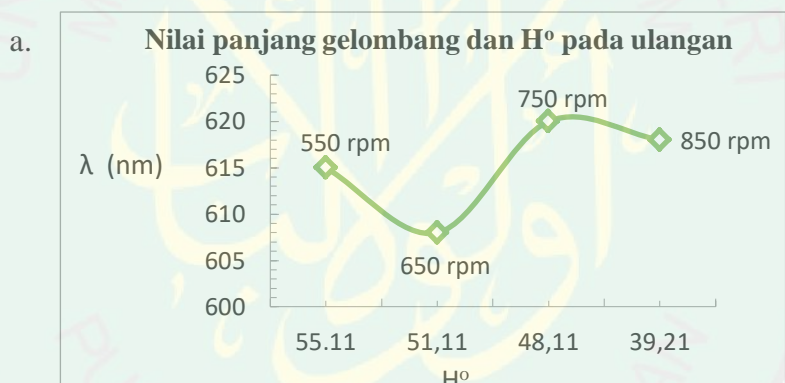
Preparasi sampel dilakukan dengan melarutkan serbuk hasil sintesis dengan asam sulfat sangat encer. Panjang gelombang pelarut yang digunakan adalah 300 nm, diukur menggunakan UV-Vis. Pengukuran sampel dilakukan pada panjang gelombang 400-700 nm. Pada panjang gelombang 580 nm menunjukkan warna kuning, panjang gelombang 600 nm menunjukkan warna oranye dan pada panjang gelombang 650 nm menunjukkan warna merah (Brown, 2000).

Berdasarkan (Shevell, 2003) pigmen besi oksida menghasilkan warna yang disebabkan oleh transfer muatan yaitu adanya elektron tidak berpasangan dan tingkat energi orbital tidak berbeda jauh. Akibatnya elektron mudah tereksitasi ke tingkat energi lebih tinggi yang menimbulkan warna tertentu. Jika senyawa transisi baik padat atau larutnya disinari cahaya maka senyawa transisi akan menyerap cahaya pada frekuensi tertentu, sedangkan frekuensi lainnya diteruskan. Cahaya yang diteruskan menunjukkan warna senyawa transisi pada keadaan tereksitasi.

Hasil sintesis pigmen menunjukkan panjang gelombang goethit ( $\alpha$ -FeOOH) di 600-624 nm. Hal tersebut menunjukkan bahwa goethit termasuk kedalam panjang gelombang sinar tampak yang berwarna oranye hingga

kemerahan. Pada kecepatan pengadukan 550 rpm didapatkan panjang gelombang 600 dengan warna pigmen kuning.

Berdasarkan (Cornell dan Schwertmann, 2003) nilai  $H^{\circ}$  dengan panjang gelombang memiliki hubungan sebagaimana Gambar 4.12. Panjang gelombang yang dihasilkan pada ulangan 1 dan 3 menunjukkan kurangnya kelinieran, sedangkan pada ulangan 2 menunjukkan data yang linier. Berdasarkan nilai  $H^{\circ}$  yang semakin menurun, menghasilkan panjang gelombang yang semakin besar. Hal tersebut menunjukkan bahwa semakin besar kecepatan pengadukan maka warna yang dihasilkan akan semakin gelap sehingga panjang gelombang yang dihasilkan akan semakin besar atau menuju ke warna merah.





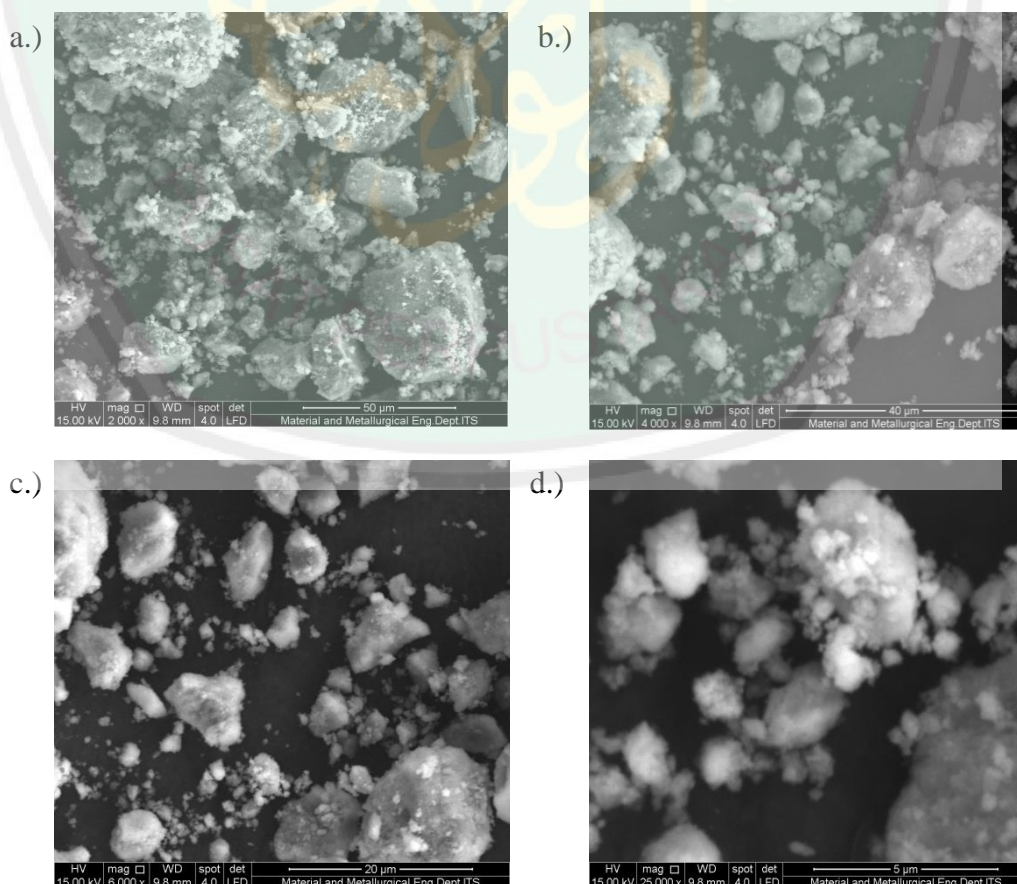
Gambar 4.12 Korelasi panjang gelombang maksimum dan  $H^{\circ}$  variasi kecepatan pengadukan pada ulangan 1,2 dan 3

Berdasarkan Gambar 4.12 dihasilkan panjang gelombang yang belum semua linier, sehingga disarankan untuk menggunakan spektroskopi uv-vis *mettle toledo* berdasarkan ASTM E308-1 untuk mengukur perbandingan warna sampel pada kondisi cair karena dimungkinkan adanya perbedaan warna saat sampel kondisi padat dengan sampel cair yang transparan. Menurut Douglas A. Skoog, F James Holler (2007) pada sampel warna seperti pigmen, plastik transparan atau tekstil analisa yang digunakan adalah perhitungan warna dengan sistem CIE-Lab menggunakan instrumen spektroskopi uv-vis *mettle toledo* yang menghasilkan transmitansi untuk menghitung nilai warna bukan panjang gelombang.

#### 4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM-EDX

Analisa morfologi partikel geothit dengan menggunakan SEM-EDX sebagaimana pada Lampiran 9 menghasilkan gambar seperti Gambar 4.13. Pengujian SEM-EDX dilakukan pada perbesaran 2000, 4000, 6000 dan 25000 kali. Sampel yang digunakan adalah pigmen geothit pada kecepatan 550 rpm dengan warna lebih kuning dan cerah. Pada kecepatan tersebut memiliki ukuran kristal terbesar namun hasil SEM menunjukkan morfologi tidak seragam dengan tingkat aglomerasi yang tinggi.

Hasil analisa SEM-EDX menunjukkan adanya pengotor di dalam pigmen goethit ( $\alpha$ -FeOOH) yaitu natrium (Na) dan karbon (Ca). Unsur natrium pada pengotor dimungkinkan berasal dari penggunaan zat pengendap berupa  $\text{NaHCO}_3$ , karena unsur Na yang tidak dapat larut dengan sempurna saat sintesis. Unsur karbon berasal dari limbah bubut besi yang digunakan, dengan titik leleh  $3652^\circ\text{C}$  (Mulyono, 2006). Pada penelitian ini pemanasan yang digunakan pada suhu  $70^\circ\text{C}$  sehingga unsur karbon masih tetap ada. Komposisi unsur dalam pigmen goethit ditunjukkan pada Tabel 4.5. Berdasarkan perhitungan nilai Ksp pada Lampiran 10-17 dimungkinkan masih terdapat logam lain sebagai pengotor yaitu logam Ni dan Cr, namun tidak terdeteksi dalam analisa SEM-EDX. Hal ini dimungkinkan karena pada pengukuran tersebut dilakukan hanya pada satu titik, sehingga logam tersebut tidak terdeteksi.



Gambar 4.13 Morfologi geothit perbesaran 2000, 4000, 6000 dan 25000 kali.

Tabel 4.5 Komposisi unsur-unsur pada pigmen geothit.

Unsur	Total
Fe (besi)	55,34 %
O (oksigen)	24,75 %
C (karbon)	18,86 %
Na (natrium)	01,04%

#### 4.7 Pengurangan Dampak Pencemaran Limbah Bubut Besi dalam Perspektif

##### Islam

Pencemaran lingkungan adalah salah satu tanda-tanda kerusakan bumi yang semakin marak terjadi, akibatnya bencana alam akan banyak terjadi dimana-mana. Salah satu faktor yang menyebabkan tercemarnya lingkungan adalah pembuangan limbah sisa industri dengan sembarangan dan tidak diolah secara baik. Pencemaran lingkungan dapat mengubah tatanan lingkungan, sehingga mutu kualitas lingkungan menjadi menurun bahkan menyebabkan lingkungan tidak dapat berfungsi sebagaimana mestinya (Soedjono, 1979).

Industri kerajinan besi merupakan salah satu industri besi yang berpeluang mencemari lingkungan apabila limbah yang dihasilkan tidak ditangani dengan tepat. Menurut Sugiharti (1997) menyatakan bahwa limbah besi berupa bubut besi yang berukuran kecil biasanya tidak diolah dan dimanfaatkan sehingga dibuang langsung ke lingkungan. Apabila kegiatan tersebut terjadi secara terus-menerus tanpa adanya perbaikan maka akan menyebabkan pencemaran lingkungan bahkan bencana yang mengakibatkan kerusakan di muka bumi sebagaimana dijelaskan pada Al-Qur'an surah Asy-Syu'ara (151-152) yang berbunyi :

وَلَا تُطِيعُوا أَمْرَ الْمُسْرِفِينَ ۝١٥١ الَّذِينَ يُفْسِدُونَ فِي الْأَرْضِ وَلَا

يُصْلِحُونَ ۝١٥٢

Artinya : “Dan janganlah kamu mentaati perintah orang-orang yang melewati batas, yang membuat kerusakan di muka bumi dan tidak Mengadakan perbaikan” (Surah Asy-Syu’ara ayat 151-152).

Ayat di atas menegaskan tentang larangan untuk menaati perintah dan kelakuan para pelampau batas, yaitu orang-orang yang senantiasa membuat kerusakan di bumi dan tidak melakukan perbaikan. Kata *yufsiduna* yang artinya merusak, berfungsi menjelaskan pelampauan batas. Kata ini untuk mengisyaratkan kesinambungan terhadap kegiatan merusak lingkungan. Memang, seseorang tidak akan dinamai perusak apabila tidak melakukan perusakan secara berulang sehingga membudaya pada kepribadianya.

Perusakan sendiri adalah kegiatan yang mengakibatkan sesuatu yang bernilai dan berfungsi dengan baik serta bermanfaat menjadi kehilangan sebagian atau seluruh nilai, sehingga tidak berfungsi dan bermanfaat dengan baik akibat ulah si perusak. Oleh karena itu maka janganlah melakukan perusakan agar kelestarian alam dapat terjaga dengan baik. Allah menyayangi orang-orang yang berbuat baik yang menjaga kelestarian alam dan lingkungannya sebagaimana pada Al-Qur’an dalam surah Al-A’raf ayat 56 :

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ۝٥٦

Artinya : “ Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah Amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik ” (Surah Al-A’raf ayat 56).

Ayat tersebut secara tegas melarang yang akan memperparah kerusakan atau akan merusak yang baik menjadi amat tercela. Kelestarian yang dimaksud adalah kelestarian alam yang mengupayakan kemampuannya agar selalau serasi dan seimbang. Siahaan (2004), lingkungan hidup merupakan kesatuan ruang dengan sesame benda, daya, keadaan, makhluk hidup serta manusia dan perilakunya yang mempengaruhi kelangsungan hidupnya. Oleh sebab itu, sebagai umat Nabi Muhammad SAW sudah seharusnya menyadari bahwa pentingnya menjaga kelestarian alam dan mengurangi kerusakan lingkungan yang telah terjadi. Salah satu usaha untuk mengurangi dampak pencemaran lingkungan yaitu mengolah limbah bubut besi dari industri kerajinan besi menjadi pigmen geothit. Limbah bubut besi dari industri kerajinan besi dapat dijadikan bahan utama pembuatan senyawa geothit yang dapat dijadikan sebagai bahan pewarna (pigmen). Pemanfaatan dan mengolah limbah yang dianggap tidak memiliki manfaat dan hanya berakibat kerusakan pada lingkungan merupakan salah satu usaha untuk mengurangi dampak pencemaran lingkungan.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Semakin besar kecepatan pengadukan maka warna pigmen yang dihasilkan yaitu kuning menjadi semakin merah.
2. Semakin besar kecepatan pengadukan maka panjang gelombang yang dihasilkan akan semakin tinggi.
3. Semakin besar kecepatan pengadukan maka semakin kecil derajat kristalinitas dan semakin kecil ukuran kristal.
4. Morfologi pigmen goethit ( $\alpha$ -FeOOH) beragam disebabkan adanya aglomerasi dan terdapat pengotor berupa Na dan C.

#### 5.2 Saran

Pemilihan limbah bubuk besi yang baik dan penyimpanannya perlu dijaga agar pengotor dapat diminimalisir. Pada proses pembuatan prekursor perlu dilakukan optimasi perbandingan komposisi dan pengontrolan suhu pemanasan. Proses sintesis perlu adanya pengontrolan pada pemanasan sintesis, optimasi pada konsentrasi zat pengendap dan waktu sintesis sehingga diharapkan akan memperoleh kemurnian yang tinggi dengan morfologi partikel yang seragam. Analisa selanjutnya yang dapat dilakukan adalah analisa daya *swelling*, *tinting strength* dan *hiding power*, untuk mengetahui kualitas pigmen.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, & Khairurrijal., 2008. Review : Sintesis Nanomaterial. *Nanosains & Nanoteknologi* (Vol. 1).
- Bakoyannakis, D. N., Deliyanni, E. A., Zouboulis, A. I., Matis, K. A., Nalbandian, L., & Kehagias, T., 2003. Akaganeite and Goethite-Type Nanocrystals: Synthesis and Characterization. *Microporous and Mesoporous Materials*, 59(1), 35–42.
- Bauxbaum, G., 1998. *Industrial Inorganic Pigments*. New York : WILEY-VCH.
- Blanco-Andujar, C., Ortega, D., Pankhurst, Q. a., & Thanh, N. T. K., 2012. Elucidating the Morphological and Structural Evolution of Iron Oxide Nanoparticles Formed by Sodium Carbonate in Aqueous Medium. *Journal of Materials Chemistry*, 22(25), 12498.
- Brown, M. E., 2000. Spectrum of Sunlight. *Scientific American*, 25(1972), 24–29.
- Cornell, R. M., & Schwertmann, U., 2003. *The Iron Oxides*. New York : WILEY-VCH.
- Cornell, R. M., & Schwertmann, U., 2003. *The Iron Oxides Techniques*. New York : WILEY-VCH.
- Douglas A. Skoog, F James Holler, and S. R. C., 2007. *Principles of Instrumental Analysis* New York : MT UV/VIS Spectrophotometers.
- Fernandez, B. R., 2011. Sintesis Nanopartikel. *Makalah Universitas Andalas Padang*, 10 212 07 029.

- Gaseer, U. G., Jeanroy, E., Mustin, C., Barres, O., Nuesch, R., Berthelin, J., & Herbillon, A. J., 1996. Properties of Synthetic Goethites with Co for Fe Substitution. *Clay Minerals*, 31, 465–476.
- Gilbert, F., Refait, P., Leveque, F., Remazeilles, C., & Conforto, E., 2008. Synthesis of Goethite From  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  Precipitates: Influence of  $\text{Fe}(\text{II})$  Concentration and Stirring Speed. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 69(8), 2124–2130.
- Goldberg, S., & Sposito, G., 1984. A Chemical Model of Phosphate Adsorption By Soils: I. Reference Oxide Minerals. *Soil Science Society of America Journal*, 48(4), 772–778.
- Jolivet, J.-P., Chanéac, C., & Tronc, E., 2004. Iron Oxide Chemistry from Molecular Clusters to Extended Solid Networks. *Chem. Commun.*, (5), 477–483.
- Khoiroh, L. M., Mardiana, D., Sabarudin, A., & Ismuyanto, B., 2013. Synthesis of Hematite Pigments ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) by Thermal Transformations of  $\text{FeOOH}$ . *J. Pure App. Chem. Res*, 24, 27–34.
- Kriss, M. A., Macdonald, L. W., Fairchild, M. D., Ebner, M., & Ed, P. G., 2011. *Measuring Colour*. New York : WILEY-VCH.
- Kumar, D., Singh, H., Jouen, S., Hannoyer, B., & Banerjee, S., 2015. Effect of Precursor on the Formation of Different Phases of Iron Oxide Nanoparticles. *Royal Society of Chemistry Advances.*, 5(10), 7138–7150.
- Kusumawati, A. tri., 2013. Sintesis Nanopartikel Pigmen Oksida Besi Hitam ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), Merah ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan Kuning ( $\text{FeOOH}$ ) Berbasis Pasir Besi Tulungagung. *Jurnal Jurusan Fisika Universitas Negeri Malang*.
- Legodi, M. A., & de Waal, D., 2006. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality from Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments University of Pretoria*, 74(1), 161–168.
- Legodi, M. A., & Waal, D. De., 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality from Mill Scale Iron Waste. *Department of Chemistry Journal University of Pretoria*, 74-2-0002.
- Mohapatra, M., & Anand, S., 2010. Synthesis and Applications of Nano-Structured Iron Oxides/Hydroxides–Review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8), 127–146.
- Nassau, K., 1996. The Causes of Color. *Scientific American*, 25(1972), 24–29.
- Neger, A. J. M. T., & Parvin, S., 2008. Studies on Black Iron Oxide Pigment .



- Part I : Effect of Preparation Parameter on Physical and Optical Properties of Ferrosferric Oxide. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, 43(2), 183–196.
- Rahman, T. P., Sukarto, A., Rochman, N. T., & Manaf, A., 2014. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). *Nano Center Indonesia*, 1–5.
- Salavati-Niasari, M., Mir, N., & Davar, F., 2010. A Novel Precursor in Preparation and Characterization of Nickel Oxide Nanoparticles Via Thermal Decomposition Approach. *ELSEVIER, Journal of Alloys and Compounds*, 493(1–2), 163–168.
- Sakamoto, K. et al., 2017. Theoretical Principles and Applications. *Cosmetic Science and Technology*:
- Schwertmann, U., & Cornell, M. R., 2000. *Iron Oxides in the Laboratory*. Mineralogical Magazine, WILEY-VCH.
- Seyedi, M., Haratian, S., & Khaki, J. V., 2015. Mechanochemical Synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles. *Procedia Materials Science*, 11(2000), 309–313.
- Shevell, S. K., 2003. The Science of Color. *ELSEVIER, Departments of Psychology and Ophthalmology & Visual Science University of Chicago*.
- Shihab, Quraish, M. 2002. *Tafsir al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, Quraish, M. 2005. *Tafsir al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Siahaan, N.H.T. 2004. *Hukum Lingkungan dan Ekologi Pembangunan*. Jakarta : Erlangga.
- Singh, S., 2012. Isolation and Identification of Pigment Molecules from Leaves of Prosopis Juliflora. *International Research Journal of Pharmacy*, 3(4), 150–152.
- Soedjono, D. 1979. *Pengamanan Hukum Terhadap Pencemaran Lingkungan Akibat Industri*. Bandung : Alumni.
- Sugiharto. 1997. *Dasar-dasar Pengolahan Air Limbah*, Edisi 1. Jakarta : UI Press.
- Sunardi., 2009. Potency of Use Ferrous Sulphate from Iron Waste Workshop Bubut for Raw Material Pharmacy. *Majalah Farmasi Indonesia*, 20(3), 151–155.

Tanner, A. O., 2015. Iron Oxide Pigments Outlook. *U.S. Geological Survey, Mineral Commodity Summaries*, 92013.

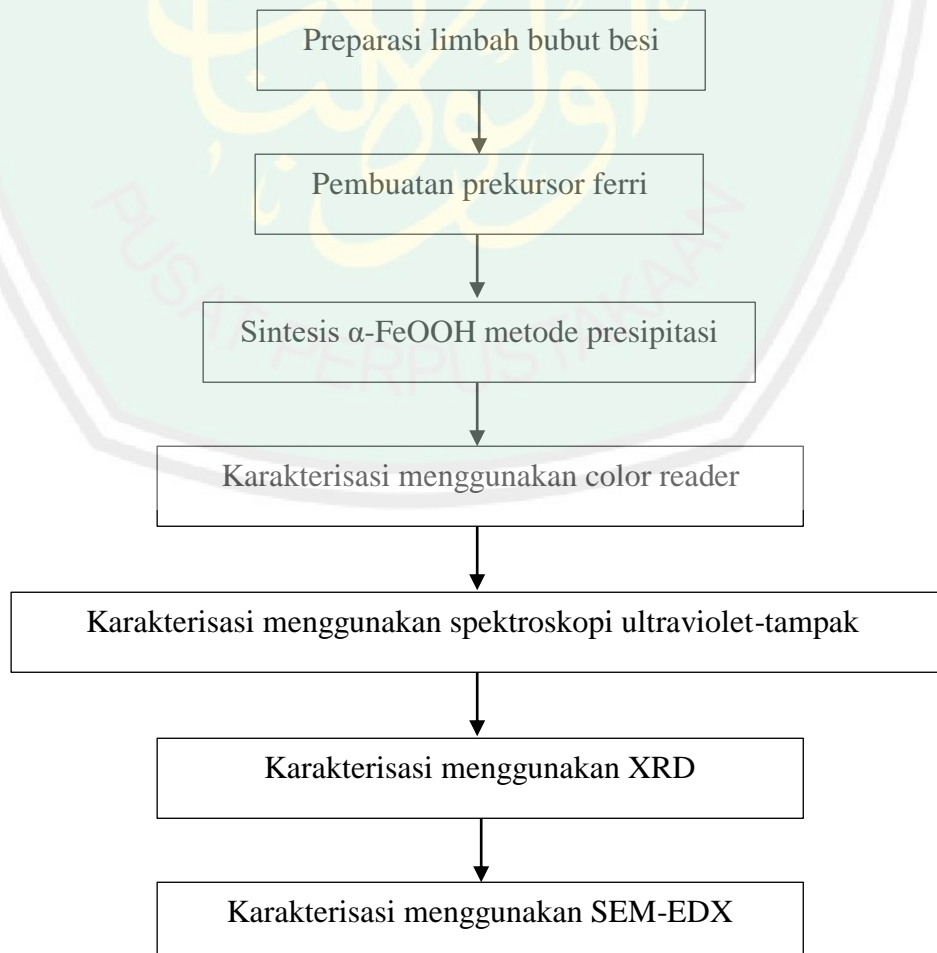
Verink, J. D., 2011. *Simplified Procedure for Constructing Pourbaix Diagrams*. Uhlig's Corrosion Handbook: Third Edition.

Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Jilid 1*. Jakarta: PT. Kalman Media Pusaka.

Will, R., dan Kishi, A. 2001. CEH Marketing Research Report Pigments. *Chemical Economics Handbook*.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian





## Lampiran 2. Diagram Alir

### 2.1 Preparasi Sampel

Limbah besi bubuk

- dipotong kecil-kecil
- dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi
- ditimbang

Limbah besi bubuk (10 gram)

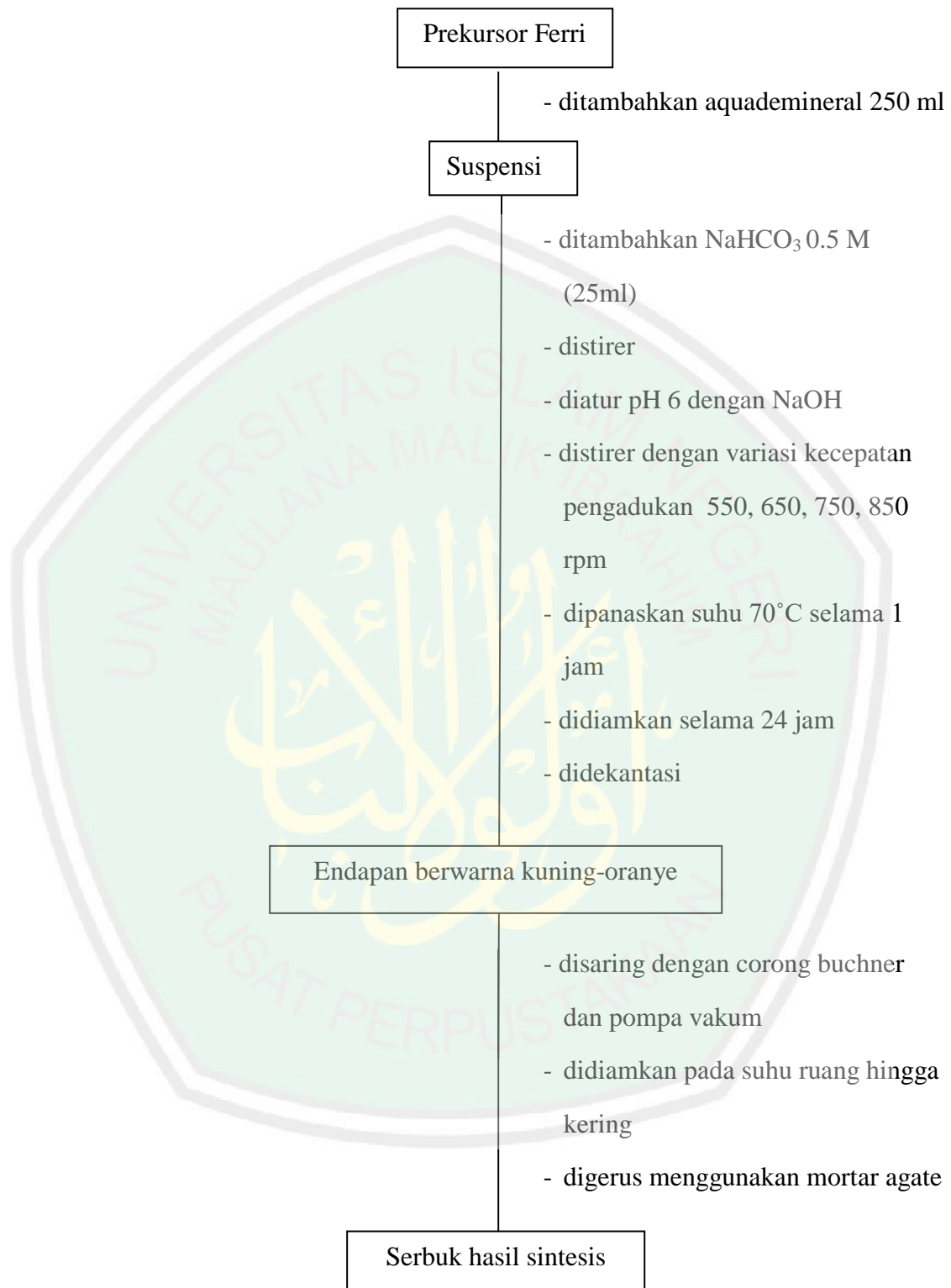
### 2.2 Pembuatan Prekursor

Limbah besi bubuk (10 gram)

- ditambahkan  $\text{HNO}_3$  3,5M (100 ml)
- didiamkan selama 3x24 jam
- dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga kusat

Prekursor Ferri

### 2.3 Sintesis Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dengan Variasi Kecepatan Pengadukan



### Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan

Bahan :

- Aquademineral
- HNO<sub>3</sub> (3,5M dalam 1000 ml)
- NaHCO<sub>3</sub> (0.5 M dalam 100 ml)
- NaOH (2M dalam 100 ml)
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5% dalam 100 ml)

#### 3.1 Larutan HNO<sub>3</sub> 3,5 M

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

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

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

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

$$14,44 \text{ M} \cdot V_1 = 3,5 \text{ M} \cdot 1000 \text{ ml}$$

$$V_1 = 242,38 \text{ ml}$$

#### 3.2. Larutan NaHCO<sub>3</sub> 0,5 M dalam 100 ml

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

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

$$\begin{aligned} 0,5 \text{ M} &= \frac{n}{0,1 \text{ L}} \\ &= 0,05 \text{ mol} \end{aligned}$$

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

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

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

### 3.3 Larutan NaOH 2M dalam 100 ml

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

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

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

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

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

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

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

### 3.4 Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5% dalam 100 ml

Densitas = 1,84 g/mol

$$BM = 98,079 \text{ g/mol}$$

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

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

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

$$= \frac{\frac{96}{100} \times 1000 \times \rho}{Mr}$$

$$= \frac{96 \times 10 \times 1,84 \text{ g/mol}}{98,079 \text{ g/mol}}$$

$$= 18 \text{ M}$$

$$\text{Molaritas 5\%} = \frac{m \text{ (g)}}{Mr} \times \frac{1000}{V}$$

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

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

$$\begin{aligned} &= \frac{\frac{15}{100} \times 1000 \times \rho}{M_r} \\ &= \frac{15 \times 10 \times 1,84 \text{ g/mol}}{98,079 \text{ g/mol}} \\ &= 2,81M \end{aligned}$$

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

$$18 M \cdot V_1 = 2,81 M \cdot 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = 15,61 \text{ ml}$$





## Lampiran 4. Karakterisasi XRF

09-Mar-2017 10:10:43

### Sample results - Averages

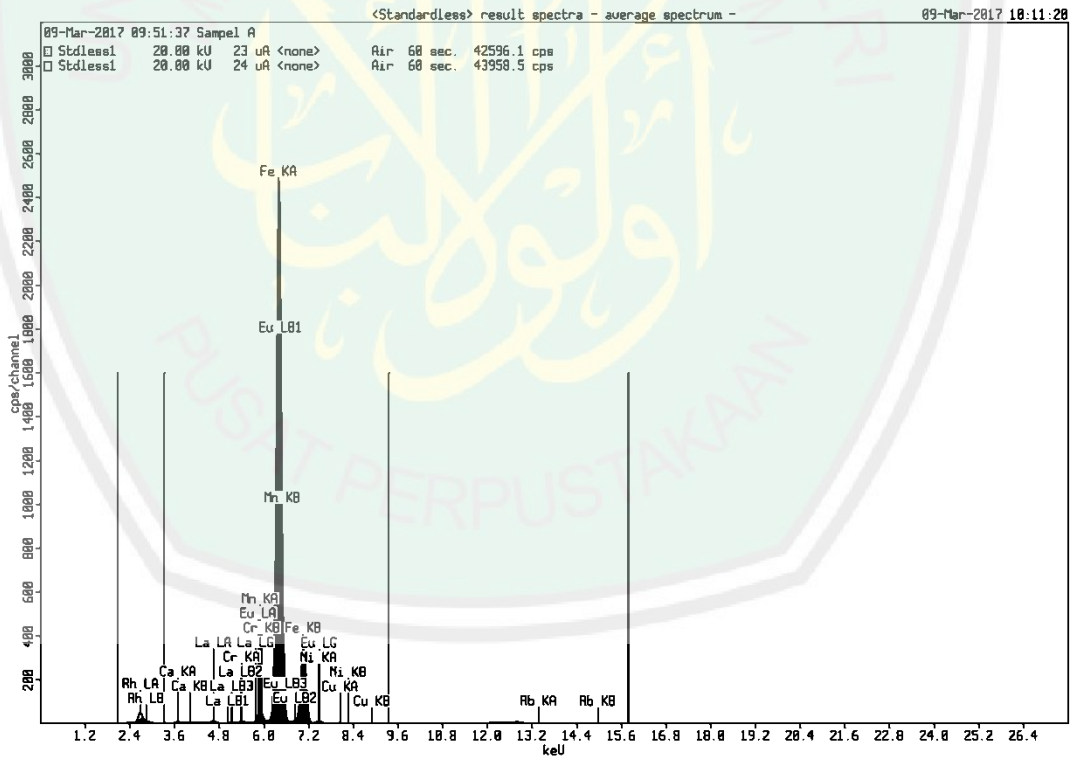
Page 1

Sample ident
Sampel A

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

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

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



### Lampiran 5. Karakterisasi Color Reader

Kecepatan Pengadukan	L*	a*	b*	C*	H°(TAN-1)
Standar Pigmen	51-71			41-62	72-84
550 rpm (1)	41.1	16.1	23.1	28.15705951	55.11
550 rpm (2)	42.1	17.1	24.1	29.55029611	54.11
550 rpm (3)	42.1	16.8	23	28.48227519	53.11
650 rpm (1)	41	18.7	23.8	30.26763949	51.11
650 rpm (2)	41.9	19.2	23.8	30.57907781	51.1
650 rpm (3)	41.4	19.9	23.5	30.79383055	49.44
750 rpm (1)	39.1	19.5	21.9	29.32336952	48.11
750 rpm (2)	39.6	19.8	22.7	30.12191893	48.4
750 rpm (3)	38.9	20.9	22	30.34485129	46.19
850 rpm (1)	32.5	17.4	14.2	22.45885126	39.21
850 rpm (2)	34.7	17.9	14.3	22.91069619	38.11
850 rpm (3)	34.5	18.1	14.1	22.94384449	37.41



## Lampiran 6. Perhitungan Nilai C\* dan H°

### 1. Geothit 550 (1)

$$\begin{aligned} C^* &= [(16,1)^2 + (23,1)^2]^{1/2} \\ &= (259,21 + 533,61)^{1/2} \\ &= (792,82)^{1/2} \\ &= \mathbf{28,157} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (23,1/16,1) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,434 \\ &= \mathbf{55,11} \end{aligned}$$

### 2. Geothit 550 (2)

$$\begin{aligned} C^* &= [(17,1)^2 + (24,1)^2]^{1/2} \\ &= (292,41 + 580,81)^{1/2} \\ &= (873,22)^{1/2} \\ &= \mathbf{29,550} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (24,1/17,1) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,409 \\ &= \mathbf{54,11} \end{aligned}$$

### 3. Geothit 550 (3)

$$\begin{aligned} C^* &= [(16,8)^2 + (23)^2]^{1/2} \\ &= (282,24 + 529)^{1/2} \\ &= (811,24)^{1/2} \\ &= \mathbf{28,480} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (23/16,8) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,390 \\ &= \mathbf{53,11} \end{aligned}$$

### 4. Geothit 650 (1)

$$\begin{aligned} C^* &= [(18,7)^2 + (23,8)^2]^{1/2} \\ &= (349,69 + 566,44)^{1/2} \\ &= (916,13)^{1/2} \\ &= \mathbf{30,267} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (23,8/18,7) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,2727 \\ &= \mathbf{51,11} \end{aligned}$$

### 5. Geothit 650 (2)

$$\begin{aligned} C^* &= [(19,2)^2 + (23,8)^2]^{1/2} \\ &= (368,64 + 566,44)^{1/2} \\ &= (935,08)^{1/2} \\ &= \mathbf{30,579} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (23,8/19,2) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,2395 \\ &= \mathbf{51,10} \end{aligned}$$

### 6. Geothit 650 (3)

$$\begin{aligned} C^* &= [(19,9)^2 + (23,5)^2]^{1/2} \\ &= (396,01 + 551,25)^{1/2} \\ &= (948,26)^{1/2} \\ &= \mathbf{30,793} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (23,5/19,9) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,1809 \\ &= \mathbf{49,44} \end{aligned}$$

### 7. Geothit 750 (1)

$$\begin{aligned} C^* &= [(19,5)^2 + (21,9)^2]^{1/2} \\ &= (380,251 + 479,61)^{1/2} \\ &= (859,86)^{1/2} \\ &= \mathbf{29,323} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (21,9/19,5) \\ &= \text{Tan}^{-1} 1,1230 \\ &= \mathbf{48,11} \end{aligned}$$

**8. Geothit 750 (2)**

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(19,8)^2 + (22,7)^2]^{1/2} \\
 &= (392,04 + 515,29)^{1/2} \\
 &= (907,23)^{1/2} \\
 &= \mathbf{30,121}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (22,7/19,8) \\
 &= \text{Tan}^{-1} 1,1464 \\
 &= \mathbf{48,40}
 \end{aligned}$$

**9. Geothit 750 (3)**

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(20,9)^2 + (22)^2]^{1/2} \\
 &= (426,81 + 484)^{1/2} \\
 &= (920,81)^{1/2} \\
 &= \mathbf{30,344}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (22/20,9) \\
 &= \text{Tan}^{-1} 1,0426 \\
 &= \mathbf{46,19}
 \end{aligned}$$

**10. Geothit 850 (1)**

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(17,4)^2 + (14,2)^2]^{1/2} \\
 &= (302,41 + 201,64)^{1/2} \\
 &= (504,05)^{1/2} \\
 &= \mathbf{22,451}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (14,2/17,4) \\
 &= \text{Tan}^{-1} 0,8160 \\
 &= \mathbf{39,21}
 \end{aligned}$$

**11. Geothit 850 (2)**

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(17,9)^2 + (14,3)^2]^{1/2} \\
 &= (320,41 + 204,49)^{1/2} \\
 &= (524,900)^{1/2} \\
 &= \mathbf{22,910}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (14,3/17,9) \\
 &= \text{Tan}^{-1} 0,7988 \\
 &= \mathbf{38,11}
 \end{aligned}$$

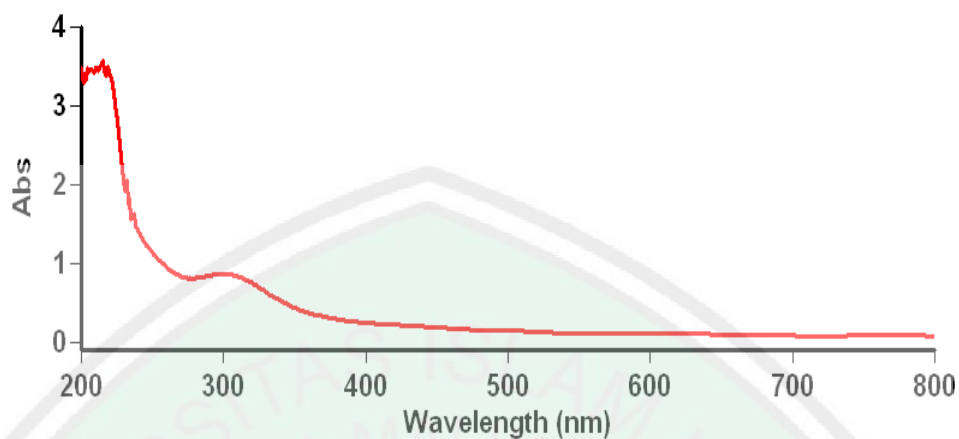
**12. Geothit 850 (3)**

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(18,1)^2 + (14,1)^2]^{1/2} \\
 &= (327,61 + 198,81)^{1/2} \\
 &= (526,42)^{1/2} \\
 &= \mathbf{22,943}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (14,1/18,1) \\
 &= \text{Tan}^{-1} 0,779 \\
 &= \mathbf{37,41}
 \end{aligned}$$

## Lampiran 7. Karakterisasi UV-Visible Spektroskopi

### 7.1 Lamdha Maks H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



#### Scan Analysis Report

Report Time : Mon 23 Oct 12:09:52 PM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Software version: 3.00(339)

Operator: susilowati

#### Sample Name: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Collection Time 10/23/2017 12:10:09 PM

Peak Table

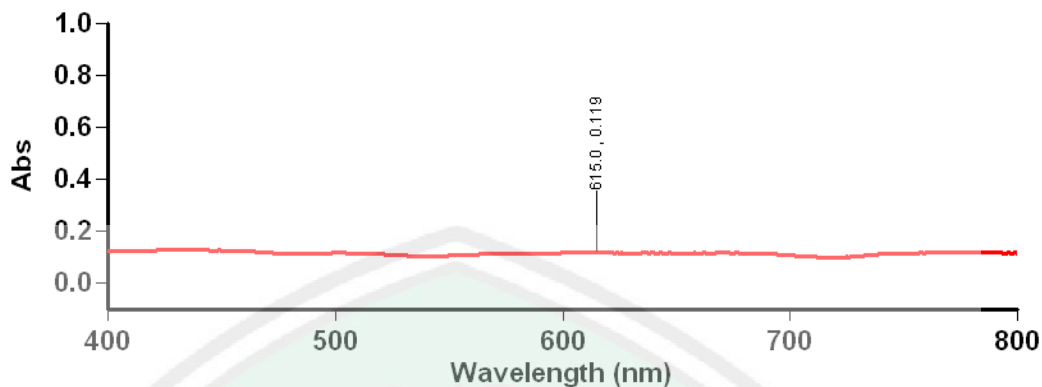
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.1nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
300.0	0.869
236.9	1.633
234.0	1.828

7.2 Lamdha Maks Geothit 550 ulangan 1



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 10:32:21 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks. Geothit 550 (1) ulang

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

Sample Name: Geothit 550 (1)

Collection Time 11/6/2017 10:32:29 AM

Peak Table

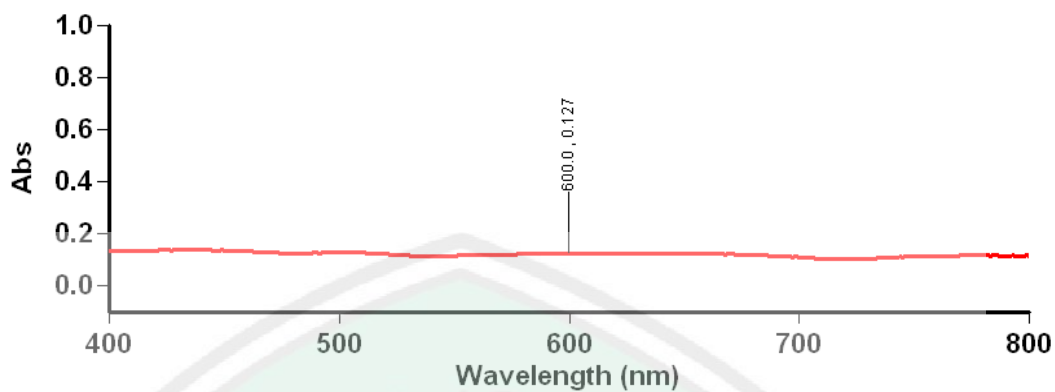
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
615.0	0.119
305.0	0.339

### 7.3 Lamdha Maks Geothit 550 ulangan 2



#### Scan Analysis Report

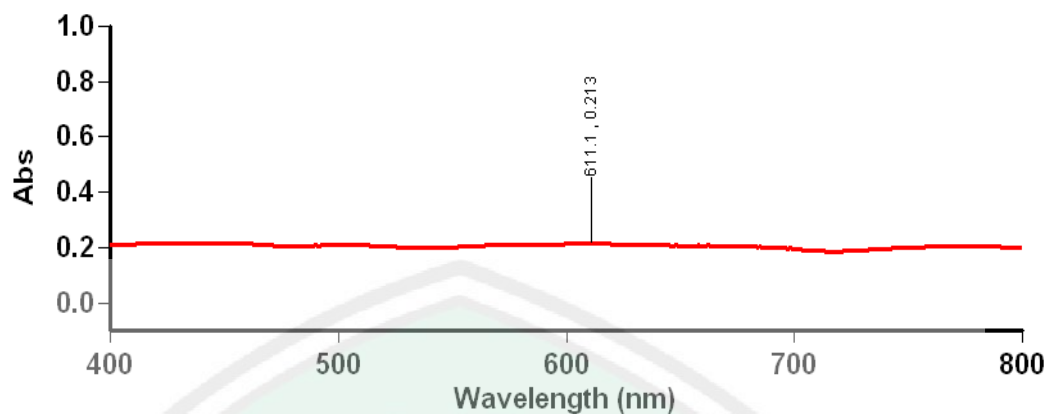
Report Time : Mon 06 Nov 10:47:19 AM 2017  
 Method:  
 Batch: D:\Choirun Nisa\Lamda maks Geothit 550 (2) Ulang  
 Software version: 3.00(339)  
 Operator: Susi

#### Sample Name: Geothit 550 (2)

Collection Time 11/6/2017 10:47:44 AM  
 Peak Table  
 Peak Style Peaks  
 Peak Threshold 0.0100  
 Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
600.0	0.127
303.0	0.538

**7.4 Lamdha Maks Geothit 550 ulangan 3**



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 10:38:15 AM 2017  
 Method:  
 Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks. Geothit 550 (3)  
 Software version: 3.00(339)  
 Operator: Susi

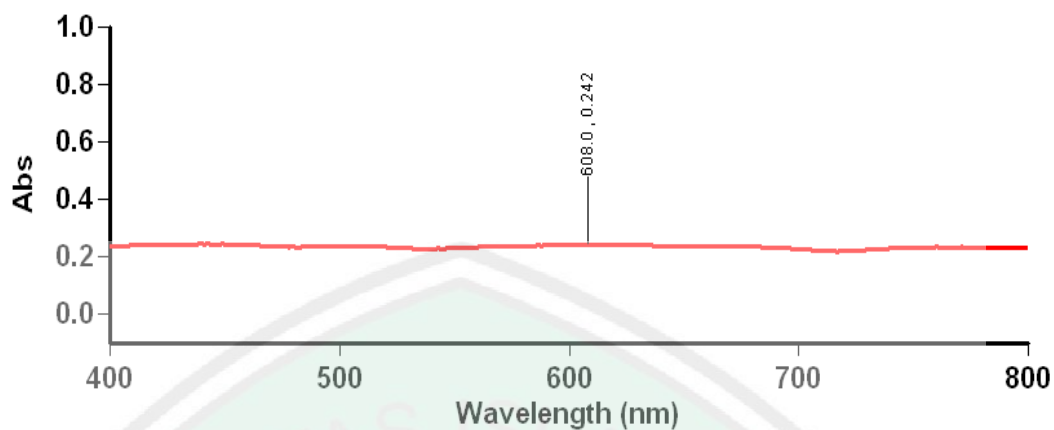
Sample Name: Geothit 550 (3)

Collection Time 11/6/2017 10:39:19 AM  
 Peak Table  
 Peak Style Peaks  
 Peak Threshold 0.0100  
 Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
611.1	0.213
303.0	0.581



7.5 Lamdha Maks Geothit 650 ulangan 1



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 10:41:27 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks. Geotid 650 (1)

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

Sample Name: Geothit 650 (1)

Collection Time 11/6/2017 10:42:22 AM

Peak Table

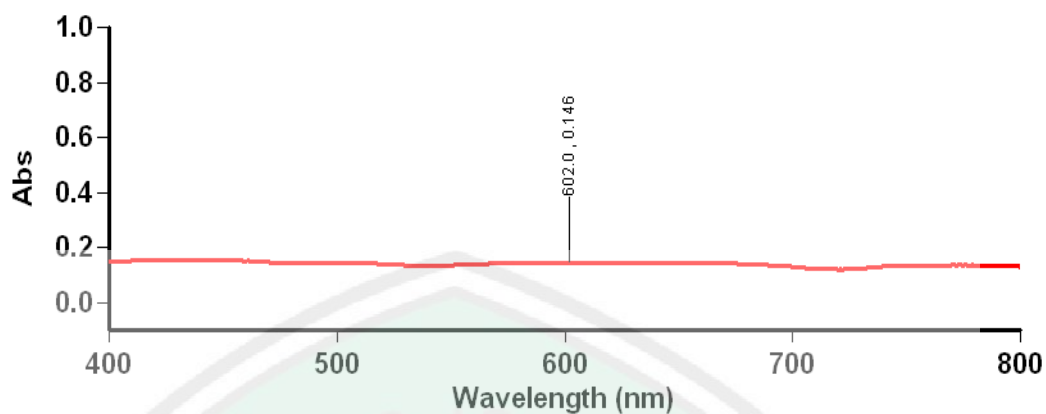
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
608.0	0.242
303.0	0.737

7.6 Lamdha Maks Geothit 650 ulangan 2



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 10:44:33 AM 2017

Method:

Batch:

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

Sample Name: Geothit 650 (2)

Collection Time 11/6/2017 10:45:05 AM

Peak Table

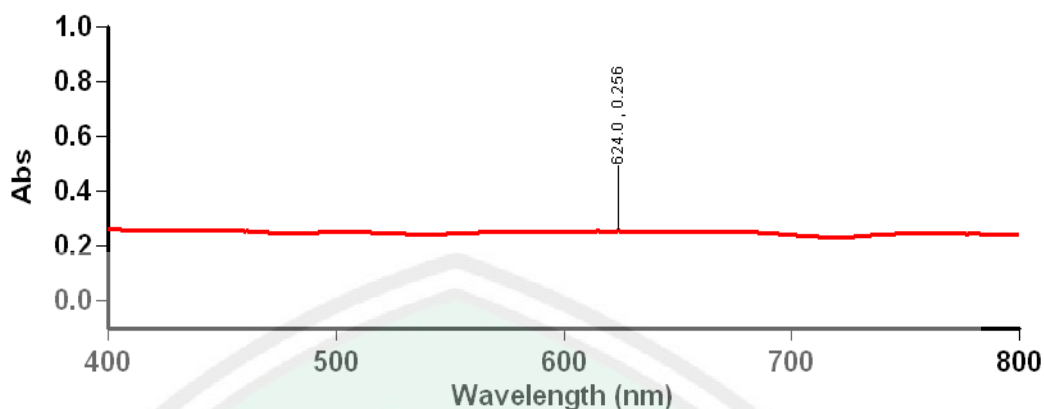
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
602.0	0.146
305.0	0.535

7.7 Lamdha Maks Geothit 650 ulangan 3



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 11:29:39 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks Geothit 650 (3)

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

Sample Name: Geothit 650 (3)

Collection Time 11/6/2017 11:29:43 AM

Peak Table

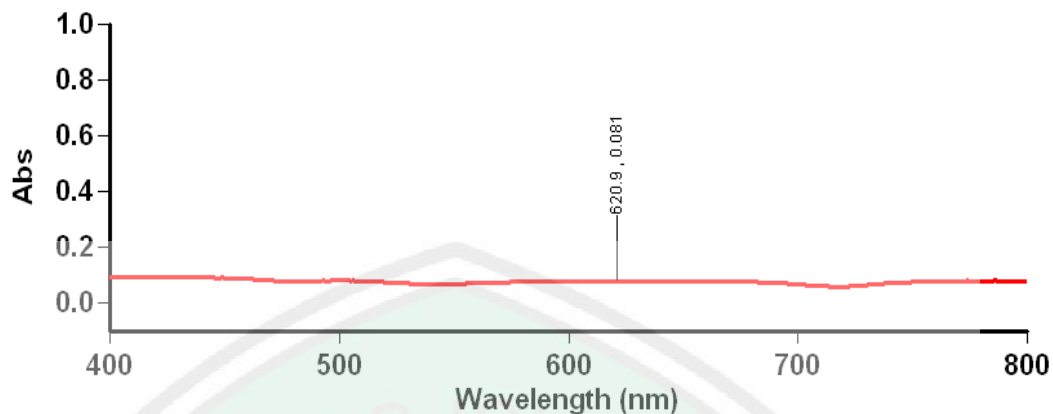
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
624.0	0.256
304.1	1.806

**7.8 Lamdha Maks Geothit 750 ulangan 1**



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 10:49:47 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks Geothit 750 (1)

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

Sample Name: Geothit 750 (1)

Collection Time 11/6/2017 10:50:15 AM

Peak Table

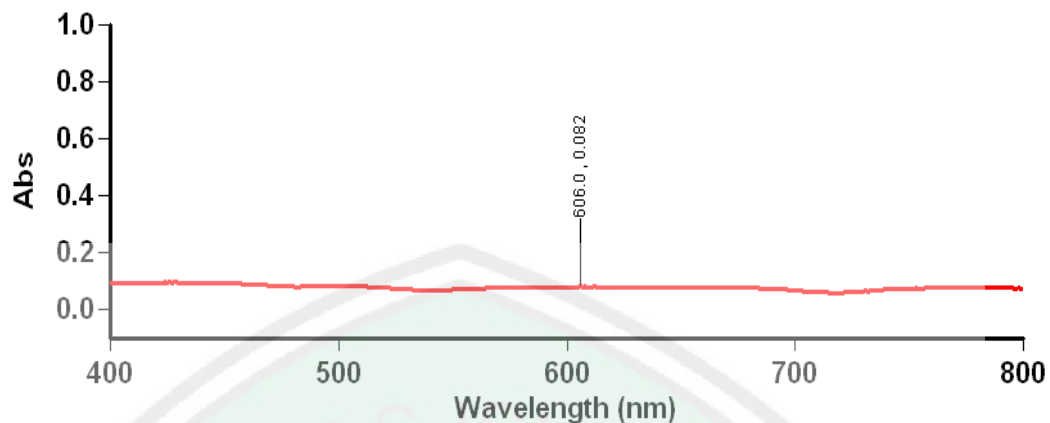
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
620.9	0.081
305.0	0.441

**7.9 Lamdha Maks Geothit 750 ulangan 2**



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 10:53:23 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks Geothit 750 (2)

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

Sample Name: Geothit 750 (2)

Collection Time 11/6/2017 10:53:29 AM

Peak Table

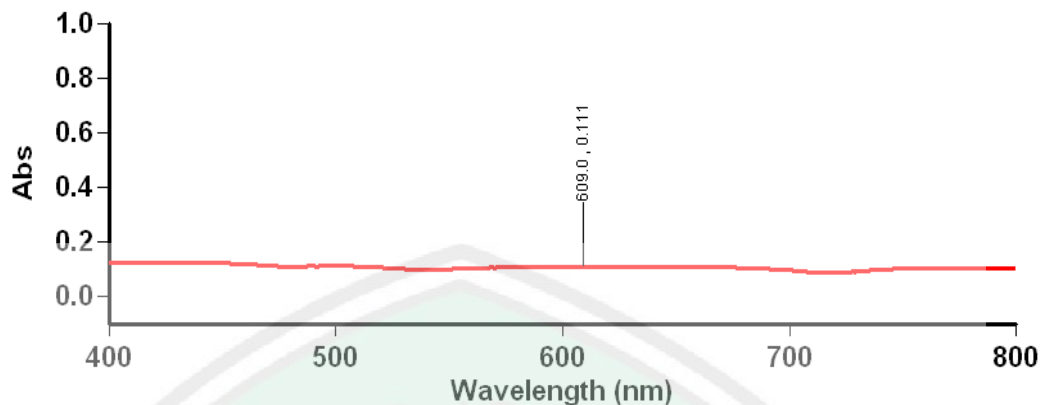
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
606.0	0.082
303.0	0.370

7.10 Lamdha Maks Geothit 750 ulangan 3



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 10:58:11 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks Geothit 750 (3)

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

Sample Name: Geothit 750 (3)

Collection Time 11/6/2017 10:58:14 AM

Peak Table

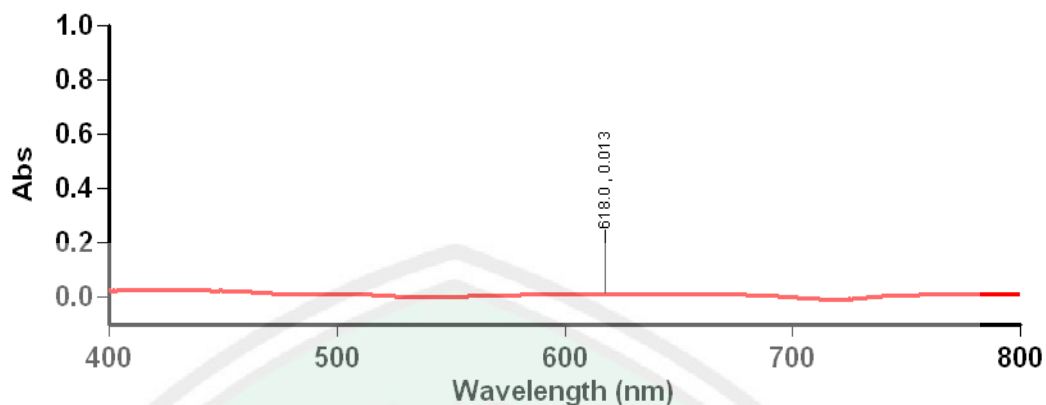
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
609.0	0.111
303.0	0.542

### 7.11 Lamdha Maks Geothit 850 ulangan 1



#### Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 11:04:09 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks Geothit 850 (1)

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

#### Sample Name: Geothit 850 (1)

Collection Time 11/6/2017 11:04:18 AM

Peak Table

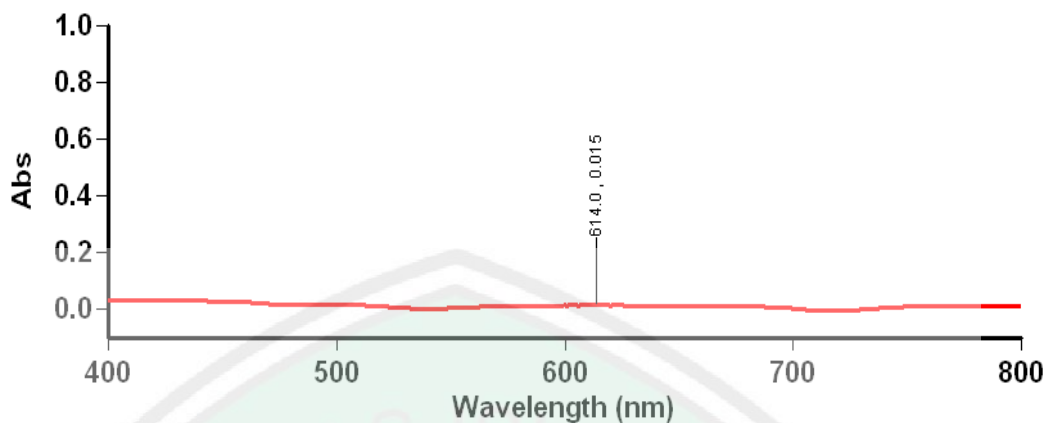
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
618.0	0.013
303.0	0.325

### 7.12 Lamdha Maks Geothit 850 ulangan 2



#### Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 11:10:10 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamda maks 850 (2)

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

#### Sample Name: Geothit 850 (2)

Collection Time 11/6/2017 11:10:16 AM

Peak Table

Peak Style Peaks

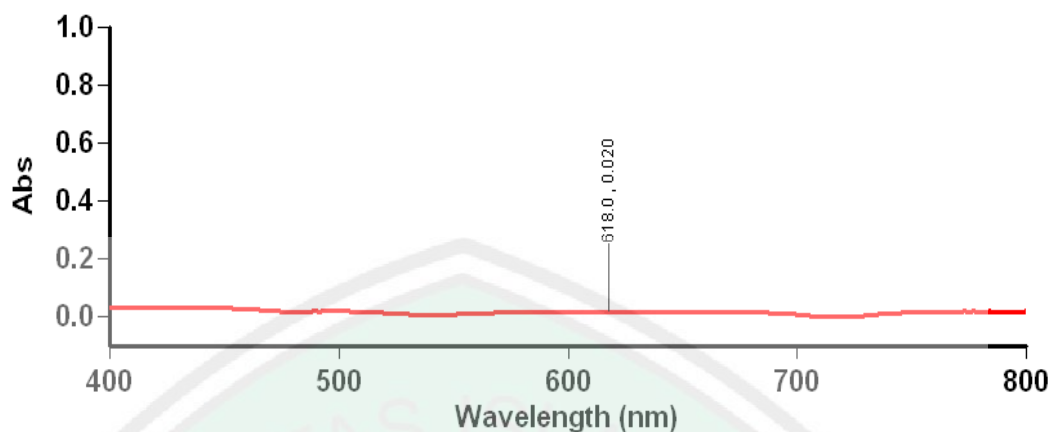
Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
614.0	0.015
304.1	0.408



7.13 Lamdha Maks Geothit 850 ulangan 3



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 06 Nov 11:15:00 AM 2017

Method:

Batch: D:\Choirun Nisa\Lamdha maks Geothit 850 (3)

Software version: 3.00(339)

Operator: Susi

Sample Name: Geothit 850 (3)

Collection Time 11/6/2017 11:15:06 AM

Peak Table

Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
-----------------	-----

618.0	0.020
-------	-------

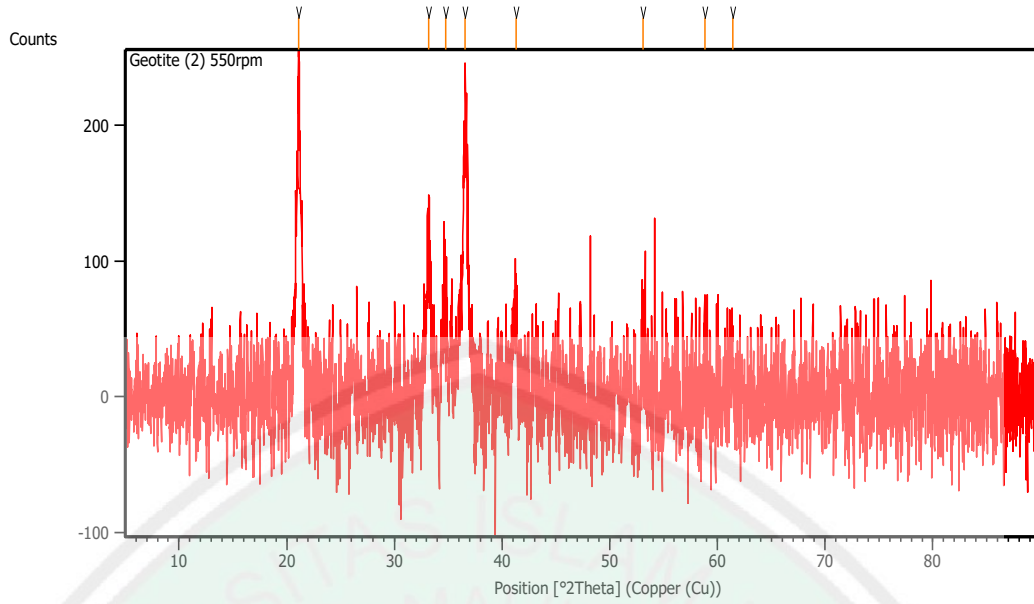
304.1	0.511
-------	-------

## Lampiran 8. Karakterisasi XRD

### 8.1 Pigmen Geithit 550 rpm

#### Measurement Conditions:

Dataset Name	Geothit (2) 550rpm
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2017\November\Chairun Nisa\Geothite (2) 550rpm\Geothit (2) 550rpm.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	11/27/2017 11:20:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator No	
Spinning	Yes



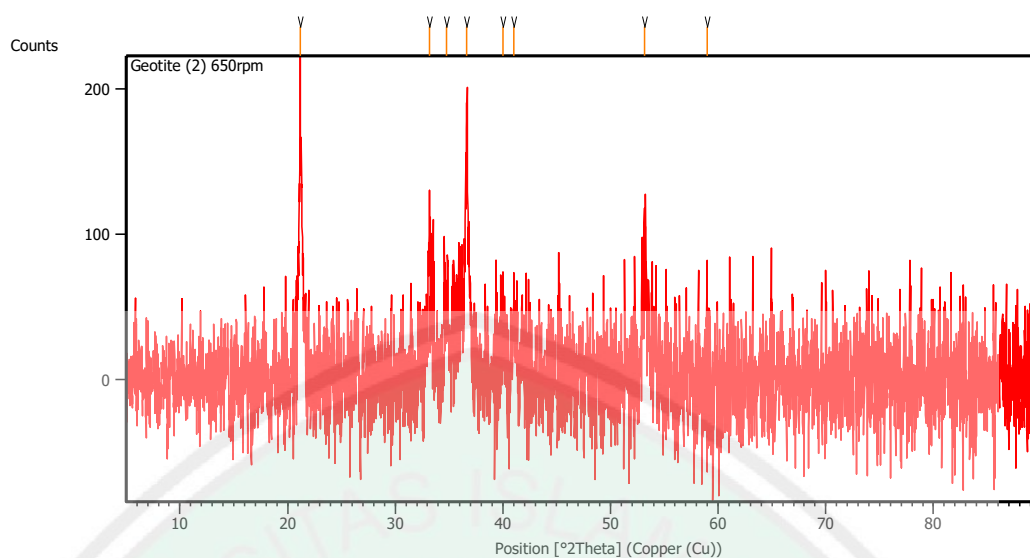
Peak List :

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
21.1274	254.87	0.1338	4.20522	100.00
33.1542	107.08	0.2676	2.70215	42.02
34.7324	51.20	0.4015	2.58289	20.09
36.5570	203.99	0.3346	2.45806	80.04
41.2884	63.06	0.4015	2.18666	24.74
53.1020	90.00	0.5353	1.72471	35.31
58.8721	66.51	0.8029	1.56869	26.10
61.4166	48.16	0.8029	1.50967	18.90

## 8.2 Pigmen Geothit 650 rpm

### Measurement Conditions :

Dataset Name	Geothit (2) 650rpm
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2017\November\Chairun Nisa\Geotite (2) 650rpm\Geothit (2) 650rpm.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	11/27/2017 11:30:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator No	
Spinning	Yes



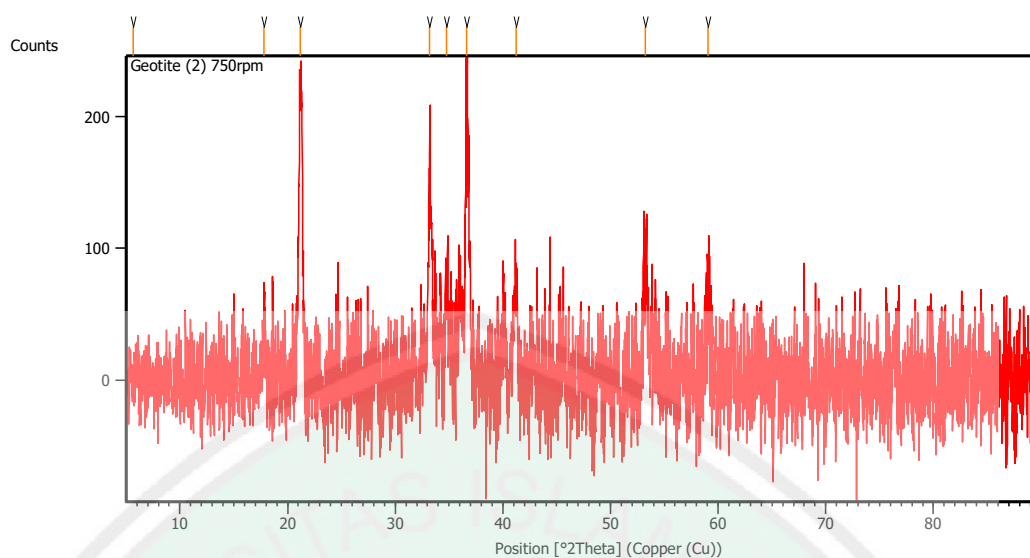
[Peak List :](#)

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
21.1691	182.28	0.2007	4.19703	100.00
33.1877	113.65	0.1673	2.69950	62.35
34.7329	51.19	0.4015	2.58286	28.08
36.6431	164.22	0.2007	2.45248	90.09
40.0289	37.95	0.4015	2.25251	20.82
41.0511	49.70	0.4015	2.19875	27.27
53.1757	77.54	0.4015	1.72250	42.54
58.9922	46.87	0.8029	1.56579	25.71

### 8.3 Pigmen Geothit 750 rpm

#### Measurement Conditions:

Dataset Name	Geothit (2) 750rpm
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2017\November\Chairun Nisa\	Geothit (2) 750rpm\Geothit (2) 750rpm.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	11/27/2017 12:38:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator No	
Spinning	Yes



Peak List:

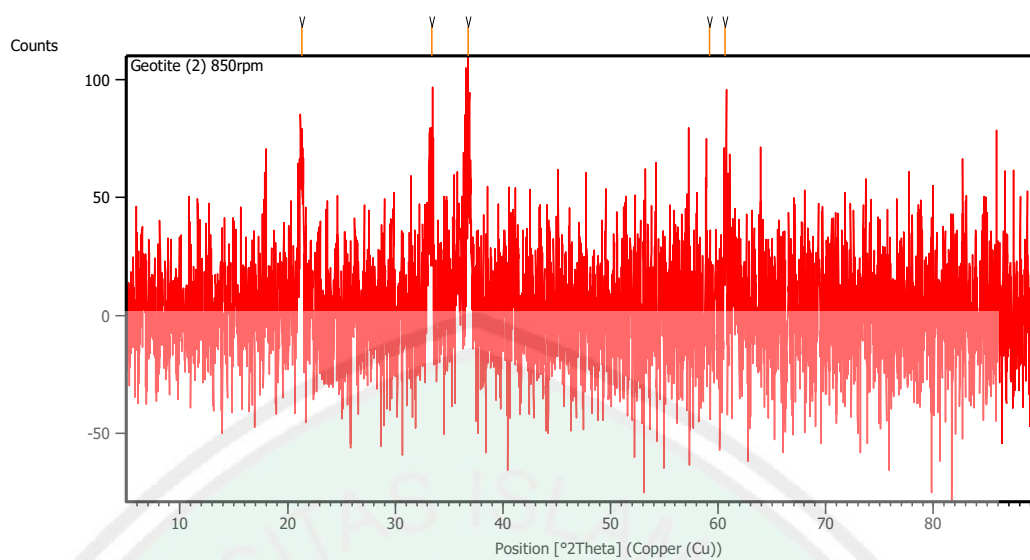
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.6250	12.90	0.8029	15.71173	5.58
17.7909	35.17	0.4015	4.98562	15.21
21.2165	231.21	0.3346	4.18775	100.00
33.1838	152.28	0.2676	2.69980	65.86
34.7790	68.03	0.2676	2.57954	29.42
36.6495	230.77	0.1673	2.45207	99.81
41.2158	75.31	0.2676	2.19034	32.57
53.2362	84.17	0.4015	1.72068	36.41
59.0508	62.65	0.4015	1.56437	27.10

## 8.4 Pigmen Geothit 850 rpm

### Measurement Conditions:

Dataset Name	Geothit (2) 850rpm
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2017\November\Chairun Nisa\Geothit (2) 850rpm\Geothit (2) 850rpm.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	11/27/2017 1:47:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator No	
Spinning	Yes



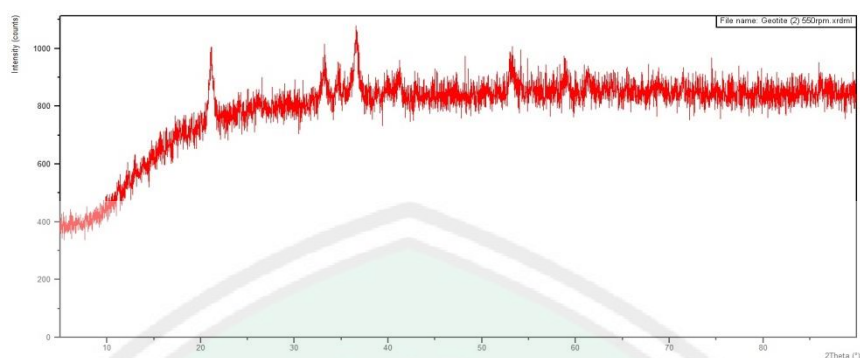


Peak List:

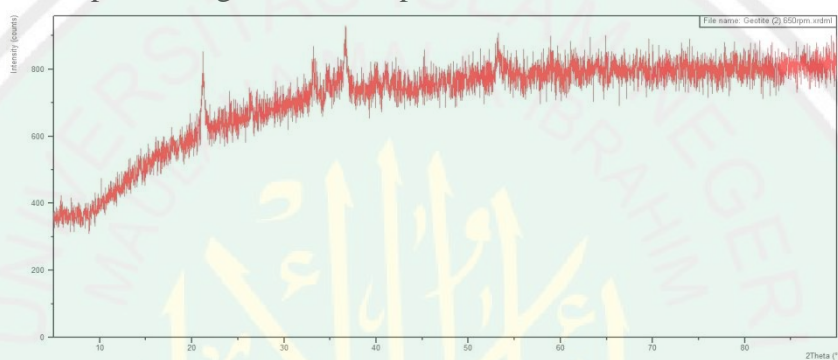
Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
21.3421	64.44	0.4684	4.16339	92.77
33.4259	56.39	0.4015	2.68081	81.18
36.7709	69.46	0.4015	2.44425	100.00
59.1745	32.43	0.8029	1.56140	46.69
60.6719	46.34	0.2676	1.52640	66.71

## 8.5 Difraktogram

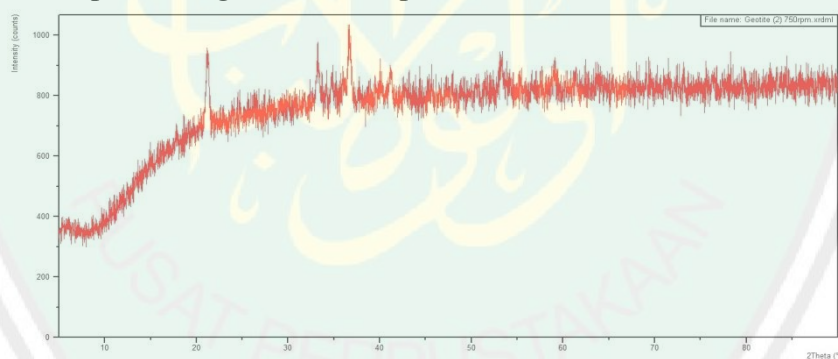
### 1. Kecepatan Pengadukan 550 rpm



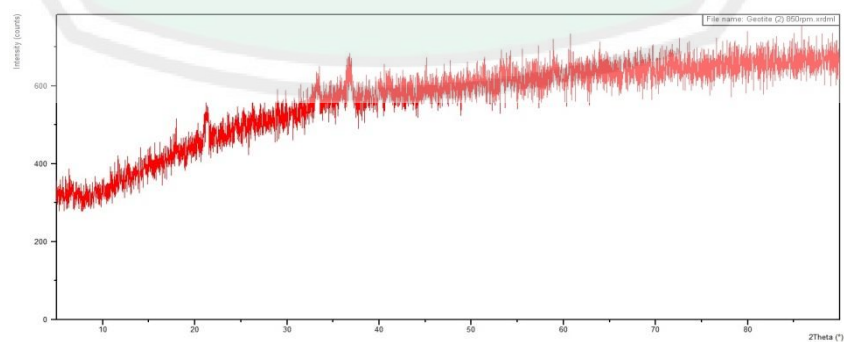
### 2. Kecepatan Pengadukan 650 rpm



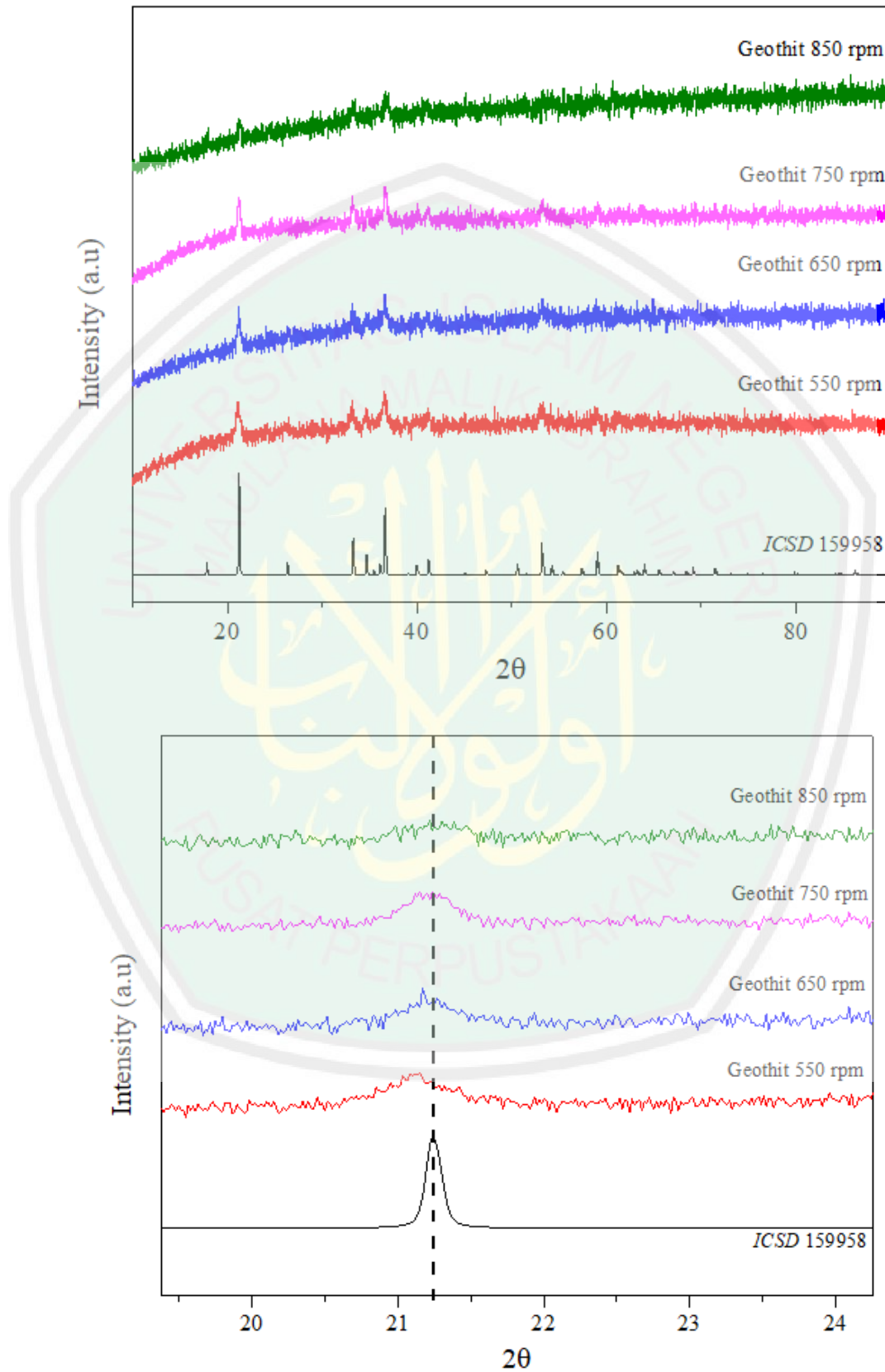
### 3. Kecepatan Pengadukan 750 rpm



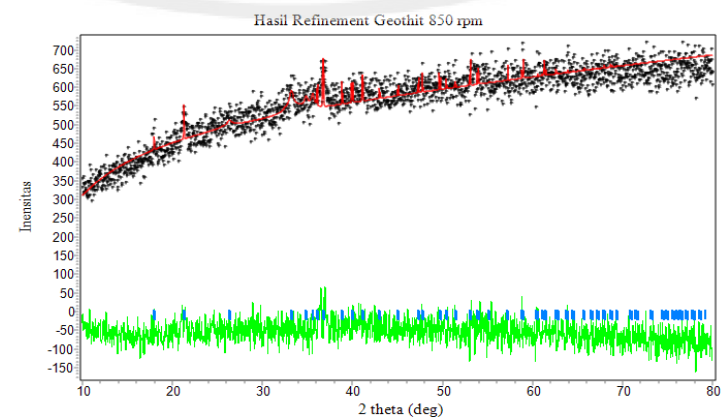
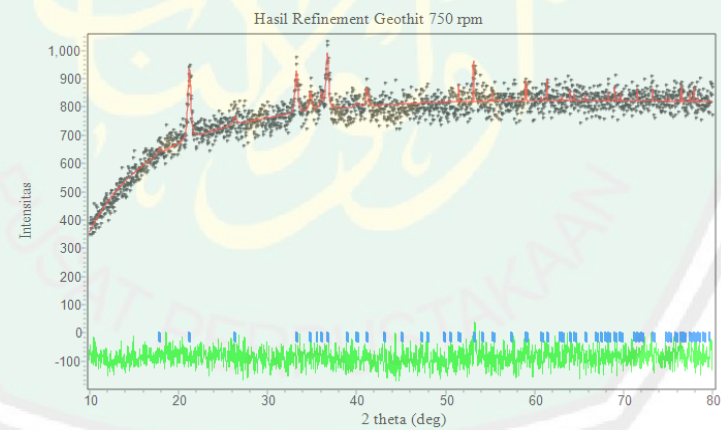
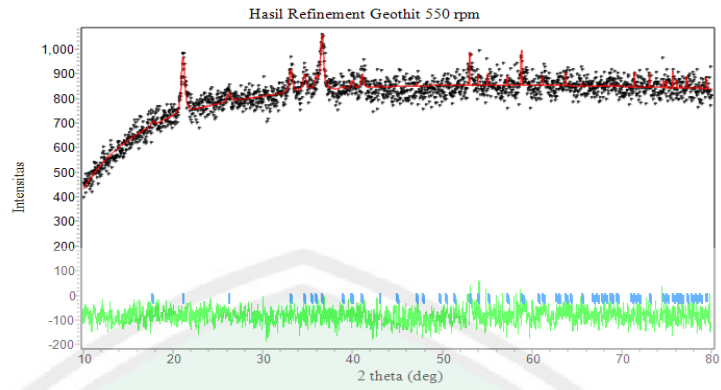
### 4. Kecepatan Pengadukan 850 rpm



## 8.6 Hasil Origin



## 8.7 Hasil Refinement



## 8.8 Nilai Hkl dengan Intensitas

### 1. Kecepatan Pengadukan 550 rpm

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
21.1274	254.87	0.1338	4.20522	100.00
33.1542	107.08	0.2676	2.70215	42.02
34.7324	51.20	0.4015	2.58289	20.09
36.5570	203.99	0.3346	2.45806	80.04
41.2884	63.06	0.4015	2.18666	24.74
53.1020	90.00	0.5353	1.72471	35.31
58.8721	66.51	0.8029	1.56869	26.10
61.4166	48.16	0.8029	1.50967	18.90

### 2. Kecepatan Pengadukan 650 rpm

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]
21.1691	182.28	0.2007	4.19703
33.1877	113.65	0.1673	2.69950
34.7329	51.19	0.4015	2.58286
36.6431	164.22	0.2007	2.45248
40.0289	37.95	0.4015	2.25251
41.0511	49.70	0.4015	2.19875
53.1757	77.54	0.4015	1.72250
58.9922	46.87	0.8029	1.56579

## 3. Kecepatan Pengadukan 750 rpm

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
5.6250	12.90	0.8029	15.71173	5.58
17.7909	35.17	0.4015	4.98562	15.21
21.2165	231.21	0.3346	4.18775	100.00
33.1838	152.28	0.2676	2.69980	65.86
34.7790	68.03	0.2676	2.57954	29.42
36.6495	230.77	0.1673	2.45207	99.81
41.2158	75.31	0.2676	2.19034	32.57
53.2362	84.17	0.4015	1.72068	36.41
59.0508	62.65	0.4015	1.56437	27.10

## 4. Kecepatan Pengadukan 850 rpm

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
21.3421	64.44	0.4684	4.16339	92.77
33.4259	56.39	0.4015	2.68081	81.18
36.7709	69.46	0.4015	2.44425	100.00
59.1745	32.43	0.8029	1.56140	46.69
60.6719	46.34	0.2676	1.52640	66.71

## 8.9 Nilai Ukuran Kristal

### 1. Kecepatan Pengadukan 550 rpm

Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	Rel. Int. [%]	Ukuran Kristal (nm)
21.1274	0.1338	100.00	63,24
33.1542	0.2676	42.02	
34.7324	0.4015	20.09	
36.5570	0.3346	80.04	
41.2884	0.4015	24.74	
53.1020	0.5353	35.31	
58.8721	0.8029	26.10	
61.4166	0.8029	18.90	

### 2. Kecepatan Pengadukan 650 rpm

Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	Rel. Int. [%]	Ukuran Kristal (nm)
21.1691	0.2007	100.00	40.92
33.1877	0.1673	62.35	
34.7329	0.4015	28.08	
36.6431	0.2007	90.09	
40.0289	0.4015	20.82	
41.0511	0.4015	27.27	
53.1757	0.4015	42.54	
58.9922	0.8029	25.71	

3. Kecepatan Pengadukan 750 rpm

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Rel. Int. [%]	Ukuran Kristal (nm)
5.6250	0.8029	5.58	
17.7909	0.4015	15.21	
21.2165	0.3346	100.00	24,84
33.1838	0.2676	65.86	
34.7790	0.2676	29.42	
36.6495	0.1673	99.81	
41.2158	0.2676	32.57	
53.2362	0.4015	36.41	
59.0508	0.4015	27.10	

4. Kecepatan Pengadukan 850 rpm

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Rel. Int. [%]	Ukuran Kristal (nm)
21.3421	0.4684	92.77	17.61
33.4259	0.4015	81.18	
36.7709	0.4015	100.00	
59.1745	0.8029	46.69	
60.6719	0.2676	66.71	



## 8.10 Perhitungan Ukuran Kristal

### a) Geothit 550

$$\lambda (K\alpha) : 1,54060 \text{ \AA}$$

$$(\text{FWHM}) : 0,1338^\circ \longrightarrow \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,0023$$

$$2\theta : 21,127 \longrightarrow \frac{21,127}{2} = 10,563$$

$$\text{Cos } \theta : 0,983$$

sehingga crystallite size geothit adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} \\ &= \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0023 \times 0,983} \\ &= \mathbf{63,24 \text{ nm}} \end{aligned}$$

### b) Geothit 650

$$\lambda (K\alpha) : 1,54060 \text{ \AA}$$

$$(\text{FWHM}) : 0,2007^\circ \longrightarrow \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$$

$$2\theta : 21,169 \longrightarrow \frac{21,169}{2} = 10,584$$

$$\text{Cos } \theta : 0,982$$

sehingga crystallite size geothit adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} \\ &= \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0035 \times 0,982} \\ &= \mathbf{40,92 \text{ nm}} \end{aligned}$$

**c) Geothit 750**

$$\lambda (K\alpha) : 1,54060 \text{ \AA}$$

$$(\text{FWHM}) : 0,3346^\circ \longrightarrow \frac{0,3346}{180} \times 3,14 = 0,0058$$

$$2\theta : 21,216 \longrightarrow \frac{21,216}{2} = 10,608$$

$$\text{Cos } \theta : 0,982$$

sehingga crystallite size geothit adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} \\ &= \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0058 \times 0,982} \\ &= \mathbf{24,84 \text{ nm}} \end{aligned}$$

**d) Geothit 850**

$$\lambda (K\alpha) : 1,54060 \text{ \AA}$$

$$(\text{FWHM}) : 0,4684^\circ \longrightarrow \frac{0,4684}{180} \times 3,14 = 0,0081$$

$$2\theta : 21,342 \longrightarrow \frac{21,342}{2} = 10,671$$

$$\text{Cos } \theta : 0,982$$

sehingga crystallite size geothit adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} \\ &= \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0081 \times 0,982} \\ &= \mathbf{17,61 \text{ nm}} \end{aligned}$$

### 8.11 Hasil Refinement dan Perbandingan Hkl dengan Standar

<u>Standard</u>	<u>G. 550</u>	<u>G.650</u>	<u>G. 750</u>	<u>G.850</u>
21,24	21.1274	21.1691	21.2165	21.3421
33,28	33.1542	33.1877	33.1838	33.4259
34.48	34.7324	34.7329	34.7790	-
36.50	36.5570	36.6431	36.6495	36.7709
53.64	53.1020	53.1757	53.2362	-

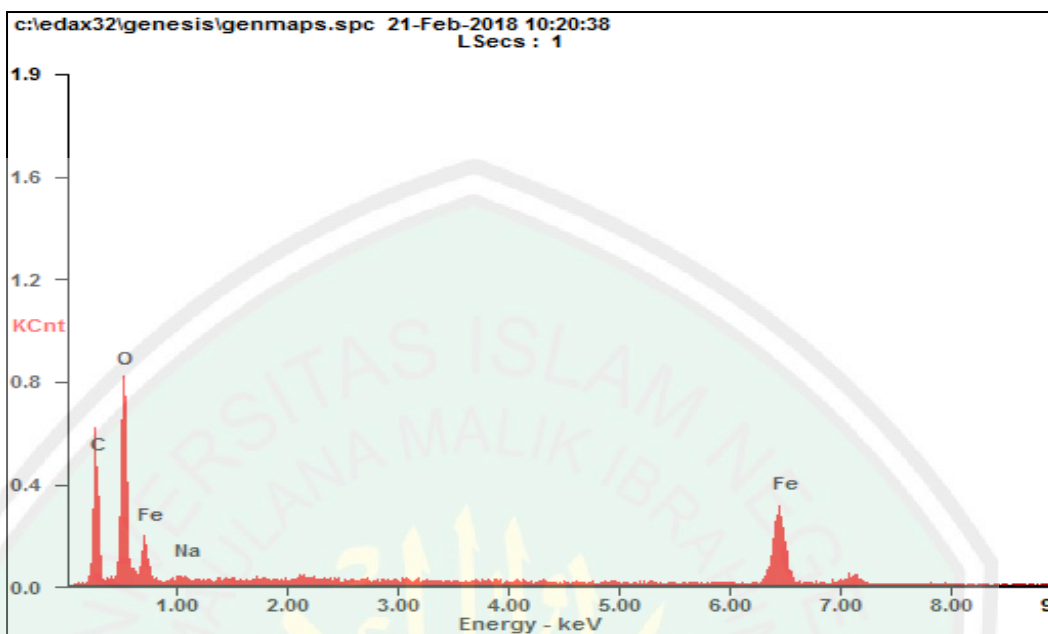
Parameter	Standard	G. 550	G.650	G. 750	G.850
Space Group	Pnma	Pnma	Pnma	Pnma	pnma
Formula unit (Z)	4	4	4	4	4
Struktur	Orthorombik	Orthorombik	Orthorombik	Orthorombik	Orthorombik
Kisi Kristal					
A	9.9413	9.983485	10.002133	9.965352	10.039518
B	3.0248	3.022873	3.026818	3.020783	3.032266
C	4.6091	4.625477	4.633511	4.626021	4.667182
Volume Sel	138.6	139.59	140.277863	139.257874	142.080658
Rp		3.09	3.30	3.11	4.10

Rwp		4.09	4.51	4.26	5.53
GOF( $x^2$ )		0.1029E+0 1	0.9091E+0 0	0.9513E+0 0	0.8125E+0 0

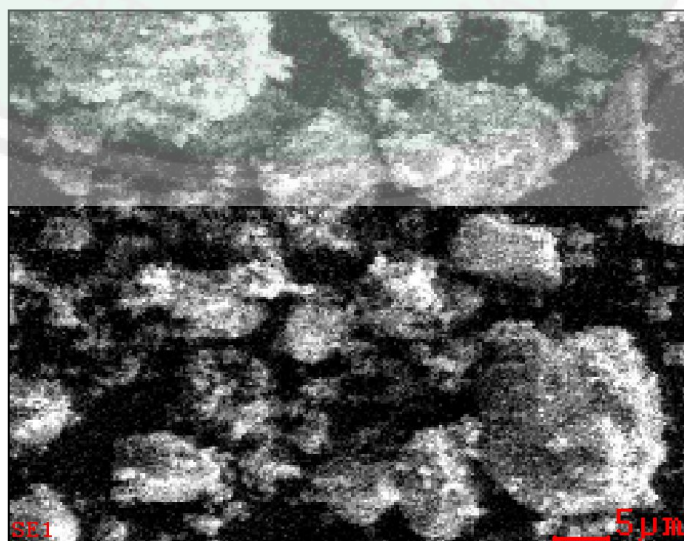


Lampiran 9. Karakterisasi SEM-EDX

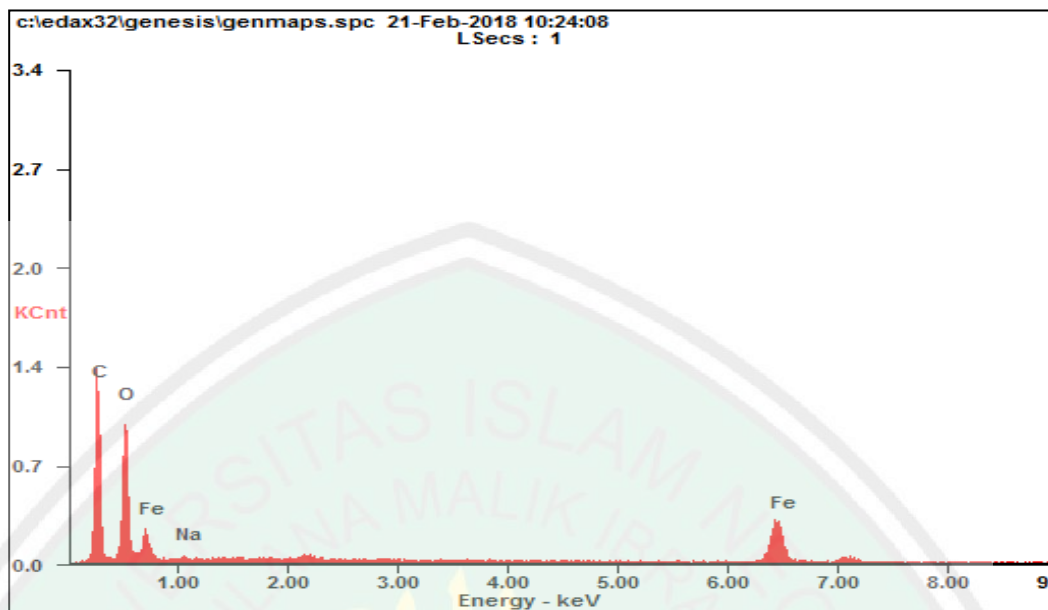
9.1 Morfologi geothit perbesaran 2000x



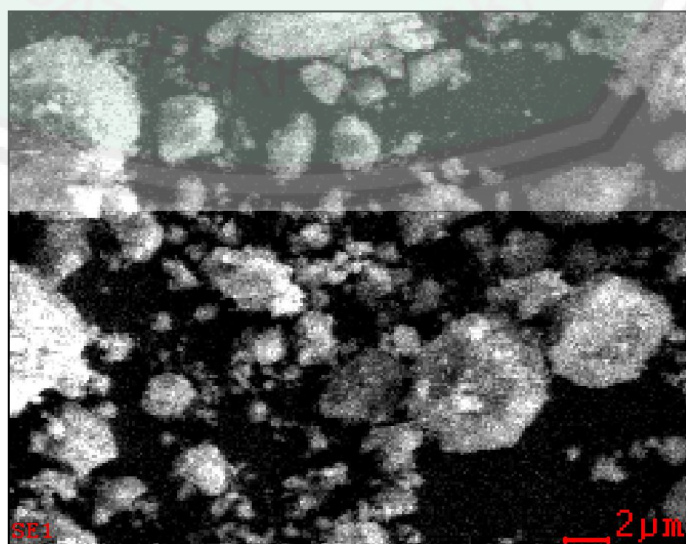
Element	Wt%	At%
CK	18.86	37.81
OK	24.75	37.25
NaK	01.04	01.09
FeK	55.34	23.86
Matrix	Correction	ZAF



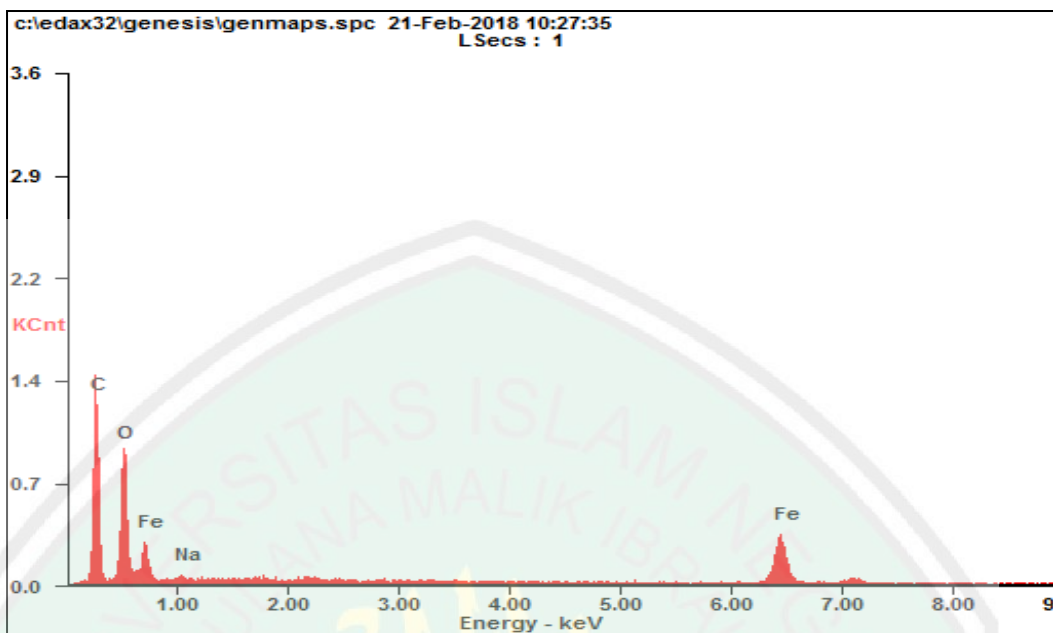
9.2 Morfologi geothit perbesaran 4000x



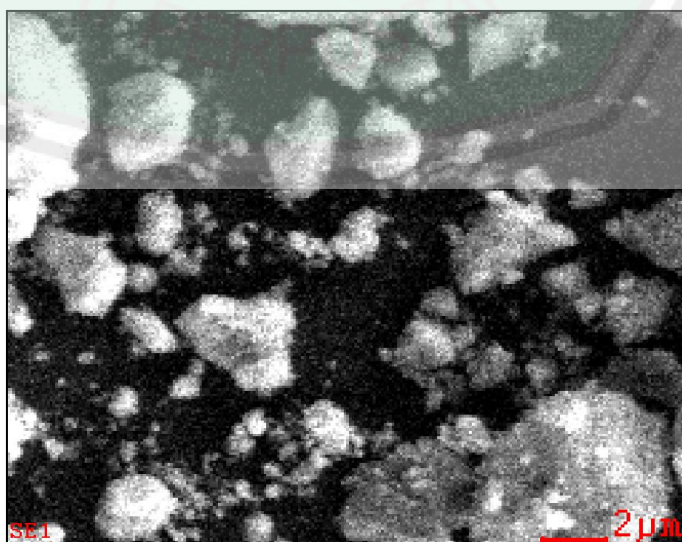
Element	Wt%	At%
CK	29.84	50.20
OK	26.72	33.75
NaK	00.65	00.57
FeK	42.79	15.48
Matrix	Correction	ZAF



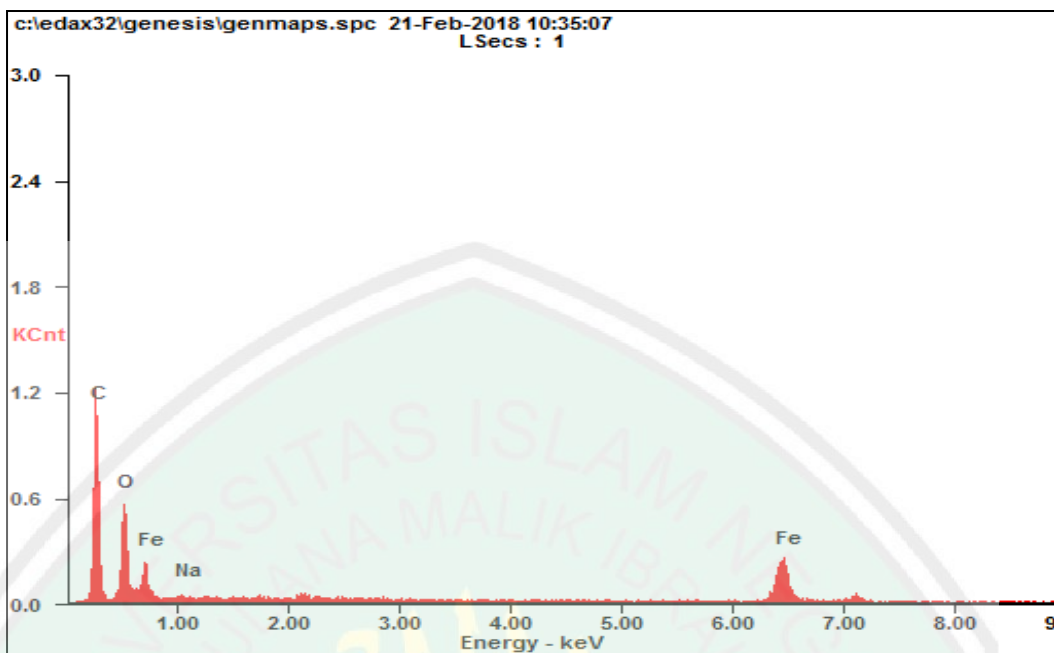
### 9.3 Morfologi geothit perbesaran 6000x



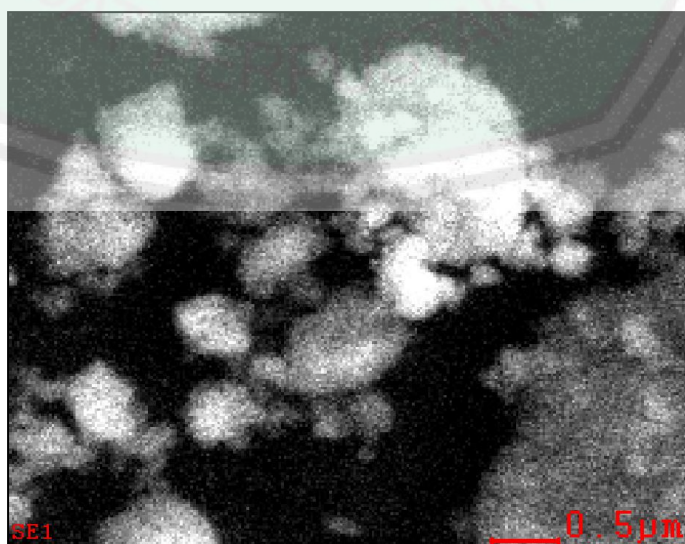
Element	Wt%	At%
CK	30.83	51.56
OK	25.64	32.19
NaK	01.13	00.99
FeK	42.40	15.25
Matrix	Correction	ZAF



9.4 Morfologi geothit perbesaran 25000x



Element	Wt%	At%
CK	33.67	57.04
OK	20.19	25.68
NaK	00.91	00.80
FeK	45.23	16.48
Matrix	Correction	ZAF





## Lampiran 10. Daftar Nilai Standar Ksp

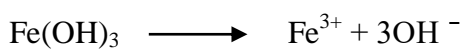
Tabel L.1 Nilai standard Ksp senyawa hidroksida

Senyawa	Ksp
Fe(OH) <sub>3</sub>	1,1 x 10 <sup>-36</sup>
Mn(OH) <sub>2</sub>	2 x 10 <sup>-13</sup>
Eu(OH) <sub>3</sub>	2 x 10 <sup>-16</sup>
Ni(OH) <sub>2</sub>	9,38 x 10 <sup>-27</sup>
RbOH	Sangat besar
Ca(OH) <sub>2</sub>	8 x 10 <sup>-6</sup>
Cr(OH) <sub>3</sub>	3 x 10 <sup>-29</sup>
Cu(OH) <sub>2</sub>	2,2 x 10 <sup>-20</sup>
LaOH	Sangat besar



**Lampiran 11. Perhitungan Nilai Qc Proses Presipitasi Fe(OH)<sub>3</sub>**

Ksp Standar Fe(OH)<sub>3</sub> = **1,1 x 10<sup>-36</sup>** (Chang, 2003)



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

$$= s \quad (3s)^3$$

$$= 27s^4$$

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

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

pH diatur menjadi 6  $\longrightarrow$  pOH + pH = 14

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

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

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

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

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

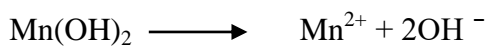
$$= 0,45 \times 10^{-9} \cdot 10^{-24}$$

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

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

**Lampiran 12. Perhitungan Nilai Qc Mn(OH)<sub>2</sub>**

Ksp Standar Mn(OH)<sub>2</sub> =  $2 \times 10^{-13}$  (Chang, 2003)



$$s \qquad \qquad \qquad s \qquad 2s$$

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

$$= s \quad (2s)^2$$

$$= 4s^3$$

$$s = \sqrt[3]{\frac{2 \times 10^{-13}}{4}}$$

$$s = 0,5 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

pH diatur menjadi 6  $\longrightarrow$  pOH + pH = 14

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

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

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

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

$$= 0,5 \times 10^{-4} \cdot (10^{-8})^2$$

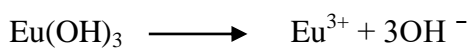
$$= 0,5 \times 10^{-4} \cdot 10^{-16}$$

$$= 0,5 \times 10^{-20}$$

Jika  $Q = 0,5 \times 10^{-20}$  dan  $K_{sp} = 2 \times 10^{-13}$  maka  $Q < K_{sp}$  yang berarti larutan tidak jenuh (larut).

**Lampiran 13. Perhitungan Nilai Qc Eu(OH)<sub>3</sub>**

Ksp Standar Eu(OH)<sub>3</sub> =  $2 \times 10^{-16}$  (Chang, 2003)



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

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

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

$$= 27s^4$$

$$s = \sqrt[4]{\frac{2 \times 10^{-16}}{27}}$$

$$s = 0,074 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

pH diatur menjadi 6  $\longrightarrow$  pOH + pH = 14

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

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

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

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

$$= 0,074 \times 10^{-4} \cdot (10^{-8})^3$$

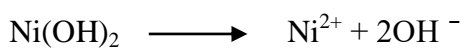
$$= 0,074 \times 10^{-4} \cdot 10^{-24}$$

$$= 0,074 \times 10^{-28}$$

Jika  $Q = 0,074 \times 10^{-28}$  dan  $K_{sp} = 2 \times 10^{-16}$  maka  $Q < K_{sp}$  yang berarti larutan tidak jenuh (larut).

**Lampiran 14. Perhitungan Nilai Qc Ni(OH)<sub>2</sub>**

Ksp Standar Ni(OH)<sub>2</sub> = **9,38 x 10<sup>-27</sup>** (Chang, 2003)



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

$$= s \quad (2s)^2$$

$$= 4s^3$$

$$s = \sqrt[3]{\frac{9,38 \times 10^{-27}}{4}}$$

$$s = \mathbf{2,345 \times 10^{-9} \text{ mol/L}}$$

pH diatur menjadi 6  $\longrightarrow$  pOH + pH = 14

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

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

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

$$Q = [\text{Ni}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

$$= 2,345 \times 10^{-9} \cdot (10^{-8})^2$$

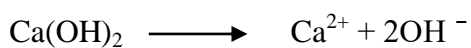
$$= 2,345 \times 10^{-9} \cdot 10^{-16}$$

$$= \mathbf{2,345 \times 10^{-25}}$$

Jika **Q = 2,345 x 10<sup>-25</sup>** dan **Ksp = 9,38 x 10<sup>-27</sup>** maka **Q > Ksp** yang berarti larutan lewat jenuh (mengendap).

**Lampiran 15. Perhitungan Nilai Qc Ca(OH)<sub>2</sub>**

K<sub>sp</sub> Standar Ca(OH)<sub>2</sub> = **8 x 10<sup>-6</sup>** (Chang, 2003)



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

$$= s \quad (2s)^2$$

$$= 4s^3$$

$$s = \sqrt[3]{\frac{8 \times 10^{-6}}{4}}$$

$$s = 2 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$$

pH diatur menjadi 6  $\longrightarrow$  pOH + pH = 14

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

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

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

$$Q = [\text{Ca}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

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

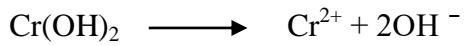
$$= 2 \times 10^{-2} \cdot 10^{-16}$$

$$= 2 \times 10^{-18}$$

Jika **Q = 2 x 10<sup>-18</sup>** dan **K<sub>sp</sub> = 8 x 10<sup>-6</sup>** maka **Q < K<sub>sp</sub>** yang berarti larutan tidak jenuh (larut).

### Lampiran 16. Perhitungan Nilai Qc Cr(OH)<sub>2</sub>

Ksp Standar Cr(OH)<sub>2</sub> =  $3 \times 10^{-29}$  (Chang, 2003)



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

$$= s \quad (2s)^2$$

$$= 4s^3$$

$$s = \sqrt[3]{\frac{3 \times 10^{-29}}{4}}$$

$$s = 0,75 \times 10^{-10} \text{ mol/L}$$

pH diatur menjadi 6  $\longrightarrow$  pOH + pH = 14

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

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

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

$$Q = [\text{Cr}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

$$= 0,75 \times 10^{-10} \cdot (10^{-8})^2$$

$$= 0,75 \times 10^{-10} \cdot 10^{-16}$$

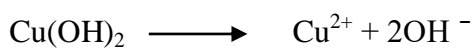
$$= 0,75 \times 10^{-26}$$

Jika  $Q = 0,75 \times 10^{-26}$  dan  $K_{sp} = 3 \times 10^{-29}$  maka  $Q > K_{sp}$  yang berarti larutan lewat jenuh (mengendap).



**Lampiran 17. Perhitungan Nilai Qc Cu(OH)<sub>2</sub>**

Ksp Standar Cu(OH)<sub>2</sub> = **2,2 x 10<sup>-20</sup>** (Chang, 2003)



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

$$= s \quad (2s)^2$$

$$= 4s^3$$

$$s = \sqrt[3]{\frac{2,2 \times 10^{-20}}{4}}$$

$$s = \mathbf{0,55 \times 10^{-7} \text{ mol/L}}$$

pH diatur menjadi 6  $\longrightarrow$  pOH + pH = 14

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

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

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

$$Q = [\text{Cu}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

$$= 0,55 \times 10^{-7} \cdot (10^{-8})^2$$

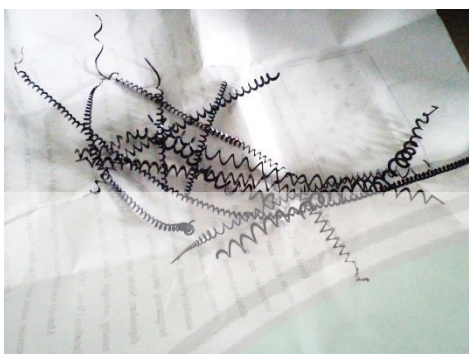
$$= 0,55 \times 10^{-7} \cdot 10^{-16}$$

$$= \mathbf{0,55 \times 10^{-23}}$$

Jika **Q = 0,55 x 10<sup>-23</sup>** dan **Ksp = 2,2 x 10<sup>-20</sup>** maka **Q < Ksp** yang berarti larutan tidak jenuh (larut).

## Lampiran 12. Dokumentasi Penelitian

### 12.1 Preparasi Sampel



Limbah bersih dari karat, cat dan oli



Limbah besi yang sudah dipotong kecil

### 12.2 Prekursor Ferri



Reaksi limbah dengan asam nitrat



Pemanasan prekursor hingga kisd

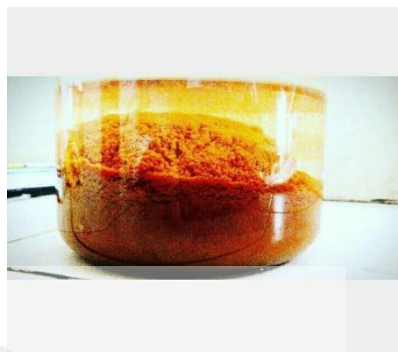


Prekursor yang telah kering

### 12.3 Sintesis Geothit



Penambahan aquadeineral pada prekursor



Penambahan  $\text{NaHCO}_3$



Pengaturan kondisi pH 6



Sintesis pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam



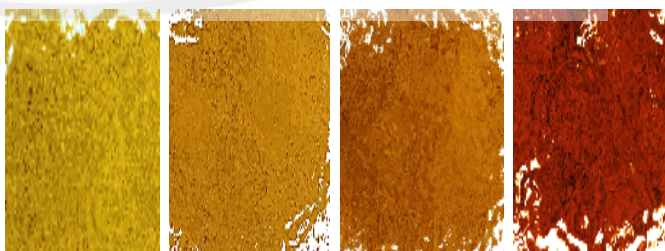
Pendinginan suhu ruang 24 jam



Penyaringan basah hingga kering



Produk pigmen digerus



550 rpm      650 rpm      750 rpm      850 rpm

Produk pigmen geothit hasil sintesis