

**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGHEMIT (γ - Fe_2O_3)
DARI LIMBAH BESI BUBUT DENGAN VARIASI PREKURSOR
MENGUNAKAN METODE SONIKASI-KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
FERIFA KHIDIN
NIM. 14630060



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGHEMIT ($\text{-Fe}_2\text{O}_3$)
DARI LIMBAH BESI BUBUT DENGAN VARIASI PREKURSOR
MENGUNAKAN METODE SONIKASI - KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
FERIFA KHIDIN
NIM. 14630060

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
2019**

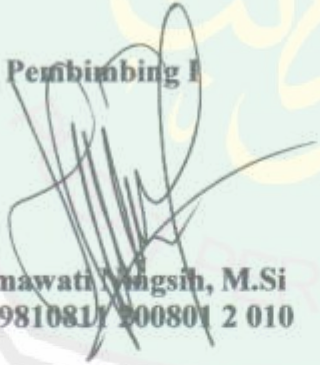
**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGHEMIT ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)
DARI LIMBAH BESI BUBUT DENGAN VARIASI PREKURSOR
MENGUNAKAN METODE SONIKASI - KALSINASI**

SKRIPSI

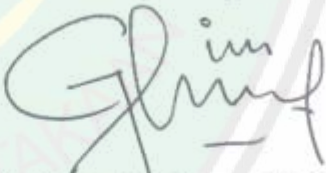
Oleh:
FERIFA KHIDIN
NIM. 14630060

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 28 Mei 2019

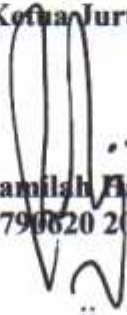
Pembimbing I


Rachmawati Magsih, M.Si
NIP. 19810817 200801 2 010

Pembimbing II


A. Ghanaini Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan


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

**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGHEMIT (γ -Fe₂O₃)
DARI LIMBAH BESI BUBUT DENGAN VARIASI PREKURSOR
MENGUNAKAN METODE SONIKASI - KALSINASI**

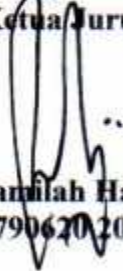
SKRIPSI

Oleh:
FERIFA KHIDIN
NIM. 14630060

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 28 Mei 2019

Penguji Utama	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
Ketua Penguji	: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si NIP. 19831226 20180201 2 249	(.....)
Sekretaris Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
Anggota Penguji	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ferifa Khidin

NIM : 14630060

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis Nanopartikel Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Dari Limbah Besi Bubut Dengan Variasi Prekursor Menggunakan Metode Sonikasi-Kalsinasi

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

Yang membuat pernyataan

Malang, 28 Mei 2019



FERIFA KHIDIN
NIM.14630060

KATA PENGANTAR

Puji syukur bagi Allah yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, atas segala nikmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan proposal skripsi yang berjudul “Sintesis Nanopartikel Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Dari Limbah Besi Bubut Dengan Variasi Prekursor Menggunakan Metode Sonikasi-Kalsinasi” dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW, sosok teladan dalam membangun peradaban dan budaya pemikiran. Iringan doa dan ucapan teima kasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada:

1. Orang tua penulis, Bapak Tikno dan Ibu Siti Mujayanah, serta seluruh keluarga yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil kepada penulis yang tak mungkin terbalaskan.
2. Bapak Prof. Dr. H. Abd. Haris, M.Ag., selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Sri Harini, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si., selaku dosen pembimbing penelitian yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan, dan memberi masukan dalam penulisan laporan penelitian ini.
6. Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang telah memberi masukan tentang hubungan ilmu kimia dengan integrasi Al-Qur'an.

7. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku selaku konsultan yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan dalam penulisan laporan penelitian ini.
8. Seluruh dosen dan laboran Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
9. Teman-teman Jurusan Kimia Angkatan 2014, serta semua mahasiswa Kimia Fakultas Sains dan teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan motivasi dan masukan kepada penulis dalam menyelesaikan laporan penelitian ini.
10. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penyusunan laporan penelitian ini selesai disusun, yang tidak bisa kami sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa laporan penelitian ini masih jauh dari sempurna. Saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru dan bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, Mei 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
ABSTRACT	xiii
.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah.....	7
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Potensi Limbah Besi Bubut Sebagai Besi Oksida.....	8
2.2 Potensi Besi Oksida Sebagai Pigmen	9
2.3 Nanopartikel Maghemit (γ -Fe ₂ O ₃).....	12
2.4 Sintesis Oksida Besi Menggunakan Metode Sonikasi-Kalsinasi.....	14
2.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Maghemit (γ -Fe ₂ O ₃).....	18
2.5.1 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan X-Ray Diffraction (XRD).....	18
2.5.2 Karakterisasi Morfologi Oksida Besi dengan SEM-EDX.....	20
2.5.3 Karakterisasi Warna Pigmen Nanopartikel Maghemit.....	22
BAB III METODE PENELITIAN	25
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan.....	25
3.2.1 Alat-alat	25
3.2.2 Bahan-bahan	25
3.3 Cara Kerja	26
3.3.1 Preparasi Bahan.....	26
3.3.2 Pembuatan Prekursor dengan variasi pelarut	26
3.3.3 Sintesis Maghemit (γ -Fe ₂ O ₃).....	27
3.4 Karakterisasi Hasil Penelitian	28
3.4.1 Kolorimeter (<i>Color Reader</i>).....	28
3.4.2 Difraksi Sinar-X (XRD).....	28
3.4.3 SEM-EDX	29
3.5 Analisis Data Penelitian	29

3.5.1 Distribusi Warna Pigmen	29
3.5.2 Struktur dan Ukuran Kristal	30
3.5.3 Morfologi, Distribusi Ukuran Partikel, dan Komposisi	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1 Preparasi Limbah Besi Bubut.....	31
4.2 Pembuatan Prekursor	32
4.2.1 Pembuatan Prekursor <i>Ferric</i> (Fe^{3+}).....	33
4.2.2 Pembuatan Prekursor <i>Ferrous</i> (Fe^{2+})	35
4.3 Proses Sintesis Senyawa Pigmen Maghemit Nanopartikel.....	38
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i>	42
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD (Difraksi Sinar-X)	45
4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM-EDX	51
4.7 Perspektif Islam Tentang Pemanfaatan Limbah Besi Hasil Industri Bubut Sebagai Pigmen Maghemit.....	54
BAB V PENUTUP.....	59
5.1 Kesimpulan	59
5.2 Saran.....	59
DAFTAR PUSTAKA	61
LAMPIRAN.....	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Warna maghemit.....	11
Gambar 2.2	Struktur kubus maghemit.....	12
Gambar 2.3	Diagram Pourbaix Besi.....	18
Gambar 2.4	Hasil XRD maghemit.....	19
Gambar 2.5	Hasil analisa SEM a) Fe_2O_3 -0 PEG, (b) Fe_2O_3 -4 PEG, (c) Fe_2O_3 -8 PEG, (d) Fe_2O_3 -12 PEG.....	21
Gambar 4.1	(a) prekursor <i>ferric</i> pelarut asam nitrat 15 % setelah dikisatkan, (b) hasil uji kualitatif Fe^{3+} dengan NaOH.....	35
Gambar 4.2	(a) prekursor <i>ferric</i> pelarut asam klorida 38 % setelah dikisatkan, (b) hasil uji kualitatif Fe^{3+} dengan NaOH.....	35
Gambar 4.3	(a) prekursor <i>ferrous</i> pelarut asam sulfat 30 % setelah dikisatkan, (b) hasil uji kualitatif Fe^{2+} dengan NaOH.....	36
Gambar 4.4	(a) prekursor <i>ferrous</i> pelarut asam klorida 25 % setelah dikisatkan, (b) hasil uji kualitatif Fe^{2+} dengan NaOH.....	37
Gambar 4.5	(a) penambahan NH_4OH pada campuran prekursor, (b) proses sintesis pembentukan fasa magnetit (Fe_3O_4).....	39
Gambar 4.6	Serbuk hitam magnetit.....	41
Gambar 4.7	Hasil sintesis pigmen Maghemit menggunakan variasi prekursor (a) $\text{FeCl}_2 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, (b) $\text{FeSO}_4 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, (c) $\text{FeSO}_4 : \text{FeCl}_3$	42
Gambar 4.8	Grafik perbandingan variasi pelarut dan nilai L^*	43
Gambar 4.9	Grafik perbandingan nilai a^* dan b^*	43
Gambar 4.10	Diagram perbandingan nilai C^* dan H^0	44
Gambar 4.11	Perbandingan difraktogram magnetit (Fe_3O_4) pada hasil sintesis 1, 2 dan 3 dengan standar ICSD No.82237.....	46
Gambar 4.12	Hasil perbandingan difraktogram maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) pada hasil sintesis 1, 2, dan 3 dengan standar ICSD No.79196.....	47
Gambar 4.13	Hasil perbesaran satu puncak tertinggi pada tiga hasil sintesis maghemit dengan variasi pelarut.....	48
Gambar 4.14	Hasil <i>Refinement</i> Difraktogram Hasil Sintesis ke-2 Maghemit dengan variasi pelarut H_2SO_4 30 % : HNO_3 15 %.....	49
Gambar 4.15	Hasil analisis SEM senyawa Maghemit hasil sintesis ke-2 (a) Perbesaran 20.000 kali, (b) Perbesaran 50.000 kali, (c) Perbesaran 100.000 kali, (d) Perbesaran 200.000 kali.....	53

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat fisik maghemit (- Fe ₂ O ₃).....	14
Tabel 2.2 Data XRD maghemit (-Fe ₂ O ₃) nanopartikel	19
Tabel 2.3 Istilah dalam perbedaan warna.....	23
Tabel 2.4 Standar Nilai Warna Pigmen maghemit.....	24
Tabel 3.1 Rincian jumlah bahan pembuatan precursor.....	26
Tabel 3.2 Pembagian prekursor dan variasi pelarut	27
Tabel 4.1 Komposisi unsur dalam limbah besi bubuk menggunakan instrumen XRF	31
Tabel 4.2 Variasi Campuran Prekursor.....	38
Tabel 4.3 Data Hasil <i>Refinement</i> Difraktogram Hasil Sintesis.....	50
Tabel 4.4 Data Ukuran Kristal Senyawa Hasil Sintesis.....	51
Tabel 4.5 Komposisi unsur senyawa hasil sintesis dengan SEM-EDX.....	52



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Rancangan Penelitian	66
Lampiran 2.	Diagram Alir.....	67
Lampiran 3.	Perhitungan Preparasi Bahan.....	69
Lampiran 4.	Karakterisasi XRF	70
Lampiran 5.	Karakterisasi <i>Color Reader</i>	71
Lampiran 6.	Perhitungan Nilai C* dan H°	72
Lampiran 7.	Karakterisasi XRD.....	74
Lampiran 8.	Hasil Origin	80
Lampiran 9.	Hasil <i>Refinement</i>	81
Lampiran 10.	Perbandingan Hasil Sintesis Dengan Standard Maghemit ICSD 79196	85
Lampiran 11.	Data Hasil Refinement	86
Lampiran 12.	Perhitungan Ukuran Kristal.....	87
Lampiran 13.	Reaksi Tahapan Sintesis Maghemit.....	89
Lampiran 14.	Karakterisasi SEM-EDX	90

ABSTRAK

Khidin, Ferifa. 2019. **Sintesis Nanopartikel Maghemit (γ - Fe_2O_3) Dari Limbah Besi Bubut dengan Variasi Prekursor Menggunakan Metode Sonikasi dan Kalsinasi.**

Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M.Si, Konsultan: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

Kata Kunci : γ - Fe_2O_3 , Pigmen, Limbah Bubut, Sonikasi, Kalsinasi.

Industri pembubutan logam menghasilkan limbah bubut besi yang mengandung unsur Fe hingga 98,21 %. Pemanfaatan limbah besi sebagai bahan baku prekursor dalam sintesis pigmen oksida besi merupakan salah satu cara mencegah pencemaran logam besi di lingkungan. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis nanopartikel maghemit dari limbah bubut besi dengan metode sonikasi dan kalsinasi. Variasi pelarut dalam pembuatan prekursor adalah HCl 25 % : HNO_3 15 %, H_2SO_4 30 % : HNO_3 15 %, dan H_2SO_4 30 % : HCl 38 %. Sonikasi dilakukan dengan menambahkan Polietilen Glikol (PEG-400) sebagai *directing agent* dan dilanjutkan kalsinasi pada suhu 350 °C selama 3 jam. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen *Colour Reader*, XRD, dan SEM-EDX. Nilai warna L^* , a^* , b^* , C^* , dan H^0 menunjukkan bahwa hasil sintesis B adalah yang paling mendekati standar maghemit. Data hasil XRD menunjukkan derajat kristalinitas tertinggi dan ukuran partikel terkecil dihasilkan oleh hasil sintesis B dengan ukuran partikel rata-rata 36,4 nanometer. Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa morfologi γ - Fe_2O_3 kurang seragam dan masih terdapat sedikit unsur Si pada komposisinya.

ABSTRACT

Khidin, Ferifa. 2019. **The Synthesis of Maghemite Nanoparticles (γ - Fe_2O_3) from Lathe Iron Waste with Variation of Precursors Using the Sonification and Calcination Method.**

Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Supervisor II: Diana Candra Dewi, M.Si, Consultant: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

Key Words: γ - Fe_2O_3 , Pigments, Lathe Iron Waste, Sonication, Calcination.

The metal lathe industry can generate lathe waste which consist of Fe until 98.21%. The solvent variation of making precursor is HCl 25 % : HNO_3 15 %, H_2SO_4 30 % : HNO_3 15 %, dan H_2SO_4 30 % : HCl 38 % with the composition of precursor ferrous: ferric (2:1). Sonification is done by adding Polyethylene Glycol (PEG-400) as directing agent and followed by the calcination with 350 °C temperature as long as 3 hours. Sample from characterization result using Color Reader instrument, XRD, and SEM-EDX. The colors L^* , a^* , b^* , C^* , and H^0 shows that the second result of synthesis is the closest standard for maghemite. The result of XRD shows that the crystallinity degree is high and the smallest particle size is resulted from the second synthesis of particle average size 36,4 nanometer. SEM-EDX data shows that the morphology of γ - Fe_2O_3 is not uniform particle and there are little component of Si in the composition.

خدين، فيريفة. يق جسيمات نانوية مغيميت (Fe_2O_3 -) كأصباغ من نفايات مخرطة الحديد مع اختلاف المذيبات باستخدام طرق التلقيح والتكلس المشرفة الأولى: رحماواتي نينجسيه، الماجستير؛ المشرفة الثانية: ديانا جا ندرا ديوي، الماجستير؛ المستشارة: ليلىك مفتاح الخيرة، الماجستير. المشرف: أحم غنائم فشا، الماجستير

الكلمات المفتاحية: Fe_2O_3 - ، الصباغ ، مخرطة النفايات، التلقيح، التكلس.

تنتج صناعة الخرطة المعدنية مخرطة حديدية تحتوي على Fe ، % ، . يعد استخدام نفايات الحديد كمادة أولية سليفة في تركيب أصباغ أكسيد الحديد أحد طرق منع تلوث الحديد في البيئة. في هذا البحث، توليف الجسيمات النانوية من نفايات مخرطة الحديد كأصباغ باستخدام أساليب التلقيح والتكلس. تباين المذيبات في صناعة السلائف هو % حمض الهيدر كلوريك : % ١٥ حمض النتريك ، حمض الكبريتيك : % ١٥ حمض ريتريك الكب : % ٣٠

الهيدر وكلوريك مع تركيبة السلائف الحديدية: الحديدك (:). تم تنفيذ التلقيح عن طريق إضافة بوليتيلين جليك PEG- كعامل توجيه واستمرار التكلس عند درجة مئوية لمدة ساعات. تميزت العينات المركبة باستخدام أدوات قارئ الألوان و XRD SEM-EDX. تشير قيم اللون * L * * b * C * H^{O} إلى أن نتائج التوليف الثاني هي الأقرب إلى معيار مغيميت. تُظهر نتائج بيانات XRD درجة من التبلور وأصغر حجم جسيم ينتج عن النتائج التوليفية الثانية بمتوسط يئيبيلغ . نانومتر. تظهر نتائج SEM-EDX مورفولوجيا Fe_2O_3 - أقل اتساقًا في شكل جزيئات كروية (المسادية) ، وهناك عدد أقل من عناصر Si في تكوينها.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bengkel bubut menghasilkan limbah padat besi pada proses produksinya yang merupakan sisa dari pembentukan barang logam. Menurut Sunardi dan Petrus (2007), Limbah besi dalam satu bengkel bubut rata-rata menghasilkan sebesar 10-20 kg/bulan dan pemanfaatannya biasanya yang berukuran besar hanya dijual dan yang kecil (serbuk) dibuang ke lingkungan tanpa didaur ulang. Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 85 Tahun 1999, ditetapkan bahwa limbah hasil dari kegiatan bubut digolongkan dalam limbah B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun). Limbah besi tersebut sangat berpotensi dapat mencemari lingkungan dan apabila tidak mendapat penanganan serius akan menyebabkan kerusakan lingkungan.

Hasil penelitian Sunardi dan Petrus (2007) membuktikan kandungan logam besi limbah bubut pada penelitiannya yaitu sebesar 96,16 %, hal ini menunjukkan bahwa kandungan besi berpotensi untuk diolah menjadi oksida besi. Banyak aplikasi yang dapat dilakukan dengan oksida besi sebagai solusi daur ulang limbah besi. Salah satu kegunaannya dapat disintesis menjadi pigmen yang sangat bermanfaat pada industri cat, mebel, tekstil, farmasi, hingga elektronik.

Besi memiliki berbagai keistimewaan dibandingkan logam lain. Berdasarkan Al-Qur'an surah al-Hadid Ayat 25, Allah Subhanahuwata'ala berfirman:

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-rasulNya padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha Kuat lagi Maha Perkasa*” (QS. al-Hadid: 25).

Menurut Shihab (2005) dalam surah al-Hadid ayat 25, dijelaskan Allah Subhanahuwata’ala menurunkan besi di bumi agar manusia memanfaatkannya secara bijak dalam segala hal. Dalam Tafsir al-Misbah dijelaskan bahwa konteks diturunkannya besi ini mengartikan bahwa asal besi adalah dari langit yang dijatuhkan ke bumi seperti meteor dan asteroid yang jatuh ke permukaan bumi. Manusia diperintahkan untuk memanfaatkannya menjadi sesuatu yang bermanfaat. Limbah besi merupakan limbah logam yang sangat berbahaya apabila mencemari lingkungan, akan tetapi sangat bermanfaat apabila diolah secara baik berdasarkan ilmu pengetahuan. Pemanfaatan limbah besi menjadi pigmen sintesis adalah tindakan yang tepat, karena tidak hanya berpengaruh terhadap ilmu pengetahuan, tetapi secara ekonomi dapat meningkatkan nilai jual limbah besi, salah satunya sebagai pigmen dalam bahan baku cat.

Xu Hing-Bin (2006) mengatakan bahwa kebutuhan pigmen terus meningkat seiring bertambahnya industri yang memerlukan lebih banyak pigmen. Menurut data Lanoxid (2015) bahwa produksi pigmen di Indonesia masih rendah

dan kebanyakan industri masih memperoleh pigmen dari produk impor luar negeri dengan harga yang relatif mahal yaitu berada pada kisaran 9-13 juta USD. Pigmen berasal dari besi oksida, yang salah satunya dapat diperoleh dari sintesis limbah besi dari limbah pabrik pembubutan logam. Sunardi, dkk., (2015) dalam penelitiannya menjelaskan, bahwa melimpahnya limbah besi di Indonesia dapat diolah menjadi pigmen besi oksida yang menghasilkan berbagai macam warna menarik. Dengan memanfaatkan limbah besi bengkel bubut ini, keuntungan yang diperoleh selain mengurangi pencemaran logam berat di lingkungan, juga dapat menghasilkan pigmen besi oksida dengan harga murah dan tidak kalah dengan produk impor.

Berdasarkan beberapa penelitian, bahwa logam besi dalam bentuk oksida memiliki karakter magnetik dengan warna bervariasi yang dapat digunakan sebagai pigmen anorganik. Pigmen oksida besi umumnya ditemukan dalam berbagai bentuk mineral oksida besi berupa magnetit (Fe_3O_4) berwarna hitam, maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) berwarna coklat dan hematit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) berwarna merah (Juan, dkk., 2016).

Menurut penelitian Schirp, dkk., (2015) bahwa aplikasi pigmen oksida besi berwarna coklat pada komposit kayu-plastik dapat menurunkan daya *swellingnya* hingga 44% dibandingkan pewarna lain. Daya *swelling* ini adalah kurangnya daya tahan polimer terhadap kelembapan udara akibat adanya proses adsorpsi. Apabila hal itu terjadi, akan mengakibatkan pengembangan polimer yang disebabkan oleh kelembapan berlebih pada permukaan, sehingga mudah rusak dan pecah. Salah satu solusi untuk mengatasinya adalah dengan pewarnaan (Repellin dan Guyunnet, 2004).

Maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) merupakan pigmen oksida besi berwarna coklat. Oksida besi ini memiliki sifat yang khas yakni stabil terhadap suhu dan bahan kimia, transparan, dan berwarna kuat, sehingga menarik diaplikasikan sebagai pigmen (Layek, dkk., 2010). Kestabilannya merupakan yang paling stabil setelah hematit, namun mempunyai sifat kemagnetan yang lebih tinggi dari hematit (Dronskowski, 2001). Maghemit telah digunakan dalam pengembangan obat anti kanker, karena dibandingkan dengan besi oksida lain, maghemit tidak berbahaya dan tidak beracun (Teja dan Koh, 2009). Pemanfaatan pigmen maghemit dalam pewarnaan *furniture*, selain menurunkan daya *swelling* kayu, juga bersifat *nontoxic*.

Desain material maghemit sangat bagus apabila dibuat dalam skala nano. Dalam bentuk nanopartikel, sifat-sifat material dapat dikontrol dengan mudah. Menurut penelitian Shafi, dkk., (2002), maghemit berukuran nanopartikel dapat diperoleh menggunakan metode sonokimia. Kim, dkk., (2005) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa superparamagnetik oksida besi berukuran nanopartikel memiliki sifat magnetik dan kristalinitas yang tinggi, sehingga sangat sesuai dilakukan sintesis menggunakan metode sonikasi. Gedanken, dkk., (2004) dalam penelitiannya menggunakan langkah metode sonokimia untuk sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 . Kelebihan dari metode sonikasi adalah dapat membentuk oksida besi yang diharapkan, dengan sampel dalam keadaan larutan cair atau dengan prekursor non-karbonil yang tidak mudah menguap (Laurent, dkk., 2008).

Sintesis maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) dari magnetit (Fe_3O_4) dapat dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi) atau tanpa pemanasan. Serbuk magnetit secara perlahan akan mengalami oksidasi menjadi maghemit di kondisi udara terbuka. Reaksi

oksidasi tersebut dapat dipercepat dengan kalsinasi pada suhu mulai 230 - 380 °C (Cornell dan Schwertmann, 2003). Legodi, dkk., (2007) dalam penelitiannya telah berhasil mensintesis maghemit dari fasa magnetit dengan temperature kalsinasi 250 °C selama 3 jam. Penelitian Aji, dkk., (2007), menjelaskan bahwa maghemit dapat dihasilkan melalui oksidasi serbuk magnetit hasil presipitasi pada temperatur 300 °C.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Chen, dkk., (2013), prekursor sangat berpengaruh terhadap perubahan struktur, ukuran, dan bentuk dari pigmen nanopartikel maghemit. Legodi, dkk., (2007) dalam penelitiannya menjelaskan pembuatan prekursor *ferrous* (Fe^{2+}) yang dilakukan dengan melarutkan serbuk limbah besi baja dalam pelarut H_2SO_4 pekat. Hal ini diindikasikan dengan terbentuknya endapan biru atau hijau gelap. Pembuatan prekursor *ferric* (Fe^{3+}) dapat dilakukan dengan pelarut H_2SO_4 : HNO_3 dengan perbandingan 1:1 yang membentuk padatan krim berwarna putih. Penelitian Firnando dan Astuti (2015) telah berhasil mensintesis Fe_3O_4 menggunakan pelarut HCl 12 M. Menurut Cornell dan Schwertmann (2003) dalam bukunya, bahwa besi oksida dapat disintesis dari perbandingan Fe^{2+} dan Fe^{3+} dengan rasio molar 1:2.

Berdasarkan uraian di atas, besi oksida dapat disintesis menggunakan berbagai pelarut asam, namun diprediksi setiap pelarut memiliki perbedaan dalam hasil akhir. Penelitian ini akan dilakukan sintesis nanopartikel maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) dari limbah besi bubuk menggunakan metode sonikasi dan kalsinasi. Secara kuantitatif, kandungan logam besi dalam limbah bubuk diketahui dengan instrumen XRF. *Color Reader* digunakan untuk menentukan nilai warna baik nilai L^* , a^* , b^* yang menunjukkan spesifikasi warna (Cornell dan Schwertmann,

2003). Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD sebelum dan sesudah kalsinasi untuk menentukan struktur, ukuran kristal, dan tingkat kristalinitasnya. Hasil sintesis terbaik dari karakterisasi *Color Reader* dan XRD, akan dikarakterisasi dengan Instrumen SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan distribusi ukuran partikelnya.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Apakah variasi prekursor terbaik yang menghasilkan ukuran kristal terkecil dalam sintesis maghemit dari limbah besi bubuk menggunakan metode sonikasi-kalsinasi?
2. Bagaimana perbedaan nilai warna senyawa hasil sintesis A, B, dan C setelah kalsinasi?
3. Bagaimana morfologi dan komposisi senyawa hasil sintesis dari prekursor terbaik?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh prekursor terhadap struktur dan ukuran kristal hasil sintesis dari limbah besi bubuk menggunakan metode sonikasi-kalsinasi.
2. Mengetahui warna senyawa hasil sintesis dari limbah besi bubuk sebelum dan sesudah kalsinasi.
3. Mengetahui morfologi dan komposisi senyawa hasil sintesis variasi prekursor

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Limbah besi bubuk yang digunakan berasal dari bengkel bubuk besi di daerah Malang.
2. Parameter yang digunakan adalah variasi prekursor pembentuk prekursor Fe^{2+} (H_2SO_4 30 % dan HCl 25 %), dan prekursor Fe^{3+} (HCl pekat 38 % dan HNO_3 15%).
3. Rasio molar prekursor $\text{Fe}^{2+} : \text{Fe}^{3+}$ adalah 2 : 1.
4. Metode yang digunakan adalah sonikasi dan kalsinasi.
5. Kondisi optimasi senyawa hasil sintesis adalah struktur dan warna sesuai standar.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Limbah bubuk besi yang selama ini dianggap tidak berguna, dapat memiliki nilai ekonomis tinggi setelah dimanfaatkan sebagai pigmen.
2. Dapat memberikan informasi cara pengolahan limbah bubuk besi menjadi pigmen besi oksida.
3. Dapat mengetahui hasil sintesis pigmen nanopartikel maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi prekursor menggunakan metode sonikasi-kalsinasi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Potensi Limbah Besi Bubut Sebagai Besi Oksida

Menurut undang-undang nomor 23 tahun 1997, yang dimaksud limbah adalah sisa produksi suatu kegiatan usaha. Limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) adalah segala limbah yang secara langsung ataupun tidak langsung memberikan pengaruh pencemaran dan merusak lingkungan, kesehatan, dan makhluk hidup (*Occupational Safety and Health Administration (OSHA)*, 1998). Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 85 Tahun 1999, ditetapkan bahwa limbah hasil dari kegiatan bubut digolongkan dalam limbah B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun). Allah Subhanahuwata'ala telah berfirman dalam surah al Qashas ayat 77 tentang larangan berbuat kerusakan di bumi.

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

Artinya: "Dan berbuat baiklah (kepada orang lain) sebagaimana Allah telah berbuat baik, kepadamu, dan janganlah kamu berbuat kerusakan di (muka) bumi. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan." (QS.al Qashas: 77).

Ayat di atas dijelaskan dalam Tafsir Ibnu Katsir yang berisi bahwa janganlah *himmah* akan sesuatu yang pada akhirnya dapat membuat kerusakan di muka bumi dan berbuat kejahatan kepada makhluk Allah SWT (Ar-Rifa'i, 2000). Manusia seringkali menggunakan berbagai cara untuk mencapai segala yang dicita-citakan tanpa memikirkan dampaknya yang secara langsung atau tidak bisa merugikan orang lain. Oleh karena itu, sebagai insan ulul albab yang senantiasa

berfikir dan berdzikir, patut untuk terus menjaga bumi ini dengan sebaik mungkin. Memanfaatkan limbah yang ada menjadi sesuatu yang lebih berguna, sehingga mencegah terjadinya kerusakan lingkungan. Berdasarkan penelitian Sunardi dan Petrus Darmawan (2007), bahwa di dalam limbah besi masih terkandung besi dengan kadar 96,16% sehingga hal ini menunjukkan bahwa limbah besi bubuk mempunyai potensi untuk diolah menjadi ferri klorida (FeCl_3) yang dapat digunakan untuk sintesis oksida besi. Salah satu cara penanganan limbah yang sangat menguntungkan adalah memanfaatkan serbuk besi untuk menjadi barang yang lebih bernilai ekonomis yaitu ferri klorida sebagai salah satu prekursor dalam pembuatan pigmen besi oksida.

2.2 Potensi Besi Oksida Sebagai Pigmen

Besi oksida dapat dimanfaatkan menjadi pigmen karena mempunyai variasi warna yang kuat, mulai dari besi oksida goethit yang memiliki warna khas kuning, hematit berwarna merah, magnetit berwarna hitam, maghemit berwarna coklat gelap, dan banyak yang lainnya. Hal ini adalah kuasa Allah Subhanahuwata'ala yang menciptakan warna-warna menarik tersebut. Pigmen magnetit berwarna hitam dan maghemit berwarna coklat gelap memiliki maksud bahwa manusia diingatkan untuk senantiasa menjaga hati, dan tidak memiliki hati yang gelap. Allah SWT berfirman dalam al Qur'an surah Ali 'Imron ayat 106.

يَوْمَ تَبْيَضُّ وُجُوهٌ وَتَسْوَدُّ وُجُوهٌ فَأَمَّا الَّذِينَ اسْوَدَّتْ وُجُوهُهُمْ أَكْفَرْتُمْ
بَعْدَ إِيمَانِكُمْ فَذُوقُوا الْعَذَابَ بِمَا كُنْتُمْ تَكْفُرُونَ ﴿١٠٦﴾

Artinya: Pada hari yang di waktu itu ada muka yang putih berseri, dan ada pula muka yang hitam muram. Adapun orang-orang yang hitam muram mukanya (kepada mereka dikatakan): "Kenapa kamu kafir sesudah kamu beriman? Karena itu rasakanlah azab disebabkan kekafiranmu itu." (QS. Ali 'Imron: 106)

Ayat di atas menjelaskan bahwa warna hitam adalah akibat bagi orang-orang yang berdusta dan kafir. Dibalik gelapnya warna hitam, Allah menyeru kepada manusia untuk senantiasa beriman dan menjaga hatinya dari kegelapan. Hal ini penjelasan simbolik mengenai warna gelap di dalam al Qur'an. Pigmen maghemit merupakan pigmen yang berwarna coklat gelap dan dapat menjadi peringatan bagi siapapun yang berfikir dan berdzikir.

Pigmen besi oksida merupakan pigmen yang tahan terhadap cuaca, relatif *inert* (tidak reaktif pada bahan lain) dan tidak beracun (Potter, 2003). Pigmen merupakan salah satu komponen utama dalam pembuatan cat yang berfungsi sebagai pewarna dan penutup (*hiding power*) pada cat. Penggunaan pigmen selalu meningkat setiap tahun seiring dengan semakin banyaknya industri-industri yang membutuhkan pigmen seperti industri: keramik, cat, tekstil, gelas, dan plastik. Pigmen besi oksida mempunyai beberapa kelebihan yaitu ramah lingkungan, tidak beracun, stabilitas kimia tinggi, kekuatan warna dalam pewarnaan sangat baik, daya tahan dan daya penutup sangat baik (Buxbaum dan Pfaff, 2005).

Lanoxid (2015) menjelaskan bahwa, pigmen pada prinsipnya adalah zat yang memberikan warna pada aplikasi apapun. Pada pembuatan cat, pigmen digunakan sebagai campuran pemberian warna dengan komposisi hanya sekitar 5-10%. Kelebihan pigmen besi oksida lainnya yaitu memiliki kualitas yang baik dalam anti korosi, ketahanan terhadap suhu, dan ukuran partikel

halus. Selain menambah nilai artistik pada material, pigmen besi oksida juga mampu menurunkan daya *swelling* (pengembangan) polimer. Pewarnaan adalah salah satu cara untuk mengatasi *swelling* pada polimer (Repellin dan Guyunnet, 2004). Menurut penelitian Schirp, dkk., (2015) apabila dibandingkan dengan pewarna lain, pigmen besi oksida berwarna coklat produksi *Bayferrox company* yang dicampurkan pada komposit polimer kayu-plastik dapat mengurangi daya *swelling* lebih baik hingga 44%.

Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) murni di alam bersifat feromagnetik dan memiliki kerentanan terhadap waktu (Dronskowski, 2001). Maghemit telah menarik banyak perhatian para peneliti karena memiliki sifat-sifat yang unik dan berpotensi diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti pigmen coklat dalam cat, katalis, sensor gas, pelapis penyimpan data dan pemisahan produk reaksi biokimia. Dibandingkan dengan bentuk lain dari besi oksida, maghemit tidak berbahaya dan tidak beracun (Teja dan Koh, 2009). Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) memiliki warna coklat gelap seperti pada gambar 2.1 berikut:



Gambar 2.1 Warna maghemit (Cornell dan Schwertmann, 2003)

2.3 Nanopartikel Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Nanopartikel maghemit merupakan besi oksida yang berukuran kurang dari 100 nm. Partikel maghemit dengan ukuran nanometer memiliki sifat kemagnetan yang berbeda dengan sifat kemagnetan pada ukuran *bulk* (ruah). Ditinjau dari sifat khas kemagnetan dan ukuran partikelnya yang kecil, menjadikan nanopartikel maghemit dimanfaatkan pada berbagai aplikasi (Pascal dkk, 1999). Bidang industri menggunakan sebagai pigmen dalam cat keramik, pelapis media penyimpanan rekaman data elektronik, dan lain-lain. Semakin banyak aplikasinanopartikel maghemit maka perlu dikembangkan metode sintesis yang bisa menghasilkan nanopartikel maghemit dengan sifat-sifat yang diinginkan (Predoia, dkk., 2010). Berikut merupakan struktur kubus maghemit:



Gambar 2.2 Struktur kubus maghemit (Alvarez ,2004)

Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) memiliki struktur kristal kubik dan tetragonal. Besi oksida Fe_2O_3 menjadi fasa *ghama*- Fe_2O_3 (Maghemit) pada temperatur 200-400 °C dan berubah menjadi fasa *alpha*- Fe_2O_3 (Hematit) pada temperatur yang tinggi

antara 700-900 °C. Maghemit bersifat ferrimagnetik di alam dan pada ukuran partikel yang ultra halus, ukurannya lebih kecil dari pada 10 nm sehingga bersifat superparamagnetik (Chirita dan Grozescu, 2009). Hal ini telah dijelaskan dalam firman Allah SWT pada al Qur'an surah al Furqan ayat 2.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُن لَّهُ شَرِيكٌ
فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ﴿٢﴾

Artinya: “yang kepunyaan-Nya lah kerajaan langit dan bumi , dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan-Nya, dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menciptakan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya”. (QS. al Furqan: 2)

Berdasarkan surah al Furqan ayat 2 di atas dijelaskan bahwa segala sesuatu yang Allah ciptakan di langit dan bumi telah diatur dan dipersiapkan-Nya sesuai dengan fungsinya masing-masing dalam hidup. Ayat ini berisi tentang pengaturan Allah serta keseimbangan yang dilakukan-Nya antar makhluk. Maksudnya segala sesuatu yang telah diciptakan telah diatur dan tidak ada satupun yang sia-sia. Setiap yang diciptakan dengan ketentuan-Nya memiliki potensi sesuai ukurannya. Maha benar Allah dengan segala firman-Nya (Shihab, 2003).

Maghemit terbentuk secara natural dalam tanah sebagai hasil transformasi dari magnetit yang sehingga berkaitan dari segi struktur. Maghemit dan magnetit keduanya terbukti memiliki tipe struktur spinel cacat yang bentuk keduanya dipengaruhi oleh kation Fe^{2+} dan Fe^{3+} (Cornell dan Schwertmann, 2003). Sifat-sifat maghemit sebagai oksida besi menunjukkan suatu yang khas. Dalam

penelitian Teja dan Koh (2009), dijelaskan beberapa sifat fisik maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) sebagai berikut:

Tabel 2.1 Sifat fisik maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Sifat	Maghemit
Rumus molekul	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$
Densitas (g/cm^3)	4,87
Titik leleh ($^\circ\text{C}$)	-
pH	5
Sifat kemagnetan	Ferrimagnetik
Energi pembentukan bebas G_f° (kJ/mol)	-711,1
Struktur Kristal	Kubus atau Tetrahedral
Tipe Struktur	Spinel Cacat
Gugus ruang	$P4_3 32$ (kubus), $P4_1 2_1 2$ (tetragonal)
Parameter kisi (nm)	$a = 0,83474$ (kubus), $a = 0,8347$, $c = 2,501$ (tetragonal)

Sumber: Teja dan Koh, 2009.

2.4 Sintesis Oksida Besi Menggunakan Metode Sonikasi-Kalsinasi

Menurut Kas (2012) dan Li (2009), sonikasi (*Ultrasonic Irradiation*) adalah metode modern yang dikembangkan dalam fabrikasi nanopartikel dengan cara menggunakan gelombang ultrasonik pada kisaran frekuensi 20 kHz–10 MHz. Kelebihan metode sonikasi adalah proses irradiasi dilakukan pada temperatur rendah, peralatan sederhana yang otomatis, waktu relatif cepat, dan partikel yang dihasilkan seragam ukurannya. Metode sonikasi selain digunakan untuk pembuatan nanopartikel, juga digunakan untuk pembuatan amorf logam, oksida, karbida, sulfida, serta pembuatan semikonduktor monokomponen dan kompositnya. Menurut penelitian Shafi, dkk., (2002), maghemit ukuran

nanopartikel dapat diperoleh menggunakan metode sonokimia. Kim,dkk., (2005)dalam penelitiannya, bahwa superparamagnetik oksida besi berukuran nanopartikel yang memiliki sifat magnetik dan kristalinitas tinggi dapat sintesis menggunakan metode sonikasi. Gedanken,dkk., (2004)dalam penelitiannya, menggunakan langkah metode sonokimia untuk sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 .

Kelebihan dari metode sonikasi adalah dapat membentuk oksida besi yang diharapkan dengan sampel dalam keadaan larutan cair atau dengan prekursor non-karbonil (Laurent,dkk., 2008). Prinsip sonikasi yakni iradiasikan gelombang ultrasonik berfrekuensi sangat tinggi kedalam larutansampel, sehingga pembentukan maghemit($-\text{Fe}_2\text{O}_3$)berukuran nano partikel dapat terjadi dengan baik (Suslick dan Price, 1999). Terjadi tumbukan antarpartikelbertekanan tinggi dalam larutan yang mempengaruhi partikel itu sendiri,ketika suatu larutan diiradiasi dengan gelombang ultrasonik.

Getaran yang dihasilkansonikator memberikan pengaruh sangat kuat padalarutan, sehingga mengakibatkanmolekul penyusunnya pecahdan ikatannya putus. Gelombang ultrasonik dapat meningkatkan kereaktifan pada suatu sistem kimia. Selain itu juga bertindak sebagai katalis dalam sistem, sehingga atom-atom dan molekul lebih reaktif bertumbukan. Pada sampelzat padat, ultrasonik ini berfungsi untuk memecah partikel padatan dari energi yang ditimbulkan, sehinggalaju reaksi meningkat dan luas permukaan padatan terbentuk lebih besar(Suslick dan Price, 1999).

Suhu Sonikasi berpengaruh terhadap ukuran partikel. Hal tersebut diterangkan dalam penelitian Firnando dan Astuti, (2015) yang menggunakan

sampel magnetit Fe_3O_4 dengan suhu sonikasi 50 °C, 60 °C, 65 °C. Dalam penelitiannya, disimpulkan bahwa distribusi ukuran nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dipengaruhi oleh suhu ketika sonikasi. Semakin suhu sonikasi dinaikkan, morfologi partikel terlihat semakin jelas, sedikit terjadi penggumpalan dan ukuran partikel semakin berukuran nanometer. Hal ini membuktikan bahwa suhu dan gelombang ultrasonik yang diberikan dapat memecah penggumpalan partikel (*agglomeration*) akibat proses presipitasi sebelumnya.

Pembentukan nanopartikel menggunakan prinsip sonikasi rentan terhadap perubahan ukuran partikel yang tidak seragam. Penambahan *directing agent* pada sampel sangat diperlukan untuk mengontrol ukuran agar tetap berukuran nanometer. Hal ini disebabkan karena sifat mineral magnetik dalam skala nanometer tergantung pada ukurannya. Kontrol partikel berukuran nano dapat dilakukan dengan penambahan agen pengontrol seperti surfaktan atau polimer. Kontrol ukuran dan struktur besi oksida dapat menggunakan polimer yaitu Polietilen Glikol (PEG) (Perdana, dkk., 2010). Penelitian Firnando dan Astuti (2015) menggunakan PEG-6000 karena mempunyai kestabilan yang baik, mudah bercampur, *nontoxic* dan tidak mengakibatkan iritasi.

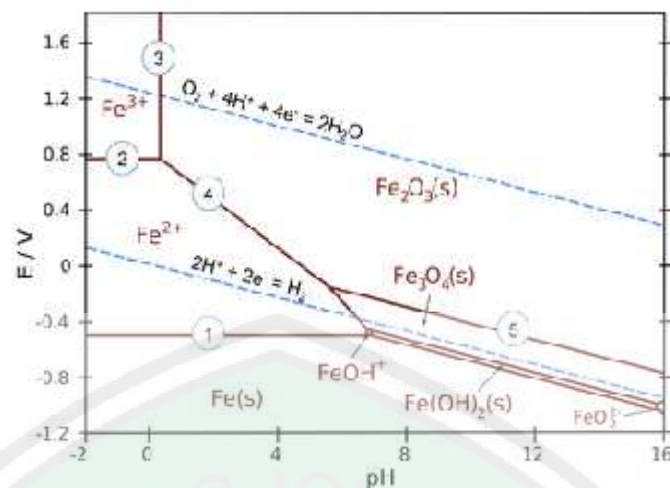
Sintesis maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari magnetit (Fe_3O_4) dapat dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi) atau tanpa pemanasan. Serbuk magnetit secara perlahan akan mengalami oksidasi menjadi maghemit di kondisi udara terbuka. Reaksi oksidasi tersebut dapat dipercepat dengan kalsinasi pada suhu mulai 230 - 380 °C (Cornell dan Schwertmann, 2003). Legodi, dkk., (2007) dalam penelitiannya telah berhasil mensintesis maghemit dari fasa magnetit dengan temperature kalsinasi 250 °C selama 3 jam. Penelitian Aji, dkk., (2007) menjelaskan bahwa

maghemit dapat dihasilkan melalui oksidasi serbuk magnetit hasil presipitasi pada temperatur 300 °C. Hasil penelitian Mashuri,dkk., (2007), ketiga fasa (Magnetit, Maghemit, dan Hematit) dapat diperoleh melalui oksidasi dengan suhu kalsinasi yang berbeda. Proses awal pembentukan magnetit terjadi ketika kalsinasi mencapai suhu 250°C, kemudian fasa maghemit mulai terbentuk secara dominan pada suhu 350°C dengan struktur kubik. Ketika suhu naik ke 450°C komposisi fasa maghemit mulai bertransformasi menjadi bentuk struktur tetragonal. Hematit berfasa tunggal mulai muncul pada suhu kalsinasi 550°C dan mendominasi pada suhu 700°C -800°C.

Berikut merupakan reaksi yang terjadi saat transformasi Magnetit (Fe_3O_4) menjadi maghemit ($\text{-Fe}_2\text{O}_3$) menurut Cornell dan Schwertmann (2003):



Sintesis maghemit ($\text{-Fe}_2\text{O}_3$) diperoleh setelah melalui fasa magnetit (Fe_3O_4). Magnetit dihasilkan setelah melalui proses sintesis pada pH reaksi 11-12 sesuai dengan stabilitas pembentukan magnetit terhadap keasaman larutan. Dalam hal ini pH reaksi tersebut ditentukan berdasarkan diagram pourbaix. Pada gambar 2.3 berikut, area diagram pourbaix yang mana berada di garis biru putus-putus yaitu menunjukkan spesi tunggal ($\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$, $\text{Fe}_3\text{O}_{4(\text{s})}$, dan lainnya) berada pada kesetimbangan dan bersifat stabil (Eisele dan Gabby, 2014). Berikut diagram pourbaix besi oksida:



Gambar 2.3 Diagram Pourbaix Besi (Eisele dan Gabby, 2014)

2.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Maghemit (γ - Fe_2O_3)

2.5.1 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD untuk mengetahui struktur dan distribusi ukuran kristal pada hasil sintesis. Pola hasil difraksi XRD ditunjukkan oleh nilai 2θ pada puncak-puncak yang dihasilkan difraktogram. Perubahan nilai 2θ akan mempengaruhi ukuran kristal. Ukuran dari partikel maghemit dapat dihitung dari puncak spektra tertinggi XRD melalui persamaan debye Scherrer (Sun, dkk., 2004).

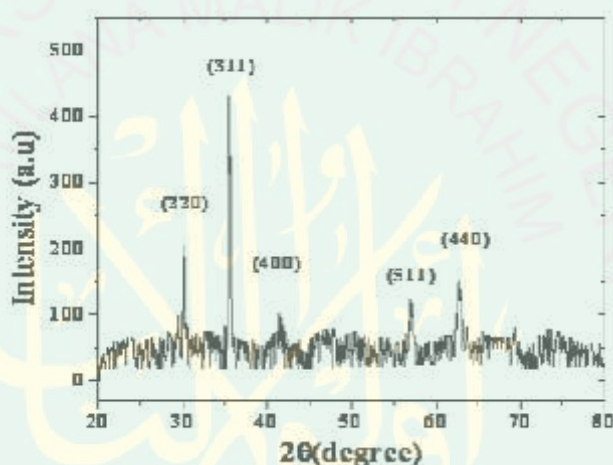
$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad \dots \dots \dots (2.3)$$

Persamaan tersebut menggunakan referensi lebar puncak di sudut θ , yang mana λ adalah panjang gelombang X-ray (1.5418 \AA), β adalah lebar puncak XRD pada setengah ketinggian (FWHM), dan K adalah faktor bentuk dengan besaran 0,91 untuk magnetit dan maghemit (Cornell dan Schwertmann, 2003).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Khasif,dkk., (2015), karakterisasi nanopartikel maghemit menunjukkan puncak-puncakkhas sebagaimana yang ditunjukkan pada tabel 2.2 dan gambar 2.4 berikut.

Tabel 2.2 Data XRD maghemit (γ -Fe₂O₃) nanopartikel (Khasif,dkk., 2015)

Nama sampel	Ukuran pada 2 (220)	Ukuran pada 2 (311)	Ukuran pada 2 (400)	Ukuran pada 2 (511)	Ukuran pada 2 (440)	Ukuran rata-rata (nm)
Maghemit	15.3 nm	18.7 nm	17.5 nm	16.7 nm	15.2 nm	16.6 nm



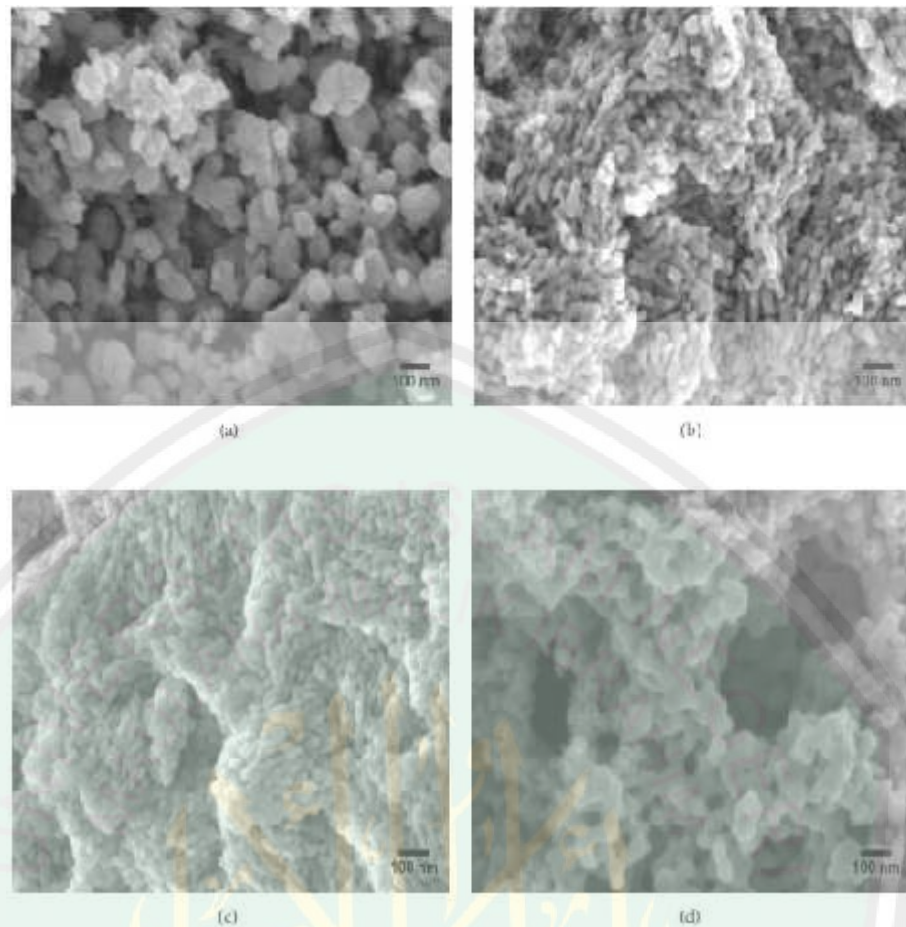
Gambar 2.4 Hasil XRD maghemit (Khasif,dkk., 2015)

Hasil penelitian Khasif,dkk., (2015)dijelaskan bahwa semua puncak menunjukkan fasa kubus standar maghemit dan tanpa ada fase pengotor yang terlihat. Puncak-puncak difraksi pada $2\theta = 30.20^\circ, 35.5^\circ, 43.2^\circ, 57.3^\circ, \text{ dan } 62.8^\circ$ sesuai pada puncak 220, 311, 400, 511, dan 440. Dengan persamaan debye Scherrer ditemukan ukuran rata-rata kristal nano-maghemitsebesar 16,6 nm (Khasif,dkk., 2015).

2.5.2 Karakterisasi Morfologi Oksida Besi Dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDX)

SEM sangat berguna untuk menentukan ukuran dan morfologi Kristal besi oksida. Pada prinsip instrumentasinya, *Secondary electron*(SE) dan *Backscattered electron* (BSE) dimanfaatkan dalam instrument SEM-EDX sebagai analisis bahan material yang didasarkan pada tingkat energi dan tentunya menggunakan spektrometer jenis ED (energy dispersive). Spektrometer jenis ED diakui memiliki akurasi yang tinggi untuk menganalisis jenis unsur pada bahan material. Adanya interaksi elektron yang menghasilkan SE dan BSE pada alat SEM-EDX, maka alat ini digunakan untuk menganalisis permukaan sampel (*topography*) dan morfologi struktur (*element*) dari suatu bahan material (Pascal, dkk., 1999).

Pavani, dkk., (2016) dalam penelitiannya menggunakan *directing agent* Polietilen glikol (PEG) untuk mengontrol ukuran nanopartikel ketika perubahan fasa dari hematit menjadi fasa maghemit. Prekursor yang digunakan adalah *Iron Nitrate nonahydrate* $[\text{Fe}(\text{NO})_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ dengan pemanasan sederhana. Pada sintesisnya, terdapat pengaruh jumlah PEG terhadap transformasi fasa dari struktur rhombohedral hematit menjadi struktur kubik maghemit. PEG bertindak sebagai pengontrol ukuran. Ketika dosis PEG ditingkatkan maka struktur maghemit akan semakin terbentuk. Gambar 2.5 berikut menunjukkan hasil analisa menggunakan SEM-EDX pada maghemit dengan variasi dosis PEG.



Gambar 2.5 Hasil analisa SEM a) Fe_2O_3 -0 PEG, (b) Fe_2O_3 -4 PEG, (c) Fe_2O_3 -8 PEG, (d) Fe_2O_3 -12 PEG (Pavani dkk, 2016)

Berdasarkan gambar 2.5 di atas, ketika maghemit ditambahkan PEG sebanyak 4 gram dan 8 gram, morfologi partikel adalah berbentuk kapsul dan seragam dalam ukurannya. Dari PEG 4 gram ke PEG 8 gram terjadi penurunan ukuran dari 62 nm menjadi 52 nm. Dosis PEG ditingkatkan menjadi 12 gram, yang mengakibatkan ukuran partikel semakin kecil yaitu 40 nm. Dalam hal ini, menurut penelitian Pavani,dkk., (2016) membuktikan bahwa dengan penambahan PEG sebagai *directing agent* dapat menghasilkan ukuran nano yang diharapkan, dan menjadi semakin nano ketika dosis PEG ditingkatkan.

Menurut Pavani,dkk., (2016), analisis EDX digunakan untuk identifikasi komposisi unsur pada sampel. Pada sampelnya, ditunjukkan bahwa komposisi yang terkandung konsisten pada besi dan oksigen, dan tidak ditemukan pengotor lain, sehingga komposisi tepat sesuai dengan Fe_2O_3 . Berbeda dengan Pavani, dkk., menurut penelitian Mashuri,dkk., (2009) yang menyebutkan bahwa dari hasil analisis SEM-EDX pada sampel maghemit, terdapat impuritis unsur Al, Fe, O, Ti, dan C. Hal ini dipengaruhi oleh faktor alam, dimana bahan asal komposit nano $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3$ adalah Fe_3O_4 yang disintesis dari bahan pasir besi yang diambil langsung dari alam. Adanya C (karbon) bisa terjadi karena faktor pemanasan. Pada penelitiannya, ditunjukkan hasil SEM-EDX untuk pemanasan 250°C , yang mana pada suhu tersebut mulai terjadi transformasi fasa dari Fe_3O_4 ke Fe_2O_3 .

2.5.3 Karakterisasi Warna Pigmen Nanopartikel Maghemit ($\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Nilai warna dalam unit $L^* a^*b^*$ merupakan standar internasional penentuan warna, yang ditentukan dalam aturan CIE (Commission Internationale d'Eclairage) (Hunterlab, 2008). Alat pengukur warna yang digunakan adalah Kolorimeter (*Color Reader*), spektrofotometer, atau instrumen sejenis lainnya. Carapengukuran spesifik nilai warna dilakukan dengan menghitung besaran *value*, *hue*, dan *chroma*. *Value* menentukan nilai gelap terangnya suatu warna, *hue* menunjukkan dominasi nilai panjang gelombang yang menentukan jenis warna (merah, kuning, atau hijau), sedangkan *Chroma* menentukan nilai intensitas warna (Winarno, 1992).

Perhitungan nilai warna menurut CIE Lab dihitung dengan persamaan-persamaan berikut (Walford, 1980):

$$L^* = L^*_{\text{sampel}} - L^*_{\text{standar}} \dots\dots\dots(2.4)$$

$$a^* = a^*_{\text{sampel}} - a^*_{\text{standar}} \dots\dots\dots(2.5)$$

$$b^* = b^*_{\text{sampel}} - b^*_{\text{standar}} \dots\dots\dots(2.6)$$

$$C^* = C^*_{\text{sampel}} - C^*_{\text{standar}} \dots\dots\dots(2.7)$$

dimana, $C^* = a^{*2} + b^{*2}$

$$H^* = E^{*2} - L^{*2} - C^{*2} \dots\dots\dots(2.8)$$

$$E^* = L^2 + a^2 + b^2 \dots\dots\dots(2.9)$$

Tabel 2.3 Istilah dalam perbedaan warna (Walford, 1980).

Perbedaan Komponen		
L*	(+) lebih cerah	(-) lebih gelap
a*	(+) lebih merah	(-) lebih hijau
b*	(+) lebih kuning	(-) lebih biru
C*	(+) lebih kuat	(-) lebih kusam
H*	Perbedaan jenis warna (dalam satuan sudut)	
E*	Perbedaan warna	

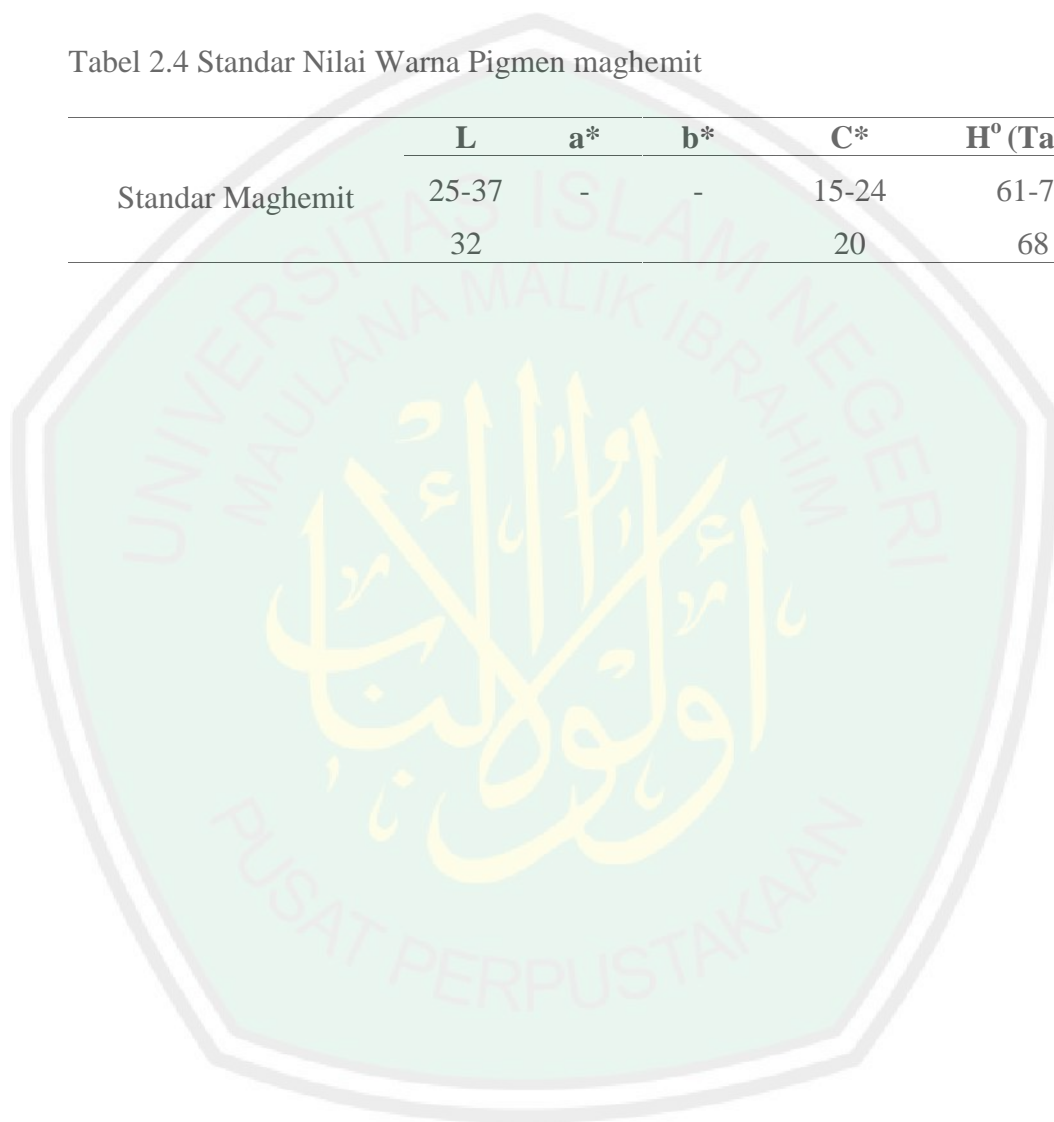
Nilai total perubahan warna disimbolkan dengan E^* (nilai tunggal untuk menentukan perbedaan besaran nilai antara sampel dan nilai standar dalam unit L^* , a^* dan b^* . Skala warna lainnya meliputi nilai C^* dan H^* . C^* adalah nilai perbedaan *chroma* antara sampel dan standar. H^* adalah nilai perbedaan sudut *hue* antara sampel dan standar (Walford, 1980). Nilai warna pigmen hasil sintesis ditentukan oleh kesesuaian nilai dengan standar.

Warna maghemit menurut Cornell dan Schwertmann (2003), berwarna coklat gelap. Perbedaan warna maghemit dari coklat terang menuju coklat gelap dipengaruhi oleh suhu kalsinasi yang digunakan. Sintesis maghemit dalam penelitian ini menggunakan suhu kalsinasi 350 °C (Mashuri, dkk., 2007). Pigmen besi oksida ketika proses kalsinasi di kisaran suhu 300°C– 400°C memiliki

penampakan warna yang cenderung gelap. Koordinat nilai warna menurut Commission Internationale d'Eclairage $L^*a^*b^*$ menunjukkan pigmen maghemit memiliki warna coklat gelap. Standar nilai warna maghemit menurut Cornell dan Schwertmann (2003) ditunjukkan pada tabel 2.4 sebagai berikut:

Tabel 2.4 Standar Nilai Warna Pigmen maghemit

	L	a*	b*	C*	H° (Tan⁻¹)
Standar Maghemit	25-37	-	-	15-24	61-72
	32			20	68



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari 2018 – Mei 2018. Kegiatan penelitian tersebut bertempat di Laboratorium Riset Kimia Anorganik dan Laboratorium Riset Kimia Fisik. Kedua laboratorium berada di Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, cawan, timbangan digital, corong Buchner, pompa vakum, *Furnace* (Heraeus), pH indikator universal, *magnetic stirrer*, Sonikator, *Color reader*, *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Scanning Electron Microscope - EDX* (SEM - EDX), dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Limbah bubuk besi, HCl p.a (Merck), H₂SO₄ p.a (Merck), HNO₃ p.a (Merck), NH₄OH p.a 25%, PEG-400, NaOH dan aquademin.

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Preparasi Bahan

Bahan dasar yang digunakan berupa limbah besi bubuk berbentuk padatan kecil yang diambil dari industri kerajinan besi di kecamatan Blimbing, kota Malang, Jawa Timur. Limbah besi bubuk yang didapatkan kemudian dipisahkan atau diseragamkan sesuai jenis dan bentuknya. Sampel dipotong kecil-kecil atau dihaluskan menggunakan alat grinda.

3.3.2 Pembuatan Prekursor dengan variasi pelarut

Limbah besi bubuk yang telah dihaluskan menjadi serbuk dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 ml sebanyak 4 buah sesuai tabel 3.1. Sampel didiamkan hingga larut dan dipanaskan pada suhu 90 °C hingga kisas. Masing-masing ditambahkan pelarut dengan variasi sebagai berikut:

Tabel 3.1 Rincian jumlah bahan pembuatan prekursor

Pre Kursor	Berat Limbah (gram)	Volume Pelarut (mL)				Hasil Kation	Keterangan
		H ₂ SO ₄ 30 %	HCl 25 %	HCl 38 %	HNO ₃ 15%		
A	50	250	-	-	-	Fe ²⁺	Asumsi setiap 10 gram butuh 50 mL pelarut untuk menghasilkan prekursor ferrous (Fe ²⁺) (Legodi dan De Waal, 2007).
B	30	-	150	-	-	Fe ²⁺	
C	20	-	-	200	-	Fe ³⁺	Asumsi setiap 10 gram butuh 100 mL pelarut untuk menghasilkan prekursor ferric (Fe ³⁺) (Legodi dan De Waal, 2007).
D	30	-	-	-	300	Fe ³⁺	

Dilakukan uji kualitatif Fe^{2+} dan Fe^{3+} untuk memastikan kation yang terbentuk melalui perubahan warna endapan. Senyawa yang mengandung kation Fe^{2+} berwarna kehijauan. Apabila Fe^{2+} ditambahkan NaOH akan membentuk endapan putih besi(II)hidroksida. Senyawa yang mengandung Fe^{3+} berwarna kuning muda. Apabila Fe^{3+} ditambahkan NaOH akan membentuk endapan coklat-kemerahan besi(III)hidroksida.

3.3.3 Sintesis Maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$)

Prekursor masing-masing ditimbang berdasarkan perbandingan berat precursor *ferrous* (Fe^{2+}) dan *ferric* (Fe^{3+}) yaitu $w/w = 1/2$. Pembagian prekursor dan variasi pelarut ditunjukkan pada tabel 3.2 berikut.

Tabel 3.2 Pembagian prekursor dan variasi pelarut

Perlakuan	Variasi Pelarut	Campuran Prekursor	Berat Prekursor (w : w = 2 : 1) (gram)
A	H_2SO_4 30% : HCl 38%	A : C	20 : 10
B	H_2SO_4 30% : HNO_3 15%	A : D	20 : 10
C	HCl 25% : HNO_3 15%	B : D	20 : 10

Masing-masing perlakuan variasi ditambahkan 360 ml aquademin. Ditambahkan 75 ml NH_4OH 25 % dan diatur pH-nya hingga pH 11-12 dengan indikator pH. Larutan prekursor dipanaskan selama 1 jam pada suhu 70°C dengan distirrer secara konstan. pH larutan dinetralkan hingga 7 dan hingga bau amoniak hilang dengan penambahan aquademin secara berulang.

PEG-400 cair dicampurkan pada larutan dengan perbandingan berat (endapan : PEG = 1 : 5). Diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Dipindahkan larutan ke dalam erlenmeyer 500 mL. Dilakukan sonikasi di dalam sonikator

Ultrasonic Bath selama 3 jam dengan pengaturan suhu 65 °C (Firnando dan Astuti, 2015). Setelah itu larutan didinginkan pada suhu kamar hingga terbentuk endapan hitam Fe₃O₄ (Magnetit). Disaring menggunakan corong Buchner dan pompa vakum sambil dicuci dengan aquademin dengan volume 50 ml. Diambil endapan/residu hitam magnetit dan dikeringkan hingga berbentuk serbuk (Legodi, dkk., 2007). Serbuk hitam magnetit dikalsinasi pada suhu 350 °C di dalam tanur (*Furnace*) selama 3 jam (Legodi, dkk., 2007; Aji, dkk., 2007) hingga terbentuk serbuk warna coklat gelap (Maghemit).

3.4 Karakterisasi Hasil Penelitian

3.4.1 Kolorimeter (*Color Reader*)

Sampel disiapkan, kemudian dinyalakan *color reader* dengan prinsip penentuan L*, a*, b*. Dikalibrasi dengan memilih warna putih pada alat dan hasil kalibrasinya disimpan. Ditempelkan ujung reseptor pada sampel hingga terlihat lampunya hidup. Hasil nilai L*, a*, b* kemudian digunakan untuk penentuan nilai C* dan H°.

3.4.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

Serbuk dianalisis menggunakan sumber Cu K (1.54) dengan monokromator *secondary gravit* dan detektor *kontrasintilasi*. Sampel serbuk diletakkan pada piring plastik dasar yang diputar pada 30 rpm. *Scanning* dilakukan pada suhu 25°C, kemudian direkam selama 2 detik tiap langkah, ditambahkan Si sebagai standar internal 2 . Hasil berupa pola difraktogram dicocokkan dengan standar XRD maghemit.

3.4.3 SEM-EDX

Serbuk hasil sintesis dilapisi oleh emas (aurum) untuk menambahkan tras antara sampel serbuk yang diteliti dengan lingkungan sekitar. Kemudian diletakan pada tempat sampel, lalu SEM akan menembakkan berkas elektron berenergi tinggi lalu akan dipantulkan sehingga objek mengalami perbesaran hingga 1 juta kali dengan resolusi hingga 3 nm, maka didapat morfologi dan distribusi ukuran partikel senyawa hasil sintesis. Analisa selanjutnya dengan menggunakan SEM-EDX dengan menembakkan sinar X pada target yang diinginkan sehingga muncul puncak-puncak yang menunjukkan unsur yang terkomposisi di dalam serbuk. Dengan sistem EDX dapat diketahui komposisi, morfologi, distribusi ukuran partikel.

3.5 Analisis Data Penelitian

3.5.1 Distribusi Warna Pigmen

Pigmen maghemit 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 distribusi warna yang dihasilkan. Cara mencari nilai C^* dan H^0 didapat dengan menggunakan persamaan :

$$C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} \dots\dots\dots(3.5)$$

$$H^0 = \tan^{-1} (b^* / a^*) \dots\dots\dots(3.6)$$

jika $a^* > 0$ dan $b^* > 0$

Keterangan :

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

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

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

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

3.5.2 Struktur dan Ukuran Kristal

Produk yang telah dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) akan menghasilkan difraktogram. Berdasarkan difraktogram akan diperoleh nilai 2θ dan β (lebar setengah puncak) yang kemudian digunakan untuk menghitung ukuran kristal melalui persamaan *debye-scherrer*. Struktur dari produk diketahui melalui kesesuaian puncak-puncak khas yang terbentuk dengan standar.

3.5.3 Morfologi, Distribusi Ukuran Partikel, dan Komposisi

Hasil karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDX) berupa morfologi pigmen, distribusi ukuran partikel dan komposisi dari serbuk pigmen hasil sintesis. Hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDX berupa puncak-puncak unsur yang terkandung di dalam serbuk pigmen hasil sintesis sehingga dapat diinformasikan secara kuantitatif dari persentasi komposisi serbuk pigmen hasil sintesis. Hasil dibandingkan dengan penelitian terdahulu.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Limbah Besi Bubut

Sampel limbah besi bubut yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah besi hasil kegiatan pembubutan yang berlokasi di bengkel bubut jalan Ahmad Yani Kecamatan Blimbing Kota Malang. Limbah hasil pembubutan ini memiliki bentuk fisik spiral berwarna abu-abu. Nilai kadar unsur Fe dalam limbah besi bubut diketahui dengan karakterisasi menggunakan instrumen *X-Ray Fluorescence* sebagaimana yang ditunjukkan Tabel 4.1 berikut.

Tabel 4.1. Komposisi unsur dalam limbah besi bubut menggunakan XRF.

Unsur	Jumlah (%)
Si	0.69
Ca	0.41
Sc	0.030
Cr	0.0090
Mn	0.22
Fe	98.21
La	0.010
Ir	0.33

Hasil analisa XRF (tabel 4.1) menunjukkan unsur logam besi (Fe) sangat mendominasi dengan kandungan sebesar 98.21 %. Hal tersebut menunjukkan bahwa selain kandungan unsur besi (Fe) yang tinggi dalam limbah besi bubut, ditemukan beberapa kandungan unsur lain yang jumlahnya relatif kecil. Hal ini disebabkan karena sampel limbah besi bubut yang digunakan berasal dari hasil industri pembubutan logam, sehingga tidak hanya mengandung unsur logam besi

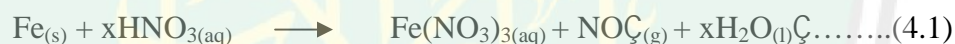
saja. Preparasi sampel limbah besi bubuk dilakukan dengan cara memperkecil ukuran menjadi serbuk menggunakan alat grinda sehingga mempersingkat proses pelarutan limbah tersebut dengan pelarut asam. Setelah besi berubah menjadi bentuk serbuk, untuk membedakan Fe dengan unsur lain maka dilakukan pemisahan menggunakan magnet, sehingga yang menempel pada magnet merupakan logam yang menjadi sampel target penelitian. Sampel ini berbentuk serbuk berwarna hitam dan sangat mudah menempel pada magnet. Dengan didapatkannya serbuk besi yang kecil ukurannya dan sedikit pengotor mengakibatkan pelarutan sampel menjadi lebih mudah dan cepat.

4.2 Pembuatan Prekursor

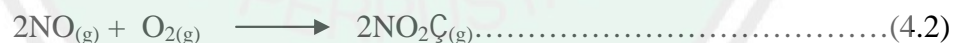
Prekursor *ferric* dan *ferrous* dibuat melalui proses destruksi terbuka menggunakan pelarut asam. Pelarut yang digunakan untuk membuat prekursor *ferric* (Fe^{3+}) pada penelitian ini adalah asam nitrat (HNO_3 15 %) dan asam klorida (HCl 38 %). Prekursor *ferrous* (Fe^{2+}) dibuat dengan menggunakan pelarut asam sulfat (H_2SO_4 30 %) dan asam klorida (HCl 25 %). Destruksi dilakukan dengan melarutkan 10 gram serbuk limbah besi bubuk ke dalam 100 mL pelarut masing-masing. Proses destruksi tersebut bertujuan untuk memutus ikatan logam Fe (besi) dalam struktur sampel limbah besi, sehingga ion-ion Fe dapat terpisah dari unsur-unsur lain. Putusnya ikatan Fe pada ditandai dengan larutnya sampel serbuk besi dalam pelarut asam dan setelah dikisatkan terbentuk garam besi. Keberadaan Fe^{2+} dan Fe^{3+} diketahui melalui uji NaOH . Adanya kebenaran Fe^{2+} diketahui saat terjadi endapan putih dan Fe^{3+} terjadi endapan coklat.

4.2.1 Pembuatan Prekursor *Ferric* (Fe^{3+})

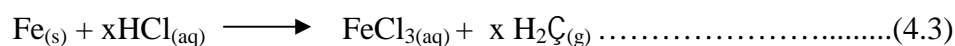
Pembuatan prekursor *ferric* yang pertama menggunakan pelarut asam nitrat (HNO_3 15%). Konsentrasi asam nitrat pekat 65 % diturunkan menjadi 15 % karena pada pelarut pekat kurang bisa bereaksi terhadap logam besi yang membuat sulit larut. Ketika konsentrasi pelarut diturunkan, logam besi semakin reaktif larut. Asam nitrat dapat mengoksidasi logam besi (Fe) menjadi bentuk ion *ferric* (Fe^{3+}) dalam garam $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Pembentukan garam ini terjadi ketika larutan kawat yang ditandai dengan terbentuknya garam berwarna coklat bertekstur seperti lumpur. Garam tersebut dalam bentuk padatan seharusnya berwarna biru muda (Merck, 2009). Pada saat pelarutan awalnya berwarna biru tetapi setelah kawat berwarna coklat. Hal ini kemungkinan akibat reaksi asam nitrat dengan besi. Proses tersebut ditunjukkan melalui persamaan reaksi 4.1 berikut:



Berdasarkan Vogel (1990), reaksi antara asam nitrat dan besi dapat menghasilkan gas NO_2 yang berwarna coklat. Gas tersebut dihasilkan dari gas NO yang bereaksi dengan O_2 di udara. Reaksi tersebut sesuai dengan persamaan reaksi 4.2 berikut:

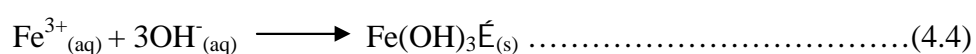


Pembuatan prekursor *ferric* yang kedua menggunakan pelarut asam klorida pekat (HCl 38 %). Asam klorida dapat mengoksidasi logam besi (Fe) menjadi bentuk ion *ferric* (Fe^{3+}) dalam bentuk garam FeCl_3 . Proses tersebut ditunjukkan pada persamaan reaksi 4.3 berikut:



Menurut Vogel (1990), dijelaskan bahwa pelarut asam klorida pekat dapat melarutkan besi. Besi yang terlarut oleh asam klorida menghasilkan garam besi (III) atau *ferric* dalam bentuk FeCl_3 . Kation-kation besi (III) atau Fe^{3+} menggunakan pelarut HCl ditandai dengan warna kuning muda dalam larutannya, dan memiliki endapan berwarna putih kehijauan. Setelah dikisatkan larutan berubah padat menjadi bentuk kristal berwarna coklat. Hasil ini sesuai dengan penjelasan Vogel yaitu terbentuk larutan berwarna kuning muda dengan sedikit gelembung saat pelarutan yang menunjukkan adanya gas hidrogen dan berwarna coklat setelah dikisatkan sesuai dengan data bahan besi(III)klorida yang juga berwarna coklat (Merck, 2019).

Pelarut asam nitrat dan asam klorida berperan sebagai oksidator kuat yang dapat mengoksidasi Fe menjadi Fe^{3+} , sehingga mengubah bilangan oksidasi (biloks) 0 menjadi 3+. Hasil destruksi dengan pelarut asam nitrat menghasilkan prekursor berwarna coklat dan bertekstur lengket seperti lumpur yang ditunjukkan pada gambar 4.1(a). Hasil destruksi dengan pelarut asam klorida pekat 38% menghasilkan prekursor berwarna coklat dan bertekstur kristal yang ditunjukkan pada gambar 4.2(a). Ion *ferric* (Fe^{3+}) dalam kedua jenis prekursor tersebut dapat diketahui dengan uji penambahan basa kuat NaOH yang ditandai dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan, seperti yang ditampilkan pada gambar 4.1(b) dan 4.2(b). Reaksi yang terjadi ditunjukkan oleh persamaan reaksi 4.4 berikut:





(a) (b)

Gambar 4.1 (a) prekursor *ferric* pelarut asam nitrat 15 % setelah dikisatkan, (b) hasil uji kualitatif Fe^{3+} dengan NaOH

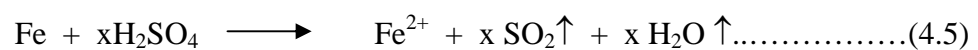


(a) (b)

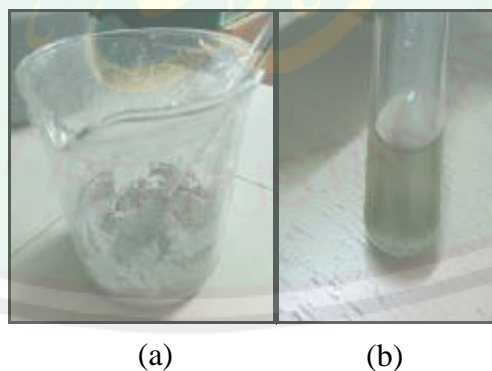
Gambar 4.2 (a) prekursor *ferric* pelarut asam klorida 38 % setelah dikisatkan, (b) hasil uji kualitatif Fe^{3+} dengan NaOH.

4.2.2 Pembuatan Prekursor *Ferrous* (Fe^{2+})

Pembuatan prekursor *ferrous* yang pertama menggunakan pelarut asam sulfat (H_2SO_4 30 %). Konsentrasi asam sulfat pekat (H_2SO_4 96 %) diturunkan menjadi 30 % dengan tujuan untuk memaksimalkan kelarutan limbah bubuk besi dalam pelarut asam sulfat, karena terjadi kepasifan pada besi ketika konsentrasi asam sulfat pekat. Asam sulfat menghasilkan ion *ferrous* (Fe^{2+}) dalam bentuk garam FeSO_4 . Proses tersebut ditunjukkan pada persamaan reaksi 4.5 berikut:



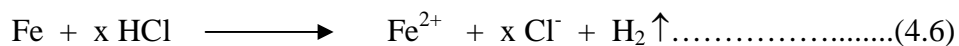
Reaksi tersebut sesuai dengan referensi menurut Vogel (1990) dan Legodi, De Waal (2007), bahwa pelarut asam sulfat pekat 96 % dalam keadaan suhu ruang sulit melarutkan besi. Setelah dilakukan penurunan konsentrasi menjadi 30 %, serbuk besi dapat terlarut secara baik. Besi yang terlarut oleh asam sulfat menghasilkan garam besi (II) atau *ferrous* dalam bentuk FeSO_4 . Garam besi (II) ini memiliki kestabilan lebih rendah dibandingkan garam besi (III) karena mudah teroksidasi oleh O_2 di udara. Keberadaan kation-kation besi (II) atau Fe^{2+} dalam larutannya ditandai dengan warna hijau kebiruan dan terdapat endapan warna putih. Hasil proses destruksi menghasilkan prekursor berwarna putih keabu-abuan dan bertekstur seperti lumpur yang ditunjukkan pada gambar 4.3(a). Hal ini secara teoritis sesuai dengan data bahan Merck (2019) yang menyebutkan bahwa besi(II)sulfat berwarna putih atau hijau biru. Ion *ferrous* (Fe^{2+}) dalam prekursor dapat diketahui dengan uji penambahan basa kuat NaOH yang ditandai dengan terbentuknya endapan putih, seperti yang ditampilkan pada gambar 4.3(b) berikut:



Gambar 4.3 (a) prekursor *ferrous* pelarut asam sulfat 30 % setelah dikisatkan, (b) hasil uji kualitatif Fe^{2+} dengan NaOH

Pembuatan prekursor *ferrous* yang kedua menggunakan pelarut asam klorida (HCl 25 %). Konsentrasi asam klorida pekat (HCl 38 %) diturunkan

menjadi 25 % karena untuk memaksimalkan kelarutan limbah bubuk besi dalam pelarut asam klorida menjadi prekursor *ferrous*.



Proses destruksi pada sampel limbah bubuk besi menunjukkan bahwa pelarut asam klorida encer berperan sebagai oksidator yang dapat mengoksidasi Fe menjadi Fe^{3+} . Hasil destruksi menghasilkan prekursor berwarna hijau dan bertekstur keras seperti kristal garam yang ditunjukkan pada gambar 4.4(a). Secara teoritis warna tersebut sesuai dengan data Merck (2019) yang menyebutkan bahwa FeCl_2 dalam bentuk kristal berwarna hijau muda. Munculnya warna kuning dalam prekursor disebabkan oleh oksidasi. Hal ini sesuai dengan penjelasan di Vogel (1990) bahwa semakin kurang asam larutan maka semakin mudah teroksidasi pada kondisi ruang. Ion *ferrous* (Fe^{2+}) dalam prekursor dapat diketahui dengan uji penambahan basa kuat NaOH yang ditandai dengan terbentuknya endapan putih, seperti yang ditampilkan pada gambar 4.4(b) berikut:



(a)

(b)

Gambar 4.4 (a) prekursor *ferrous* pelarut asam klorida 25 % setelah dikisatkan, (b) hasil uji kualitatif Fe^{2+} dengan NaOH.

4.3 Proses Sintesis Senyawa Pigmen Maghemit Nanopartikel

Tahapan sintesis senyawa pigmen maghemit ($\text{-Fe}_2\text{O}_3$) nanopartikel diawali dengan proses presipitasi, kemudian sonikasi, dan diakhiri kalsinasi. Proses presipitasi adalah tahapan awal sintesis dengan cara menambahkan basa NH_4OH (Amonium Hidroksida) ke dalam larutan prekursor. Campuran prekursor menggunakan perbandingan berat (*ferrous* : *ferric* = 2 : 1) dengan berat tiap satuan sebesar 10 gram atau dengan kata lain (*ferrous* : *ferric* = 20 gram : 10 gram). Variasi pelarut ditunjukkan pada tabel 4.2 berikut.

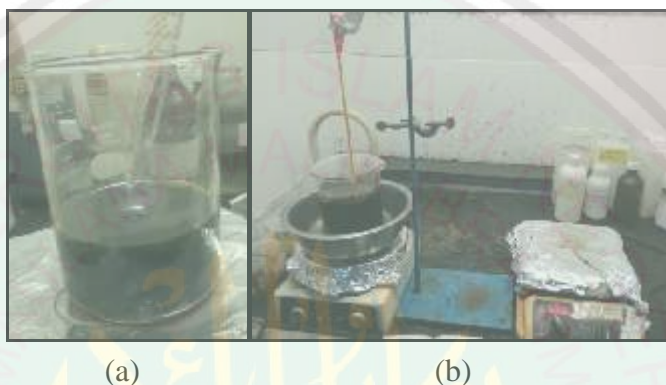
Tabel 4.2 Variasi Campuran Prekursor

Perlakuan sintesis	Variasi Prekursor (<i>ferrous</i> : <i>ferric</i>)
A	FeCl_2 : $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$
B	FeSO_4 : $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$
C	FeSO_4 : FeCl_3

Masing-masing perlakuan terdiri dari campuran dua prekursor seperti pada tabel 4.2. Campuran tersebut kemudian dilarutkan dengan aquademineral yang bertujuan untuk memperkecil keberadaan pengotor selama proses sintesis berlangsung, sehingga diharapkan produk yang diperoleh relatif murni. Pada tahapan ini garam-garam besi dapat terurai menjadi ion-ion oleh aquademineral.

Metode presipitasi dilakukan dengan menambahkan NH_4OH 25 % sebagai zat pengendap. Endapan yang terbentuk berwarna hitam pekat seperti yang ditunjukkan oleh gambar 4.5 (a). Setelah proses ini, sintesis dilakukan dengan dipanaskan pada suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$ konstan dan distirrer ± 500 rpm selama 60 menit. Suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$ ini digunakan karena menurut Legodi dan wall (2006), pada suhu tersebut merupakan suhu pembentukan fasa magnetit (Fe_3O_4). Kemudian, perlakuan stirrer sangat berpengaruh terhadap pembentukan hasil sintesis,

sehingga digunakan kecepatan ± 500 rpm, karena pada posisi itu relatif stabil tidak terlalu lambat dan tidak terlalu cepat. Ketika sintesis selama 60 menit, kendala yang terjadi adalah sulitnya pengkondisian suhu konstan, maka harus dilakukan pengaturan suhu antara termometer secara cermat. Proses sintesis tersebut ditunjukkan oleh gambar 4.5 (b) berikut:



Gambar 4.5 (a) penambahan NH_4OH pada campuran prekursor, (b) proses sintesis pembentukan fasa magnetit (Fe_3O_4).

Sintesis selama 60 menit telah menghasilkan endapan hitam magnetit yang memiliki sifat kemagnetan. Sifat tersebut diketahui dengan menempelkan magnet di dinding gelas untuk melihat daya magnetik endapan. Setelah sintesis dilakukan, larutan didiamkan pada suhu ruang selama 20 jam dengan tujuan untuk memaksimalkan kristalisasi fasa hitam magnetit. Pendiaman selama 20 jam selain mendinginkan larutan, juga memberikan waktu pembentukan fasa magnetit untuk benar-benar mengendap dan mengkristal. Kondisi ini menunjukkan pH larutan dalam kondisi basa yaitu pada pH 11. Hal tersebut sesuai dengan diagram Pourbaix Besi (Eisele dan Gabby, 2014) sebagaimana dijelaskan dalam bab 2.

Senyawa maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) diperoleh melalui fasa magnetit (Fe_3O_4). Magnetit dihasilkan setelah melalui proses sintesis pada pH reaksi 11-12 sesuai

dengan stabilitas pembentukan magnetit terhadap keasaman larutan. Pada proses ini dilakukan penetralan pH dari 11 menjadi 7. Penetralan larutan dilakukan selain menurunkan pH juga berguna untuk menghilangkan bau amoniak yang beraroma tajam.

Larutan yang netral menandakan bahwa telah siap dilakukan proses pengambilan residu. Residu diambil dengan cara dekantasi larutan hingga filtrat terbuang dan menyisakan residu hitam magnetit. Endapan hitam dipindahkan ke dalam erlenmeyer sebagai persiapan proses sonikasi. Sebelum sonikasi, endapan dicampur dengan polietilen glikol 400 (PEG-400) berbentuk cair yang berfungsi sebagai *directing agent* pada proses pembentukan nanopartikel ketika dilakukan sonikasi. Pada awalnya penelitian ini memakai PEG-6000 yang berbentuk padatan, tetapi karena harganya mahal dan harus mencairkan terlebih dahulu, maka diganti menggunakan PEG-400 berbentuk cair yang secara fungsi sama sebagai *directing agent* dan harganya jauh lebih murah.

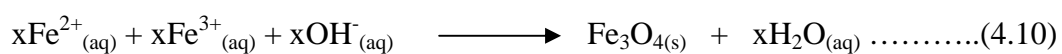
Sonikasi bekerja dengan cara iradiasi gelombang ultrasonik berfrekuensi sangat tinggi ke dalam larutan sampel. Ketika partikel magnetit dalam PEG diiradiasi dengan gelombang ultrasonik, terjadi tumbukan antar partikel bertekanan tinggi yang mempengaruhi ukuran partikel itu sendiri. Getaran yang dihasilkan sonikator memberikan pengaruh sangat kuat pada larutan, sehingga mengakibatkan molekul penyusunnya pecah dan ikatannya putus. Gelombang ultrasonik meningkatkan kereaktifan dan bertindak sebagai katalis dalam sistem, sehingga atom-atom dan molekul lebih reaktif bertumbukan. Proses sonikasi ini dilakukan selama 3 jam dengan suhu 65 °C, mengacu pada penelitian Firnando dan Astuti (2015) yang berhasil membentuk nanopartikel magnetit.

Larutan hasil sonikasi kemudian disaring menggunakan kertas saring halus dan vakum. Penyaringan ini dilakukan hingga seluruh filtrat terpisahkan dengan residunya. Residu hitam magnetit yang diperoleh, selanjutnya didiamkan pada suhu ruang hingga mengering. Endapan kering tersebut dalam beberapa hari akan berubah menjadi serbuk hitam magnetit seperti yang ditunjukkan oleh gambar 4.6. Pigmen magnetit ditandai dengan warna hitam yang pekat dan memiliki sifat kemagnetan yang sangat tinggi, sehingga tertarik kuat ketika ditempelkan pada sebuah magnet.



Gambar 4.6 Serbuk hitam magnetit

Proses pembentukan fasa target yaitu fasa maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dilakukan melalui tahap kalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu $350\text{ }^\circ\text{C}$ selama 3 jam. Hasil yang diperoleh setelah kalsinasi yaitu serbuk pigmen berwarna kecoklatan yang diduga sebagai senyawa target maghemit seperti pada gambar 4.7 (a), (b), (c). Reaksi yang terjadi saat transformasi Magnetit (Fe_3O_4) menjadi maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ditunjukkan pada persamaan reaksi 4.10 dan 4.11 berikut (Cornell dan Schwertmann., 2003).





Gambar 4.7 Hasil sintesis pigmen Maghemit menggunakan variasi prekursor (a) $\text{FeCl}_2 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, (b) $\text{FeSO}_4 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, (c) $\text{FeSO}_4 : \text{FeCl}_3$

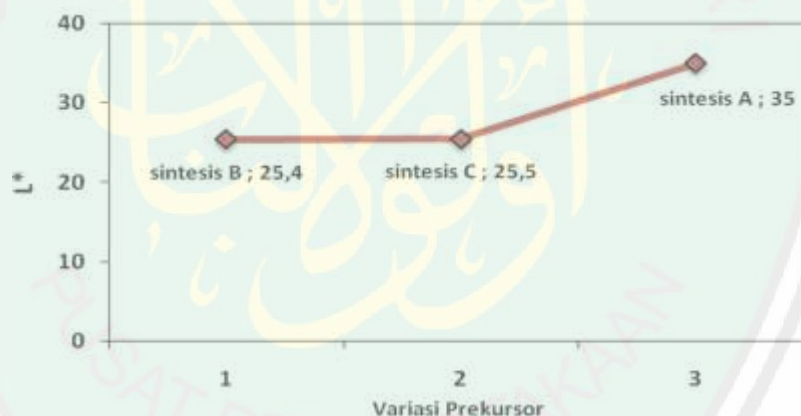
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader*

Karakterisasi warna hasil sintesis maghemit bertujuan untuk mengetahui tingkat warna pigmen yang dihasilkan dari produk akhir sintesis menggunakan *Colorimetri Coordinat L*a*b**. Koordinat a^* merupakan variasi tingkat warna hijau hingga merah dan b^* menunjukkan tingkat warna biru hingga kuning. L^* (value) merupakan nilai derajat kecerahan, C^* (chroma) merupakan nilai intensitas kemurnian warna, dan H° (hue) adalah corak warna.

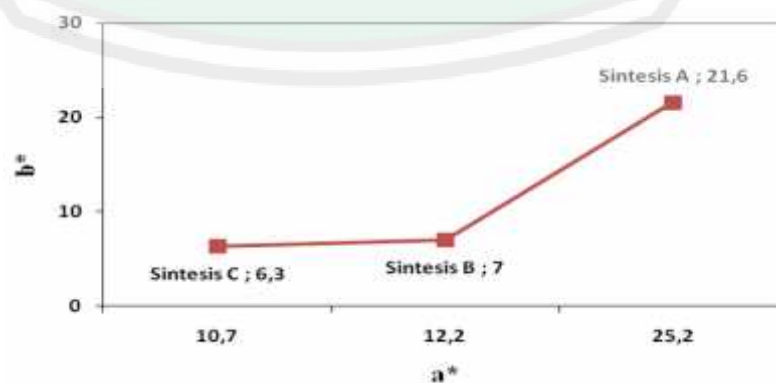
Pengujian warna pigmen hasil sintesis ini dilakukan menggunakan 6 sampel yang terdiri dari 3 sampel hasil sebelum kalsinasi yang diduga fase magnetit dan 3 sampel hasil setelah kalsinasi yang diduga sebagai maghemit. Hasil sebelum kalsinasi yang diduga magnetit memiliki derajat kecerahan (L^*) yang masih tinggi dengan nilai berturut-turut pada sintesis A, B, C sebesar 32,6; 30,1; dan 25,3. Nilai tersebut masih berada di *range* maghemit 25-37 dan seharusnya magnetit memiliki nilai L^* berada di bawah 25. Hal ini kemungkinan disebabkan karena perubahan fasa maghemit yang terjadi lebih cepat pada suhu ruang sebelum dilakukan kalsinasi. Prediksi awal keberadaan senyawa maghemit hasil sintesis dapat dilakukan dengan membandingkan nilai warna hasil *color reader* dengan

standar maghemit. Hasil warna terbaik dari hasil sintesis maghemit menggunakan 3 variasi prekursor ini ditampilkan pada Gambar 4.7 dan hasil perhitungan nilai warnanya ditunjukkan pada Lampiran 5.

Pigmen maghemit hasil sintesis dari limbah besi bubut ini menunjukkan kecerahan yang cenderung menurun dari perlakuan variasi pelarut pertama hingga kedua dan relatif sama pada variasi pelarut kedua hingga ketiga. Gambar 4.9 menunjukkan grafik perbedaan derajat kecerahan (L^*) warna hasil sintesis. Variasi prekursor A ($\text{FeCl}_2 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) memiliki nilai paling tinggi dibandingkan variasi prekursor B ($\text{FeSO}_4 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) dan C ($\text{FeSO}_4 : \text{FeCl}_3$). Standar nilai L^* maghemit adalah berada pada nilai 25-37, yang artinya L^* hasil sintesis A, B, dan C seluruhnya masuk pada standar maghemit.



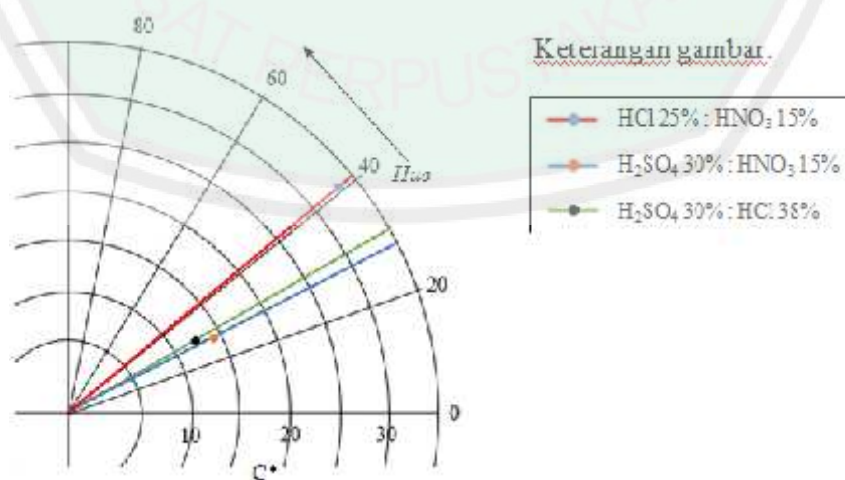
Gambar 4.8 Grafik perbandingan variasi pelarut dan nilai L^*



Gambar 4.9 Grafik perbandingan nilai a^* dan b^*

Berdasarkan Gambar 4.10 di atas dapat diketahui bahwa tingkat warna biru-kuning (b^*) semakin menurun berurutan dari sintesis B, dan C. Menurunnya nilai b^* mendekati titik 0 menunjukkan bahwa warna semakin mendekati ke tingkat biru. Berbeda dengan sintesis A yang cenderung nilai b^* naik yang menunjukkan lebih ke kuning. Tingkat warna hijau-merah (a^*) pada sintesis B dan C setelah kalsinasi cenderung turun mendekati titik 0 yang artinya semakin menuju ke warna hijau, sedangkan pada sintesis ke A terjadi kenaikan nilai a^* yang berarti lebih ke warna merah.

Nilai L^* , C^* , H^0 sangat menentukan kesesuaian warna senyawa hasil sintesis dengan standar maghemit. Nilai L^* pada data ketiga senyawa hasil sintesis menunjukkan kesesuaiannya dengan standar, yang mana standar L^* maghemit adalah 25-37. Hasil sintesis ketiganya berada pada range L^* standar maghemit. Grafik hasil analisa *color reader* pada Gambar 4.11 menunjukkan bahwa nilai H^0 (corak warna) senyawa maghemit setelah kalsinasi semuanya cenderung di bawah nilai standar, dimana standar H^0 maghemit adalah 61-72, yang artinya corak warna senyawa terjadi penurunan.

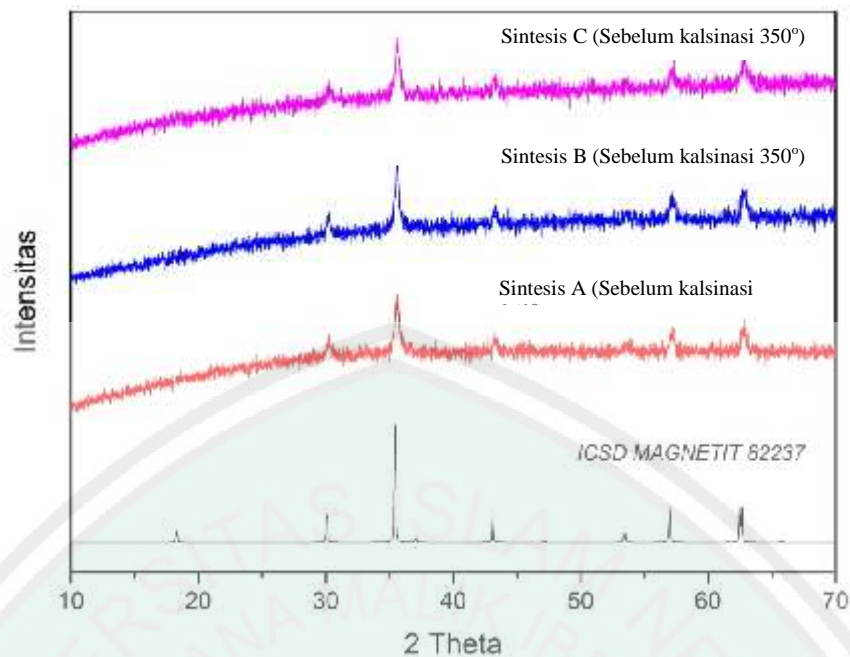


Gambar 4.10 Diagram perbandingan nilai C^* dan H^0

Penentuan hasil sintesis maghemit terbaik secara spesifik dapat ditentukan dari nilai *chroma* (C*). Nilai C* yang ditunjukkan oleh ketiga hasil sintesis pada Gambar 4.11 di atas tidak ada yang secara pasti berada di *range* standar. Nilai standar C* maghemit adalah 15-24. Berdasarkan perbandingan hasil dengan standar warna maghemit, hanya senyawa hasil sintesis B yang menunjukkan nilai paling mendekati standar maghemit. Hal tersebut juga didukung dengan data difraktogram senyawa maghemit ke-2 yang intensitas puncaknya sangat tinggi. Korelasi terjadi antara intensitas puncak difraktogram hasil XRD dengan nilai C* (Chroma) hasil *Color Reader* yang mengartikan bahwa semakin tinggi kristalinitas senyawa maghemit maka kemurnian warna pigmen yang dihasilkan semakin tinggi atau semakin mendekati standar warna pigmen maghemit.

4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD (Difraksi Sinar-X)

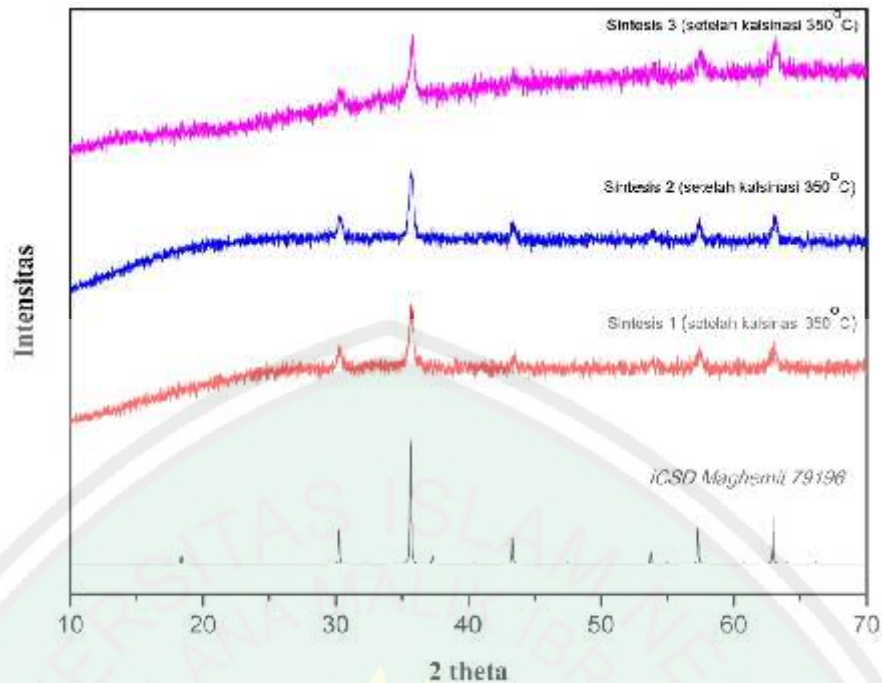
Karakterisasi senyawa dengan instrumen XRD bertujuan untuk mengetahui perubahan struktur senyawa hasil sintesis berdasarkan standar yang telah ditentukan dan untuk mengetahui kristalinitas senyawa hasil sintesis. Pola difraktogram hasil analisa dibandingkan dengan standar ICSD (*International Centre for Standard Diffraction*) nomor 82237 untuk hasil sebelum kalsinasi dan ICSD nomor 79196 untuk hasil setelah kalsinasi yang diduga sebagai maghemit. Pemilihan standar terbaik berdasarkan analisa posisi puncak 2 menggunakan program Origin. Pola difraksi pada senyawa hasil sintesis sebelum kalsinasi ditunjukkan pada gambar 4.9.



Gambar 4.11 Perbandingan difraktogram magnetit (Fe_3O_4) pada hasil sintesis A, B, dan C dengan standar ICSD No.82237.

Hasil analisa menunjukkan bahwa puncak-puncak yang terbentuk identik dengan standar magnetit. Hal itu dibuktikan dengan posisi puncak tertinggi berurutan dari sintesis A, B, C berada pada $2\theta = 35,5514; 35,6445; 35,5619$. Tiga posisi 2θ tersebut sesuai dengan puncak tertinggi standar magnetit yang berada pada $2\theta = 35,46$. Selain itu, parameter penentuan pola difraksi magnetit ditentukan oleh kemunculan puncak-puncak khas magnetit seperti pada posisi $2\theta = 62,64$ yang pada fasa maghemit puncak tersebut bergeser ke $2\theta = 63$ dengan tinggi puncak yang bertambah tinggi.

Hasil XRD pada Gambar 4.13 menunjukkan pola difraksi yang sesuai dengan senyawa maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) hasil sintesis menggunakan variasi pelarut dengan metode sonikasi dan kalsinasi.



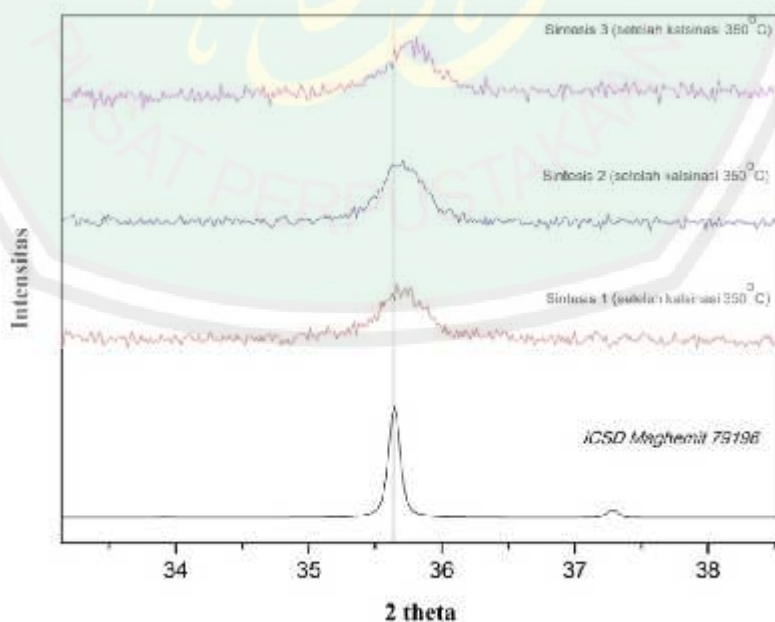
Gambar 4.12 Hasil perbandingan difraktogram maghemit (γ - Fe_2O_3) pada hasil sintesis A, B, dan C dengan standar ICSD No.79196.

Berdasarkan pola difraksi XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4.13 bahwa puncak yang muncul memiliki kesesuaian yang signifikan pada variasi pelarut dengan suhu kalsinasi yang sama $350\text{ }^\circ\text{C}$. Hasil yang ditunjukkan difraktogram pada ketiga sampel sesuai dengan standar ICSD No.79196 yang memiliki struktur kubik. Standar menunjukkan puncak tertinggi berada di posisi $2\theta = 35,64$ yang merupakan ciri khas dari pola difraksi fasa maghemit (γ - Fe_2O_3). Posisi puncak tertinggi pada ketiga sampel berada pada 2θ berturut-turut dari sintesis A, B, C yaitu $35,7091$; $35,6503$; $35,7364$. Hal ini menunjukkan bahwa masing-masing variasi hasil sintesis diduga kuat merupakan fasa γ - Fe_2O_3 .

Hasil difraktogram yang telah dianalisa menggunakan Origin pada Gambar 4.13 selanjutnya dilakukan perbesaran pada posisi puncak tertinggi di $2\theta = 35,64$ yang ditunjukkan oleh gambar 4.14. Berdasarkan gambar tersebut dapat diketahui

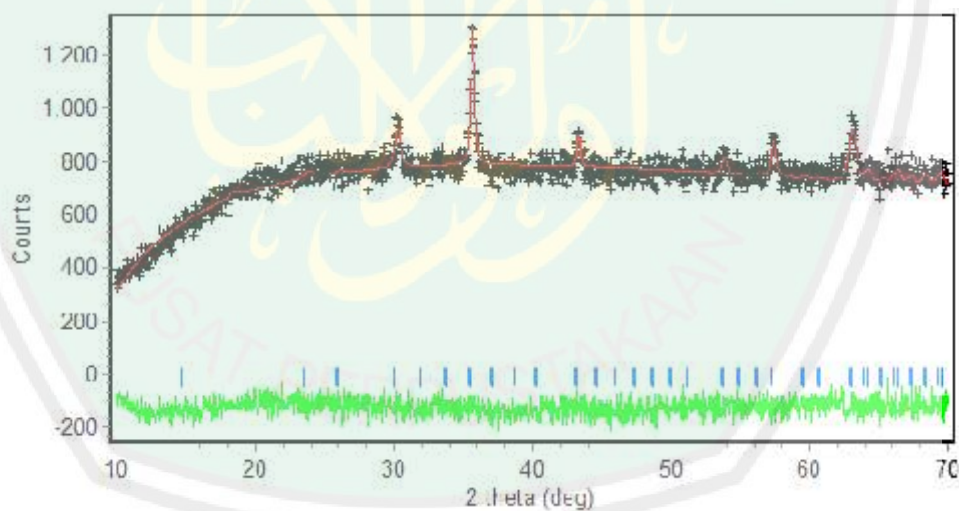
bahwa pada sintesis A dan sintesis C mengalami sedikit pergeseran ke arah 2θ yang lebih besar, sedangkan pada sintesis B relatif sesuai dengan standar dengan hanya selisih 2θ sebesar 0,0103. Pergeseran 2θ ini kemungkinan disebabkan oleh pergeseran parameter sel kisi kristal dan beberapa jenis cacat dalam kisi kristal maghemit (Muller, 2015).

Penetapan bahwa sintesis B ($\text{FeSO}_4 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) adalah yang terbaik, juga diperkuat dengan adanya pergeseran dan kenaikan tinggi puncak dari fasa magnetit sebelum kalsinasi ke fasa maghemit setelah kalsinasi pada $2\theta = 63,0372$. Kenaikan tinggi puncak pada 2θ tersebut menjadi salah satu parameter ditentukannya fasa maghemit setelah dilakukan analisa karakter standar ICSD magnetit nomor 82237 dan ICSD maghemit nomor 79196. Pada pola-pola perubahan puncak dari kedua standar tersebut, diketahui bahwa telah terjadi kenaikan tinggi puncak pada posisi $2\theta = 62,64$ ke $2\theta = 62,94$. Perubahan karakter puncak di range $2\theta = 62-63$ tersebut hanya terjadi pada hasil sintesis B.



Gambar 4.13 Hasil perbesaran satu puncak tertinggi pada tiga hasil sintesis maghemit dengan variasi pelarut.

Proses karakterisasi berikutnya dilakukan *refinement* menggunakan program Rietica untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dalam struktur maghemit hasil sintesis dengan variasi pelarut. *Refinement* menggunakan metode *Le Bail* yang menghasilkan derajat kesesuaian yang tinggi antara data observasi dan perhitungan. Data pertama yang digunakan dalam proses *Refinement* senyawa hasil sintesis adalah Maghemit dengan ruang grup P 43 3 2 standar ICSD No.79196, kisi Kristal berbentuk kubik dengan parameter sel ($a, b, c = 8,347 \text{ \AA}$), dan nilai $Z=4$. Hasil *Refinement* ditunjukkan pada Gambar 4.15 berikut untuk hasil sintesis B sebagai hasil karakterisasi *Color Reader* dan XRD terbaik. Parameter sel satuan yang diperoleh dari hasil *Refinement* ditampilkan pada tabel 4.4.



Gambar 4.14 Hasil *Refinement* Difraktogram Hasil Sintesis B Maghemit dengan variasi pelarut H_2SO_4 30 % : HNO_3 15 %.

Gambar 4.15 di atas dapat dianalisa lebih lanjut menghasilkan data *Refinement* yang ditunjukkan pada Tabel 4.4. Hasil *Refinement* menunjukkan bahwa senyawa maghemit yang disintesis dengan variasi pelarut tidak merubah

ruang grup maghemit itu sendiri yaitu tetap P 43 3 2 dengan kisi kristal kubik dan satuan asimetrik ($Z= 1$). Data yang paling menentukan dalam memberi informasi perubahan struktur adalah nilai Rp dan Rwp. Struktur kubik pada sampel hasil sintesis diketahui melalui nilai Rp dan Rwp yang lebih bagus dibandingkan nilainya pada struktur tetrahedral. Nilai Rp pada sintesis B berstruktur kubik sebesar 3,36 dan pada struktur tetrahedral sebesar 3,40. Nilai Rwp pada sintesis B berstruktur kubik sebesar 4,77 dan pada struktur tetrahedral sebesar 4,82. Berdasarkan nilai tersebut diketahui bahwa nilai yang lebih baik berada pada struktur kubik. Semakin kecil (mendekati 1) nilai parameter Rp dan Rwp maka hasil *Refinement* pada sampel hasil sintesis semakin bagus. Berdasarkan Tabel 4.4 di bawah dapat diperoleh informasi bahwa hasil sintesis maghemit dengan nilai Rp dan Rwp terkecil berada pada hasil sintesis B. Hal ini menunjukkan semakin kuat bahwa hasil sintesis B adalah yang terbaik menghasilkan senyawa Maghemit.

Tabel 4.3 Data Hasil *Refinement* Difraktogram Hasil Sintesis

Parameter	Standar*	Maghemit	Maghemit	Maghemit
		01(A)	02(B)	03(C)
Space Group	P 43 3 2	P 43 3 2	P 43 3 2	P 43 3 2
Formula unit (Z)	1	1	1	1
Struktur Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik	Kubik
A	8.347	8.373	8.327	8.376
B	8.347	8.373	8.327	8.376
C	8.347	8.373	8.327	8.376
Volume Sel	581.64	587.036	577.55	587.67
Rp		3.92	3.36	3.99
Rwp		5.62	4.77	5.15
GOF(x^2)		0.1254E+01	0.1331E+01	0.8302E+00

*Standar (Cornell dan Schwertmann, 2003)

Ukuran Kristal (*Crystallite Size*) sampel hasil sintesis diukur dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* dan diperoleh hasil sebagaimana pada

Tabel 4.5. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa ukuran kristal memiliki rata-rata sekitar 36,4 nm. Hal ini dikarenakan suhu kalsinasi yang digunakan adalah sama untuk ketiga pelarut. Berdasarkan perhitungan, bahwa suhu kalsinasi akan berpengaruh terhadap ukuran Kristal.

Tabel 4.4 Data Ukuran Kristal Senyawa Hasil Sintesis

Variasi Prekursor	Ukuran Kristal (nm)
A [FeCl_2 : $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$]	36,45
B [FeSO_4 : $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$]	36,41
C [FeSO_4 : FeCl_3]	36,42

Variasi pelarut dengan hasil ukuran kristal paling kecil ditunjukkan pada hasil sintesis dengan variasi prekursor B (FeSO_4 : $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) yaitu 36,41 nm. Hal ini berhubungan dengan nilai C^* (chroma) yang pada sintesis dengan variasi prekursor tersebut paling mendekati nilai standar warna maghemit. Nilai *chroma* mempengaruhi kristalinitas hasil sintesis. Ketika nilai C^* sesuai dengan range standar maghemit, maka kristalinitas maghemit semakin tinggi dan ukuran kristal menjadi semakin kecil.

4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM-EDX

Karakterisasi menggunakan instrumen SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dari senyawa Maghemit. Sampel terbaik yang dikarakterisasi adalah hasil sintesis dengan variasi prekursor B (FeSO_4 : $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$). Hasil SEM pada senyawa maghemit hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.16. Informasi gambar yang diperoleh diketahui bahwa morfologi sampel memiliki susunan partikel yang kurang merata dan kurang seragam ketika dilakukan perbesaran

hingga 200.000 kali. Hal tersebut membuktikan bahwa penambahan PEG-400 sebagai *directing agent* dalam metode sonikasi telah berhasil menjaga ukuran nanopartikel sehingga tetap seragam.

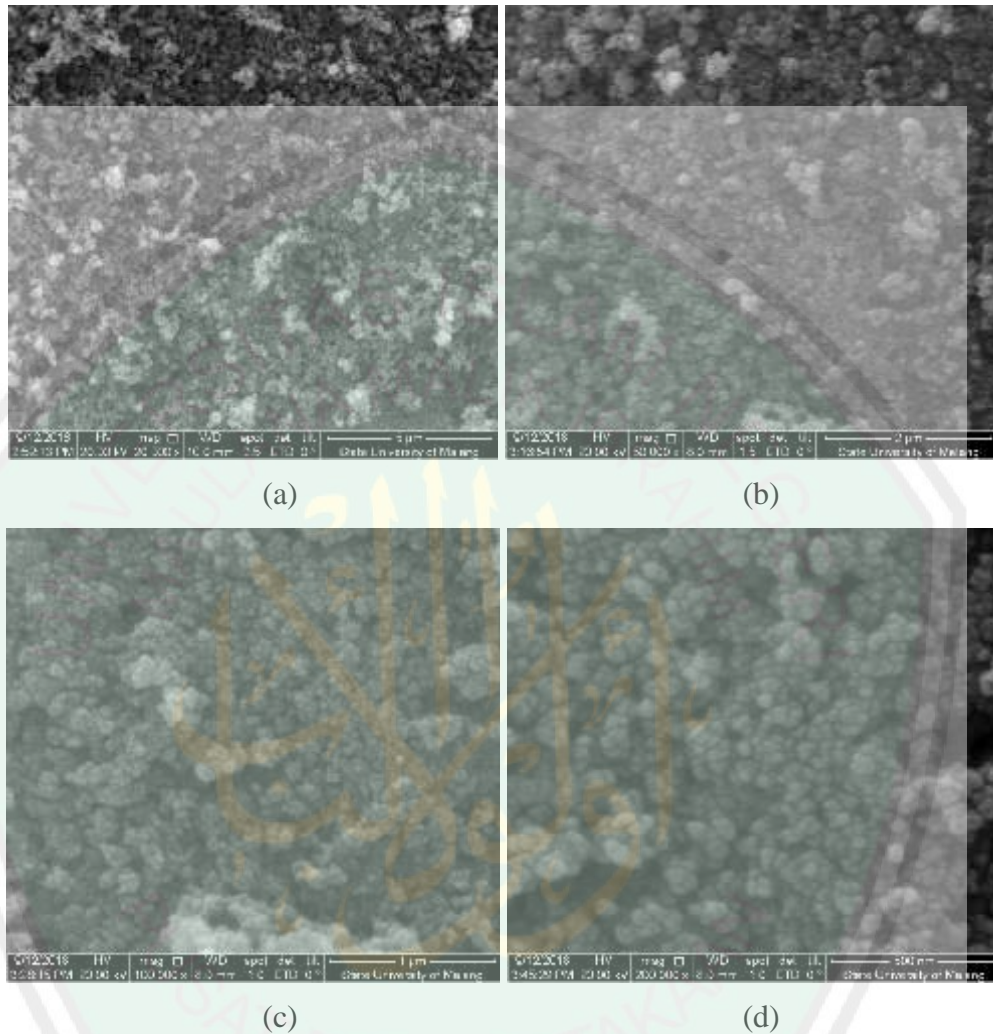
Hasil analisa SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung pada sampel hasil sintesis maghemit. Data Tabel 4.6 menunjukkan bahwa senyawa Maghemit hasil sintesis memiliki komposisi terbesar berupa unsur Fe (besi) dan O (oksigen), serta diketahui mengandung sedikit unsur Si (Silika). Keberadaan Silika dimungkinkan berasal dari komponen penyusun sampel limbah besi bubuk yang tidak dapat menjadi abu pada proses kalsinasi. Hal tersebut mengindikasikan bahwa adanya unsur Si pada hasil akhir disebabkan oleh faktor di dalam sampel awal. Si (silica) tetap ada walaupun berada pada suhu kalsinasi tinggi 350 °C, karena unsur Si memiliki titik leleh 1414°C.

Tabel 4.5 Komposisi unsur senyawa hasil sintesis dengan SEM-EDX

Sampel	Unsur (%)			Total
	Fe	O	Si	
Maghemit	76,37 %	23,20 %	0,43 %	100 %

Penampakan hasil analisis SEM pada gambar 4.15 terlihat bahwa ukuran partikel sangat kecil apabila ditinjau dari perbesaran hingga 200.000 kali. Terdapat perbedaan ukuran rata-rata pada partikel hasil sintesis dengan variasi prekursor A, B, dan C. Ukuran terkecil dihasilkan oleh sintesis B dengan ukuran 36,41 nm, diikuti dengan partikel sintesis C dengan ukuran 36,42, dan yang terakhir pada sintesis A dengan ukuran 36,45. Hal ini berhubungan dengan data grafik *color reader* perbandingan nilai a^* dan b^* pada gambar 4.10. Semakin kecil nilai a^* dan b^* maka nilai warna cenderung ke biru-hijau. Sedangkan pada

data sintesis A, menunjukkan nilai a^* dan b^* besar dan cenderung semakin menuju ke warna kuning-merah.



Gambar 4.15 Hasil analisis SEM senyawa Maghemit hasil sintesis ke-2 (a) Perbesaran 20.000 kali, (b) Perbesaran 50.000 kali, (c) Perbesaran 100.000 kali, (d) Perbesaran 200.000 kali

Tingkat warna setiap partikel memiliki panjang gelombang (λ) tertentu yang mempengaruhi energi dan ukuran partikel itu sendiri. Panjang gelombang warna biru 490 nm, hijau 520 nm, kuning 576 nm, dan merah 700 nm (Suyatna, 2009). Apabila dikaitkan dengan rumus energi $E = h \cdot \nu = h \cdot c / \lambda$, maka akan diperoleh

korelasi berbanding terbalik antara panjang gelombang dan energi partikel. Ketika partikel maghemit memiliki nilai a^* dan b^* yang semakin ke titik warna biru-hijau maka panjang gelombangnya semakin kecil, hal ini mengartikan bahwa energi partikel yang dihasilkan semakin besar. Ketika energi partikel yang bertumbukan besar, ukuran partikelnya tentu semakin kecil karena semakin reaktif. Hubungan ukuran partikel, energi, panjang gelombang, dan warna ini, sesuai dengan nilai a^* dan b^* hasil sintesis A, B, C pada grafik 4.10. Pada grafik tersebut sintesis B dan C memiliki nilai warna berada pada titik biru-hijau, sehingga ukuran partikel yang dihasilkan paling kecil dibandingkan partikel hasil sintesis A yang berada di titik warna kuning-merah.

4.7 Perspektif Islam Tentang Pemanfaatan Limbah Besi Hasil Industri Bubut Sebagai Pigmen Maghemit

Perkembangan industri logam besi sangat pesat seiring permintaan pasar. Besi yang pada dasarnya berasal dari alam, diolah menjadi berbagai produk industri seperti kendaraan, mesin, perlengkapan rumah tangga, dan sejenisnya. Hal ini membuka peluang bengkel bubut untuk menerima permintaan dalam pembuatan komponen berbahan besi. Semakin banyaknya produksi pembubutan besi, menimbulkan masalah serius yakni menumpuknya limbah besi hasil pembubutan. Apabila limbah besi ini tidak didaur ulang, maka akan berdampak pada timbulnya pencemaran lingkungan yang merugikan bagi kehidupan mahluk hidup.

Berbagai cara dilakukan untuk mendaur ulang limbah besi bubut ini guna merubahnya menjadi hal yang lebih bermanfaat. Salah satunya dengan mensintesis pigmen maghemit dari limbah besi bubut. Pigmen maghemit yang

nantinya berhasil disintesis, dapat menaikkan nilai dari limbah tersebut. Misalnya, dapat digunakan untuk bahan baku cat, katalis, elektronik, dan lain-lain. Hal ini merupakan langkah bijaksana dalam merubah limbah besi yang awalnya bisa mencemari lingkungan menjadi produk yang bernilai tinggi. Sesuai dengan langkah tersebut, Allah Subhanahuwata'ala telah berfirman dalam surah ali-Imron ayat 190-191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ
لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ
السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ
النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal*”, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “*Ya Rabb kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka.*” (QS. ali ‘Imron : 190-191)

Menurut Shihab (2005) dalam tafsir al-Misbah dijelaskan bahwa pada ayat 190 berisi tentang berbagai penciptaan Allah yang Maha Agung meliputi segala sesuatu yang ada di langit dan bumi untuk memberikan petunjuk bagi orang-orang yang mau memikirkannya. Allah Subhanahuwata'ala dalam ayat 191 juga menjelaskan tentang ulul albab. Kaum ulul albab pada ayat ini adalah orang-orang yang senantiasa tidak melepaskan berdzikir dalam berpikir, dan menjadikannya sebuah kesatuan dalam mempelajari berbagai ciptaan-Nya.

Allah Subhanahuwata'ala telah menciptakan semua yang ada di langit dan bumi dengan manfaatnya. Tidak ada yang sia-sia satupun di alam semesta ini yang Allah ciptakan. Maka dari itu, sebagai kaum yang berakal, manusia ditugaskan untuk berdzikir dan berpikir mempelajari segala yang ada di alam semesta ini. Sesuai dengan penelitian ini yang memanfaatkan limbah besi yang awalnya dianggap tidak bermanfaat dan mencemari lingkungan. Hal ini membuktikan bahwa limbah besi yang tidak berharga dapat menjadi pigmen maghemit yang bernilai jual tinggi.

Allah telah memberi petunjuk melalui penelitian ini bahwa besi yang Allah ciptakan bukanlah hal yang sia-sia diciptakan, tetapi dapat memberikan banyak manfaat bagi kemaslahatan ummat apabila diolah dengan seksama. Besi memiliki berbagai keistimewaan dibandingkan logam lain. Kekuatan besi menjadi peringatan bagi manusia untuk senantiasa memiliki keimanan yang kokoh seperti besi. Sebagaimana firman Allah Subhanahuwata'ala dalam al-Qur'an surah al-Isra' ayat 50.

قُلْ كُونُوا حِجَارَةً أَوْ حَدِيدًا ﴿٥٠﴾

Artinya: "Katakanlah: "Jadilah kalian seperti batu atau besi." (QS. al-Isra':50)

Menurut Shihab (2005) dalam surah al-Isra' ayat 50, dijelaskan Allah Subhanahuwata'ala menurunkan besi di bumi agar manusia memanfaatkannya secara bijak dalam segala hal. Dalam tafsir al-Misbah dijelaskan bahwa konteks diturunkannya besi ini mengartikan bahwa besi yang memiliki banyak manfaat merupakan peringatan bagi manusia untuk selalu memperkuat keimanan seperti kuatnya besi. Besi yang bisa disintesis menjadi pigmen dalam penelitian ini

merupakan hikmah yang bisa diambil pelajaran untuk memperkokoh aqidah, keimanan, ketaqwaan, dan keislaman sebagai hamba Allah.

Sintesis pigmen maghemit dari limbah besi bubuk ini dapat dimaksimalkan hasilnya dengan membentuk nanopartikel. Hal ini bertujuan untuk membuat partikel pigmen dengan ukuran yang lebih kecil sehingga energi yang dihasilkan lebih besar. Dengan pigmen maghemit nanopartikel ini, akan lebih banyak manfaat yang dihasilkan. Salah satu aplikasi pigmen nanopartikel ini adalah digunakan untuk menjadi cat dengan daya tahan yang lebih tinggi dari berbagai kondisi lingkungan.

Hasil sintesis maghemit nanopartikel menunjukkan bahwa limbah besi bubuk telah berhasil disintesis menjadi pigmen maghemit berukuran nanopartikel. Uji warna hasil sintesis menghasilkan data nilai L^* , a^* , b^* , C^* , dan H° yang ditampilkan pada tabel lampiran 5. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa struktur kristal senyawa hasil sintesis pada ketiga variasi prekursor tergolong masih masuk dalam fasa maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Hasil senyawa yang terbaik dari ketiga variasi pelarut adalah hasil sintesis B. Ukuran kristal yang terbentuk secara berurutan sebesar 36,45 nm, 36,41 nm, dan 36,42 nm. Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa morfologi partikel seragam dengan bentuk partikel *spheric* (bulat). Senyawa hasil sintesis B juga diketahui mengandung unsur Si yang tidak ikut terabukan pada saat kalsinasi yang diduga merupakan unsur bawaan dari sampel awal. Hasil data karakterisasi tersebut memberikan suatu petunjuk bahwa setiap yang Allah ciptakan memiliki ukuran-ukuran tertentu sebagai ketentuannya. Sebagaimana firman Allah Subhanahuwata'ala dalam surah al-Hijr ayat 21.

وَإِنْ مِنْ شَيْءٍ إِلَّا عِنْدَنَا خَزَائِنُهُ وَمَا نُنزِّلُهُ إِلَّا بِقَدَرٍ مَّعْلُومٍ ﴿٢١﴾

Artinya: “Dan tidak ada sesuatupun melainkan pada sisi Kami-lah khazanahnya dan Kami tidak menurunkannya melainkan dengan ukuran yang tertentu”. (QS. Al-Hijr: 21)

Berdasarkan al-Qur’an surah al-Hijr ayat 21 di atas dijelaskan dalam tafsir Ibnu Katsir. Allah memberitahukan dalam ayat tersebut bahwa Allah adalah pemilik segala sesuatu. Segala sesuatu itu sangat mudah bagi-Nya, gudang segala sesuatu dengan segala macam itu berada di sisi-Nya. *Wa maa nunazziluHu illaa biqadarim ma’luum* (“dan Kami tidak menurunkannya melainkan dengan ukuran yang tertentu.”). Allah Subhanahuwata’ala menentukan ukuran dan kapasitas tertentu bagi makhluk berdasarkan hikmah-Nya. Dia pula sumber seluruh potensi dan kemampuan seluruh makhluk (Ar-Rifa’i, 2000).

Allah menurunkan setiap karunia-Nya dengan ukuran yang tepat, sebagaimana dijelaskan dalam surah al-Hijr ayat 21 ini, dengan menggunakan kata takdir yang berarti ukuran dan ketentuan. Meskipun demikian, dalam Tafsir al-Misbah diterangkan bahwa hal tersebut tidak bermakna mengabaikan peran manusia dalam meraih anugerah dan kenikmatan Ilahi. Ketika manusia berusaha, maka ia akan mendapatkan karunia tersebut. Secara alamiah, tanpa usaha dan kerja keras, anugerah Ilahi tidak akan tercapai (Shihab, 2002).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini, diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Variasi Prekursor terbaik diperoleh pada sintesis B yaitu $\text{FeSO}_4 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Pada variasi ini diperoleh derajat kristalinitas tertinggi dan ukuran kristal terkecil (nanometer) dengan ukuran partikel sebesar 36,41 nm.
2. Kemurnian warna (C^*) hasil sintesis B setelah kalsinasi merupakan yang paling mendekati standar maghemit. Grafik perbandingan a^* dan b^* memiliki nilai pada sintesis B dan C hampir sama tetapi sintesis B lebih baik jika dilihat dari nilai kemurniannya (C^*) yaitu sebesar 14,065 mendekati standar 15-24.
3. Hasil SEM-EDX pigmen maghemit hasil sintesis B dengan variasi pelarut (H_2SO_4 30 % : HNO_3 15 %) diperoleh morfologi partikelnya kurang seragam dan masih terdapat sedikit unsur Si pada komposisinya.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan peneliti menyarankan:

1. Penstabilan suhu sintesis merupakan hal yang sangat berpengaruh dalam proses sintesis maghemit. Maka, peneliti menyarankan untuk menggunakan alat regulator dalam menstabilkan suhu sintesis sehingga bisa mendapatkan hasil sintesis yang terbaik.

2. Perlu dilakukan uji kation Fe^{2+} dan Fe^{3+} secara kualitatif maupun kuantitatif untuk memastikan keakuratan hasil sintesis
3. Karakterisasi SEM-EDX belum bisa memberikan penampakan partikel yang jelas, sehingga peneliti menyarankan untuk dilakukan uji menggunakan instrumen TEM.



DAFTAR PUSTAKA

- Aji, M.P., A.Y., Satria, B. 2007. Sintesis Nanopartikel Magnetit, Maghemit dan Hematit Dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, FMIPA Unnes.
- Alvarez, G.S. 2004. Synthesis, Characterisation and Applications of Iron Oxide Nanoparticles. *Doctoral Thesis*. Stockholm, Sweden: KTH Material Science and Engineering.
- Ar-Rifa'i, Nasib Muhammad. 2000. Tafsir Ibnu Katsir Jilid 3 dan 4. Jakarta: Gema Insani.
- Buxbaum, G., dan Pfaff. 2005. *Industrial Inorganic Pigment*. Verlag GmbH & Co. KgaA: Wiley-VCH.
- Chen, L., Jian Li, Yueqiang Lin, Xiaodong Liu, Lihua Lin, Decai Li. 2013. Surface Modification And Characterization of γ - Fe_2O_3 Nanoparticles Synthesized by Chemically-Induced Transition. *Journal of Materials Chemistry and Physics*, 141: 828-834.
- Chirita, M., I. Grozescu. 2009. Fe_2O_3 Nanoparticles, Physical Properties and Their Photochemical And Photoelectrochemical Applications. *Chemistry Bulletin Politechnica*, Universitas Timi oara, Vol. 54(68), 1-8.
- Cornell and Schwertmann. 2003. *Iron Oxides: Structure, Properties, Reaction, Occurances, and Uses, Second edition*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Dharmawan, Frenandha Dwi. 2014. Pemisahan TiO_2 dari Hasil Pelarutan Ilmenite Melalui Hidrolisis dan Kompleksasi. *Skripsi*. Surakarta : Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret.
- Dronskowski, R. 2001. The Little Maghemite Story: A classic functional material. *Journal. Adv. Funct. Mater.* (1) 27-29.
- Eisele, T. C., dan Gabby, K. L. 2014. Review of Reductive Leaching of Iron by Anaerobic Bacteria. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review: An International Journal*. 35: 75–105.
- Fandi, M. A. S., Agus Y., dan Aji, M.P. 2016. Sintesis Pigmen Magnetik Copper Ferrite (CuFe_2O_4) Berbahan Dasar Pasir Besi Menggunakan Metode Kopesipitasi. *Jurnal Fisika Unnes*, 5(2), 2252-6978.
- Firnando, G.H , dan Astuti. 2015. Pengaruh Suhu Pada Proses Sonikasi Terhadap Morfologi Partikel Dan Kristalinitas Nanopartikel Fe_3O_4 . *Jurnal Fisika*, Universitas Andalas, Vol.4, No.1. 2302-8491.

- Gedanken, Aharon. 2004. Using Sonochemistry For The Fabrication of Nanomaterials. *Journal of Ultrasonics Sonochemistry*. Department of Chemistry, Bar-Ilan University, Israel. (11) 47–55.
- Hunter L,a,b Color Scale. 2008. *Applications note*. Virginia: Technical Services Department Hunter Associates Laboratory, Inc. Vol. 8, No. 9.
- Ibrahim, H.W.M. 2016. Synthesis, Characterization, Swelling Studies and Dye Removal of Chemically Crosslinked Acrylic Acid/Acrylamide/N,N-Dimethyl Acrylamide Hydrogels. *American Journal of Applied Chemistry*, 4(6): 221-234.
- Juan, A.R.G., Edgar A.S., Florian, B., Elaheh. S., M.A.Morales, Elvis O.L., Litterst, F.J. 2016. Vacancy Ordered γ -Fe₂O₃ Nanoparticles Functionalized with Nano Hydroxyapatite: XRD, FTIR, TEM, XPS and Mossbauer Studies. *Applied Surface Science*, 07, 157.
- Kas, R, O, Birer. 2012. Sonochemical Shape Control of Chopper Hydroxysulfate. *Journal of Ultrasound and Sonochemistry*. (19) : 692-700.
- Kashif, Ali, A.K., Sarfraz, Imran M. Mirza, A. Haq. 2015. Preparation of Superparamagnetic Maghemite (γ -Fe₂O₃) Nanoparticles by Wet Chemical Route and Investigation of Their Magnetic and Dielectric Properties. *Current Applied Physics*, doi: 10.1016/j.cap.2015.04.030.
- Kim, E. H.; Lee, H. S.; Kwak, B. K.; Kim, B.-K. 2005. Synthesis of ferro fluid with magnetic nanoparticles by sonochemical method for MRI contrast agent. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (289), 328-330.
- Lanoxid. 2015. <https://www.lanox.id/> (online), diakses pada 14 Oktober 2017.
- Laurent Sophie, Delphine Forge, Marc Port, Alain Roch, Caroline Robic, Luce Vander Elst, and Robert N. Muller. 2008. Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Vectorization, Physicochemical Characterizations, and Biological Applications. University of Mons-Hainaut, Belgium. *Chemistry Review*.2008,108, 2064–2110.
- Layek, Samar, Anjana Pandey, Ashutosh Pandey, and H.C. Verma. 2010. Synthesis of γ -Fe₂O₃ Nanoparticles With Crystallographic And Magnetic Texture. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, Vol. 2, No. 8, pp. 33-39.
- Legodi, M.A., dan Wall, D. 2006. The preparation of Magnetite, Goethite, Hemattite, and Maghemite of Pigment Quality from mill Scale Iron Waste. *Journal of Dyes and Pigment*. University of Pretoria, South Africa , (74) 161-168.

- Li Ling, Fan, Maohong., Brown, Robert C., Koziel, Jacek A., Van Leeuwen, J, Hans. 2009. Production of A New Wastewater Treatment Coagulant from Fly Ash with Concomitant Flue Gas Scrubbing. *Journal of hazardous Materials*, vol. 162, pages 1430-1437.
- Mashuri, Nasatul Masruroh, Malik A. Baqiya, Eddy Yahya, Triwikantoro dan Darminto. 2007. Transformasi Fasa pada Nanokomposit Fe₃O₄/Fe₂O₃. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 135–140. ISSN : 1411-1098. Akreditasi LIPI Nomor : 536/D/2007.
- Muller, M., Villalba, J.C., Mariani, F.Q., Dalpasquale, M., Lemos, M.Z., Huila, M.F.G., dan Anaissi, F.J. 2015. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments Through the Method of the Forced Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dyes and Pigments*, 120: 271-278.
- Occupational Safety and Health Administration (OSHA). 1998. *Occupational Safety and Health Standards, Toxic and Hazardous Substances*. Code of Federal Regulations. 29 CFR 1910.1000.
- Pascal, C., Pascal, J.L., Favier, F. 1999. Electrochemical Synthesis for the Control of γ -Fe₂O₃ Nanoparticle Size. Morphology, Microstructure, and Magnetic Behavior. *Journal of Chemistry Material*. 11: 141-147.
- Pavani, K., Ajay, K., Vaddepally., Narender, R, T., Ramu Banavath, and Srivani, K. 2016. Phase Transformation of Iron Oxide Nanoparticles from Hematite to Maghemite in Presence of Polyethylene Glycol: Application as Corrosion Resistant Nanoparticle Paints. *Hindawi Publishing Corporation, Journal of Nanoscience*. (online) <http://dx.doi.org/10.1155/2016/1328463>.
- Potter. 2003. *Iron Oxide Pigment*. U.S. Geological Survey: Minerals Information.
- Predoi, D., Andronescu, Raduc, E., Munteanu, M.C., Dinischiotu. 2010. Synthesis and characterization of biocompatible maghemite nanoparticles. *Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 5(3) 779-786, (online) (http://www.chalcogen.infim.ro/779_predoi.pdf), diakses 6 Mei 2017.
- Repellin, dan Guyonett. 2005. Evaluation Of Heat Treated Wood Swelling By Differential Scanning Calorimetry In Relation With Chemical Composition. *Holzforchung De Gruyter*. 59 (1). pp.28-34.
- Sabbaghan, Maryam, and Pegah Sofalgar. 2016. Single phase γ -Fe₂O₃ nanoparticles synthesized by green ionothermal method and their magnetic Characterization. *International Journal of Ceramics*, (online) <http://dx.doi.org/10.1016/journal of ceramint. 2016.07.172>.
- Saptono, R. 2008. *Pengetahuan Bahan Polimer*. Jakarta : Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

- Schirp, A., Plinke, B & Napolow, D. 2015. Effectiveness of Organic and Inorganic Pigments for mass Colouration of Thermo-mechanical Pulp Used In Wood-Plastic Composites. *European Journal of Wood and Wood Products*. Vol.73, (1), pp 5-16.
- Shafi, K.V.P.M., Ulman A., Dyal A., Yan X.Z., Yang N.L., Estournès C., Fournes L., Wattiaux A., White H., and Rafailovich M. 2002. Magnetic enhancement of γ -Fe₂O₃ nanoparticles by sonochemical coating. *Journal Chemistry of Materials*, Vol. 14, pp. 1778-1787.
- 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.
- Shokrollahi, H. and L. Avazpour. 2016. Influence of Intrinsic Parameters On The Particle Size of Magnetic Spinel Nanoparticles Synthesized by Wet Chemical Methods. *Journal of Particuology*. S0304-8853(16)31339-7.
- Stevens, Malcolm. P. 1989. *Kimia Polimer*. Terjemahan oleh Lis Sopyan. 2007. Jakarta : Pradnya Paramita.
- Sun, Yong-kang, Ming Ma, Yu Zhang, Ning Gu. 2004. Synthesis of nanometer size maghemite particles from magnetite. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. J. Eng. Aspects* (245) 15–19. Southeast University, Ministry of Education, Nanjing, PR China.
- Sunardi dan Petrus Darmawan, 2007. Pengolahan Limbah Besi Bengkel Bubut Menjadi Ferro sulfat. *Laporan Penelitian Dosen Muda 2007*, Lembaga Penelitian Universitas Setia Budi.
- Sunardi, Maria Endah Prasadja, Ferdianta Sembiring. 2015. Sintesis Ferri Klorida Dari Scrap Besi Bengkel Bubut. *Jurnal Ekosains*. Vol. VII, No. 2.
- Suslick, K,S , dan Price, G, J. 1999. Application of Ultrasound to Material Chemistry. *Review of Materials Science*, (29): 295-326.
- Suyatma. 2009. Diagram Warna Hunter (Kajian Pustaka). *Jurnal Penelitian Ilmiah Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor*. Page 8-9.
- Svehla, G. 1979. *Vogel Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, Bagian 1, Edisi ke lima*. Terjemahan Setiono L dan Hadyana Pudjaatmaka. 1985. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka.
- Teja, A. S., Koh, P.Y. 2009. Synthesis, Properties, and Applications of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Prog. Cryst. Growth Charact. Mater.* (55) 22-45.

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

Walford, John. 1980. *Development In Food Colours-1*. London: Applied Science Publishers Ltd.

Winarno, F.G. 1992. *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: PT.Gramedia Utama.

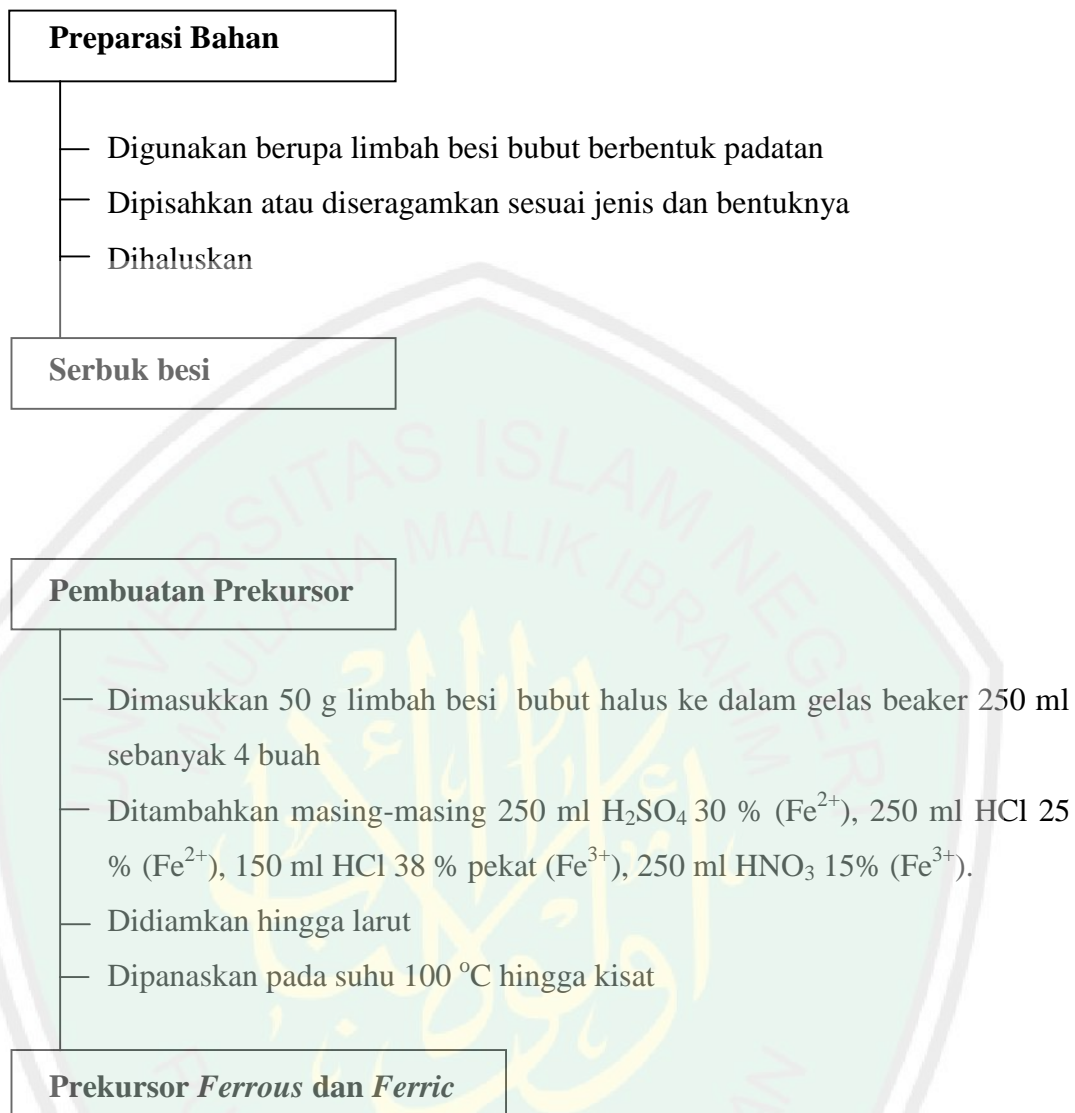
Xu, Hing Bin. 2006. Development of a New Cleaner Production Process for Producing Chromic Oxide from Chromite Ore. *Journal of Cleaner Production*. Vol. 14 (2), p 211-219.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian



Lampiran 2. Diagram Alir

Sintesis Maghemit (γ - Fe_2O_3)

- Ditimbang prekursor masing-masing dengan perbandingan berat prekursor (*Ferrous:Ferric* (1:2) = 20 gram : 40 gram) H_2SO_4 : HNO_3 (1:2), H_2SO_4 : HCl (1:2), HCl : HNO_3 (1:2).
- Ditambahkan 360 ml aquademin pada setiap campuran prekursor.
- Ditambahkan 75 ml NH_4OH .
- Diatur pH nya hingga pH 11-12.
- Larutan prekursor dipanaskan pada suhu 70°C selama 1 jam sambil distirer dengan kecepatan konstan.
- pH dinetralkan hingga 7 dengan penambahan aquademin dan hingga bau amoniak hilang.
- Diambil endapan hitam yang terbentuk
- Ditambahkan PEG-400 cair pada larutan prekursor dengan perbandingan berat (endapan : PEG) adalah 1:5.
- Dipindahkan larutan ke dalam Erlenmeyer 500 mL.
- Diaduk menggunakan *magnetic stirrer*.
- Dilakukan proses sonikasi menggunakan *Ultrasonic Bath* selama 3 jam dengan suhu 65°C .
- Didinginkan pada suhu kamar hingga terbentuk endapan hitam Fe_3O_4 (Magnetit).
- Didekantasi dan disaring menggunakan corong *Buchner*
- Diambil endapan/residu hitam magnetit.
- Dikeringkan pada suhu ruang
- Serbuk hitam dikalsinasi di dalam tanur (*Furnace*) pada suhu 350°C selama 3 jam.

Hasil Sintesis

Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan

1. Pembuatan HNO₃ 15 % 200 mL dari HNO₃ 65 %

- Massa HNO₃ = V x {Asumsi HNO₃ 65% 1 liter (1000 mL)}
 = 1000 mL x 1,408 gr/mL
 = 1408 gr
- Massa HNO₃ dalam 65% = massa x konsentrasi
 = 1408 x 65/100
 = 915,2 gram
- Mol HNO₃ = 915,2 gram : 63,004 gr/mol
 = 14,527 mol
- M HNO₃ = mol/V
 = 14,527 mol/1 L
 = 14,527 M

Pengenceran

$$\begin{array}{l}
 14,527 \text{ M} \times V = 3,5 \text{ M} \times 200 \text{ mL} \\
 V = 700 \text{ M.mL} / 14,527 \text{ M} \\
 V = \mathbf{48,18 \text{ mL}} \\
 65 \% \times V = 15 \% \times 200 \text{ mL} \\
 V = 3000 \text{ mL} / 65 \\
 V = \mathbf{46,15 \text{ mL}}
 \end{array}$$

2. Pembuatan HCl 25 % 200 mL dari HCl 38 %

- V₁ x M₁ = V₂ x M₂
 V₁ x 38 % = 25 % x 200 mL
 V₁ = 5000 mL/38
 V₁ = 131,58 mL
 V₁ = **131,6 mL**

3. Pembuatan H₂SO₄ 30 % 200 mL dari H₂SO₄ 96 %

- V₁ x M₁ = V₂ x M₂
 V₁ x 96 % = 30 % x 200 mL
 V₁ = 6000 mL/96
 V₁ = 62,5 mL
 V₁ = **62 mL**

Lampiran 4. Karakterisasi XRF

20-Feb-2018 14:38:13

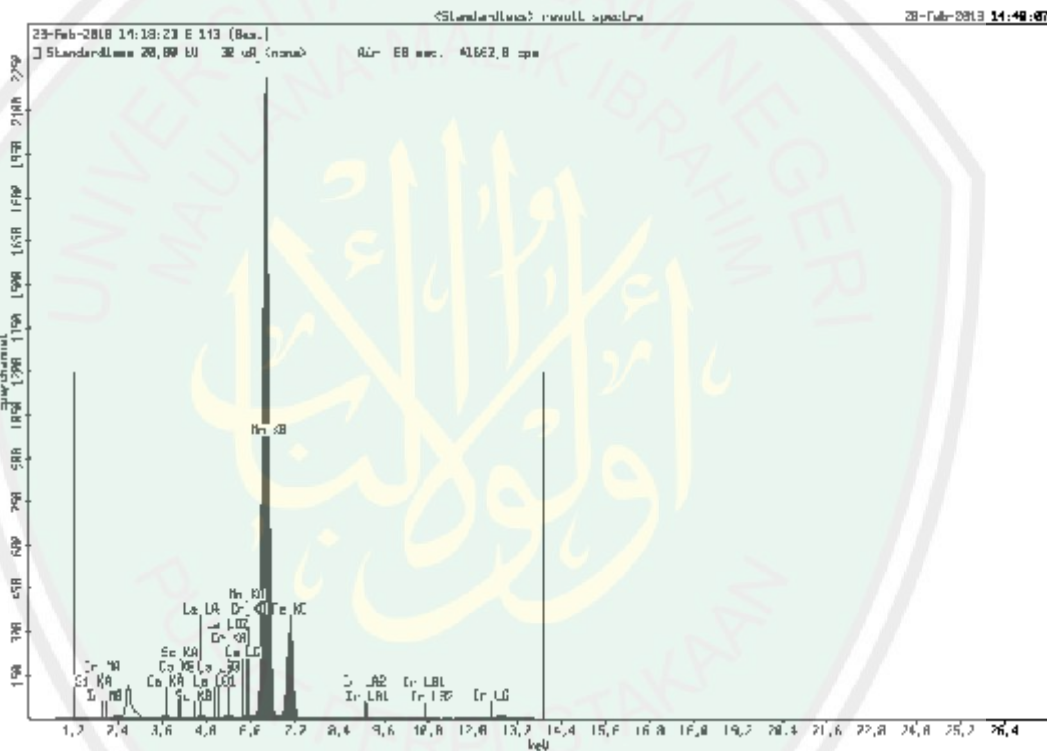
Sample results

Page 1

Sample Ident
E 143 (Besi)

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	20-Feb-2018 14:18:23
Position	9

Compound	Si	Ca	Sc	Cr	Mn	Fe	La	Ir
Conc	0,69	0,41	0,03	0,099	0,22	96,27	0,07	0,33
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%



Lampiran 5. Karakterisasi Color Reader

Sampel Hasil Sintesis	Warna			Hasil Perhitungan	
	L	a*	b*		
Standar Maghemit	25-37			15-24	61-72
	32			20	68
(sebelum kalsinasi) 01	32,6	20,1	18,7	27,45	42,92
(sesudah kalsinasi) 01	35,0	25,2	21,6	33,19	40,59
(sebelum kalsinasi) 02	30,1	17,7	11,7	21,21	33,46
(sesudah kalsinasi) 02	25,4	12,2	7,0	14,065	29,81
(sebelum kalsinasi) 03	25,3	12,5	6,2	13,95	26,38
(sesudah kalsinasi) 03	25,5	10,7	6,3	12,41	30,45

*Standar Maghemit (Cornell dan Schwertmann, 2003)



Lampiran 6. Perhitungan Nilai C* dan H°

1. Magnetit 01 (sebelum kalsinasi)

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (b^*/a^*) \\
 &= [(20,1)^2 + (18,7)^2]^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} (18,7/20,1) \\
 &= (404,01 + 349,69)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,93 \\
 &= (753,7)^{1/2} & &= 42,92 \\
 &= 27,45
 \end{aligned}$$

2. Maghemit 01 (setelah kalsinasi / hasil utama)

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (b^*/a^*) \\
 &= [(25,2)^2 + (21,6)^2]^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} (21,6/25,2) \\
 &= (635,04 + 466,56)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,857 \\
 &= (1101,6)^{1/2} & &= 40,59 \\
 &= 33,19
 \end{aligned}$$

3. Magnetit 02 (sebelum kalsinasi)

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (b^*/a^*) \\
 &= [(17,7)^2 + (11,7)^2]^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} (11,7/17,7) \\
 &= (313,29 + 136,89)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,661 \\
 &= (450,18)^{1/2} & &= 33,46 \\
 &= 21,21
 \end{aligned}$$

4. Maghemit 02 (setelah kalsinasi / hasil utama)

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (b^*/a^*) \\
 &= [(12,2)^2 + (7,0)^2]^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} (7,0/12,2) \\
 &= (148,84 + 49)^{1/2} & &= \text{Tan}^{-1} 0,573 \\
 &= (197,84)^{1/2} & &= 29,81 \\
 &= 14,065
 \end{aligned}$$

5. Magnetit 03 (sebelum kalsinasi)

$$C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} \qquad H^\circ = \text{Tan}^{-1} (b^*/a^*)$$

$$\begin{aligned}
 &= [(12,5)^2 + (6,2)^2]^{1/2} &&= \text{Tan}^{-1} (6,2/12,5) \\
 &= (156,25 + 38,44)^{1/2} &&= \text{Tan}^{-1} 0,496 \\
 &= (194,69)^{1/2} &&= 26,38 \\
 &= 13,95
 \end{aligned}$$

6. Maghemit 03 (setelah kalsinasi / hasil utama)

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} && H^\circ = \text{Tan}^{-1} (b^*/a^*) \\
 &= [(10,7)^2 + (6,3)^2]^{1/2} &&= \text{Tan}^{-1} (6,3/10,7) \\
 &= (114,49 + 39,69)^{1/2} &&= \text{Tan}^{-1} 0,588 \\
 &= (154,18)^{1/2} &&= 30,45 \\
 &= 12,41
 \end{aligned}$$

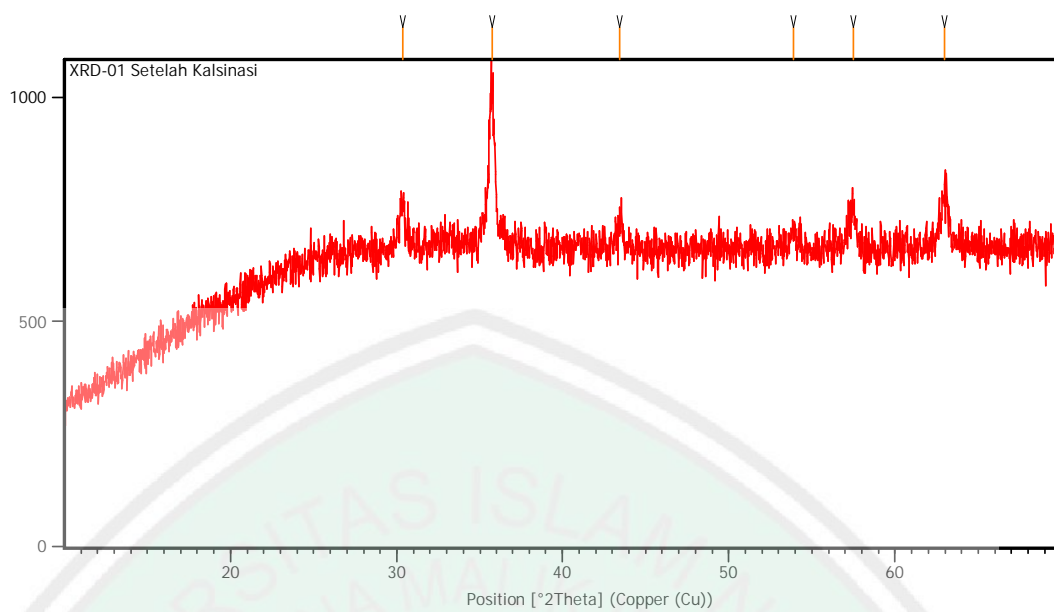


Lampiran 7. Karakterisasi XRD

7.1 Pigmen Maghemit 01 (variasi pelarut HCl 25% : HNO₃ 15%)

Measurement Conditions:

Dataset Name	: XRD-01 Setelah Kalsinasi
File name	: E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian2018\Juli\Ferifa\XRD-01 Setelah Kalsinasi\XRD-01 Setelah Kalsinasi.rd
Comment	: Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	: 7/23/2018 8:43:00 AM
Raw Data Origin	: PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	: Gonio
Start Position [°2Th.]	: 10.0084
End Position [°2Th.]	: 69.9844
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	: No



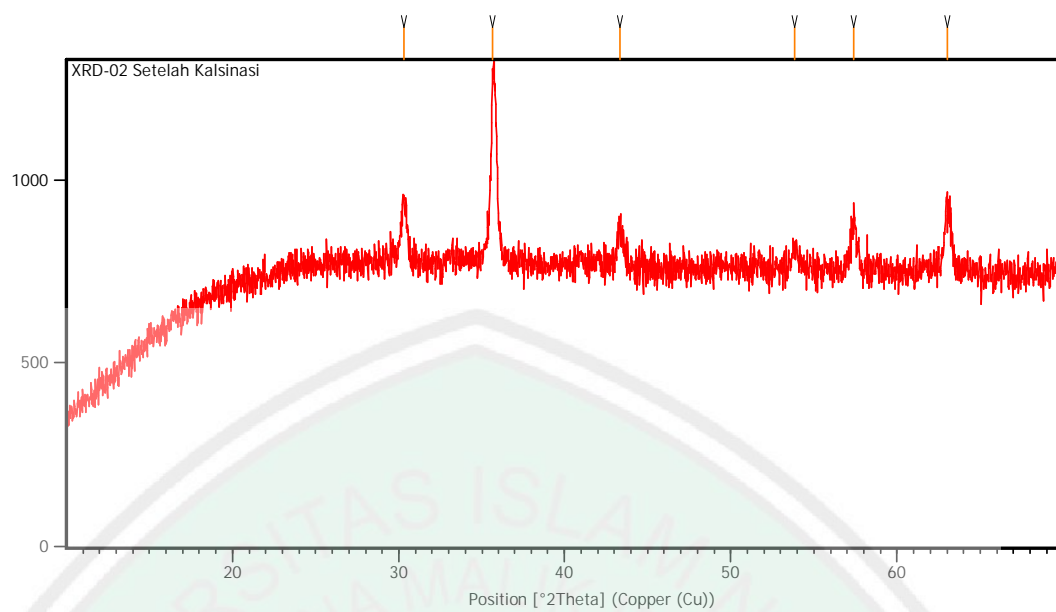
Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.3386	100.74	0.1338	2.94620	30.80
35.7091	327.11	0.2342	2.51446	100.00
43.4222	56.74	0.4015	2.08402	17.35
53.8902	34.73	0.8029	1.70134	10.62
57.4844	100.48	0.2676	1.60321	30.72
62.9925	113.29	0.4015	1.47564	34.63

7.2 Pigmen Maghemit 02 (variasi pelarut H₂SO₄ 30 % : HNO₃ 15 %)

Measurement Conditions:

Dataset Name : XRD-02 Setelah Kalsinasi
 File name : E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian 2018\Juli\Ferifa\XRD-02 Setelah Kalsinasi\XRD-02 Setelah Kalsinasi.rd
 Comment : Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
 Measurement Date / Time : 7/23/2018 8:52:00 AM
 Raw Data Origin : PHILIPS-binary (scan) (.RD)
 Scan Axis : Gonio
 Start Position [°2Th.] : 10.0084
 End Position [°2Th.] : 69.9844
 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 : No



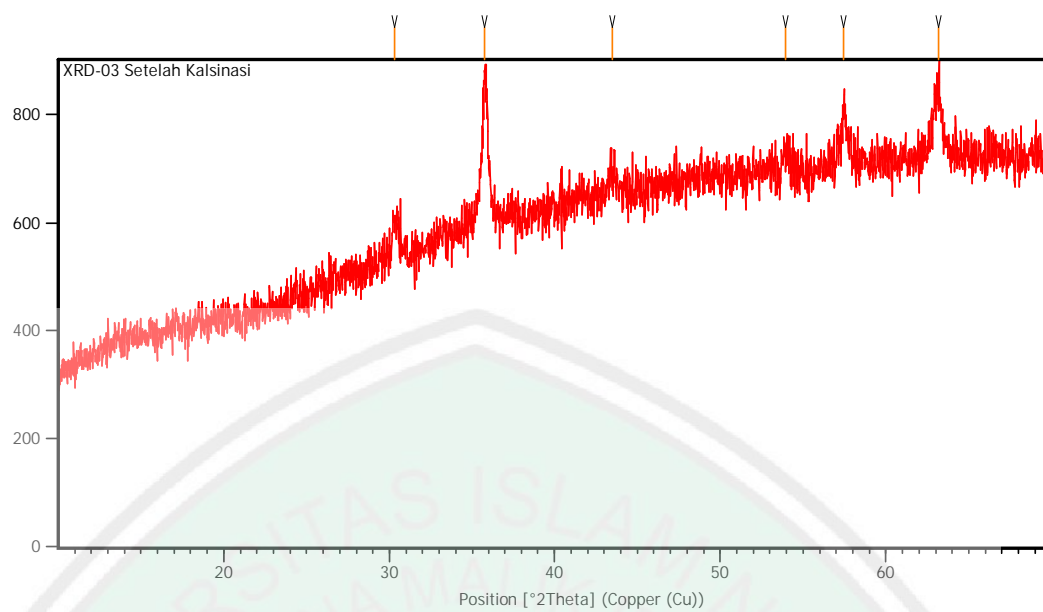
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.3245	155.72	0.4015	2.94754	30.00
35.6503	519.01	0.2342	2.51847	100.00
43.3316	112.92	0.2676	2.08817	21.76
53.8363	63.34	0.4015	1.70291	12.20
57.3742	124.03	0.2676	1.60603	23.90
63.0372	154.21	0.4015	1.47470	29.71

7.3 Pigmen Maghemit 03 (variasi pelarut H₂SO₄ 30% : HCl 38%)

Measurement Conditions:

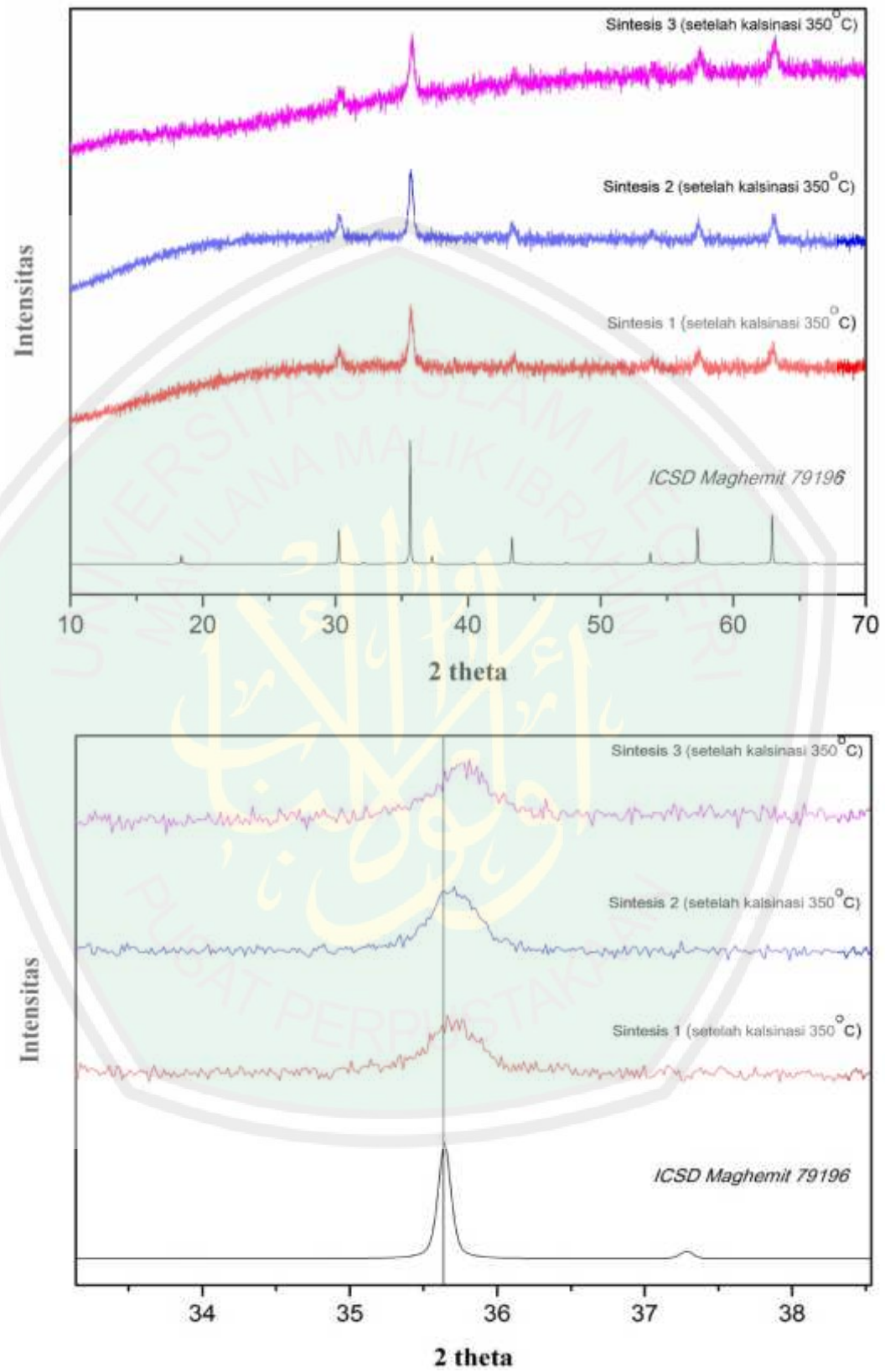
Dataset Name : XRD-03 Setelah Kalsinasi
 File name : E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian 2018\Juli\Ferifa\XRD-03 Setelah Kalsinasi\XRD-03 Setelah Kalsinasi.rd
 Comment : Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
 Measurement Date / Time : 7/23/2018 9:00:00 AM
 Raw Data Origin : PHILIPS-binary (scan) (.RD)
 Scan Axis : Gonio
 Start Position [°2Th.] : 10.0084
 End Position [°2Th.] : 69.9844
 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 : No



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.3204	68.30	0.2676	2.94793	24.05
35.7364	283.99	0.1673	2.51260	100.00
43.4946	44.14	0.5353	2.08072	15.54
53.9382	36.40	0.5353	1.69993	12.82
57.4632	111.09	0.2676	1.60376	39.12
63.1669	133.17	0.4015	1.47198	46.89

Lampiran 8. Hasil Origin

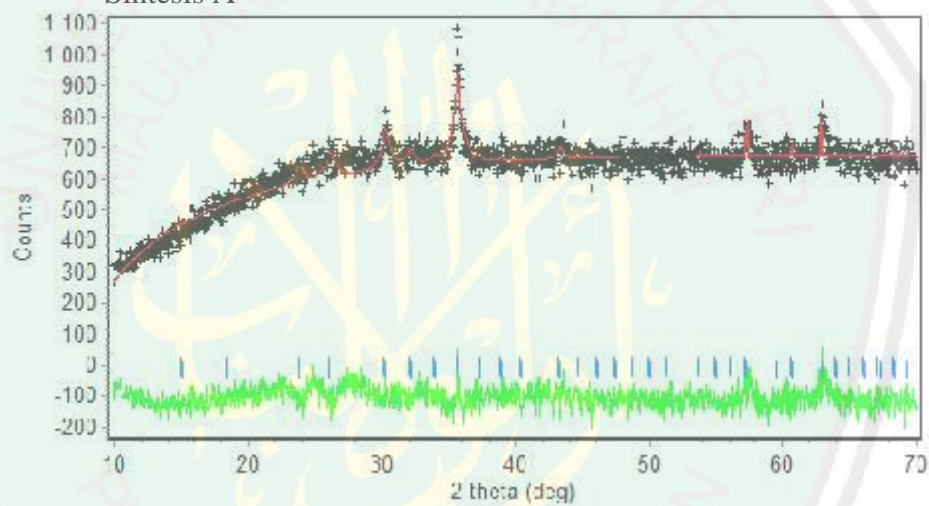


Lampiran 9. Hasil Refinement

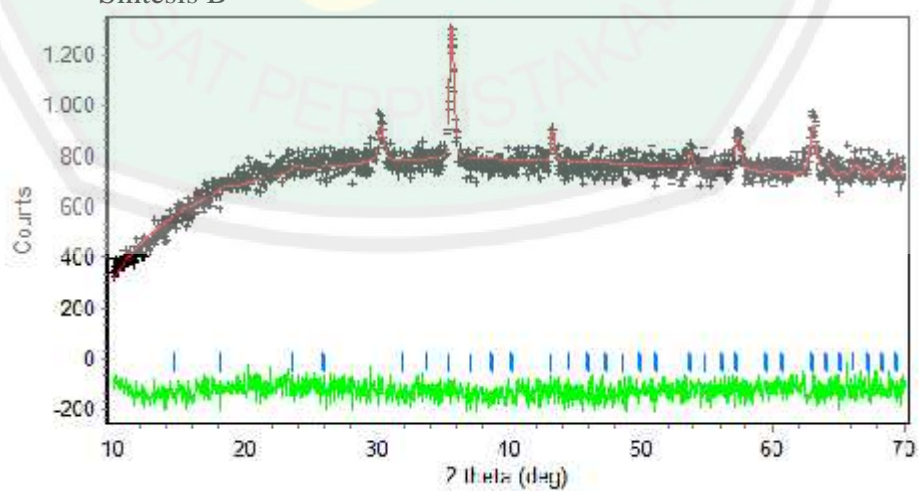
9.1 Struktur Kubik

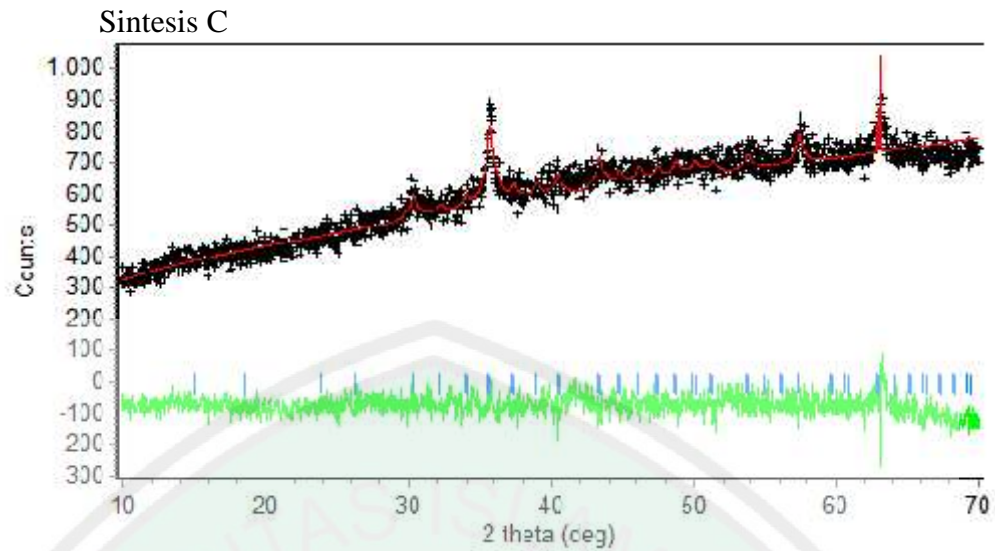
Parameter	Standar*	Maghemit 01(A)	Maghemit 02(B)	Maghemit 03(C)
Space Group	P 43 3 2	P 43 3 2	P 43 3 2	P 43 3 2
Formula unit (Z)	1	1	1	1
Struktur Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik	Kubik
A	8.347	8.373	8.327	8.376
B	8.347	8.373	8.327	8.376
C	8.347	8.373	8.327	8.376
Volume Sel	581.64	587.036	577.55	587.67
Rp		3.92	3.36	3.99
Rwp		5.62	4.77	5.15
GOF(χ^2)		0.1254E+01	0.1331E+01	0.8302E+00

Sintesis A



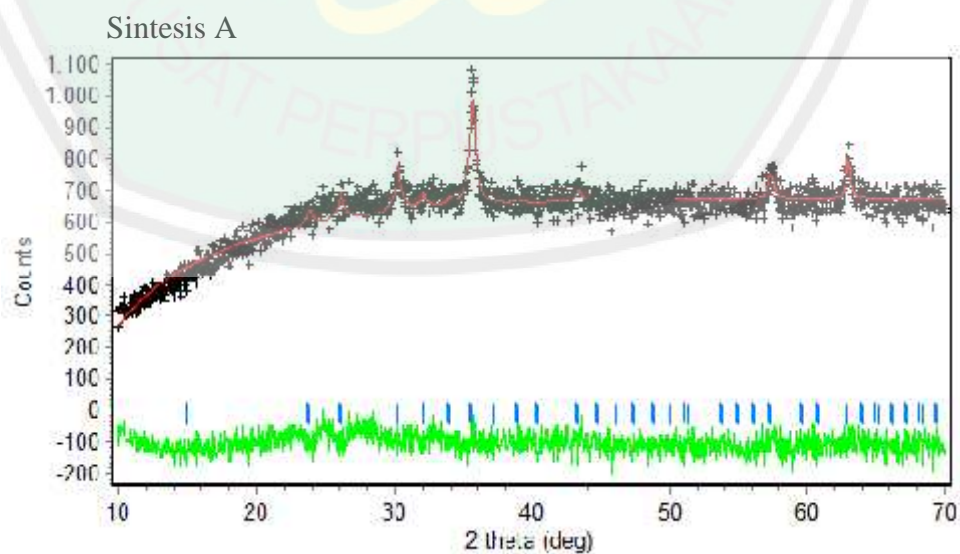
Sintesis B



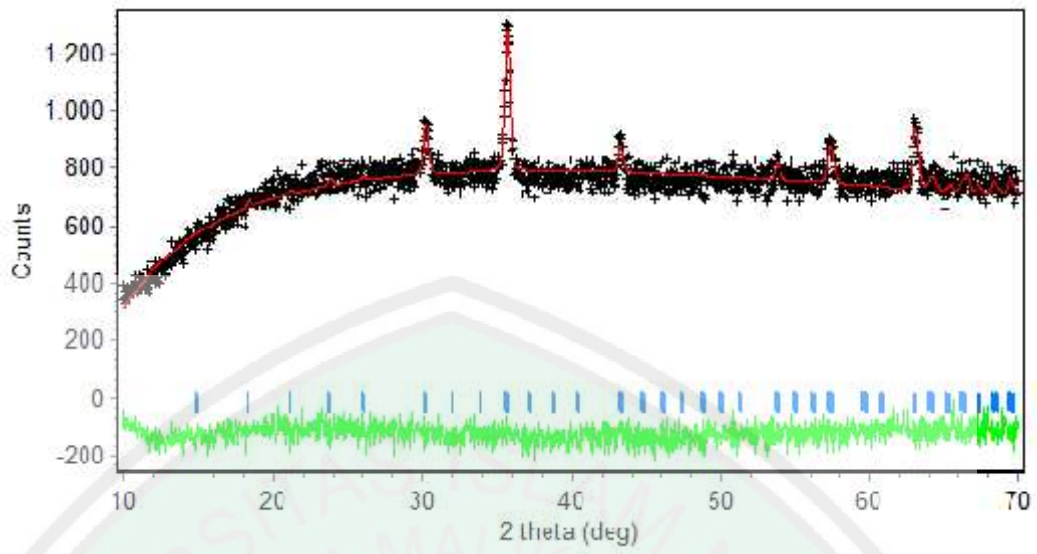


9.2 Struktur Tetrahedral

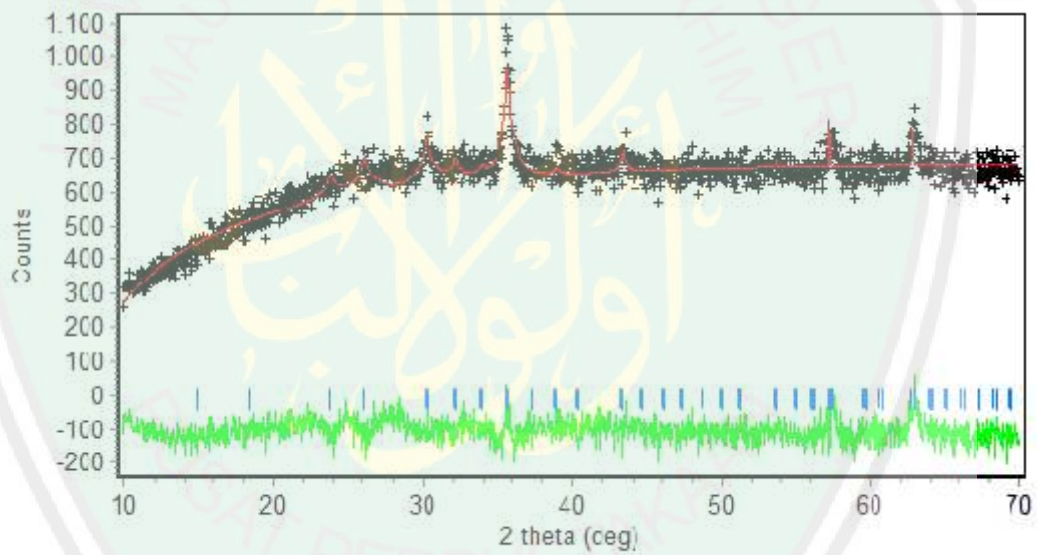
Parameter	Standar*	Maghemit 01(A)	Maghemit 02(B)	Maghemit 03(C)
Space Group	P 43 21 2	P 43 21 2	P 43 21 2	P 43 21 2
Formula unit (Z)	1	1	1	1
Struktur Kisi Kristal	Tetrahedral	Tetrahedral	Tetrahedral	Tetrahedral
A	8.3396	8.3720	8.3444	8.3864
B	8.3396	8.3720	8.3444	8.3864
C	8.3220	8.3641	8.3179	8.3641
Volume Sel	578.79	586.25	579.16	588.26
Rp		3.84	3.40	3.90
Rwp		5.71	4.82	5.48
GOF(χ^2)		0.1293E+01	0.1355E+01	0.1196E+01



Sintesis B



Sintesis C



9.3 Pigmen Maghemit 01 (variasi pelarut HCl 25% : HNO₃ 15%)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.3386	100.74	0.1338	2.94620	30.80
35.7091	327.11	0.2342	2.51446	100.00
43.4222	56.74	0.4015	2.08402	17.35
53.8902	34.73	0.8029	1.70134	10.62
57.4844	100.48	0.2676	1.60321	30.72
62.9925	113.29	0.4015	1.47564	34.63

9.4 Pigmen Maghemit 02 (variasi pelarut H₂SO₄ 30% : HNO₃ 15%)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.3245	155.72	0.4015	2.94754	30.00
35.6503	519.01	0.2342	2.51847	100.00
43.3316	112.92	0.2676	2.08817	21.76
53.8363	63.34	0.4015	1.70291	12.20
57.3742	124.03	0.2676	1.60603	23.90
63.0372	154.21	0.4015	1.47470	29.71

9.5 Pigmen Maghemit 03 (variasi pelarut H₂SO₄ 30% : HCl 38%)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.3204	68.30	0.2676	2.94793	24.05
35.7364	283.99	0.1673	2.51260	100.00
43.4946	44.14	0.5353	2.08072	15.54
53.9382	36.40	0.5353	1.69993	12.82
57.4632	111.09	0.2676	1.60376	39.12
63.1669	133.17	0.4015	1.47198	46.89

Lampiran 10. Perbandingan Hasil Sintesis Dengan Standard Maghemit ICSD 79196

Posisi 2 theta			
Standard	01	02	03
30.26	30.3386	30.3245	30.3204
35.64	35.7091	35.6503	35.7364
43.32	43.4222	43.3316	43.4946
53.76	53.8902	53.8363	53.9382
57.3	57.4844	57.3742	57.4632
62.94	62.9925	63.0372	63.1669
Intensitas puncak			
Standard	01	02	03
185.057	100.74	155.72	68.30
672.099	327.11	519.01	283.99
145.812	56.74	112.92	44.14
60.6673	34.73	63.34	36.40
194.674	100.48	124.03	111.09
266.641	113.29	154.21	133.17
% intensitas			
Standard	01	02	03
27.534	30.80	30.00	24.05
100.00	100.00	100.00	100.00
21.695	17.35	21.76	15.54
9.027	10.62	12.20	12.82
28.965	30.72	23.90	39.12
39.673	34.63	29.71	46.89

Lampiran 11. Data Hasil Refinement

Parameter	Standard	Maghemit 01	Maghemit 02	Maghemit 03
Space Group	P 43 3 2	P 43 3 2	P 43 3 2	P 43 3 2
Formula unit (Z)	1	1	1	1
Struktur Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik	Kubik
A	8.347	8.373	8.327	8.376
B	8.347	8.373	8.327	8.376
C	8.347	8.373	8.327	8.376
Volume Sel	581.64	587.036	577.55	587.67
Rp		3.92	3.36	3.99
Rwp		5.62	4.77	5.15
GOF(x²)		0.1254E+01	0.1331E+01	0.8302E+00

Lampiran 12. Perhitungan Ukuran Kristal

12.1 Pigmen Maghemit 01 (variasi pelarut HCl 25% : HNO₃ 15%)

$$(K) = 1,54060$$

$$K = 0,9$$

$$(\text{FWHM}) : 0,2342^\circ \longrightarrow 0,2342 / 180 \times 3,14 = 0,004$$

$$2 : 35,7091 \longrightarrow = 35,7091 / 2 = 17,854$$

$$\text{Cos} : 0,9518$$

sehingga *crystallite size* Maghemit 01 adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= 0,9 \times 1,54060 / 0,004 \times 0,9518 \\ &= \mathbf{36,45 \text{ nm}} \end{aligned}$$

12.2 Pigmen Maghemit 02 (variasi pelarut H₂SO₄ 30% : HNO₃ 15%)

$$(K) = 1,54060$$

$$K = 0,9$$

$$(\text{FWHM}) = 0,2342^\circ \longrightarrow 0,2342 / 180 \times 3,14 = 0,004$$

$$2 : 35,6503 \longrightarrow = 35,6503 / 2 = 17,825$$

$$\text{Cos} = 0,9519$$

sehingga *crystallite size* Maghemit 02 adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= 0,9 \times 1,54060 / 0,004 \times 0,9519 \\ &= \mathbf{36,41 \text{ nm}} \end{aligned}$$

12.3 Pigmen Maghemit 03 (variasi pelarut H₂SO₄ 30% : HCl 38%)

$$(K) = 1,54060$$

$$K = 0,9$$

$$(\text{FWHM}) = 0,1673^\circ \longrightarrow 0,1673 / 180 \times 3,14 = 0,00292$$

$$2 = 35,7364 \longrightarrow 35,7364 / 2 = 17,8682$$

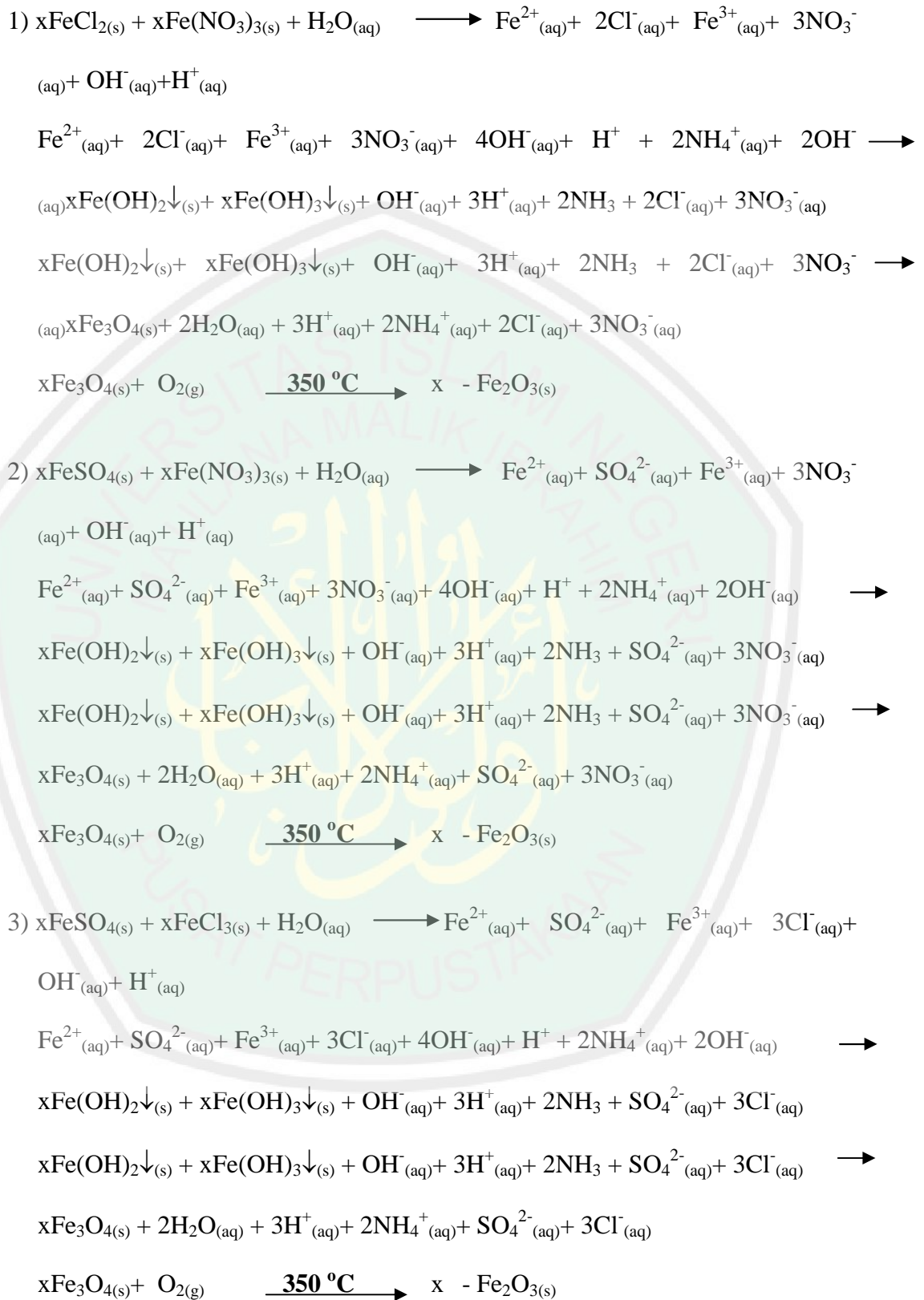
$$\text{Cos} = 0,9517$$

sehingga *crystallite size* Maghemit 03 adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= 0,9 \times 1,54060 / 0,004 \times 0,9517 \\ &= \mathbf{36,42 \text{ nm}} \end{aligned}$$

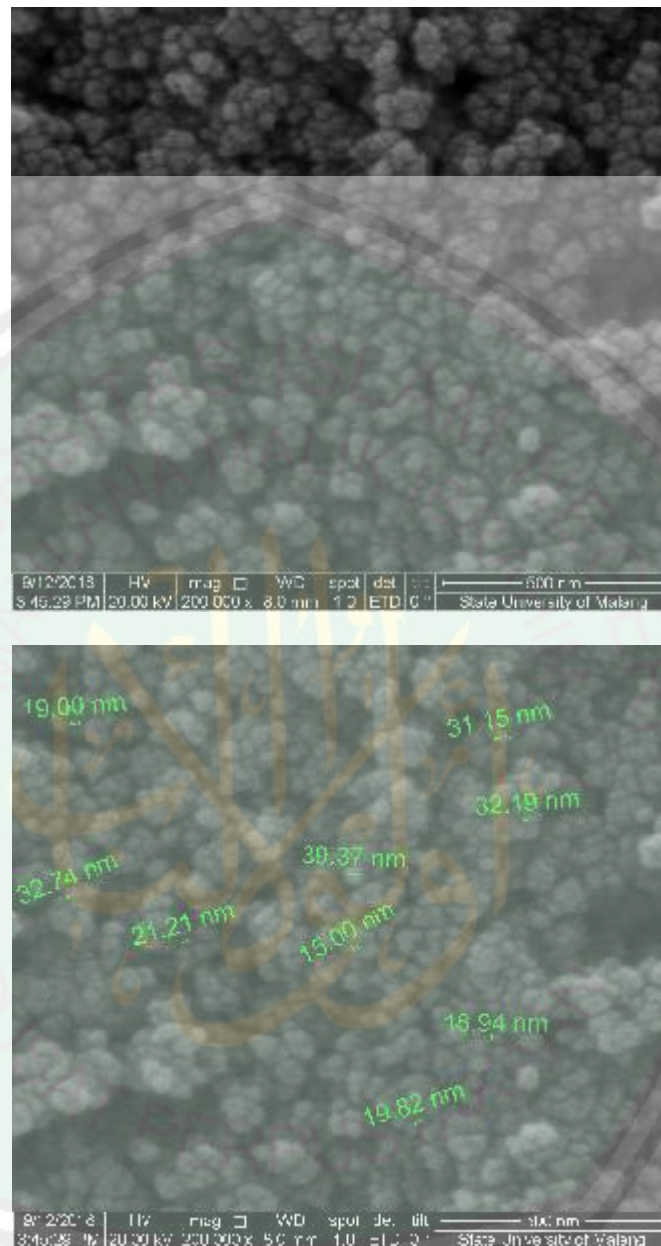


Lampiran 13. Reaksi Tahapan Sintesis Maghemit

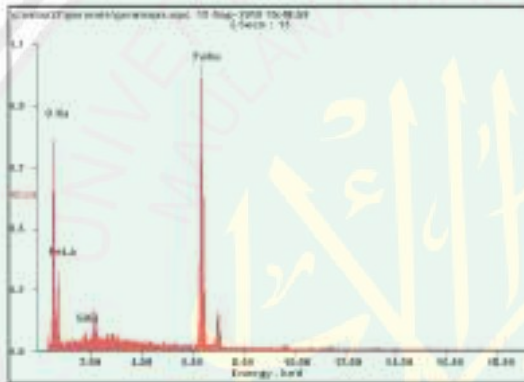
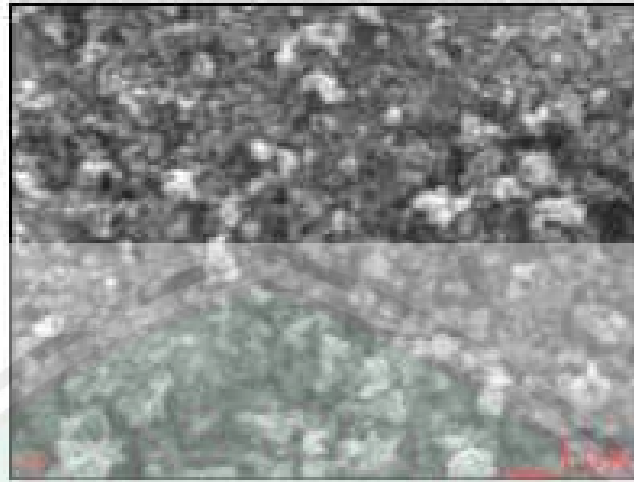


Lampiran 14. Karakterisasi SEM-EDX

14.1 Hasil SEM dengan Perbesaran 200.000 kali



14.2 Hasil SEM-EDX



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>OK</i>	23.20	51.18
<i>SiK</i>	00.43	00.54
<i>FeK</i>	76.37	48.27
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF