

**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGHEMIT (γ -Fe₂O₃) SEBAGAI PIGMEN
DARI LIMBAH BESI BUBUT DENGAN VARIASI PREKURSOR
MENGUNAKAN METODE PRESIPITASI – KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
IIS KUMALA UMUL HASANAH
NIM. 14630072



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

**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGHEMIT (γ -Fe₂O₃) SEBAGAI PIGMEN
DARI LIMBAH BESI BUBUT DENGAN VARIASI PREKURSOR
MENGUNAKAN METODE PRESIPITASI – KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
IIS KUMALA UMUL HASANAH
NIM. 14630072

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 ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) SEBAGAI PIGMEN
DARI LIMBAH BESI BUBUT DENGAN VARIASI PREKURSOR
MENGUNAKAN METODE PRESIPITASI – KALSINASI**

SKRIPSI

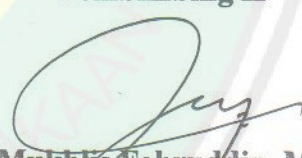
Oleh:
IIS KUMALA UMUL HASANAH
NIM. 14630072

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 14 Juni 2019


Pembimbing I


Himmatul Barroroh, M.Si
NIP. 19750730 200312 2 001

Pembimbing II


M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIPT. 201402011409

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**


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

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

SKRIPSI

Oleh:
IIS KUMALA UMUL HASANAH
NIM. 14630072

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 14 Juni 2019

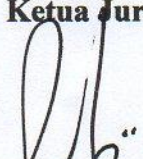
Penguji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si (.....)
NIP. 19770720 200312 2 001

Ketua Penguji : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si (.....)
NIDT. 19831226 20180201 2 249

Sekretaris Penguji : Himmatul Barroroh, M.Si (.....)
NIP. 19750730 200312 2 001

Anggota Penguji : M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I (.....)
NIPT. 201402011409

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan**


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

HALAMAN PERSEMBAHAN

Tiada mutiara yang lebih indah dari kalian

Tiada rumah yang lebih nyaman selain didalamnya ada kalian

Tiada malaikat yang mampu menandingi kalian

Sebuah karya ini,

Kupersembahkan untuk kalian

Bapak dan Ibukku tercinta

H. Isrofil dan Hj. Umu Khoiriyah

Yang telah melahirkan, membesarkan, menyayangi, membimbing, mendidik, menasehati, memotivasi, yang selalu ada saat mulai putus asa, serta yang selalu menyertakan do'anya.

Terimakasih bapak, ibu. *Jasa njenengan* tiada tara.

Begitu juga Adekku, Itsnaini Sinta Nur Wafiroh

I love you all.

Juga untuk Mbah Kung Jamal (alm), Mbah Siti (almh), Mbah Qomar (alm), Mbah

Tasijah, *matur nuwun* do'a-do'anya.

Tak lupa untuk almamaterku tercinta,

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi,

Universitas Islam Negeri Malang

MOTTO

إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا

“Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan”

(Q.S. Al-Insyiroh, 95:6)

‘Life is like riding a bicycle to keep your balance, you must keep moving’

(Albert Einstein)

“Kegagalan hanya terjadi bila kita menyerah”

(Prof. DR (HC). Ing. Dr. Sc. Mult. B.J. Habibi)

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

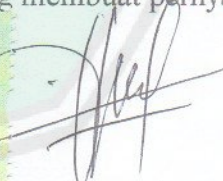
Nama : Iis Kumala Umul Hasanah
NIM : 14630072
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Pigmen Nanopartikel Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Besi Bubut dengan Variasi Prekursor Menggunakan Metode Presipitasi-Kalsinasi

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

Malang, 18 Juni 2019

Yang membuat pernyataan,




Iis Kumala Umul Hasanah
NIM. 14630072

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum, Wr. Wb.

Syukur alhamdulillah penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul **“Sintesis Nanopartikel Maghemit (γ -Fe₂O₃) sebagai Pigmen dari Limbah Besi Bubut dengan Variasi Prekursor Menggunakan Metode Presipitasi – Kalsinasi”**. Sholawat dan salam kepada Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan syafaatya.

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

1. Kedua orang tua yang selalu memberikan do'a, semangat, motivasi, dukungan moral dan meteril dalam menyelesaikan studi dan penulisan skripsi.
2. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si sebagai Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, Ibu Himmatul Barroroh, M.Si, dan Bapak M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I. yang telah memberikan bimbingan dan pengarahannya terhadap penulisan skripsi ini dengan sabar sehingga dapat terselesaikan.

5. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, dan wawasannya dengan penuh keikhlasan
6. Seluruh Laboran dan Staff administrasi Jurusan Kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.
7. Teman-temanku Kimia 14, semua tim Kimia Fisik, tim *Iron Oxide* 2013-2015 yang telah membantu penelitian, analisa, atau menulis dengan penuh kesabaran dan keikhlasan,
8. Sodara-sodaraku mulai dari p453, keluarga MBF; khususnya Bu Us Arini tercinta, SALONPAS, sampai dengan *one big family*, keluargaku MSAA yang selalu mensupport.
9. Terkhusus mbak Ais (Ainul Izzah), mbak Cicik, Ervina, buk Widya, mbak Una, mbak Baits, mbak Dia, dek Rois dan Cemong “Fathiyah”.
10. Dan semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

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

Wassalamu'alaikum, Wr. Wb.

Malang, Mei 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PENGAJUAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المستخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Limbah Besi dan Potensinya sebagai Oksida Besi	7
2.2 Potensi Oksida Besi sebagai Pigmen	9
2.3 Nanopartikel Oksida Besi Maghemit (γ -Fe ₂ O ₃)	10
2.4 Sintesis Oksida Besi Maghemit dengan Metode Presipitasi- Kalsinasi	13
2.5 Karakterisasi Hasil Sintesis	16
2.5.1 Color Reader	16
2.5.2 X-ray Diffraction (XRD) Oksida Besi Maghemit	17
2.5.3 Teori Dasar Persamaan Scherrer	19
2.5.4 Scanning Electron Microscopy (SEM) – EDX	23
2.6 Pemanfaatan Limbah Bubut Besi dalam Prespektif Islam	24
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	29
3.2 Alat dan Bahan	29
3.2.1 Alat-alat	29
3.2.2 Bahan-bahan	30
3.3 Tahapan Penelitian	30
3.4 Cara Kerja	31
3.4.1 Preparasi Bahan	31
3.4.2 Pembuatan Prekursor dengan Variasi Pelarut	31
3.4.3 Sintesis Maghemit (γ -Fe ₂ O ₃)	32
3.5 Karakterisasi Hasil Penelitian	33

3.5.1 Kolorimeter (<i>Color Reader</i>)	33
3.5.2 Difraksi Sinar-X (XRD)	33
3.5.3 SEM-EDX	33
3.5.4 UV-Vis	34
3.5.4.1 Larutan Stok FeCl ₃	34
3.5.4.2 Larutan Standar	34
3.5.4.3 Larutan Blanko	34
3.5.4.4 Larutan Sampel	34
3.5.5 AAS	35
3.5.5.1 Larutan Stok FeCl ₃	35
3.5.5.2 Larutan Standar	35
3.5.5.3 Larutan Sampel	35
3.6 Analisis Data Penelitian	35
3.6.1 Distribusi Warna Pigmen	35
3.6.2 Struktur dan Ukuran Kristal	36
3.6.3 Morfologi, Distribusi Ukuran Partikel, dan Komposisi ..	36
3.7 Analisa Data dalam Prespektif Islam.....	37
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Sampel	38
4.2 Pembuatan Prekursor	39
4.2.1 Pembuatan Prekursor FeSO ₄ dan FeCl ₂	39
4.2.2 Pembuatan Prekursor FeCl ₃ dan Fe(NO ₃) ₃	41
4.3 Sintesis Pigmen Maghemit (γ -Fe ₂ O ₃)	42
4.3.1 Sintesis Maghemit dengan Prekursor FeSO ₄ dan FeCl ₃ ..	42
4.3.2 Sintesis Maghemit dengan Prekursor FeSO ₄ dan Fe(NO ₃) ₃	44
4.3.3 Sintesis Maghemit dengan Prekursor FeCl ₂ dan Fe(NO ₃) ₃	45
4.4 Karakterisasi Magnetit dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	46
4.5 Karakterisasi Maghemit dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	49
4.6 Karakterisasi Hasil Kalsinasi dengan <i>Color Reader</i> Minolta CR-10	53
4.7 Karakterisasi Hasil Kalsinasi dengan Mikroskop Pemindai Elektron-Spektroskopi Dispersif Energi (SEM-EDX)	56
4.8 Karakterisasi Sample Hasil Sintesis dengan Spektrofotometer UV-Vis	58
4.9 Karakterisasi Sampel Hasil Sintesis dengan Spektrofotometer AAS	59
4.10 Dialog Hasil Penelitian Pemanfaatan Limbah Besi sebagai Pigmen dalam Prespektif Islam	61
 BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	64
5.2 Saran	64
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN	70

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal (a) Hematit, rombohedral R3c (b) Magnetit, kubus Fd3m (bola hitam adalah Fe ²⁺ , bola hijau adalah Fe ³⁺ , bola merah adalah O ²⁻) (Sumber: Wu, dkk., 2015) dan (c) Maghemit, Tetrahedral (Bola kuning Fe oktahedral, bola hijau Fe tetrahedral, bola merah O) (Sumber: Machala, dkk., 2011)	11
Gambar 2.2	Diagram Pourbaix oksida besi yang menunjukkan fasa stabil dengan variasi pH.....	14
Gambar 2.3	Difraktogram sinar-X untuk magnetit hasil sintesis (a), hasil oksidasi pada 300°C (b), dan pada 800°C (c).....	18
Gambar 2.4	Difraksi oleh bidang kisi N	20
Gambar 2.5	Konstruksi Fresnel untuk hasil amplitudo dari difraksi oleh bidang kisi N	20
Gambar 2.6	Fungsi $\frac{\sin^2 N\theta}{(N\theta)^2} \cong \frac{1}{N^2} \frac{\sin^2 N\theta}{\sin^2 \theta}$	21
Gambar 2.7	Hasil Karakterisasi Maghemit menggunakan SEM	24
Gambar 4.1	Limbah besi bubuk	38
Gambar 4.2	Terbentuk garam dari pelarut a) asam sulfat, dan b) asam klorida	40
Gambar 4.3	Uji kualitatif Fe ²⁺ dari a) asam sulfat b) asam klorida menggunakan NaOH	40
Gambar 4.4	Terbentuknya garam dari pelarut a) asam klorida, dan b) asam nitrat	41
Gambar 4.5	Uji kualitatif Fe ³⁺ dari a) asam klorida b) asam nitrat menggunakan NaOH	42
Gambar 4.6	Produk a) sebelum kalsinasi dan b) setelah kalsinasi	44
Gambar 4.7	Produk a) sebelum kalsinasi dan b) setelah kalsinasi	45
Gambar 4.8	Produk a) sebelum kalsinasi dan b) setelah kalsinasi	46
Gambar 4.9	Difaktogram XRD <i>sample magnetit suspent</i> dengan variasi prekursor	47
Gambar 4.10	Pola XRD pada 2θ 35.4 sampel <i>sample magnetit suspect</i>	48
Gambar 4.11	Difraktogram XRD sampel hasil sintesis dengan variasi Prekursor	50
Gambar 4.12	Pola XRD pada 2θ 35.7 sampel hasil sintesis	50
Gambar 4.13	Hasil Kalsinasi a) sampel 1, b) sampel 2, dan c) sampel 3	53
Gambar 4.14	Perbandingan prekursor terhadap nilai L	54
Gambar 4.15	Grafik hubungan nilai a* dan b* hasil sintesis	55
Gambar 4.16	Diagram warna kroma dan <i>hue</i>	56
Gambar 4.17	Hasil SEM sampel hasil sintesis 50.000x	57
Gambar 4.18	Hasil pengukuran partikel sampel hasil sintesis	57
Gambar 4.19	Kurva standar analisa Fe ³⁺ dengan UV-Vis	59
Gambar 4.20	Kurva standar analisa logam Fe dengan AAS	60

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi kimia limbah bubuk besi	9
Tabel 2.2	Karakteristik Maghemit	12
Tabel 3.1	Rincian jumlah bahan pembuatan prekursor	32
Tabel 3.2	Pembagian prekursor dan variasi prekursor	32
Tabel 4.1	Hasil XRF limbah bubuk besi	39
Tabel 4.2	Hasil <i>Refinement sample magnetite suspect</i>	48
Tabel 4.3	Ukuran kristal <i>sample magnetite suspect</i>	49
Tabel 4.4	Hasil <i>Refinement</i> sampel hasil sintesis	51
Tabel 4.5	Ukuran kristal sampel hasil sintesis	53
Tabel 4.6	Hasil analisa warna pigmen sampel hasil sintesis dengan variasi prekursor	53
Tabel 4.7	Komponen sampel hasil magemit ketiga	58
Tabel 4.8	Perbandingan Fe ³⁺ dan Fe ²⁺ dalam senyawa sampel hasil sintesis	61



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian	70
Lampiran 2	Diagram Alir	71
Lampiran 3	Perhitungan	73
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi Limbah Bubut Besi Menggunakan XRF ..	75
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi XRD	76
Lampiran 6	Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica.....	81
Lampiran 7	Perhitungan Hasil Karakterisasi UV-Vis	88
Lampiran 8	Perhitungan Hasil Karakterisasi AAS	89
Lampiran 9	Hasil Karakterisasi SEM-EDX	90
Lampiran 10	Hasil Uji Warna Pigmen Maghemit Menggunakan Color Reader	93
Lampiran 11	Perhitungan Ukuran Kristal Pigmen Maghemit	95
Lampiran 12	Perhitungan Qsp	100
Lampiran 13	Dokumentasi Penelitian	102



ABSTRAK

Hasanah, Iis Kumala Umul. 2019. **Sintesis Nanopartikel Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) sebagai Pigmen dari Limbah Besi Bubut dengan Variasi Prekursor Menggunakan Metode Presipitasi – Kalsinasi**. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Pembimbing I: Himmatul Barroroh, M.Si; Pembimbing II: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I; Konsultan: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

Kata Kunci: Limbah bubut, pigmen, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, prekursor, presipitasi - kalsinasi

Maghemit merupakan salah satu senyawa oksida besi yang dapat di sintesis dari limbah besi, seperti limbah besi bubut. Pigmen maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) telah disintesis menggunakan metode presipitasi-kalsinasi dengan variasi prekursor. Hasil presipitasi dengan variasi prekursor, variasi pertama FeSO_4 dan FeCl_3 ; variasi kedua FeSO_4 dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$; dan variasi ketiga FeCl_2 dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ menghasilkan magnetit, kemudian di kalsinasi dengan suhu $350\text{ }^\circ\text{C}$ selama 3 jam sehingga menghasilkan maghemit. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, *Color Reader*, dan SEM-EDX. Data XRD dan *Color Reader* menunjukkan seluruh sampel hasil kalsinasi sesuai dengan standar maghemit. Ukuran kristal terbesar $49,87\text{ nm}$ dan nilai *Lightness* serta *Chroma* terbesar pada variasi ketiga. Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa morfologi $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ hasil sintesis dan distribusi ukuran partikel yang tidak seragam, serta terdapat pengotor berupa Si dan C.

ABSTRACT

Hasanah, Iis Kumala Umul. 2018. **Synthesis of Maghemite Nanoparticles (γ -Fe₂O₃) as Waste Iron Lathe of Pigment with Precursor Variations by Using Precipitation–Calsination Method.** Thesis. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang.

Supervisor I: Himmatul Barroroh, M.Si; Supervisor II: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I; Consultant: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

Keywords: Waste iron lathe, pigment, γ -Fe₂O₃, precursor, precipitation - calsination

Maghemite is one of the iron oxide compounds which can be synthesized from iron waste, such as iron lathe waste. Synthesis maghemite pigment (γ -Fe₂O₃) using solvent variations by precipitation-calcination method. The result of precipitation with precursor variation, the first variation FeSO₄ and FeCl₃; the second variation FeSO₄ and Fe(NO₃)₃; and the third variation FeCl₂ and Fe(NO₃)₃ produces magnetite, then calcined at 350 °C for 3 hours to produce maghemite. The synthesized samples were characterized using XRD, Color Reader, and SEM-EDX. XRD and Color Reader data show all calcined samples according to maghemite standards. The largest crystal size is 49.87 nm and the Lightness and Chroma values are the largest in the third variation. From SEM-EDX that morphology of γ -Fe₂O₃ is spheric, the distribution of particle size is not uniform, and there were impurities in the form of Si and C.

مستخلص البحث

الحسنة، ئئيس كومالا. أم. ٢٠١٩ . تحضير الذرات مغميت ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) لطبقة خردة المخروط مع تنوع سلائف باستخدام طريقة الثفل والتسخين (برييتاسي - كالسينايسي). البحث العلمي الجامعي. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية بمالانج. المشرفة الأولى : همة البرارة الماجستير. المشرف الثاني : م. مخلص فحر الدين الماجستير. مستشارة : ليلي مفتاح الخيرة.

الكلمات الأساسية : خردة المخروط، طبقة، $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ، سلائف ، الثفل - التسخين.

مغميت يعد أحد مركبات أكسيد الحديد التي يتم أن يصنعها من نفايات الحديد، يستخدم توليفمثل نفايات مخرطة الحديد. طبقة مغميت ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) الطريقة الثفلية والتسخينية مع تنوع سلائف. إنتاج الثفل تنوع السلائف، التنوع الأول $\text{FeSO}_4 : \text{FeCl}_3$ والتنوع الثاني : $\text{FeSO}_4 : \text{Fe(NO}_3)_3$ والتنوع الثالث $\text{FeCl}_2 : \text{Fe(NO}_3)_3$ ينتج على مغميت، ثم يسخن بالدراجة الحرار 350° الحرارة سيلحيوس حاولي ثلاث ساعات حتي ينتج إلى طبقة مغميت. نموذج إنتاج التوليف يوصف باستخدام XRD، وجولور ريدير (Color Reader)، وسيم - أيديك (SEM-EDX). إنتاج البيانات XRD وجولور ريدير (Color Reader) يدل كل نموذج إنتاج التسخين مطابقاً بمعيار مغميت. أكبر مقياس البلورة يعني ٧،٤٩ نانومتر و أكبر قيمة Lighness مع Chroma في التنوع الثالث. إنتاج سيم- أيديك (SEM-EDX) يدل أن الشكل $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ هو إنتاج التوليف منتظم سبيريك (spheric) بتوزيع مقياس الذرات الذي غير منتظم، وتوجد الملوث يعني Si و C .

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa dalam ukuran nanopartikel memiliki sifat fisika dan kimia yang lebih baik dibandingkan dengan material berukuran mikron seperti memiliki sifat kemagnetan yang tinggi. Pemanfaatan nanopartikel oksida besi banyak dikaji oleh banyak peneliti (Mascelo *et al*, 2013). Nanopartikel besi oksida diantaranya sebagai pigmen (Bilalodin, dkk., 2015; Rahman, dkk., 2013; Liu, dkk., 2006), magnet (Aji, dkk., 2007), dan adsorben (Hernandes, dkk., 2012). Pigmen oksida besi merupakan bahan pewarna yang banyak diaplikasikan pada cat, keramik dan kaca. Pigmen tersebut memiliki kelebihan diantaranya inert, tidak beracun, dan stabil, serta warna yang bermacam-macam mulai dari kuning, orange, merah, coklat sampai hitam (Atma, 2013).

Peraturan Pemerintah Nomor 85 Tahun 1999 menyatakan bahwa limbah padat yang dihasilkan industri baja dan besi diklasifikasikan sebagai limbah B-3 (bahan beracun dan berbahaya) yang dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Kadar logam Fe dalam limbah bubuk besi sebesar 96.16% (Sunardi dan Petrus Darmawan, 2007) sehingga perlu dilakukan pengolahan, yaitu dapat di daur ulang menjadi pigmen oksida besi. Legodi (2007) dalam penelitiannya juga menyatakan bahwa oksida besi dapat disintesis dari limbah. Aji dkk (2007) dalam penelitiannya menyatakan bahwa limbah dari industri pembuatan baja dapat di sintesis menjadi pigmen magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Untuk itu dalam penelitian akan di sintesis pigmen maghemit dari limbah bubuk besi.

Allah SWT berfirman dalam Al-Qur'an surah Al-Hadid, ayat 25 tentang keistimewaan besi:

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

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

Berdasarkan ayat di atas, menurut tafsir Quraish Shihab (2005), lafadz

وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنَافِعٌ لِلنَّاسِ menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan

besi yang di dalamnya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia. Salah satu potensi dari senyawaan besi yang dapat dimanfaatkan adalah oksida besi. Limbah besi tersebut yang diakibatkan oleh ulah tangan manusia tersebut dapat menyebabkan kerusakan lingkungan. Untuk itu, dalam penelitian ini akan memanfaatkan limbah bubuk besi untuk disintesis menjadi pigmen oksida besi. Salah satu oksida besi yang banyak dimanfaatkan sebagai pigmen ialah maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) merupakan pigmen merah kecoklatan yang banyak digunakan dalam industri keramik. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (maghemit) adalah polimorf Fe_2O_3 yang memiliki struktur kristal berupa kubus dari tipe spinel dan ukuran kristal kurang lebih 10 nm pada space group $P4_332$ adalah $a=8.351 \text{ \AA}$. Maghemit merupakan material magnetik yang khas seperti Fe_3O_4 (magnetit) yaitu material yang menarik dan mempunyai respon magnetik yang tinggi dan mempunyai struktur spinel. Faktanya, maghemit merupakan salah satu material

yang berkembang secara cepat dari teori supermagnetik. Nanopartikel $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ merupakan material yang banyak digunakan di bidang nanoteknologi karena ukuran nanopartikelnya mempunyai sifat magnet yang menarik dan susunan permukaan yang luas, tidak beracun, biodegradable, dan stabil (Mahdi, 2017).

Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap sintesis oksida besi maghemit adalah metode sintesis. Beberapa metode yang telah dikembangkan antara lain sol gel (Opuchovic, 2014), hidrotermal (Bhavani, dkk., 2017), kopresipitasi (Nurdin, 2016) dan presipitasi (Aji, 2007). Fatmaliana, dkk., (2016) menjelaskan bahwa metode presipitasi merupakan metode yang paling banyak dikembangkan karena peralatan sederhana, relatif murah, dan memberikan rendemen yang memadai. Legodi (2007) menggunakan metode presipitasi dalam penelitiannya, hasil XRD menunjukkan terbentuk maghemit dengan lebar $2\theta = 13$, yang menunjukkan bahwa produk dimungkinkan mengandung pengotor dalam jumlah kecil. Adapun hasil SEM menunjukkan pigmen yang baik dengan ukuran partikel $10\ \mu\text{m}$. Aji (2007) dalam penelitiannya menggunakan metode presipitasi basa menggunakan material dari limbah baja dan pasir besi, diperoleh hasil maghemit setelah dilakukan kalsinasi dengan suhu $300\ ^\circ\text{C}$ dengan struktur kubus. Pada penelitian Bhavani (2017) menggunakan metode hidrotermal diperoleh hasil pigmen berwarna merah kecoklatan yang menunjukkan maghemit dengan fasa yang tidak stabil dan tidak seragam. Sehingga dalam penelitian ini menggunakan metode presipitasi-kalsinasi. Keuntungan dari metode ini adalah metode sederhana dan hasil pigmen yang cukup banyak serta memiliki distribusi ukuran yang seragam (Mohaputra dan Anand, 2011).

Faktor lain yang berpengaruh dalam sintesis maghemit adalah bahan baku. Berdasarkan penelitian Irwan (2016) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ menunjukkan kristalin dengan 10.3 nm, selain itu hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bentuk sferoidal dan distribusi ukuran partikel 9.6 nm. Bhavani (2017) dalam penelitiannya menggunakan prekursor $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan FeCl_3 , diperoleh maghemit dengan warna merah kecoklatan dengan ukuran kristal 20 nm pada suhu 90°C sebesar 20 nm serta diameter nanopartikel 40-55 nm. Berdasarkan beberapa penelitian, bahwa prekursor berpengaruh terhadap struktur maghemit.

Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Chen, dkk (2013) menunjukkan bahwa prekursor sangat berpengaruh terhadap perubahan struktur, ukuran, dan bentuk pigmen nanopartikel maghemit. Legodi (2007) menjelaskan dalam penelitiannya, bahwa prekursor Fe^{2+} dapat dihasilkan dari pelarutan besi dengan pelarut H_2SO_4 dan prekursor Fe^{3+} dihasilkan dari pelarutan limbah besi dengan HNO_3 . Perbandingan prekursor menurut Bhavani (2017) dalam penelitiannya bahwa maghemit berwarna merah kecoklatan dapat dihasilkan dari $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} : \text{FeCl}_3$ (1:2) hasilnya adalah maghemit dengan warna merah kecoklatan dengan fasa kubus dan ukuran kristal sebesar 20 nm. Irwan (2016) dalam penelitiannya menyatakan bahwa hasil dari perbandingan prekursor $\text{FeCl}_3 : \text{FeCl}_2$ (2 : 1) yaitu diperoleh fasa kubus bermuka dua dengan rentang parameter kisi 8.334-8363 Å dan hasil SEM menunjukkan senyawa maghemit ini berbentuk sferoidal.

Berdasarkan uraian diatas, akan dilakukan penelitian dengan memanfaatkan limbah bubuk besi sebagai pigmen maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) menggunakan variasi pelarut pada pembuatan prekursor menggunakan metode

presipitasi-kalsinasi. Hasil sintesis di karakterisasi menggunakan *colour reader* untuk menentukan nilai warna, *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk mengetahui struktur, ukuran kristal dan tingkat kristalinitas. Satu produk yang memiliki warna yang sesuai dengan standar dan memiliki derajat kristalinitas yang tinggi akan di lanjutkan karakterisasi menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi, distribusi ukuran partikel dan komposisi unsur yang terkandung.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik maghemit hasil sintesis dengan variasi prekursor terhadap struktur, ukuran kristal, dan nilai warna pigmen menggunakan metode presipitasi-kalsinasi?
2. Bagaimana morfologi, ukuran partikel dan komposisi pigmen hasil sintesis pada kondisi optimum?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui karakteristik maghemit hasil sintesis dengan variasi prekursor terhadap struktur, ukuran kristal, dan nilai warna pigmen menggunakan metode presipitasi-kalsinasi.
2. Mengetahui morfologi, ukuran partikel dan komposisi pigmen hasil sintesis optimum.

1.4 Batasan Masalah

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

1. Limbah besi yang digunakan sebagai sampel berasal dari salah satu industri kerajinan besi di Kota Malang.
2. Pelarut yang digunakan adalah H_2SO_4 , HNO_3 , dan HCl .
3. Metode sintesis yang digunakan adalah metode presipitasi-kalsinasi pada suhu $350\text{ }^\circ\text{C}$.
4. Hasil sintesis optimum berdasarkan hasil struktur dan warna yang mendekati standar.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Dapat memberikan informasi dan solusi bagi limbah bubut industri kerajinan besi menjadi bahan baku pembuatan pigmen maghemit ($\gamma - Fe_2O_3$)
2. Dapat mengurangi potensi pencemaran lingkungan akibat limbah bubut industri kerajinan besi.
3. Dapat mengkaji metode dalam sintesis maghemit yang dapat dikembangkan untuk menghasilkan pigmen berkualitas.
4. Sebagai sumber penanganan baru yang dapat diketahui oleh masyarakat luas.
5. Sebagai kajian literasi tentang pemanfaatan dan pengolahan limbah bubut besi menjadi pigmen maghemit.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Besi dan Potensinya sebagai Oksida Besi

Limbah bubut besi merupakan limbah yang dihasilkan oleh bengkel bubut dan industri pelapisan logam (Sunardi dan Wijayanti, 2010). Berdasarkan lampiran 2 Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999, limbah yang berasal dari kegiatan dan pengampelasan ditetapkan sebagai limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) dari sumber spesifik, yaitu limbah sisa proses suatu industri. Limbah tersebut apabila tidak ada penanganan dan langsung dibuang akan menyebabkan pencemaran lingkungan (Sunardi, 2015). Sehingga, perlu penanganan atau pengolahan limbah bubut besi.

Industri besi dan baja menghasilkan limbah padat yang sangat melimpah. Pada tahun 1974, industri besi dan baja di Perancis telah dikurangi, dengan *recycling* yang dilakukan dalam pabrik, penggunaan ulang oleh industri lain, menjadi bahan tambahan dalam industri semen, dan lain sebagainya, namun hanya sebagian kecilnya saja yang digunakan kembali, hanya sekitar 50 kg per 1000 kg. Hal ini karena limbah pabrik besi dan baja tidak memiliki keuntungan dalam bidang pertanian, tidak mudah didaur ulang, dan merupakan material yang cukup stabil (Phipipp, Endell, Raguin, dan Dechelette, 1986).

Menurut Sunardi dan Darmawan (2007) bahwa didalam limbah besi masih terkandung besi dengan kadar 96%, sehingga hal ini menunjukkan bahwa limbah besi bubut mempunyai potensi untuk diolah sebagai besi oksida. Berdasarkan hasil XRF dalam Khoiroh (2013) limbah bubut besi mengandung unsur-unsur logam seperti Fe, Ca, Cr, Rb, Mn, Eu, dan lain sebagainya (Tabel 2.1). hasil

analisis kandungan logam pada limbah bubut besi mempunyai kandungan Fe 97,11% sebagai kandungan utama pada logam. Khoiroh (2013) memanfaatkan limbah bubut besi tersebut sebagai bahan dasar dalam pembuatan pigmen besi oksida. Selain itu limbah bubut besi juga digunakan sebagai bahan dasar sintesis koagulan untuk penjernih air (Sunardi dan Wijayanti, 2010).

Tabel 2.1 Komposisi kimia limbah bubut besi

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

Sumber: (Khoiroh, 2013).

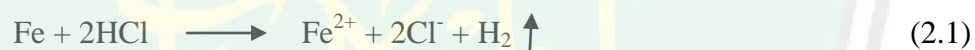
Oksida besi mempunyai peran penting dalam berbagai disiplin ilmu, termasuk korosi ilmu, kimia, kedokteran, kimia industri, ilmu tanah dan ilmu material karena sifat magnetik yang menarik. Besi oksida dapat menunjukkan beberapa struktur kristal dan komposisi tetapi yang paling penting adalah maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan magnetit (Fe_2O_3) (Rochelle et all , 1991).

Bengkel bubut merupakan suatu usaha atau tempat untuk mengolah besi dan logam lainnya secara fisik, antara lain *welding*, *milling*, *grinding*, dan lain-

lain. Proses tersebut dihasilkan limbah berupa serbuk-serbuk logam. Serbuk-serbuk tersebut tidak dapat dipergunakan lagi untuk usaha bengkel, selain itu jika dibiarkan dapat mencemari lingkungan karena limbah tidak dapat diurai secara alami, maka dari itu pengusaha bengkel biasanya menjual serbuk-serbuk tersebut untuk dilebur kembali menjadi logam baru.

2.2 Potensi Oksida Besi sebagai Pigmen

Besi merupakan logam yang banyak terdapat di alam. Besi merupakan logam ke-4 penyusun kerak bumi, berwarna abu-abu dan dapat melebur pada suhu 1535 °C. Vogel (1990) menyatakan bahwa besi dapat larut dalam asam klorida encer atau pekat menghasilkan garam-garam besi (II) dan asam sulfat encer atau pekat serta asam nitrat pekat menghasilkan garam-garam besi (III) berikut ini reaksinya pada persamaan 2.1 sampai 2.4 (Vogel, 1990).



Oksida besi merupakan salah satu jenis material yang banyak ditemukan dalam fragmen batuan pada tanah. Umumnya oksida besi digunakan sebagai zat pewarna, katalis, dan bahan utama pada pembuatan magnet. Oksida besi tidak beracun, tetapi jika debunya terhirup dalam jumlah banyak dapat menyebabkan iritasi pada tenggorokan dan saluran pernafasan (Hamsah, 2007). Oksida besi dapat dimanfaatkan dalam berbagai produk seperti film tipis (Fitriawan, 2015), beberapa nanoteknologi seperti sensor (Kusumawati, dkk., 2013), katalis dan

bahan pembuatan magnet (Hamsah, 2007), pigmen (Aji, dkk., 2007; Bilalodin, dkk., 2015; Khoiroh, dkk., 2013; Rahman, dkk., 2013). Pigmen adalah material anorganik maupun organik yang berwarna karena adanya efek transmitansi atau refleksi dari yang dihasilkan cahaya dengan panjang gelombang tertentu. Sobirin dkk (2015) dalam penelitiannya telah mensintesis pigmen oksida besi dari pasir besi. Pigmen oksida besi sintesis banyak digunakan sebagai pewarna material konstruksi, pewarna pada cat dan pelapis, plastik dan karet, dan lain sebagainya (Bauxbaum dan Pffaf, 2005).

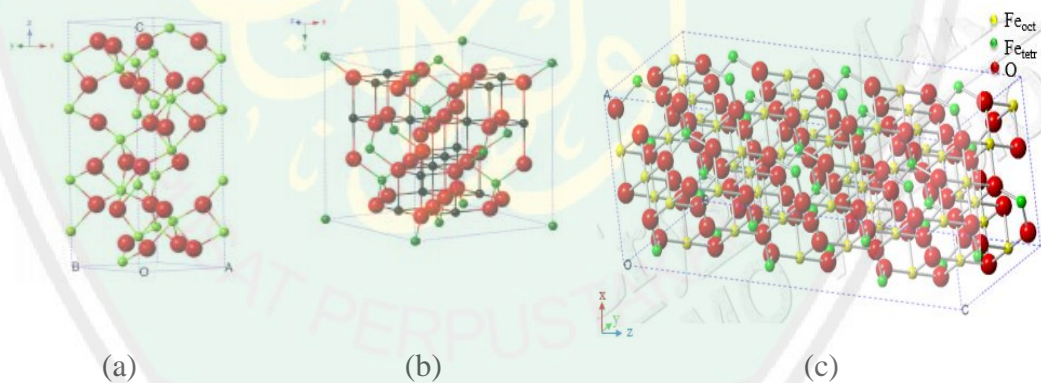
Jenis-jenis pigmen oksida besi dan warnanya, antara lain hematit merah ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), goethit kuning ($\alpha\text{-FeOOH}$), maghemit coklat ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan magnetit hitam (Fe_3O_4) (Hamsah, dkk., 2007; Kusumawati, dkk., 2013). Pigmen besi oksida yang banyak digunakan diantaranya adalah hematit, goethit, magnetit, dan maghemit (Bauxbaum dan Pfaff, 2005). Pigmen besi oksida sintesis digunakan karena tidak beracun, biodegradable, stabil, tahan pada suhu yang tinggi (Machala, dkk., 2011).

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

Menurut Bauxbaum dan Pffaf (2005) oksida besi sebagai salah satu pigmen anorganik rata-rata berukuran $0,01\ \mu\text{m} - 10\ \mu\text{m}$. Legodi dan de Waal (2007) menjelaskan bahwa pada ukuran $<10\ \mu\text{m}$ menunjukkan karakteristik pigmen yang baik. Akan tetapi, dalam era modern ini telah banyak berkembang pigmen oksida besi dalam skala nano (Aji, dkk., 2007; Bilalodin, dkk., 2015). Hosokawa, dkk (2012) dalam penelitiannya menyatakan bahwa nanopartikel merupakan partikel dalam ukuran nanometer, yaitu antara 1-100 nm. Besi oksida

sebagai salah satu jenis material nano yang berdimensi nol, memiliki sifat luas permukaan dan volume yang berbeda dari atom atau molekul penyusunnya (Hosokawa, dkk., 2012).

Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) merupakan salah satu struktur magnetik. Maghemit menurut Cornell dan Schwertmann (2003) merupakan mineral berwarna coklat dan bersifat ferrimagnetik dengan komposisi kimia yang sama dengan hematit tetapi strukturnya sama dengan magnetit yaitu kubik, seperti pada gambar 2.1. Maghemit memiliki struktur kristal spinel kubik yang mengandung Fe^{3+} dengan parameter kisi a adalah $8,351 \text{ \AA}$ (Shokrollahi, 2017). Maghemit memiliki simetri tetragonal dan kubik. Menurut Teja dan Koh (2009) maghemit juga memiliki struktur tetragonal dengan *space group* $P4_32_12$. Karakter maghemit selengkapnya sesuai Tabel 2.3.



Gambar 2.1 Struktur kristal (a) Hematit, rombohedral $R3c$ (b) Magnetit, kubus $Fd3m$ (bola hitam adalah Fe^{2+} , bola hijau adalah Fe^{3+} , bola merah adalah O^{2-}) (Sumber: Wu, dkk., 2015) dan (c) Maghemit, Tetrahedral (Bola kuning Fe oktahedral, bola hijau Fe tetrahedral, bola merah O) (Sumber: Machala, dkk., 2011).

Tabel 2.2 Karakteristik Maghemit

Nama Mineral	Maghemit
Sistem Kristal	Kubus atau tetragonal
Parameter Kisi (Å) Kubus	a = 8,351 Å
Tetragonal	a = 8,349 Å c = 24,996 Å
Unit Rumus per Unit Sel, Z	8
Densitas (gm/cm³)	4,87
Warna	Coklat-Coklat Kemerahan
Kekerasan	5
Tipe Magnet	Ferimagnetik
Tipe Struktur	Spinel defect
Space Grup Kubus	P432 atau P4 ₃ 32
Tetragonal	P4 ₃ 2 ₁ 2

Sumber: (Cornell and Schwertmann, 2003).

Hematit (α - Fe_2O_3) merupakan oksida besi yang paling stabil dan jenis semikonduktor dengan celah pita 2,3 eV. Dimana pita konduksi (CB) terdiri dari d-orbital kosong Fe^{3+} dan pita valensi (VC) terdiri dari orbital medan kristal 3d terisi orbital Fe^{3+} dengan beberapa campuran O orbital 2p non-bonding. Seperti Gambar 2.1 (a) ion Fe^{3+} menempati dua pertiga dari sisi oktahedral yang dibatasi oleh kisi O hexagonal close-packet yang hampir ideal. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 (b) magnetit (Fe_3O_4) memiliki struktur spinel kubus berpusat muka (fcc), berdasarkan pada 32 ion O^{2-} dan sepanjang arah close-packed. Fe_3O_4 memiliki struktur kubus spinel terbalik yang terdiri dari susunan ion oksida kubus close packed (ccp), dimana ion Fe^{2+} menempati setengah dari sisi oktahedral dan Fe^{3+} merata di sisi oktahedral yang tersisa dan sisi tetrahedral. Stoikiometri magnetit $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1/2$ dan Fe divalen dapat sebagian atau seluruhnya diganti oleh ion divalen lainnya (Co, Mn, Z, dll). Namun, Fe_3O_4 memiliki resistivitas terendah diantara oksida besi karena celah pita nya kecil (0,1 eV). Gambar (c) menunjukkan struktur maghemit adalah tetragonal. Anion oksigen memunculkan susunan kubus padat (ccp) sementara ion besi didistribusikan pada sisi tetrahedral

(8 ion Fe per unit sel) dan sisi oktahedral (ion Fe dan dan kekosongan). Oleh karena itu, maghemit dapat dianggap sebagai magnetit teroksidasi penuh, dan merupakan semikonduktor dengan celah pita sebesar 2,0 eV (Wu, dkk., 2015).

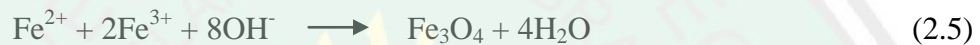
Lanxess (2003) telah memproduksi pigmen maghemit berwarna cokelat terang – gelap atau cokelat kemerahan dengan ukuran partikel 0,1 μm – 0,8 μm . Selain itu, warna standar maghemit adalah memiliki nilai L^* (*Lighness*) antara 25-37, nilai C^* (*Chroma*) antara 15-34 dan nilai H^0 (*Hue*) antara 61-72 (Cornel dan Schwertmann, 2003). Maghemit memiliki struktur dan sifat kemagnetan yang sama dengan magnetit tetapi kestabilan termalnya tidak sama, dan suhu transformasi maghemit mulai 350 – 500 $^{\circ}\text{C}$ (Xiuming, dkk., 2010). Selain itu, pigmen maghemit memiliki keunggulan, salah satunya adalah memiliki sifat magnet yang kuat. Maghemite telah menarik banyak perhatian para penelitian karena memiliki sifat-sifat yang unik dan berpotensi diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti pada material konstruksi, cat, pelapis, plastik, karet dan kertas.

2.4 Sintesis Oksida Besi Maghemit dengan Metode Presipitasi-Kalsinasi

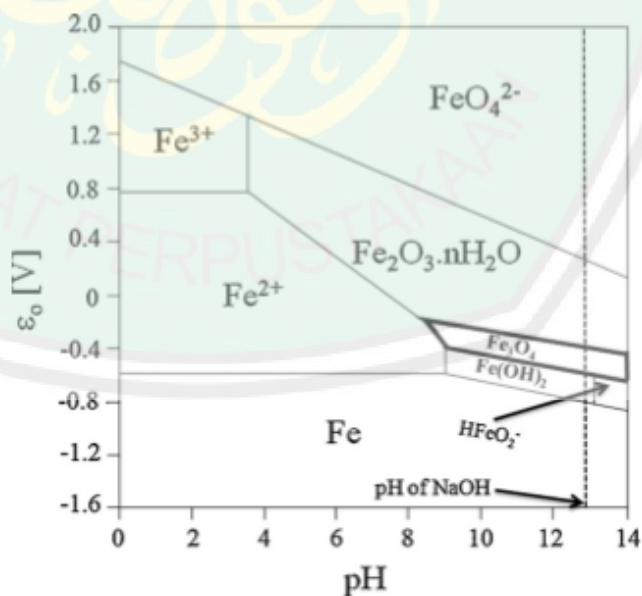
Beberapa metode yang telah digunakan untuk mensintesis maghemit diantaranya, kopresipitasi (Layek, dkk., 2010), hidrotermal (Horner, dkk. 2009), presipitasi-kalsinasi (Aji, dkk., 2007; Legodi dan de Waal, 2007). Layek, dkk (2010) telah mensintesis dari garam besi dan dioktil natrium sulfo suksinat (ATO) dengan metode kopresipitasi. Maghemit yang dihasilkan Layek (2010) berbentuk jarum dengan ukuran 15 – 25 nm dengan kristalinitas rendah dan menunjukkan aglomerasi setelah dikalsinasi pada suhu 400 $^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam (Layek, dkk.,

2010). Hasil sintesis maghemit oleh Horner, dkk (2009) menggunakan metode hidrotermal yaitu berukuran 10-110 nm.

Teknik presipitasi merupakan teknik yang sederhana dan banyak digunakan dalam bidang kimia untuk mendapatkan partikel magnetik. Pembuatan pigmen dengan proses presipitasi dapat mempengaruhi sifat material dasar oksida besi seperti fase yang terbentuk, impuritas dan aglomerasi. Besi oksida (Fe_3O_4 atau $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) biasanya disiapkan oleh campuran stoikiometri penuaan garam besi dan besi dalam medium berair. Reaksi kimia pembentukan Fe_3O_4 dapat ditulis sebagai berikut (Laurent et al., 2008) :



Termodinamika menurut reaksi diatas, pengendapan Fe_3O_4 diharapkan terjadi pada pH antara 8 dan 14, dengan rasio 2 : 1 ($\text{Fe}^{3+} / \text{Fe}^{2+}$), namun magnetit (Fe_3O_4) sangat tidak stabil dan sensitif terhadap oksidasi (Laurent et al., 2008).



Gambar 2.2 Diagram Pourbaix oksida besi yang menunjukkan fasa stabil dengan variasi pH (El-kharrag, 2012)

Oksidasi di udara bukan satu-satunya cara untuk mengubah magnetit (Fe_3O_4) ke maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Berbagai elektron atau ion transfer tergantung pada pH suspensi yang terlibat. Kondisi asam dan anaerobik menyebabkan permukaan ion Fe^{2+} yang diserap sebagai hexa-aqua kompleks dalam larutan, sedangkan pada kondisi netral oksidasi magnetit melibatkan oksidasi-reduksi pada permukaan magnetit. Oksidasi ion besi adalah selalu berkorelasi dengan migrasi kation melalui kisi-kisi kerangka, menciptakan lowongan kationik untuk mempertahankan muatan (Laurent et al., 2008). Hasil penelitian Andujar, dkk., (2013) menunjukkan bahwa pH sintesis berpengaruh terhadap warna dan ukuran kristal yang dihasilkan. Semakin tinggi pH yang digunakan dalam sintesis pigmen oksida besi menyebabkan warna yang dihasilkan semakin terang dan ukuran partikel semakin besar. Sulistyawati (2017) dalam penelitiannya pembentukan magnetit dengan prekursor $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ dengan NH_4OH sebagai agen pengendap menggunakan metode co-presipitasi, pembentukan magnetit mulai dari pH 9 dan di prediksi dari diagram Pourbaix (El-kharrag, 2012) terbentuknya magnetit secara sempurna yaitu pada pH 11.

Metode-metode dalam mensintesis pigmen oksida besi diantaranya adalah metode presipitasi dan kopresipitasi (Fatmaliana, dkk., 2016; Kusumawati, dkk., 2013), namun dari beberapa metode yang lebih maksimal untuk menghasilkan pigmen oksida besi adalah metode presipitasi. Hal ini dikarenakan dalam metode presipitasi menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol kondisi sintesis (Fatmaliana, dkk., 2016). Metode sintesis dapat mempengaruhi warna, struktur dan ukuran partikel. Berdasarkan penelitian Kukuh dkk (2013) sintesis oksida besi dengan metode presipitasi dihasilkan serbuk pigmen hematit berstruktur

rhombohedral fasa tunggal dengan ukuran kristalit. Kazeminezhad dan Mosivand (2014) melakukan kalsinasi dengan suhu 150 °C dihasilkan maghemit berwarna coklat gelap, suhu 200 °C dihasilkan maghemit berwarna coklat terang. Lisa (2018) dalam penelitiannya menggunakan metode presipitasi dengan variasi suhu kalsinasi diperoleh hasil terbaik yaitu pada suhu kalsinasi 350 °C, hasil XRD menunjukkan nilai kristalinitas tertinggi dan hasil *color reader* menunjukkan senyawa dengan suhu tersebut di peroleh nilai warna yang cerah. Berikut adalah persamaan presipitasi dan kalsinasi :



2.5 Karakterisasi Hasil Sintesis

2.5.1 Colour Reader

Warna bahan biasanya diukur dalam unit $L^*a^*b^*$ yang merupakan standar internasional pengukuran warna, diadopsi oleh CIE (Commission Internationale de l'Éclairage) (Hunterlab, 2008). Warna suatu bahan dapat diukur dengan menggunakan alat Kolorimeter (Colour Reader), spektrofotometer, atau alat-alat lain yang dirancang khusus untuk mengukur warna. Cara pengukuran warna yang lebih teliti dilakukan dengan mengukur komponen warna dalam besaran *value*, *hue*, dan *chroma*. Nilai *Value* menunjukkan gelap terangnya warna, nilai *hue* mewakili panjang gelombang yang dominan yang akan menentukan apakah warna tersebut merah, hijau, atau kuning, sedangkan *Chroma* menunjukkan intensitas warna (Winarno, 1992).

Skala warna CIELab dapat digunakan pada berbagai objek yang akan diukur warnanya. Skala warna ini digunakan terutama pada industri-industri (Walford, 1980).

$$\Delta L^* = L^*_{\text{sampel}} - L^*_{\text{standar}} \quad (2.9)$$

$$\Delta a^* = a^*_{\text{sampel}} - a^*_{\text{standar}} \quad (2.10)$$

$$\Delta b^* = b^*_{\text{sampel}} - b^*_{\text{standar}} \quad (2.11)$$

$$C^* = \sqrt{a^{*2} + b^{*2}} \quad (2.12)$$

dimana

$$\Delta C^* = C^*_{\text{sampel}} - C^*_{\text{standar}} \quad (2.13)$$

$$\Delta H^* = \sqrt{\Delta E^{*2} - \Delta L^{*2} - \Delta C^{*2}} \quad (2.14)$$

$$\Delta E^* = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2} \quad (2.15)$$

Berdasarkan penelitian Kukul (2013) menyatakan bahwa maghemit hasil sintesis pada temperatur 500 °C mempunyai nilai L*a*b* berturut-turut 28,36; 27,86; 30,24. Cornell dan Schwertmann (2003) menyatakan bahwa kecerahan warna pada pigmen dipengaruhi oleh ukuran partikelnya, semakin kecil ukuran partikel maka warna pigmen semakin terang.

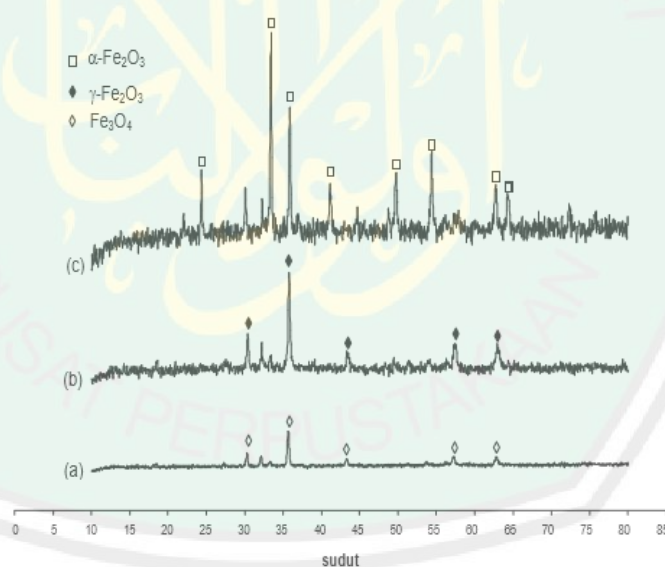
2.5.2 X-ray Diffraction (XRD) Oksida Besi Maghemit

X-ray Diffraction (XRD) merupakan teknik analisis non destruktif untuk mengidentifikasi dan menentukan secara kuantitatif tentang bentuk-bentuk kristal, yang disebut fasa. Struktur kristal nanopartikel di karakterisasi oleh difraksi sinar X menggunakan Cu K α ($\lambda = 0,15406$ nm). Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang 0,05-0,25 nm (0,5-2,5 Å) yang mendekati jarak antar atom kristal (Smith, 1990).

Metode difraksi umumnya digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang belum diketahui yang terkandung dalam suatu padatan dengan cara membandingkan dengan data difraksi dengan database yang dikeluarkan oleh International Center for Diffraction Data berupa PDF Powder Diffraction File (PDF) (Dewi dkk, 2014). Menurut Aliahmad dan Moghaddam (2013) berdasarkan difraktogram XRD dapat diperoleh ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer berikut:

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2.16)$$

Dimana D adalah ukuran kristal (nm), β adalah nilai dari FWHM (radian), λ adalah sudut adalah panjang gelombang difraksi sinar X ($\lambda = 0,15406$ nm) dan θ difraksi (derajat) (Aliahmad dan Moghaddam, 2013).



Gambar 2.3 Difraktogram sinar-X untuk magnetit hasil sintesis (a), hasil oksidasi pada 300°C (b), dan pada 800°C (c) (Aji, 2007)

Hasil karakterisasi menggunakan XRD (Gambar 2.3) menunjukkan bahwa serbuk hasil sintesis menggunakan bahan lokal mill scale dan pasir besi dengan menggunakan metode presipitasi larutan dihasilkan bahan magnetit yang

mendominasi karena pada pasir besi bahan magnetiknya berupa magnetit, tetapi setelah dilakukan proses sintesis dapat mereduksi ukuran magnetit menjadi lebih kecil yaitu lebih kecil dari 100 nm. Adapun hasil oksidasi pada suhu 300°C dapat mengubah fasa magnetit menjadi maghemit. Perubahan tersebut teridentifikasi melalui perubahan warna dan keduanya memiliki struktur yang sama yaitu kubus, sedangkan pada suhu 800°C dapat mengubah magnetit menjadi hematit. Perubahannya teridentifikasi melalui perubahan warna dan struktur yaitu berwarna ungu dan memiliki struktur heksagonal (Aji, 2007).

2.5.3 Teori Dasar Persamaan Scherrer

Titik-titik difraksi yang diperoleh dari kristal tunggal, serta garis-garis yang diberikan oleh bubuk kristal, menjadi lebih lebar ketika ukuran kristal menurun (semakin kecil). Fenomena ini memberikan metode eksperimental untuk menentukan kristal submikroskopik. Menurut Guiner (1994), kristal memiliki bentuk pelat tipis yang terdiri dari bidang kisi N dengan jarak antar kisi d. Sinar datang dari panjang gelombang λ pada sudut datang Bragg θ_0 , sehingga:

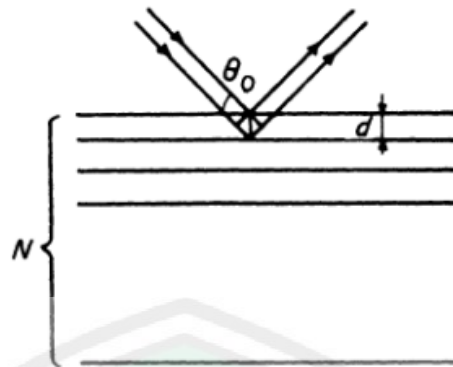
$$\lambda = 2 d \sin \theta_0 \quad (2.17)$$

Jika A adalah amplitudo yang didifraksikan oleh bidang kisi tunggal, maka sinar yang di pantulkan memiliki amplitudo NA. Apabila sudut indensi berubah menjadi $\theta_0 + \varepsilon$, maka selisih hukum Bragg tersebut adalah:

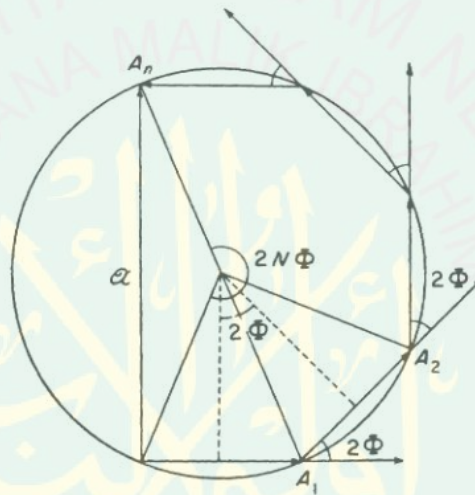
$$2d \sin (\theta_0 + \varepsilon) = \lambda + 2d\varepsilon \cos \theta_0 \quad (2.18)$$

Dimana ε adalah penambahan sudut sinar datang. Apabila ditambahkan N pada gelombang dengan amplitudo yang sama tetapi dengan perbedaan fasa, maka:

$$2\phi = \frac{4\pi d}{\lambda} \varepsilon \cos \theta_0 \quad (2.19)$$



Gambar 2.4 Difraksi oleh bidang kisi N



Gambar 2.5 Konstruksi Fresnel untuk hasil amplitudo dari difraksi oleh bidang kisi N

Konstruksi Fresnel pada Gambar 2.5 menunjukkan bahwa vektor yang mewakili gelombang dapat menentukan lingkaran dengan jari-jari $A/(2\sin\phi)$, masing-masing vektor sudut pengalihan 2ϕ di tengah. Jumlah dari semua vektor pengalihan sudut ini adalah $2N\phi$, dan modulusnya adalah:

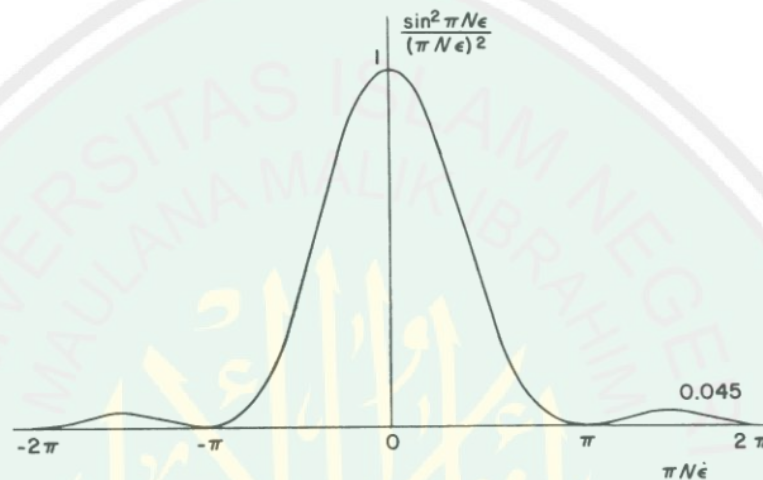
$$\mathfrak{A} = \frac{A \sin N\phi}{\sin \phi} = A \frac{\sin (2\pi N d \epsilon \cos \theta_0 / \lambda)}{\sin(2\pi d \epsilon \cos \theta_0 / \lambda)} \quad (2.20)$$

Dimana \mathfrak{A} adalah modulus dan A adalah amplitudo. Intensitas direfleksikan pada arah $\theta_0 + \epsilon$ adalah:

$$I(\epsilon) = A^2 \frac{\sin^2 N\epsilon}{\sin^2 \epsilon} \quad (2.21)$$

Fungsi tersebut ditemukan pada Gambar 2.6, dengan nilai mendekati nol untuk $N\epsilon > \pi$, atau:

$$\epsilon > \frac{\lambda}{2Nd \cos \theta_0} \quad (2.22)$$



Gambar 2.6 Fungsi $\frac{\sin^2 N\epsilon}{(\sin \epsilon)^2} \approx \frac{1}{N^2} \frac{\sin^2 N\epsilon}{\sin^2 \epsilon}$

Lebar sudut difraksi berbanding terbalik dengan Nd atau ketebalan kristal. Ada dua cara yang berbeda untuk mendefinisikan lebar garis. Pertama, dengan membandingkan nilai ϵ atau θ pada persamaan 2.18, sehingga intensitasnya adalah setengah dari nilai maksimumnya.

$$\frac{\sin^2 N\epsilon}{\sin^2 \epsilon} \approx N^2 \frac{\sin^2 N\epsilon}{(N\epsilon)^2} = \frac{N^2}{2} \quad (2.23)$$

Dimana diberikan $N\epsilon = 0,444\pi$. Sehingga:

$$\epsilon_{(I=1/2)} = \frac{0,222\lambda}{Nd \cos \theta_0} \quad (2.24)$$

Jika sudut insidensi meningkat sebesar ε , maka sudut difraksi antara insidensi dan pantulan sinar meningkat sebesar 2ε . Lebar sudut setengah puncak maksimum $\Delta'(2\theta) = 4\varepsilon$ dan $L = Nd$ adalah ketebalan kristal, maka:

$$\Delta'(2\theta) = \frac{0,9\lambda}{L \cos\theta_0} \quad (2.25)$$

Definisi kedua dari lebar garis yang lebih sesuai untuk perhitungan teoritis, yaitu lebar integral garis yang merupakan profil persegi panjang yang akan memiliki nilai maksimum dan integral garis teramati berikut:

$$\Delta(2\theta) = 2 \frac{\int I(\varepsilon) d\varepsilon}{I_{\max}} = \frac{2\lambda}{2\pi d \cos\theta_0} \times \frac{\int I(\vartheta) d\vartheta}{I(0)} \quad (2.26)$$

$$I(0) = N^2 A^2 \quad (2.27)$$

$$\int I(\vartheta) d(\vartheta) = A^2 \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\sin^2 N\vartheta}{\vartheta^2} d\vartheta = N\pi A^2 \quad (2.28)$$

Sehingga:

$$\Delta(2\theta) = \frac{\lambda}{L \cos\theta_0} \quad (2.29)$$

Kedua rumus tersebut disebut dengan persamaan Scherrer. Telah ditunjukkan dalam kasus yang khusus yaitu lempengan kristal tipis yang dipotong sejajar dengan bidang kisi. Dalam kasus garis pada pola bubuk yang diamati bahwa lebar integral adalah $\Delta(2\theta)$. Berdasarkan persamaan (2.29) dimana $\Delta(2\theta)$ sesuai dengan panjang L . Pendekatan ini menunjukkan pendekatan yang baik untuk ukuran butiran bubuk atau disebut dengan ukuran biji-bijian, untuk $\theta = 20^\circ$, $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ (Cu $K\alpha$) dengan radius kamera 60 mm, lebar garis 0,2 mm untuk $L = 500 \text{ \AA}$. Karena lebar garis yang timbul dari faktor geometris yaitu tentang lebar minimum yang dapat diamati tanpa tindakan khusus. Oleh karena itu tidak mudah untuk menggunakan lebar garis Debye-Scherrer untuk menentukan ukuran kristal kecil yang lebih besar dari beberapa ratus Angstroms. Namun, untuk kristal yang

sangat kecil, garis-garisnya menjadi sangat lebar dan lemah, oleh karena itu sulit untuk diamati. Misalnya dengan kondisi eksperimental diatas $L= 10 \text{ \AA}$, lebar garis 8 mm, dimana cincin berdifusi lebar yang sulit dibedakan dari latar belakangnya.

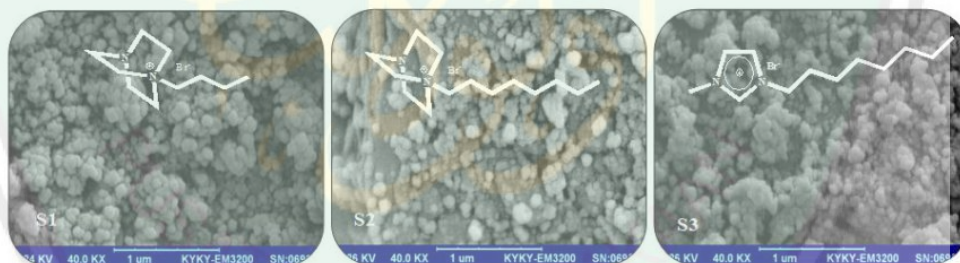
Werren (1990) menyatakan bahwa pada persamaan Scherrer $B(\theta)$ adalah setengah lebar intensitas maksimum dari puncak pola serbuk. Dengan menggunakan persamaan Gaussian telah diperoleh kecocokan puncak maksimum dan setengah lebar puncak maksimum, yaitu konstantanya adalah 0,89 bukan 0,94. Dimana konstanta tersebut dalam persamaan Scherrer mendekati 1. Meskipun persamaan Scherrer diturunkan untuk sampel kristal kubus, tetapi juga sering diterapkan pada lebar puncak pada bahan non-kubus. Secara umum, ada tambahan instrumental yang timbul dari berbagai efek, seperti lebar celah, lebar panjang gelombang garis $K\alpha_1$ dan $K\alpha_2$ ketika puncak tidak berubah.

2.5.4 Scanning Electron Microscopy (SEM) - EDX

Prinsip kerja dari SEM adalah sinar electron dihasilkan dari atas mikroskop oleh mikroskop gun. Sinar electron mengikuti garis vertikal dari mikroskop dan dalam kondisi vakum. Sinar melalui medan elektromagnetik dan lensa dengan fokus menuju sampel. Ketika sinar menumbuk sampel, electron dan sinar X keluar dari sampel. Sinar X, Backscattered electron, dan secondary electron akan dikumpulkan oleh detektor dan dirubah menjadi sinyal yang akan ditampilkan pada monitor. Gambaran yang dihasilkan oleh SEM biasanya mempunyai perbesaran antara 10 sampai 200.000 kali dengan kekuatan resolusi antara 4 sampai 10 nm. Gambar yang dihasilkan oleh SEM memiliki karakteristik secara kualitatif dalam 3D karena menggunakan electron sebagai pengganti

gelombang cahaya. Hal ini sangat berguna untuk menentukan struktur permukaan dari sampel (Dharmawan, 2014).

Mahdi (2017) telah mensintesis nanopartikel oksida besi dengan menggunakan pelarut 2 M asam klorida diperoleh hasil TEM yang menunjukkan distribusi dan ukuran partikel. Pada gambar 2.2 sampel (a) menunjukkan ukuran partikel 3 nm dengan distribusi ukuran yang terbatas atau sempit. Setelah dikalsinasi 300 °C selama 3 jam (c), diketahui bahwa ukuran distribusinya menjadi lebih besar tetapi mayoritas nanopartikel tetap dengan ukuran rata-rata 6 nm. Sedangkan sampel (b) distribusi ukuran bergeser 4 nm. Setelah dikalsinasi 300 °C (d) selama 3 jam ukuran distribusi semakin panjang dan lebih terbatas dengan ukuran rata-rata 9 nm. Hasil penelitian Sabbaghan (2016) menunjukkan hasil maghemit ukuran nanopartikel yang berbeda-beda.



Gambar 2.7 Hasil Karakterisasi Maghemit menggunakan SEM

2.6 Pemanfaatan Limbah Bubut Besi dalam Prespektif Islam

Limbah bubut besi merupakan limbah yang dihasilkan oleh industri-industri kerajinan besi yang menggunakan mesin bubut. Limbah bubut besi berukuran kecil ini biasanya tidak dimanfaatkan lagi dan akan dibuang secara

langsung ke lingkungan. Hal tersebut jelas akan berdampak buruk bagi lingkungan. Allah SWT berfirman dalam Al-Qur'an surat Ar Ruum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ
 Artinya : “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”. (Q.S Ar Ruum ayat 41).

Menurut tafsir Quraish Shihab (2005), kerusakan yang terjadi di darat maupun di laut merupakan hasil dari perbuatan manusia itu sendiri. Misalnya terjadinya kebakaran, kekeringan, kerusakan dan kerugian perniagaan disebabkan oleh kejahatan dan hal-hal yang diperbuat manusia. Manusia yang telah banyak berbuat kerusakan seharusnya sadar akan kesalahan yang telah diperbuatnya dan segera kembali ke jalan yang benar. Allah SWT menegaskan bahwa manusia telah dipilih sebagai kholifah di bumi ini, mengemban tugas untuk senantiasa menjaga, melestarikan dan mengelola sesuai yang terkandung dalam surat Al-Baqarah ayat 30, yang berbunyi:

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

Artinya: *Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada Para Malaikat: "Sesungguhnya aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi." mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, Padahal Kami Senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui" (Q.S Al-Baqarah ayat 30).*

Limbah bubuk besi dapat disintesis menjadi pigmen oksida besi salah satunya yaitu maghemit. Proses berfikir tentang pigmen maghemit dapat dilakukan dengan mensintesis limbah bubuk besi yang berbahaya bagi lingkungan

serta dapat mengganggu aktifitas manusia. Sehingga dapat di ambil hikmah dari hasil sintesis yang dilakukan. Serta, dengan adanya manfaat dari limbah bubuk besi menjadikan kita untuk berfikir dan memahami tentang sifat dan karakteristik limbah bubuk besi, sehingga kita tidak melakukan kerusakan. Sesuai dengan firman Allah SWT dalam Surat Al-Hadid ayat 25 tentang manfaat besi:

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

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

Menurut tafsir Quraish Shihab, lafadz وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنَافِعُ

menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan besi yang di dalamnya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia. Seperti pada zaman Rasulullah SAW, besi digunakan sebagai alat untuk berperang. Potensi lain dari senyawaan besi yang dapat dimanfaatkan adalah sebagai oksida besi. Untuk itu, dalam penelitian ini akan memanfaatkan limbah bubuk industri kerajinan besi untuk disintesis menjadi pigmen oksida besi. Berdasarkan hal tersebut, secara tidak langsung penelitian ini merupakan salah satu metode penanggulangan permasalahan pencemaran lingkungan yang dicemari oleh limbah industri bubuk besi.

Kita sebagai umat manusia dianjurkan untuk mencari ilmu untuk memahami ilmu Allah sehingga lebih bijak dalam mengelolah bumi. Usaha dalam

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

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

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

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

وَسَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِنْهُ ۚ إِنَّ فِي ذَٰلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

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

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

“Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir”. Segala nikmat ini merupakan bukti kekuasaan Allah SWT bagi kaum yang memikirkan ayat-ayat, mengkajinya dan

melakukan penelitian ilmiah. Itulah bentuk dari bagaimana manusia dapat mengoptimalkan daya fikir yang telah diberikan oleh Allah SWT. Oleh karena itu dilakukan penelitian tentang sintesis maghemit sebagai pigmen dari limbah besi bubuk, sebagaimana tugas manusia yang diciptakan oleh Allah sebagai kholifah, yaitu bertugas menjaga, melestarikan, serta mengatasi masalah, sehingga dapat mengurangi prosentase limbah besi agar tidak merusak lingkungan.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Mei 2018 – Oktober 2018. Kegiatan penelitian tersebut bertempat di Laboratorium Riset Kimia Anorganik dan Laboratorium Riset Kimia Fisik, Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi *Color Reader* dilakukan di Laboratorium Pengujian Mutu dan Keamanan Pangan, Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian – Universitas Brawijaya. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh November. Karakterisasi SEM-EDX dilakukan di Balai Penelitian Teknologi Bahan Alam (BPTBA)-LIPI, Yogyakarta.

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), *X-Ray Diffraction* (XRD), Spektrofotomer UV-Vis dan AAS.

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%, NaOH, aquademin, FeCl₃, KSCN dan aquades.

3.3 Tahapan Penelitian

Berikut tahapan-tahapan dalam penelitian ini:

1. Preparasi Sampel
 - 1.1 Karakterisasi Sampel dengan Fluoresensi Sinar-X (XRF)
 - 1.2 Pembuatan Prekursor *Ferro* (Fe²⁺) dan *Ferric* (Fe³⁺) menggunakan variasi oksidator H₂SO₄, HCl, dan HNO₃.
2. Sintesis Pigmen Maghemit (γ -Fe₂O₃) dari variasi campuran prekursor A : C, A : D, dan B : D dengan perbandingan berat 2:1.
3. Uji *Color Reader* untuk mengetahui nilai warna dan karakterisasi Maghemit hasil sintesis dengan XRD untuk mengetahui struktur dan ukuran.
4. Karakterisasi Maghemit hasil sintesis optimum dengan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisi yang terkandung didalamnya. Hasil sintesis optimum adalah adanya kemiripan antara hasil sintesis dengan standar:
 - a. Standar nilai warna maghemit yaitu L* = 25-37, C* = 15-34, dan H° = 61-72.
 - b. Struktur kristal produk dibandingkan dengan standar maghemit dari *ICDS* 87121 (*inorganic Crystal Structure Database*) menggunakan program *Origin* dan *Rietica*, dengan *space group* P4₃2₁2, memiliki parameter kisi a=b= 8,3457 Å dan c= 25,034 Å dengan sel unit z= 32, serta nilai Rp dan Rwp terkecil.

5. Karakterisasi UV-Vis untuk mengetahui ion Fe^{3+} yang terkandung didalam sampel maghemit.
6. Karakterisasi AAS untuk mengetahui logam Fe total yang terkandung didalam sampel maghemit.

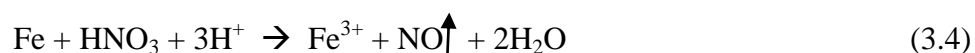
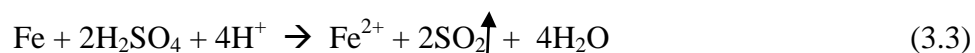
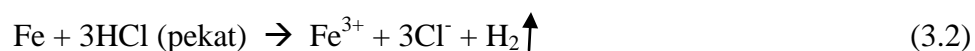
3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan

Bahan dasar yang digunakan berupa limbah bubuk besi berbentuk padatan kecil yang diambil dari industri kerajinan besi di kota Malang Jawa Timur. Limbah bubuk besi dipisahkan dan diseragamkan bentuknya, dengan cara dipotong kecil-kecil atau dihaluskan untuk bahan pembuatan prekursor. Sampel limbah bubuk besi akan dikarakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk memperoleh data berupa presentase unsur-unsur yang terkandung pada sampel yang diuji.

3.4.2 Pembuatan Prekursor dengan Variasi Oksidator

Limbah besi bubuk yang telah dihaluskan menjadi serbuk dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 ml sebanyak 4 buah sesuai Tabel 3.1. Masing-masing ditambahkan pelarut dengan variasi sebagaimana Tabel 3.1. Sampel didiamkan hingga larut dan dipanaskan pada suhu $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ hingga kihat. Berikut reaksi yang terjadi (Svehla, 1979):



Tabel 3.1 Rincian jumlah bahan pembuatan prekursor

Prekursor	Berat Limbah (gram)	Volume Oksidator (mL)			
		H ₂ SO ₄ 30 %	HCl 25 %	HCl 38 %	HNO ₃ 15%
A	50	250	-	-	-
B	30	-	150	-	-
C	20	-	-	200	-
D	30	-	-	-	300

3.4.3 Sintesis Maghemit (γ -Fe₂O₃)

Prekursor masing-masing ditimbang berdasarkan perbandingan berat prekursor *ferrous* (Fe²⁺) dan *ferric* (Fe³⁺). Pembagian prekursor dan variasi pelarut ditunjukkan pada tabel 3.2 berikut:

Tabel 3.2 Pembagian prekursor dan variasi oksidator

Perlakuan	Variasi Oksidator	Campuran Prekursor
1	H ₂ SO ₄ 30% : HCl 38%	A : C
2	H ₂ SO ₄ 30% : HNO ₃ 15%	A : D
3	HCl 25% : HNO ₃ 15%	B : D

Masing-masing perlakuan variasi ditambahkan 360 ml aquademin. Ditambahkan 75 ml NH₄OH 25 % dan diatur pH nya hingga pH 11-12 dengan indikator pH. Selanjutnya dilakukan presipitasi (sintesis) dengan di stirer selama 1 jam pada suhu 70 °C. Kemudian didiamkan selama 24 jam hingga terbentuk endapan hitam. Endapan hitam yang terbentuk dipisahkan dari filtratnya dengan cara didekantasi dan di cuci dengan menggunakan aquademin hingga netral. Selanjutnya disaring dengan corong buchner dan pompa vacum sambil dicuci dengan menggunakan aquademin. Dibiarkan hingga kering dan membentuk serbuk. Kemudian serbuk magnetit dikalsinasi menggunakan tanur dengan suhu 350 °C hingga terbentuk warna kecoklatan (maghemit). Ketiga sampel yang dihasilkan kemudian dianalisis color reader sehingga diperoleh hasil distribusi

warna. Ketiga hasil tersebut juga dianalisis dengan XRD untuk diketahui ukuran dan struktur kristal, serta hasil sintesis optimum dianalisis dengan SEM-EDX untuk diketahui morfologi, komposisi dan distribusi ukuran partikel.

3.5 Karakterisasi Hasil Penelitian

3.5.1 Kolorimeter (*Color Reader*)

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

3.5.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

Serbuk dianalisis menggunakan sumber $Cu K\alpha$ (1.5406 \AA) dengan monokromator *secondary gravit* dan detektor kontra sintilasi. Sampel serbuk diletakkan pada piring plastik dasar yang diputar pada 30 rpm. Scanning dilakukan pada suhu $25^\circ C$, kemudian direkam selama 2 detik tiap langkah, ditambahkan Si sebagai standar internal 2θ . Hasil berupa pola difraktogram dicocokkan dengan standar XRD maghemit.

3.5.3 SEM-EDX

Serbuk hasil sintesis dilapisi oleh emas (aurum) untuk menambah kontras antara sampel serbuk yang diteliti dengan lingkungan sekitar. Sampel kemudian diletakkan pada *holder* (tempat sampel), lalu SEM akan menembakkan berkas elektron berenergi tinggi lalu 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 didalam serbuk. Dengan sistem EDX kita dapat diketahui komposisi, morfologi, distribusi ukuran partikel.

3.5.4 UV-Vis

3.5.4.1 Larutan Stok FeCl_3

Ditimbang 0,02902 gram FeCl_3 , kemudian dilarutkan dengan 4 tetes HCl , ditambahkan aquades secukupnya, dicek pH sampai <7 . Diencerkan dengan aquades hingga tanda batas labu 100 ml.

3.5.4.2 Larutan Standar

Dipipet 1, 2, 3, 4, dan 5 ml larutan stok FeCl_3 , masing-masing dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml, ditambahkan 3 ml HNO_3 4 M, ditambahkan KSCN 2 M 5 ml, kemudian di encerkan dengan akuades sampai tanda batas. Di uji dengan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 480 nm.

3.5.4.3 Larutan Blanko

Diambil HNO_3 4 M sebanyak 3 ml, ditambakan KSCN 1 M sebanyak 1 tetes, kemudian diencerkan dengan akuades 100 ml.

3.5.4.4 Larutan Sampel

Ditimbang 0,028 gram sampel maghemit, dilarutkan dengan HCl 5 N 5 ml, dipanaskan dan distirer. Diambil 1 ml larutan sampel, ditambahkan reagen KSCN 1 M sebanyak 1 tetes, diencerkan dengan akuades 100 ml dengan labu ukur. Dilakukan untuk setiap sampel. Diuji dengan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 480 nm.

3.5.5 AAS

3.5.5.1 Larutan Stok FeCl₃

Ditimbang 0,02902 gram FeCl₃, dilarutkan dengan HCl 4 tetes, ditambahkan akuades dan dicek pHnya hingga <7, diencerkan dengan akuades 100 ml dalam labu ukur sampai tanda batas.

3.5.5.2 Larutan Standar

Diambil 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 ml larutan stok. Masing-masing dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml, ditambahkan larutan pengencer HNO₃ 1% sampai tanda batas. Kemudian di uji dengan menggunakan AAS.

3.5.5.3 Larutan Sampel

Ditimbang 0,028 g sampel maghemit, dilarutkan dengan HCl 5 N 5 ml, dipanaskan dan distirer, diambil 1 ml, diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas. Diukur dengan AAS.

3.6 Analisis Data Penelitian

3.6.1 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^o untuk mengetahui distribusi warna yang dihasilkan. Cara mencari nilai C* dan H^o didapat dengan menggunakan persamaan :

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

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

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

3.6.2 Struktur dan Ukuran Kristal

Hasil 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 sebagai berikut:

$$D = \frac{k\lambda}{(\beta \cos \theta)} \quad (3.7)$$

Keterangan :

D = diameter ukuran Kristal (nm)

λ = panjang gelombang yang digunakan, Cu $K\alpha$ (1.5406 Å)

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

θ = setengah dari 2θ (deg)

3.6.3 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 didalam serbuk pigmen hasil sintesis sehingga dapat diinformasikan secara kuantitatif dari persentasi komposisi serbuk pigmen hasil sintesis. Hasil dibandingkan dengan penelitian terdahulu.

3.7 Analisa Data dalam Prespektif Islam

Analisis data dalam penelitian berisi tentang bagaimana proses untuk memecahkan penelitian tersebut. Agar penelitian bermanfaat baik dalam hal ilmiah maupun nilai keislamannya maka hasil penelitian dilakukan analisa dan diintegrasikan dengan Islam, yaitu Al-Qur'an dan Hadits.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan untuk mensintesis senyawa maghemit berupa limbah bubut besi. Limbah tersebut diperoleh dari salah satu bengkel yang terletak di daerah Blimbing. Limbah bubut besi memiliki warna abu-abu gelap, berbentuk spiral yang dibubut sehingga berbentuk serbuk, limbah tersebut dipisahkan dari material yang bukan logam dengan magnet, sebagaimana Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Limbah besi bubut

Limbah bubut besi dilakukan uji menggunakan flourosensi sinar-X (XRF) untuk mengetahui komposisi yang ada didalamnya. Hasil XRF menunjukkan bahwa didalam limbah besi terdapat unsur-unsur lain yang terkandung didalamnya, sebagaimana Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil XRF limbah bubuk besi

No.	Logam	Kadar (%)
1.	Besi (Fe)	98,21%
2.	Silika (Si)	0,69%
3.	Kalsium (Ca)	0,41%
4.	Iridium (Ir)	0,33%
5.	Mangan (Mn)	0,22%
6.	Krom (Cr)	0,099%
7.	Scandium (Sc)	0,03%
8.	Lantan (La)	0,01%

4.2 Pembuatan Prekursor

4.2.1 Pembuatan Prekursor FeSO_4 dan FeCl_2

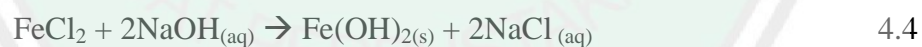
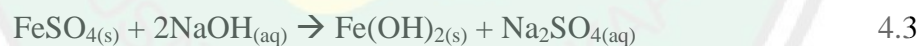
Sintesis pigmen maghemit diawali dengan pembuatan prekursor ferro dari limbah besi dengan metode destruksi terbuka. Destruksi dilakukan dengan menggunakan H_2SO_4 30% dan HCl 25% yang di diamkan selama 24 jam dengan tujuan agar larut sempurna. Reaksi yang terjadi sebagaimana persamaan 4.1 dan 4.2. Setelah itu dilakukan pemanasan yang bertujuan untuk mempercepat reaksi pelarutan besi dan menguapkan sisa pelarut yang masih ada hingga kihat. Prekursor dari pelarut asam sulfat terbentuk endapan putih dan prekursor dari asam klorida berwarna hijau, sebagaimana gambar 4.2. Hal ini menunjukkan asam sulfat dan asam klorida mampu mengoksidasi logam besi menjadi ion ferro dalam bentuk garam besi sulfat (FeSO_4) dan garam besi klorida (FeCl_3). Adanya ion ferro dapat dibuktikan dengan terbentuknya endapan putih terlarut berubah menjadi warna hijau ketika ditetesi dengan reagen NaOH , sebagaimana persamaan 4.3 dan 4.4 serta Gambar 4.3.



Gambar 4.2 Terbentuk garam dari pelarut (a) asam sulfat, dan (b) asam klorida



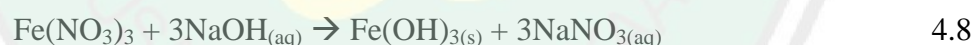
Gambar 4.3 Uji kualitatif garam dari (a) asam sulfat (b) asam klorida menggunakan NaOH



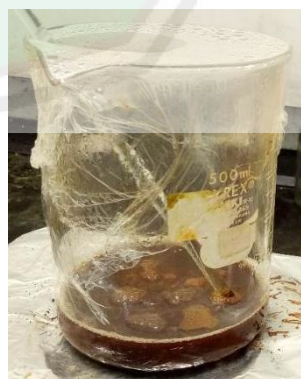
Berdasarkan Gambar 4.2, gambar a) menunjukkan bahwa telah terbentuk FeSO_4 berwarna putih keabu-abuan, hal tersebut sesuai dengan FeSO_4 murni yaitu berwarna putih keabuan. Begitu pula dengan gambar b) yang menunjukkan bahwa telah terbentuk FeCl_2 berwarna hijau, sebagaimana FeCl_2 murni juga memiliki warna hijau.

4.2.2 Pembuatan Prekursor FeCl_3 dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Sebagaimana pembuatan prekursor ferro, untuk pembuatan prekursor ferri dari limbah besi juga dapat dilakukan dengan metode destruksi terbuka. Destruksi dilakukan dengan menggunakan HCl 38% dan HNO_3 15%, di diamkan selama 24 jam yang bertujuan agar larut sempurna, sebagaimana persamaan 4.5 dan 4.6. Setelah itu dilakukan pemanasan yang bertujuan untuk mempercepat reaksi pelarutan besi dan menguapkan sisa pelarut yang masih ada hingga kihat. Prekursor dengan pelarut asam klorida terbentuk endapan berwarna kuning kecoklatan dan prekursor dengan pelarut asam nitrat terbentuk endapan berwarna coklat, sebagaimana gambar 4.4. Hal ini menunjukkan bahwa asam klorida dan asam nitrat mampu mengoksidasi logam besi menjadi ion ferri dalam bentuk garam besi klorida dan garam besi nitrat. Adanya ion ferri dapat dibuktikan dengan terbentuknya endapan coklat kemerahan ketika ditetesi dengan reagen NaOH. Sebagaimana persamaan 4.7 dan 4.8 yang ditunjukkan pada gambar 4.5.

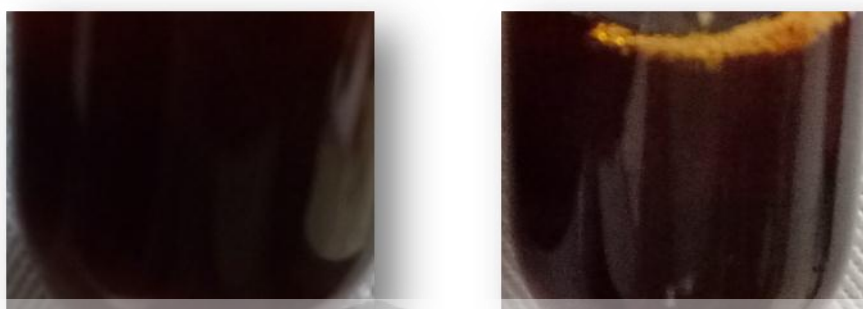


(a)



(b)

Gambar 4.4 Terbentuknya garam dari pelarut (a) asam klorida, dan (b) asam nitrat



(a) (b)
Gambar 4.5 Uji kualitatif garam dari (a) asam klorida (b) asam nitrat menggunakan NaOH

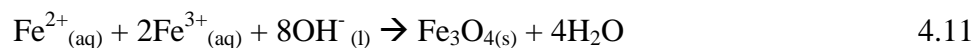
Berdasarkan Gambar 4.4, Gambar a) menunjukkan bahwa telah terbentuk FeCl_3 dengan kuning kecoklatan, sebagaimana FeCl_3 murni juga berwarna kuning kecoklatan. Begitu pula dengan Gambar b) yang menunjukkan bahwa telah terbentuk FeNO_3 berwarna coklat, sebagaimana dengan FeNO_3 murni juga berwarna coklat.

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

4.3.1 Sintesis Maghemit dengan Prekursor FeSO_4 dan FeCl_3

Campuran prekursor yang mengandung garam besi (II) sulfat dan besi (III) klorida ketika berinteraksi dengan air akan terdisosiasi menjadi ion, sebagaimana persamaan reaksi 4.9 dan 4.10 menghasilkan warna hijau gelap. Setelah ditambahkan amonia maka akan berubah menjadi hidroksida sebagaimana persamaan 4.11 yang membentuk warna hitam. Campuran disintesis menggunakan suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 90 menit sambil diaduk dengan kecepatan 450 rpm. Hasil sintesis menunjukkan adanya dua lapisan yaitu filtrat dan endapan berwarna hitam pekat. Tingginya konsentrasi amonia menyebabkan bau yang

kelas, sehingga untuk menghilangkannya harus dilakukan pencucian sampai beberapa kali menggunakan aquademin.



Untuk mempermudah mengambil endapan hitam tersebut dilakukan pemisahan dari filtratnya dengan dekantasi dan bantuan magnet. Adanya magnet dalam proses pengendapan menunjukkan adanya daya tarik antar magnet dengan endapan hitam tersebut, sehingga terbukti hasil sintesis bersifat magnetik. Selanjutnya dilakukan kalsinasi, yang merupakan salah satu cara untuk mentransformasikan magnetit menjadi maghemit. Dalam penelitian ini digunakan suhu kalsinasi sebesar 350 °C karena berdasarkan penelitian sebelumnya oleh Lisa (2018) pembentukan maghemit yang optimum yaitu terjadi pada suhu 350 °C. Sebagaimana persamaan reaksi 4.12.



Hasil kalsinasi dengan variasi pelarut menghasilkan warna cokelat kemerahan, apabila dilihat dengan kasat mata tidak menunjukkan perbedaan secara visual, sehingga untuk mengetahui perbedaan warna dari ketiga sampel maka dilakukan uji *Color Reader*. Begitu juga untuk mengetahui fasa yang terbentuk maka dilakukan uji menggunakan difraksi sinar-X (XRD). Gambar 4.6 menunjukkan warna sampel berwarna hitam (sebelum kalsinasi) menjadi cokelat kemerahan (setelah kalsinasi). Perubahan tersebut diakibatkan oleh kalsinasi, yaitu diasumsikan hasil transformasi fasa magnetit menjadi fasa maghemit. Kalsinasi merupakan proses pemanasan dengan suhu tinggi tetapi masih dibawah titik lebur untuk menghilangkan kandungan yang dapat menguap. Dalam hal ini

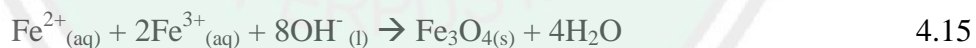
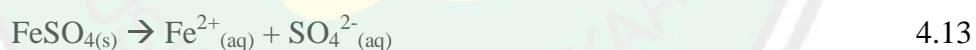
berfungsi melepaskan gas-gas dalam bentuk hidroksida sehingga membentuk oksida.



Gambar 4.6 Produk (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi

4.3.2 Sintesis Maghemit dengan Prekursor FeSO_4 dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Perlakuan dalam melakukan sintesis maghemit sama persis dengan perlakuan yang telah dilakukan di point 4.3.1., hanya saja berbeda prekursor yang digunakan. Persamaan 4.13 dan 4.14 merupakan persamaan prekursor yang mengandung garam besi (II) sulfat dan besi (III) nitrat berinteraksi dengan air akan terdisosiasi menjadi ion berwarna kuning. Persamaan 4.15 menunjukkan reaksi setelah ditambahkan amonia dan membentuk warna hitam.



Menggunakan cara yang sama untuk mengambil endapan hitam yang terbentuk yaitu dengan dekantasi. Pada sintesis kedua ini juga diperoleh hasil sintesis yang bersifat magnetik. Selanjutnya dilakukan kalsinasi. Persamaan reaksi proses kalsinasi adalah sebagai berikut:



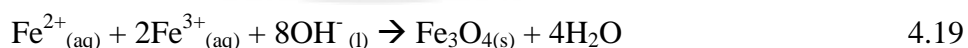
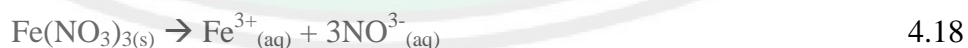
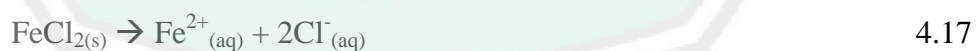
Hasil sintesis sampel yang berwarna hitam merupakan sampel sebelum kalsinasi (fasa magnetit) dan sampel berwarna cokelat kemerahan merupakan sampel setelah dilakukan kalsinasi dan bertransformasi menjadi fasa maghemit (Gambar 4.7).



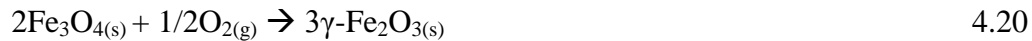
Gambar 4.7 Produk a) sebelum kalsinasi dan b) setelah kalsinasi

4.3.3 Sintesis Maghemit dengan Prekursor FeCl_2 dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Perlakuan pada sintesis sampel ketiga ini juga sama persis dengan yang dilakukan pada sintesis sampel pertama (point 4.3.1.) dan sintesis kedua (point 4.3.2.). Persamaan 4.17 dan 4.18 merupakan reaksi campuran prekursor yang mengandung garam besi (II) klorida dan besi (III) nitrat ketika berinteraksi dengan air menghasilkan warna kuning. Setelah ditambahkan amonia maka akan berubah menjadi hidroksida dan membentuk warna hitam, sebagaimana persamaan 4.19.



Selanjutnya dilakukan dekantasi untuk mengambil endapan yang dihasilkan oleh proses sintesis. Hasil sintesis juga menunjukkan adanya sifat magnetik pada sampel. Kemudian dilanjutkan dengan proses kalsinasi. Persamaan reaksi proses kalsinasi adalah sebagai berikut:



Hasil kalsinasi fasa magnetit yang berwarna hitam (sebelum kalsinasi) menjadi warna coklat kemerahan (setelah kalsinasi), sebagaimana gambar 4.8.



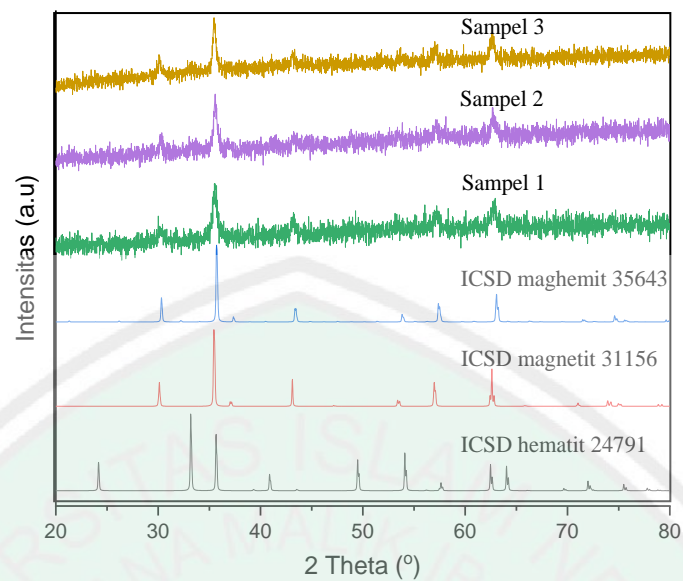
Gambar 4.8 Produk a) sebelum kalsinasi dan b) setelah kalsinasi

Berdasarkan hasil sintesis variasi pelarut diatas dapat diketahui bahwa ketiga produk memiliki warna yang berbeda. Sintesis yang pertama diperoleh sampel yang berwarna coklat, sampel kedua berwarna merah kecoklatan, dan sampel ketiga berwarna merah kecoklatan terang.

4.4 Karakterisasi Magnetit dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Hasil XRD menunjukkan bahwa serbuk hitam sebelum dilakukan kalsinasi adalah *sample magnetit suspect*. Hal tersebut ditunjukkan bahwa adanya kecocokan puncak produk dengan standar ICSD No. 31156 (magnetit) pada 2θ 30,36 (220); 35, 76 (331); 43,48 (440); 53,94 (422); 57,52 (511) dan 63,15 (400).

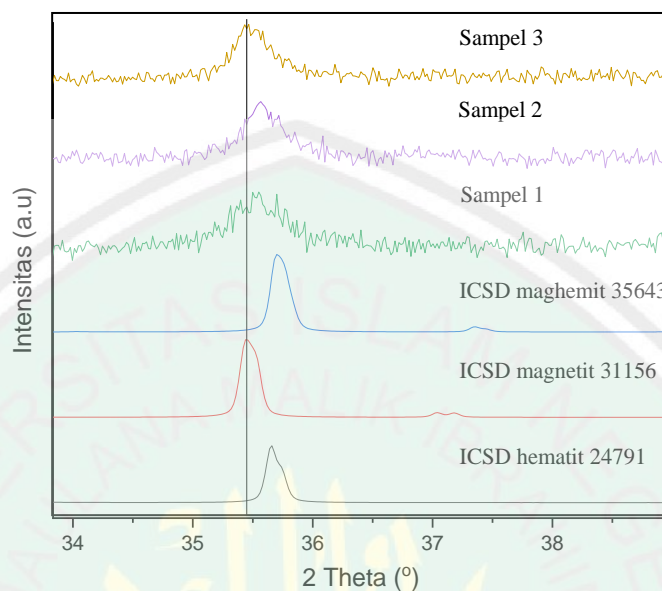
Sebagaimana Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Difaktogram XRD *sample magnetite suspect* dengan variasi prekursor

Sampel sebelum kalsinasi pada puncak tertinggi yang paling sesuai dengan standar adalah sampel ketiga, namun hasil *refinement* menunjukkan nilai R_p dan R_{wp} terendah yaitu pada sampel kedua sebesar 3,66% dan 5,30% dengan nilai GoF sebesar 0,67%, sebagaimana Tabel 4.2. Nilai R_p (*Profile R-factor*), R_{wp} (*Weighted Profile R-factor*) dan GoF (*Goodness of Fit*) menunjukkan bahwa sampel memiliki tingkat kecocokan dengan standar. Andrieux dalam jurnalnya mengatakan bahwa sampel memiliki kecocokan yang tinggi dengan standar yaitu dengan nilai $R_p < 15\%$, $R_{wp} < 20$ dan $GoF < 5\%$. *Sample magnetite suspect* mempunyai struktur kristal kubus dengan *space group* $Fd\bar{3}m$. Parameter kisi magnetik a adalah 8,3196 Å dengan sel unit ($z=1$) dan sudut $\alpha=\beta=\gamma$ yaitu 90° . Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mengetahui ukuran kristal setiap sampel sebelum kalsinasi dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer dan diperoleh

hasil yang dirangkum pada Tabel 4.3. Ukuran kristal *sample magnetite suspect* dihitung dari puncak 2 θ khas tertinggi yaitu pada hkl 331.



Gambar 4.10 Pola XRD pada 2 θ 35.4 *sample magnetite suspect*

Tabel 4.2. Hasil *Refinement* sampel *sample magnetite suspect* dari perbedaan prekursor

Paremeter	Standar	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
<i>Space Group</i>	<i>Fd3m</i>	<i>Fd3m</i>	<i>Fd3m</i>	<i>Fd3m</i>
Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik	Kubik
Unit Sel (z)	1	1	1	1
a (Å)	8,3196	8,3198	8,3198	3,3198
b (Å)	8,3196	8,3198	8,3198	3,3198
c (Å)	8,3196	8,3198	8,3198	3,3198
Volume Sel (Å ³)		575,8889	575,8889	36,5877
Rp (%)		3,86	3,66	3,85
Rwp (%)		5,52	5,30	6,16
GOF		0,6435	0,6682	0,8795

Hasil *refinement sample magnetite suspect* menunjukkan bahwa sampel tersebut sesuai dengan standar magnetit. Hal tersebut dapat diketahui dari data yang telah disajikan dalam tabel. Berdasarkan *space group*, kisi kristal dan parameter kisi, dapat disimpulkan bahwa sampel sebelum kalsinasi adalah

magnetit. Hasil penelitian sebelumnya, hasil sintesis oleh Lisa (2018) dengan variasi garam FeSO_4 dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ diperoleh sampel sebelum kalsinasi yaitu magnetit dengan parameter kisi sebesar $a = 8,3109 \text{ \AA}$

Tabel 4.3 Ukuran kristal *sample magnetite suspect*

Produk	<i>Hkl</i>	Ukuran kristal (nm)
Magnetit 1	331	20,79
Magnetit 2	331	41,58
Magnetit 3	331	49,87

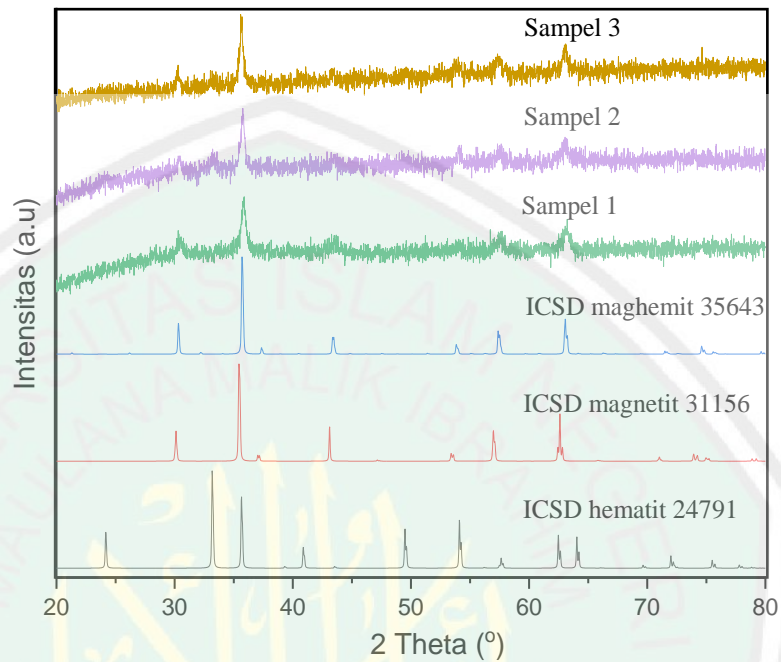
Berdasarkan hasil XRD, dilakukan perhitungan menggunakan persamaan Debye-Scherrer untuk mengetahui ukuran kristal. Berdasarkan Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa ukuran sampel semakin besar seiring dengan kekuatan asam.

4.5 Karakterisasi Maghemit dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

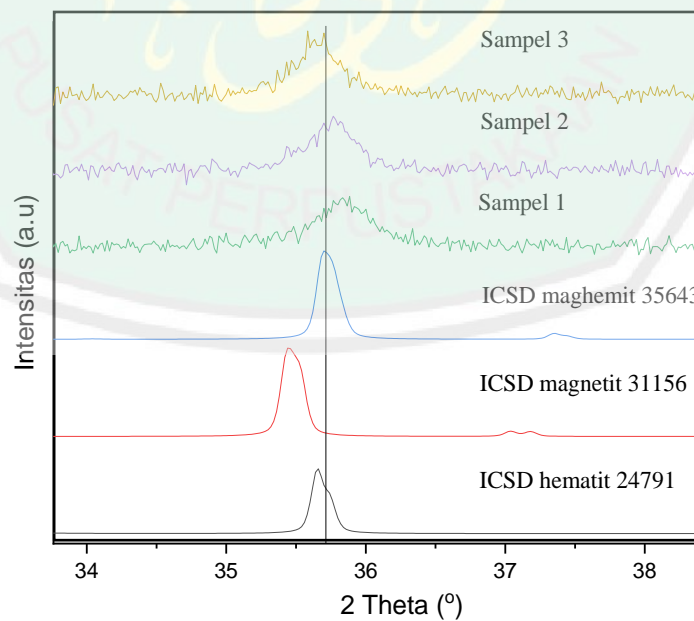
Hasil difraktogram XRD setelah kalsinasi selanjutnya dibandingkan dengan standar ICSD 35643. Gambar 4.11 menunjukkan pola difraksi maghemit yang disintesis dengan variasi prekursor, memiliki kecocokan dengan puncak standar pada 2θ 30,26 (220); 35,66 (331); 43,34 (440); 53,76 (422); 57,32 (511) dan 62,94 (400).

Berdasarkan pola difraktogram XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4.9 dan 4.11 dapat dilihat bahwa *sample magnetit suspect* dan sampel hasil sintesis memiliki puncak khas yang tidak jauh berbeda, sehingga tidak mudah untuk membedakan keduanya, namun dapat dilihat secara visual dari keduanya yaitu terdapat perbedaan warna. Hasil pola difraksi tersebut sesuai dengan standar ICDS 35643 dengan struktur tetragonal, pada posisi $2\theta = 35,66$ memiliki nilai intensitas tertinggi yang merupakan ciri khas dari pola difraksi $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Pada

puncak tersebut terlihat adanya pergeseran 2θ ke kanan pada sampel 1 dan 2, sebagaimana Gambar 4.12



Gambar 4.11 Difraktogram XRD sampel hasil sintesis dengan variasi precursor



Gambar 4.12 Pola XRD pada 2θ 35.7 sampel hasil sintesis

Tahap selanjutnya dilakukan pencocokan pola difraksi data terhitung dan data terukur dengan data ICSD. *Refinement* dilakukan dengan metode *Le Bail* menggunakan program *Rietica* menghasilkan derajat kesesuaian dari pola difraksi terhitung dengan pola garis. Kecocokan tersebut ditunjukkan dengan nilai R_p , R_{wp} dan GOF.

Standar maghemit dengan struktur kubik (ICSD 249048) dengan space group $P4_332$, memiliki parameter kisi a adalah 8,56608 Å dengan sel unit $z=1$. Sedangkan standar maghemit dengan struktur tetragonal (ICSD 35643) dengan space group $P4_32_12$, memiliki parameter kisi $a=b= 8,3457$ Å dan $c= 25,034$ Å dengan sel unit $z= 32$. Hasil refinement menunjukkan bahwa semua sampel memiliki kecocokan dengan standar maghemit baik kubus maupun tetragonal, namun lebih cenderung memiliki struktur tetragonal. Sampel ketiga yaitu campuran prekursor $FeCl_2$ dan $Fe(NO_3)_3$ (maghemit sampel ke 3) memiliki nilai R_p dan R_{wp} terendah dibandingkan yang lainnya, yaitu berturut-turut 3,20% dan 4,31% dan nilai GOF sebesar 0,57%. Sebagaimana Tabel 4.4 berikut.

Tabel 4.4 Hasil *Refinement* sampel hasil sintesis dari perbedaan prekursor

Parameter	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
Space Group	$P 4_3 2_1 2$	$P 4_3 2_1 2$	$P 4_3 2_1 2$
Kisi Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Unit Sel (z)	32	32	32
a (Å)	8,3457	8,3457	8,3457
b (Å)	8,3457	8,3457	8,3457
c (Å)	25,034	25,034	25,034
Volume Sel (Å ³)	1743,76	1743,76	1743,76
R_p (%)	3,30	3,23	3,20
R_{wp} (%)	4,34	4,19	4,31
GOF	0,4898	0,4908	0,4760

Berdasarkan difraktogram hasil XRD diketahui bahwa pada sampel yang ke-2 muncul puncak pada 2θ 33,21. Puncak tersebut merupakan puncak khas dari

hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Munculnya puncak hematit pada hasil sintesis disebabkan oleh bahan-bahan sintesis, seperti jenis asam. Begitu juga pada sampel ke-3 terlihat adanya puncak yang muncul pada $2\theta = 33,21$ namun sangat kecil dan seperti terdapat pengotor. Begitu juga pada $2\theta = 43,44$ puncak khas maghemit tidak terlihat pada difraktogram, tetapi masih terlihat setelah dilakukan *refinement* namun sangat kecil.

Berdasarkan standar puncak pada posisi $2\theta = 35,66$, terlihat bahwa terjadi pergeseran 2θ pada setiap hasil analisa, namun perbedaan 2θ tidak jauh beda dengan standar maghemit. Posisi 2θ hasil sintesis yang paling mendekati standar adalah sampel ke-3, yaitu 35,58. Selain itu, pada 2θ tersebut memiliki puncak khas dengan intensitas tertinggi. Puncak tertinggi dengan intensitas paling tinggi dimiliki oleh sampel ke-3 yaitu sebesar 1.037.

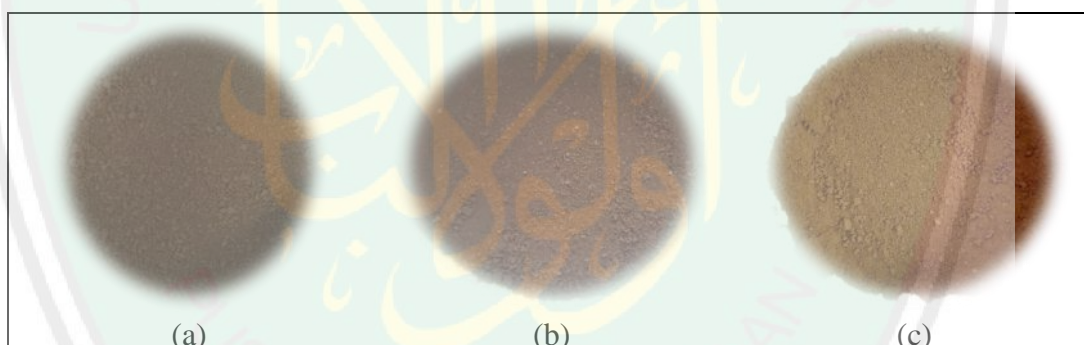
Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mengetahui ukuran kristal setiap sampel hasil sintesis dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer dan diperoleh hasil yang dirangkum pada Tabel 4.5 ukuran kristal sampel hasil sintesis dihitung dari puncak 2θ khas tertinggi yaitu pada hkl 331. Pada hkl 331 merupakan puncak khas yang terletak pada $2\theta = 35,66$ dengan intensitas tertinggi, diperoleh ukuran kristal yang semakin besar seiring perbedaan warna yang semakin terang. Hal tersebut dikarenakan nilai R_p semakin kecil maka tingkat kecocokan dengan standar semakin tinggi. Berdasarkan Tabel 4.5 dapat diketahui bahwa ukuran partikel terbesar sebesar 49,8755 nm dengan nilai R_p terkecil yaitu 3,20 dimiliki oleh sampel ke-3.

Tabel 4.5 Ukuran kristal sampel hasil sintesis

Hkl	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
220	15,4056	30,8111	30,8111
331	41,6347	41,9359	49,8755
400	20,8523	25,6759	18,4867
511	22,7295	22,7295	33,8171
440	34,6625	23,1083	28,2959

4.6 Karakterisasi Hasil Kalsinasi dengan *Color Reader* Minolta CR-10

Uji warna dengan *Color Reader* dilakukan untuk mengetahui nilai warna produk hasil sintesis. Sampel hasil kalsinasi memiliki warna coklat kemerahan yang tidak tampak perbedaan warna secara signifikan secara kasat mata, sebagaimana Gambar 4.13. Sehingga dilakukan karakterisasi menggunakan *Color Reader* Minolta CR-10.



Gambar 4.13 Hasil kalsinasi a) sampel 1, b) sampel 2, dan c) sampel 3

Tabel 4.6 Hasil analisa warna pigmen hasil sintesis dengan variasi prekursor

Kode	L*	a*	b*	C*	H°
Standar Maghemit	25 - 37			15 - 34	61 - 72
Standar Hematit	25 - 45			9 - 42	21 - 57
Sampel 1	32,40	16,20	18,20	24,37	48,33
Sampel 2	33,00	17,60	19,20	26,05	47,49
Sampel 3	34,40	18,70	19,80	27,23	46,64

Keterangan:

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

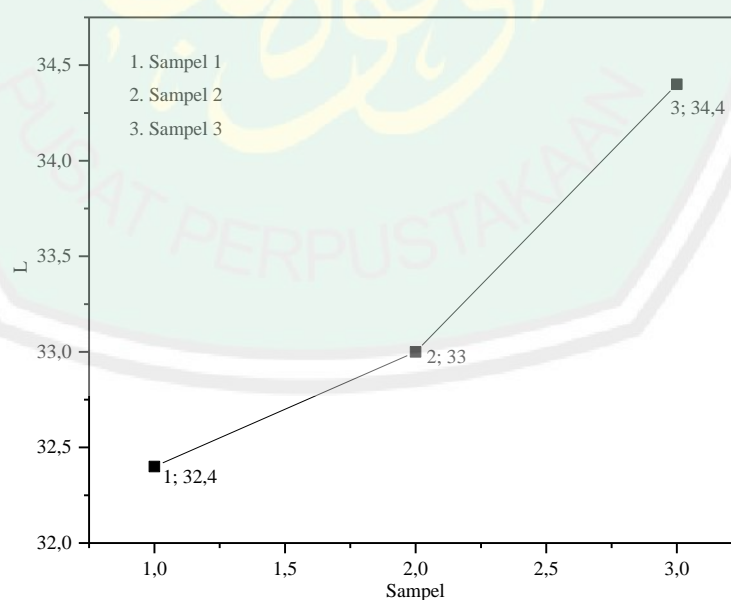
a* = Koordinat variasi warna dari hijau sumbu (-) hingga merah saubu (+)

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

L* = Sumbu kecerahan nilainya antara 0 (hitam) hingga 100 (putih)

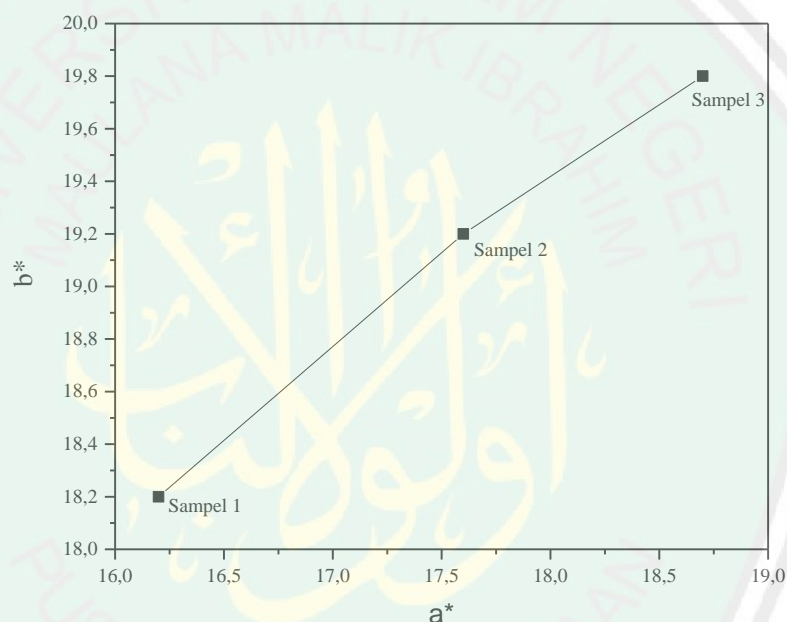
Hue = Kemurnian warna

Perbandingan prekursor terhadap nilai L atau kecerahan yang ditunjukkan pada Gambar 4.14. Diketahui bahwa sampel ke tiga yaitu dengan variasi prekursor FeCl_2 dan $\text{Fe}(\text{HNO}_3)_3$ memiliki kecerahan yang optimum. Berdasarkan Tabel 4.6 dapat diketahui bahwa baik nilai kecerahan L^* maupun kroma C^* seluruh sampel yang telah dikalsinasi masuk pada range standar maghemit. Berdasarkan ukuran partikel menurut perhitungan hasil XRD ketiga sampel pada puncak-puncak yang terlihat, diperoleh hasil ukuran partikel terbesar 49,8755 nm pada sampel ketiga. Selain itu sampel ketiga juga memiliki nilai kecerahan L^* dan C^* tertinggi, masing masing 34,40 dan 27,23. Sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin besar ukuran partikel maka kecerahan semakin meningkat. Hal tersebut dikarenakan pemanasan dengan suhu tinggi dapat menaikkan energi permukaan material sehingga partikel-partikel kecil cenderung bergabung menjadi partikel yang lebih besar sehingga energi permukaan material turun.



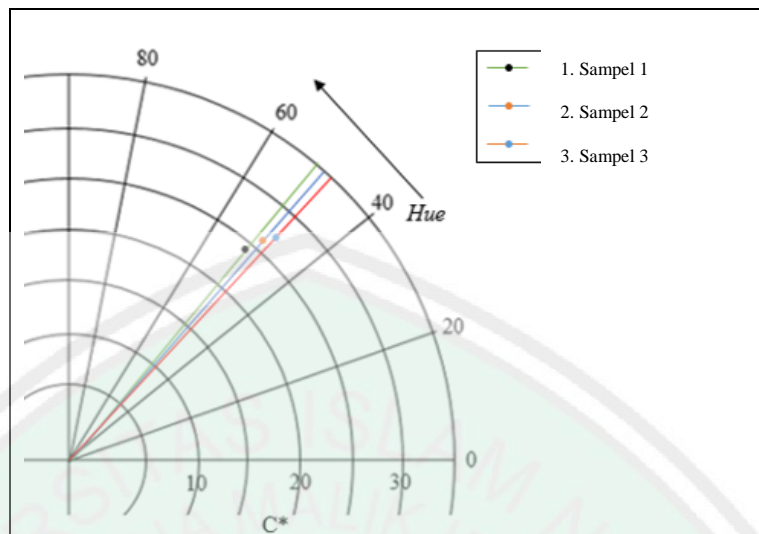
Gambar 4.14 Perbandingan prekursor terhadap nilai L

Hubungan nilai a^* dan b^* digambarkan dengan grafik pada Gambar 4.16. Berdasarkan lampiran 9 yang menunjukkan hasil analisa *Color reader* sampel hasil sintesis diperoleh nilai a^* dan b^* bernilai positif, yang menunjukkan bahwa sampel memiliki warna merah dan kuning. Dimana campuran warna merah dan kuning akan membentuk warna sekunder yaitu jingga atau oranye. Berdasarkan hasil analisa bahwa sampel pertama memiliki warna yang condong kearah merah dan sampel kedua memiliki warna yang lebih condong kearah kuning.



Gambar 4.15 Grafik hubungan nilai a^* dan b^* hasil sintesis

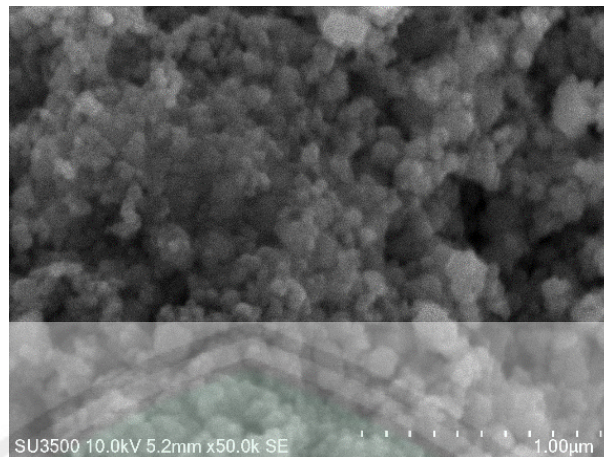
Hasil perhitungan, nilai *hue* yang menunjukkan derajat warna mengalami penurunan dari sampel 1 hingga sampel 3. Nilai *hue* yang dimiliki oleh setiap sampel hasil sintesis berbeda cukup jauh dengan nilai standar maghemit, namun masuk dalam range standar hematit, sehingga dimungkinkan corak warna diakibatkan adanya pengotor hematit yaitu oksida besi berwarna merah. Hal tersebut juga didukung oleh adanya *peak* hematit pada hasil karakterisasi XRD.



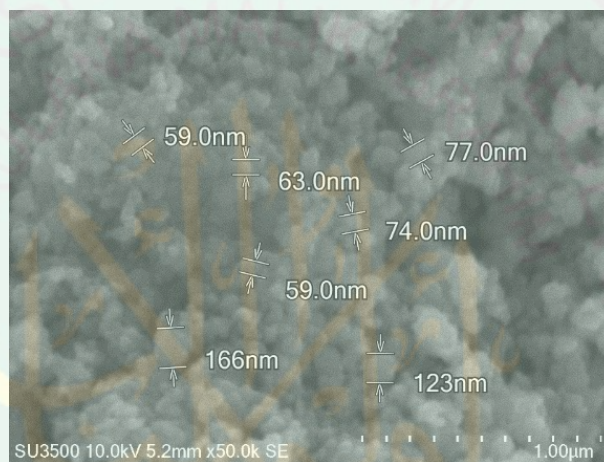
Gambar 4.16 Diagram warna kroma dan *hue*

4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Mikroskop Pemindai Elektron Spektroskopi Dispersif Energi (SEM-EDX)

Karakterisasi SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi dan komposisi senyawa maghemit, selain itu juga untuk mengetahui distribusi ukuran partikel sampel. Berdasarkan penelitian ini, hasil SEM diamati mulai dari perbesaran 10.000x – 100.000x, teramati bahwa sampel memiliki bentuk yang tidak seragam, sebagaimana Gambar 4.18. Distribusi ukuran partikel pada sampel maghemit berdasarkan hasil SEM tidak seragam, sebagaimana Gambar 4.19. Berdasarkan Bauxbaum dan Pfaff (2005), ukuran dan bentuk partikel merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi kapasitas pigmen dalam memantulkan dan menyebarkan cahaya, selain itu juga berdampak pada ketahanan pigmen terhadap cahaya dan cuaca. Pengukuran ukuran partikel dilakukan pada perbesaran 50.000x sebanyak 7 partikel dan diketahui bahwa ukuran partikel tidak seragam dengan ukuran rata-rata 88,7 nm.



Gambar 4.17 Hasil SEM sampel hasil sintesis perbesaran 50.000x,



Gambar 4.18 Hasil pengukuran partikel sampel hasil sintesis

Selanjutnya analisa kandungan sampel hasil sintesis yaitu diketahui dari hasil EDX, sebagaimana pada Tabel 4.7. Berdasarkan hasil analisa bahwa dalam sampel hasil sintesis terkandung besi dan oksigen, serta beberapa pengotor lainnya, seperti karbon dan silikon. Karbon diasumsikan sebagai karbon hitam, berasal dari sampel yang digunakan sebagai campuran dalam pembuatan bahan-bahan yang mengandung besi agar kuat dan keras. Karbon hitam tidak dapat larut selama proses pencucian dan tidak menguap selama proses kalsinasi, sedangkan silika atau silikon dioksida tidak reaktif dengan asam.

Tabel 4.7 Komponen sampel hasil sintesis ketiga

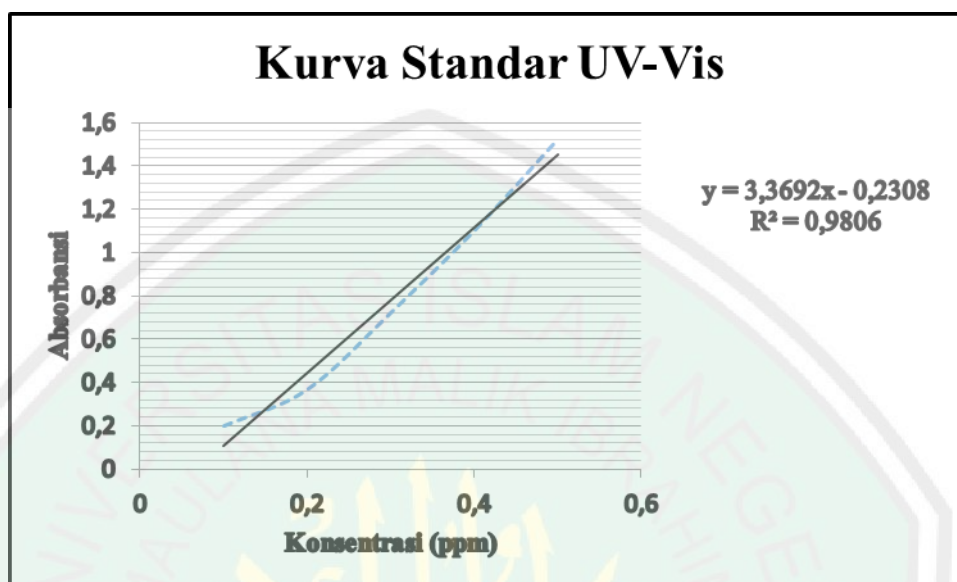
Unsur	Berat (%)	Atom (%)
Besi (Fe)	60,57	29,49
Oksigen (O)	30,94	52,57
Karbon (C)	7,51	16,99
Silikon (Si)	0,98	0,95

4.8 Karakterisasi Sampel Hasil Sintesis dengan Spektrofotometer UV-Vis

Hasil UV-Vis menunjukkan bahwa ion Fe^{3+} benar adanya dalam sampel hasil sintesis. Sebelum dilakukan uji sampel terlebih dahulu menentukan panjang gelombang maksimum. Diperoleh panjang gelombang 480 nm. Hal tersebut sesuai dengan penelitian oleh Puspitasari, dkk. (2012) telah menentukan kadar Besi (Fe) diperoleh nilai absorbansi tertinggi pada panjang gelombang 480 nm. Selanjutnya dilakukan uji standar untuk memperoleh kurva standar (Gambar 4.19) dengan panjang gelombang 480 nm, sehingga diperoleh persamaan garis linier $y = 3,3692x - 0,2308$ dengan $R^2 = 0,9806$. Dimana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi.

Hasil uji sampel diperoleh data absorbansi kemudian di hitung konsentrasi ion Fe^{3+} . Absorbansi sampel hasil sintesis 1, sampel hasil sintesis 2 dan sampel hasil sintesis 3 berturut-turut 1,8328; 0,2428; dan 0,5199. Hasil perhitungan dengan persamaan garis diatas diperoleh konsentrasi Fe^{3+} , yaitu sampel hasil sintesis 1, sampel hasil sintesis 2, dan sampel hasil sintesis 3 sebesar 2,4496 ppm, 1,2452 ppm, dan 0,8912 ppm. Berdasarkan hasil percobaan Cornell (1981), menunjukkan bahwa kelarutan oksida besi sangat kecil, tidak ada besi yang dapat larut dalam waktu pelarutan 24 jam, hingga telah dilakukan pelarutan selama 80 jam, namun masih ada oksida besi yang tersisa. Oleh karena itu dimungkinkan

masih ada ion Fe^{3+} yang belum terlarut, sehingga dalam penelitian ini masih ada Fe^{3+} yang belum terdeteksi.



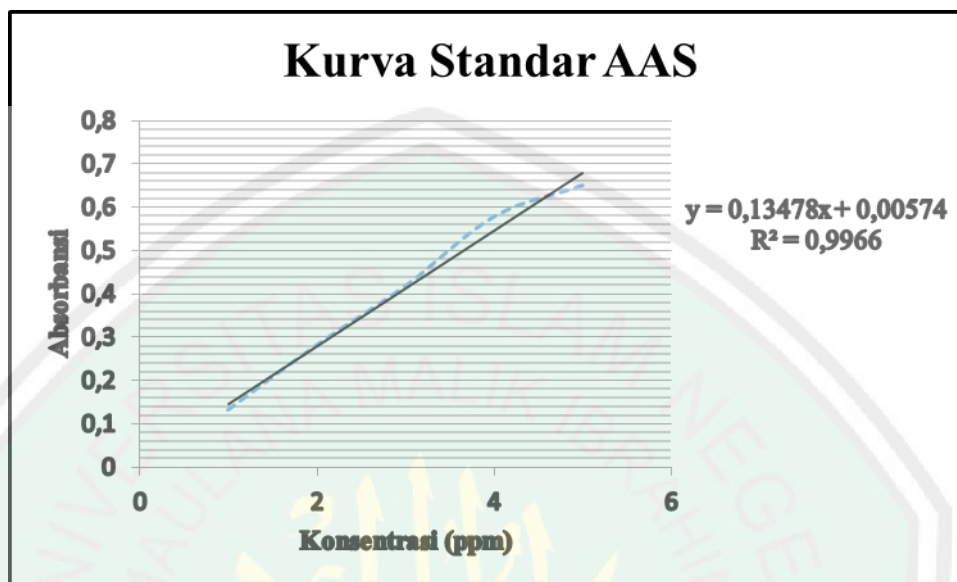
Gambar 4.19 Kurva standar analisa Fe^{3+} UV-Vis

4.9 Karakterisasi Sampel Hasil Sintesis dengan AAS

Hasil AAS menunjukkan konsentrasi logam Fe total yang terkandung didalam sampel hasil sintesis. Dilakukan uji standar untuk memperoleh kurva standar (Gambar 4.20) dengan panjang gelombang 248,3 nm, hal tersebut sesuai dengan jurnal Rahayu (2013) telah menganalisa serapan logam Fe pada panjang gelombang 248,3 nm. Diperoleh persamaan garis $y = 0,13478x + 0,00574$, dengan $R^2 = 0,9966$.

Berdasarkan hasil penelitian dan perhitungan diperoleh konsentrasi logam Fe total dalam sampel hasil sintesis. Absorbansi sampel hasil sintesis 1 sebesar 0,2270; sampel hasil sintesis 2 sebesar 0,0771; dan sampel hasil sintesis 3 sebesar 0,0594. Sehingga diperoleh konsentrasi logam Fe total dalam sampel sebesar 32,84 ppm untuk sampel hasil sintesis 1, 10,6 ppm untuk sampel hasil sintesis 2,

dan 7,96 ppm untuk sampel hasil sintesis 3. Cornell (1981) dalam penelitiannya menyatakan bahwa kelarutan oksida besi sangat kecil.



Gambar 4.20 Kurva standar analisa Fe dengan AAS

Hasil UV-Vis dan AAS kemudian dikalkulasikan untuk mendapatkan konsentrasi Fe^{2+} yang terkandung dalam sampel hasil sintesis. Diperoleh konsentrasi Fe^{2+} dalam sampel hasil sintesis 1, sampel hasil sintesis 2, dan sampel hasil sintesis 3 berturut-turut 30,3904 ppm, 9,3548 ppm, dan 7,0688 ppm. Berdasarkan warna hasil sintesis menunjukkan hasil yang sesuai dengan teori yaitu berwarna coklat-kemerahan yaitu maghemit, begitu pula dengan hasil analisa XRD menunjukkan bahwa sampel hasil sintesis masuk dalam standar maghemit yang ditunjukkan adanya puncak-puncak pada 2θ tertentu. Namun, berdasarkan kandungan Fe^{2+} dan Fe^{3+} yang seharusnya menurut teori maghemit hanya mengandung Fe^{3+} tetapi dalam senyawa hasil sintesis tersebut masih terdapat kandungan Fe^{2+} yang cukup besar, bahkan lebih besar daripada Fe^{3+} , oleh karena itu masih ada 1 ion Fe^{3+} yang belum terdeteksi karena belum terlarut,

sehingga dapat dikatakan masih banyak pengotor yaitu ion Fe^{2+} yang terkandung didalam sampel hasil sintesis.

Tabel 4.8 Perbandingan Fe^{3+} dan Fe^{2+} dalam senyawa sampel hasil sintesis

Sampel	Fe Total (ppm)	Fe^{3+} (ppm)	Fe^{2+} (ppm)	$\text{Fe}^{3+} : \text{Fe}^{2+}$
1	32,84	2,4496	30,3904	1 : 12
2	10,6	1,2452	9,3548	1 : 8
3	7,96	0,8912	7,0688	1 : 8

4.10 Dialog Hasil Penelitian Pemanfaatan Limbah Besi sebagai Pigmen dalam Prespektif Islam

Penelitian ini merupakan salah satu upaya pemanfaatan limbah bubuk besi sebagai sumber bahan dalam pembuatan pigmen oksida besi. Apabila limbah kerajinan industri bubuk besi tidak mendapatkan penanganan maka akan menyebabkan pencemaran lingkungan. Pencemaran lingkungan dalam bentuk apapun tentunya merugikan manusia dan melanggar hak manusia untuk mendapatkan lingkungan yang baik. Allah berfirman dalam surat Asy Syu'araa ayat 183 berikut:

وَلَا تَبْخَسُوا النَّاسَ أَشْيَاءَهُمْ وَلَا تَعْتُوا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ

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

Shihab (2005) menyatakan janganlah kalian kurangi apa yang menjadi hak orang lain, dan jangan pula membuat kerusakan di muka bumi dengan membunuh, menyamun, melakukan tindak kejahatan dan mengikuti hawa nafsu yang rendah. Pengolahan limbah untuk mengurangi pencemaran lingkungan merupakan salah satu tindakan manusia sebagai *khalifatullah fi al'ard* atau wakil Allah yang ditugaskan melindungi, mengelola dan memanfaatkannya secara

lestari demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya. Surat Al-Baqarah ayat 30 menegaskan posisi manusia sebagai khalifah di bumi:

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

Artinya: *Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada Para Malaikat: "Sesungguhnya aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi." mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, Padahal Kami Senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui" (Q.S Al-Baqarah ayat 30).*

Penelitian tentang pigmen maghemit dari limbah bubuk besi merupakan hasil proses berpikir manusia sebagai makhluk yang diberikan kemampuan berupa akal oleh Allah SWT untuk memenuhi tugasnya sebagai khalifah di bumi. Adapun tugas khalifah yaitu menjaga, melestarikan dan sebagai pemecah masalah. Dalam hal ini yaitu menjaga lingkungan dari limbah bubuk besi yang berlebih agar tidak terjadi kerusakan alam dan sekitarnya. Maka kita harus menyelamatkan bumi dengan memelihara alam dan melestarikannya serta mengelola dan memanfaatkan limbah bubuk besi sebagai pigmen maghemit. Manusia khususnya umat islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT yang berada di langit, di bumi diantara langit dan bumi, sebagaimana telah disinggung dalam al-qur'an surat Ali Imran 190-191. Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu dengan penuh hikmah dan tidak sia-sia. Hal ini kembali ditegaskan oleh Allah SWT dalam surat Yunus ayat 101:

قُلْ انظُرُوا مَاذَا فِي السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ ۗ وَمَا تُعْجِبُ الْآيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَا يُؤْمِنُونَ

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

Ayat di atas memerintahkan kepada manusia bahwa fenomena-fenomena yang terjadi di langit dan di bumi. Dalam hal ini manusia juga diperintahkan untuk memahami fenomena alam yang terjadi serta memikirkan dan mempercayai bahwa semua itu diciptakan oleh Allah tanpa sia-sia. Salah satunya pigmen maghemit yang merupakan pigmen oksida besi yang berwarna coklat kemerahan yaitu senyawa nanopartikel berbentuk seragam spheric, namun distribusi ukuran partikelnya tidak seragam. Kadar Fe yang terkandung masih cukup tinggi tetapi masih terdapat pengotor seperti Si dan C.

إِنَّمَا الْمُؤْمِنُونَ الَّذِينَ إِذَا ذُكِرَ اللَّهُ وَجِلَّتْ قُلُوبُهُمْ وَإِذَا تُلِيَتْ عَلَيْهِمْ آيَاتُهُ زَادَتْهُمْ إِيمَانًا وَعَلَىٰ رَبِّهِمْ يَتَوَكَّلُونَ

Artinya: “*Sesungguhnya orang-orang beriman ialah mereka yang bila disebut nama Allah gemetarlah hati mereka, dan apabila dibacakan ayat-ayat-Nya bertambahlah iman mereka (karenanya), dan hanya kepada Tuhanlah mereka bertawakkal*” (Q.S. Al-Anfaal:2).

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah telah menyebutkan sifat-sifat mukmin, yaitu orang yang apabila disebutkan nama Allah maka gemetarlah hatinya karena takut kepada-Nya, lalu mengerjakan semua perintah-Nya dan meninggalkan larangan-larangan-Nya. Oleh karena itu dilakukan penelitian tentang sintesis maghemit sebagai pigmen dari limbah besi bubuk, sebagaimana tugas manusia yang diciptakan oleh Allah sebagai kholifah, yaitu bertugas menjaga, melestarikan, serta mengatasi masalah, sehingga dapat mengurangi prosentase limbah besi agar tidak merusak lingkungan.

BAB V

PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Maghemit hasil sintesis dengan variasi prekursor memiliki struktur tetragonal dan ukuran kristal terbesar pada variasi pelarut ketiga yaitu sebesar 49,8755 nm. Perbedaan warna maghemit hasil sintesis tidak signifikan. Nilai *Lightness* dan *Chroma* tertinggi diperoleh pada variasi prekursor B : D yaitu sampel ketiga dengan nilai L= 34,40; a*= 18,70; b*= 19,80; dan C*= 27,23.
2. Morfologi maghemit yang diperoleh dari karakterisasi SEM-EDX pada kondisi optimum tidak seragam dengan ukuran partikel rata-rata 88,7 nm, dan terdapat pengotor berupa Si dan C.

5.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, peneliti menyarankan:

1. Sebelum di kalsinasi dilakukan pemisahan sampel magnetit dengan impuritisnya menggunakan magnetik separator sehingga dapat menghilangkan Si dan C yang masih tersisa.
2. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan TEM untuk memperoleh hasil morfologi dan ukuran partikel yang lebih bagus.
3. Penyiapan prekursor harus stoikiometri.
4. Adanya prosedur untuk mengurangi atau menghilangkan Fe²⁺ dalam magnetit menjadi Fe³⁺ dalam maghemit

DAFTAR PUSTAKA

- Aji, Mahardika Prasetya, Agus Yulianto, Satria Bijaksana. 2007. Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemit Dan Hematit Dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*.
- Al-Maraghi, Ahmad Musthofa. 1993. *Tafsir Al-Maraghi. Terjemahan Anshori Umar Sitanggal, dkk.* Semarang: Karya Toha Putra.
- Aliahmad, M., dan Moghaddam, N.N. 2013. Synthesis of Maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Nanoparticles by Thermal-Decomposition of Magnetit (Fe_3O_4) Nanoparticles. *Materials Science-Poland*, 31 (2): 264-261.
- Bauxbaum, G., dan Paff, G. 2005. *Industrial Inorganic Pigment*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH dan Co KGaA.
- Bilalodin, Sunardi Dan Muhtar Effendy. 2013. Analisis Kandungan Senyawa Kimia Dan Uji Sifat Magnetik Pasir Besi Pantai Ambal. *Jurnal Fisika Indonesia*. 17 (50), 1410-2994.
- Blanco-Andujar, C. et al., 2012. Elucidating the Morphological and Structural Evolution of Iron Oxide Nanoparticles Formed by Sodium Carbonate in Aqueous Medium. *Journal of Materials Chemistry*.
- Chen, Longlog, Jian Li, Yueqiang Lin, Xiaodong Liu, Lihua Lin, Decai Li. 2013. Surface Modification and Characterization of Maghemite Nanoparticles Synthesized by Chemically-Induced Transition. *Materials Chemistry and Physics* 141 (2013) 828-834.
- Cornell R. M., and Schwetmann U. 2003. *The Iron Oxide; Structure, Properties, Reactions, Occurrence and Uses*. Second, Completely Revised and Extended Edition. WILEY-VCH, GmbH & Co. KGaA.
- Darmawan, Petrus dan Sunardi. 2007. Pengolahan Limbah Besi Bengkel Bubut Menjadi Ferro sulfat. *Laporan Penelitian Dosen Muda 2007, Lembaga Penelitian Universitas Setia Budi*.
- El-kharrag, Rkia, Amr Amin, Yaser E. Greish. 2012. Low Temperature Synthesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles. *Ceramics International* 38 (2012) 627-634.
- Fatmaliana, Rahwanto dan Jalil. 2016. Synthesis and Characterization of Hematite (Fe_2O_3) Extracted from Iron Ore by Precipitation Method. *Jurnal Natural*. Vol. 16, No. 1. ISSN 1141-8513.
- Fitriawan, M. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja (*mill scale*) dengan Metode Laux. In *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika 2015* (pp. 2-5).

- Guinier, A. 1994. *X-Ray Diffraction. In Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies*. Paris: Dover Publications.
- Hamsah, D. 2007. Pembuatan, Pencirian, dan Uji Aplikasi Nanokomposit Berbasis Montmorilonit dan Besi Oksida. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Hernandez, M Garcia, G R Castro, M A Garcia, dkk. 2012. On the Discrimination between Magnetite and Maghemite by XANES Measurements in Fluorescence Mode. *Meas. Sci. Technol.* 23 (2012) 015602 (6pp).
- Horner, Oliver., Neveu, Sophie., Montredon, Sophie de., Siaugue, Jean-Michel., dan Cabuil, Valerie. 2009. Hydrothermal Syntesis of Large Maghemite Nanoparticles: Influence of The pH on The Particle Size. *Jurnal of Nanoparticle Research*, 11: 1247-1250.
- Hosokawa, M., Nogi, K., Naito, M., dan Yokoyama, T. 2012. *Nanoparticle Technology Handbook*. Amterdam: Elvesier.
- Hunter Lab Color Scale. *Measure Color Measure Quality*. 2008. Vol. 8, No. 9.
- Kazeminezhad, I., dan Mosivand, S. 2014. Phase Transformation of Electrooxidized Fe_3O_4 to γ and $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Nanoparticles Using Sintering Treatment. *Acta Physica Polonica A*, 125(5): 1210-1214.
- Khodabakhshi, Mahdi, Ali Bahari. 2017. Investigation and Characterization of Maghemite Nanoparticles and Its Cytotoxicity Studies. *Indian Journal of Pharmaceutical Education and Research*, Vol 51, Issue 2, Apr-Jun, 2017.
- Khoiroh, Lilik M. 2013. Pengaruh pH dan Suhu Kalsinasi Terhadap Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Metode Termal Transformasi FeOOH . *Thesis*. Program Studi Kimia. Pascasarjana Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
- Khoiroh, Lilik M., Mardiana, Diah., Sabarudin, Akhmad., dan Ismuyanto, Bambang. 2013. Synthesis of Hematite Pigments ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) by Thermal Transformations of FeOOH . *J. Pure App. Chem. Res.*, 2(1): 27-34.
- Kusumawati, Atma Tri, Nandang Mufti, dan Hartatiek. 2013. Sintesis Nanopartikel Pigmen Oksida Besi Hitam (Fe_3O_4), Merah (Fe_2O_3) Dan Kuning (FeOOH) Berbasis Pasir Besi Tulungagung. *Jurnal Jurusan Fisika, Universitas Negeri Malang*.
- Lanxess. 2003. *Iron Oxide Pigment: Shade Card for Building Industry*. Shanghai: LANXESS Shanghai Pigments Co Ltd.

- Layek, Samar., Pandey, Anjana, Pandey, Ashuthos., dan Verna, H. C. 2010. Synthesis of γ -Fe₂O₃ Nanoparticles with Cristallographic and Magnetic Texture. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8): 33-39.
- 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. Chem. Rev.* 2008, 108, 2064–2110.
- Legodi., M.A and 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.
- Liu, Xian-Ming, Shao-Yun Fu, Hong-Mei Xiao. 2006. Synthesis Of Maghemite Sub-Microspheres By Simple Solveothermal Reduction Method. *Journal of Solid State Chemistry* 179 (2006) 1554-1558.
- Machala, Libor., Tucek, Jiri., dan Zboril, Radek. 2011. Polymorphous Transformations of Nanometric Iron (III) Oxide: A Review. *Chemistry of Material*, 23: 3255-3272.
- Mascelo, Augusto Batista, Antonio Carlos Saraiva da Costa, Jerry Mashal Bigham, dkk. 2013. Structural And Magnetic Characterization Of Maghemites Prepared From Al-Substituted Magnetites. *Solo*, 37:1569-1575.
- Mohanputra, M., dan Anand, S. 2011. Synthesis and Applications of Nanostructured Iron Oxide/Hydroxides – A Review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8): 127-146.
- Nurdin, Irwan, Ridwan dan Satriananda. 2016. The Effect of Temperature on Synthesis and Stability of Superparamagnetic Maghemite Nanoparticles Suspension. *Jurnal of Materials Science and Chemical Engineering*, 2016, 4, 35-41.
- Opuchovic, Olga, Aivaras Kareiva. 2015. Historical Hematite Pigmen: Synthesis by an Aqueous Sol-Gel Method, Characterization and Application for the Colouration of Ceramic Glazes. *Ceramics International* 41 (2015) 4504-4513.
- Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999 tentang Perubahan Atas Peraturan No. 18 Tahun 1999 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun.*

- Rahman, Tito P., Sukarto, Agus., Rochman, Nurul T., dan Manaf, Azwar. 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). *Jurnal Fisika*, 3(1): 86-89.
- Rodliya, Lisana Sidqi. 2018. Sintesis Pigmen Maghemite dari Limbah Bubut Industri Kerajinan Besi dengan Variasi Suhu Kalsinasi. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Sabbghan, Maryam, Pegah Sofalgar. 2016. Single-phase Maghemite Nanoparticles Synthesized by Green Ionothermal Methode and Their Magnetic Characterization. *Ceramics International*.2016.17.172
- Septiyana, Kukuh Dwi, Priyono, Yuswono, Tito Prasetyo Rahman, dkk. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Jurnal FMIPA Universitas Lampung*.
- Shihab, M. Quraish. 2005. *Tafsir Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian AL-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shokrollahi, H. 2017. A Review of the Magnetic Properties, Synthesis Methods and Aplications of Maghemite. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 426(2017): 74-81.
- Sitanggal, Anshori Umar. 1993. *Terjemah Tafsir al-Maraghi*. CV. Toha Putra Semarang: juz 6.
- Smith, Steven J., Saari, Walfred S., Schwering, John E., Lyle, Paulette A., and Engelhardt, Edward L. 1990. Cyclization-activated Prodrugs. Basic Carbamates of 4-hydroxyanisole. *Journal of Madicinal Chemistry*. Vol. 33; Issue. 1; Pages. 97-101.
- Sulistiyawati, Triastuti, Sri Juara Santosa, Dewi Siswanta and Bambang Rusdiarso. 2017. Synthesis and Characterization of Magnetites Obtained from Mechanically and Sonochemicallt Assissted Co-precipitation and Reverse Co-precipitation Methods. *International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing*, Vol. 5, No. 1, February 2017.
- Sunardi, Maria Endah Prasandja dan Ferdianta Sembiring. 2015. Sintesis Ferri Klorida dari Scrap Besi Bengkel Bubut. *Jurnal EKOSAINS*. Vol. VII, No. 2, Juli 2015.
- Sunardi, dan Wijayanti, K. 2010. Pengolahan Limbah Bengkel Bubut Menjadi Koagulan untuk Penjernih Air. *SN-KPK II 13 Maret 2010*, Hal: 417-422.
- Supriyantini, Endang dan Endrawati, Hadi. 2015. Kandungan Logam Berat Besi (Fe) dalam Air, Sedimen, dan Kerang Hijau (*Perna viridids*) di Perairan Tanjung Emas Semarang. *Jurnal Kelautan Tropis*, 18(1): 38-45.

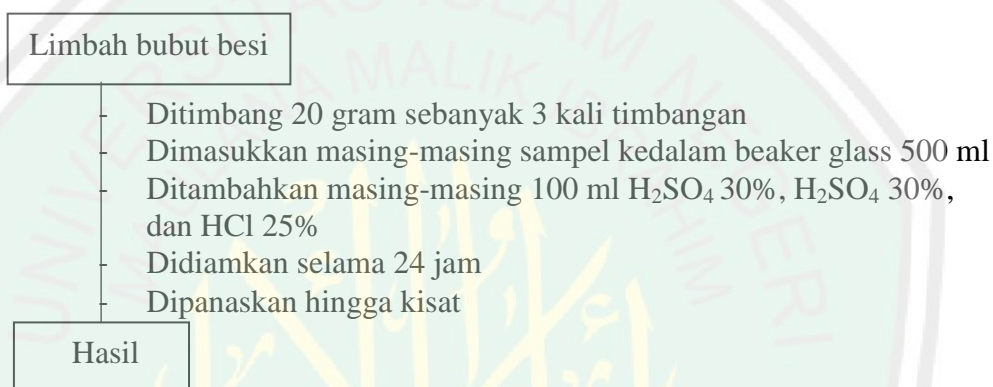
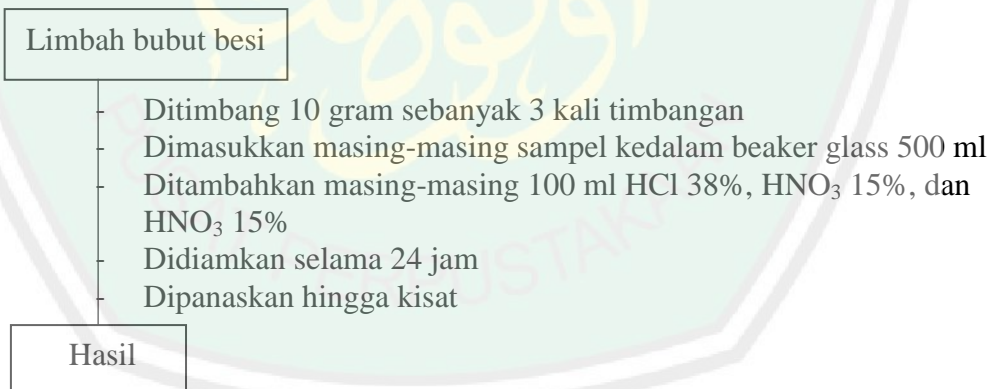
- Svehla, G. 1996. *Vogel's Qualitative Inorganic Analysis Seventh Edition*. England: Addison Wesley Longman Ltd.
- Syaikh, Abdullah. 1994. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 8. Terjemahan Ghoffar E, Andul dan Al Atsari, Abu I*. 2006. Jakarta: Pustaka Imam Syafi'i.
- Teja, A. S., P. Yoong Koh. 2009. *Synthesis, 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 Semi Mikro*. Edisi V, Jakarta: Kalman Media Pustaka.
- Walford, John. 1980. *Development In Food Colours-1*. London: Applied Science Publishers Ltd.
- Warren, B. E. 1990. *X-ray Diffraction*. (1990) New York: Dover Publications.
- Winarno, F.G. 1992. *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: PT.Gramedia Utama.
- Wu, Wei., Wu, Zhaohui., Yu, Taekyung., Jiang, Changzhong., dan Kim, Woo-Sik. 2015. Recent Progress on Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Synthesi, Surface Functional Strategies and Biomedical Applications. *Science and Technology of Advance Materials*, 16: 1-44.
- Xiuming, Liu., Jhon, Shaw., Jianzhong, Jian., Jan, B., Paul, Hesse., Tim, Rolph., dan Xuegang, Mao. 2010. Analysis on Variety and Characteristic of Maghemite. *Science China: Earth Science*, 53(8): 1153-1162.

LAMPIRAN

Lampiran 1

Rancangan Penelitian



Lampiran 2**Diagram Alir****2.1 Preparasi Sampel****2.2 Pembuatan Prekursor Ferro****2.3 Pembuatan Prekursor Ferric**

2.4 Sintesis Pigmen Maghemit

Prekursor Ferro dan *Ferric*

Ditimbang masing-masing dengan perbandingan Ferro:*Ferric* = 2:1
Dimasukkan dalam beaker glass 1000 mL
Ditambahkan 350 ml aquademineral
Ditambahkan 390 mL NH₄OH secara perlahan dalam kondisi tertutup
Dipanaskan pada suhu 60 °C selama 1 jam sambil distirer dengan kecepatan konstan
Didiamkan hingga mengendap
Didinginkan pada suhu kamar hingga terbentuk endapan hitam
Dicuci dengan aquademineral sampai netral
Didekantasi dan disaring
Diambil endapan hitam
Dikeringkan pada suhu kamar
Dikalsinasi serbuk hitam dengan suhu 350 °C selama 3 jam
Dikarakterisasi dengan color reader, XRD dan SEM-EDS

Hasil

Lampiran 3

Perhitungan

1. Pembuatan HNO_3 15 % 200 mL dari HNO_3 65 %

- Massa HNO_3 = $V \times \rho$ {Asumsi HNO_3 65% 1 liter (1000 mL)}
 $= 1000 \text{ mL} \times 1,408 \text{ gr/mL}$
 $= 1408 \text{ gr}$
- Massa HNO_3 dalam 65% = massa x konsentrasi
 $= 1408 \times 65/100$
 $= 915,2 \text{ gram}$
- Mol HNO_3 = $915,2 \text{ gram} : 63,004 \text{ gr/mol}$
 $= 14,527 \text{ mol}$
- M HNO_3 = mol/V
 $= 14,527 \text{ mol/1 L}$
 $= 14,527 \text{ M}$

Pengenceran

$$14,527 \text{ M} \times V = 3,5 \text{ M} \times 200 \text{ mL}$$

$$V = 700 \text{ M.mL} / 14,527 \text{ M}$$

$$V = 48,18 \text{ mL}$$

$$65 \% \times V = 15 \% \times 200 \text{ mL}$$

$$V = 3000 \text{ mL} / 65$$

$$V = 46,15 \text{ mL}$$

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

- $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$
 $V_1 \times 38 \% = 25 \% \times 200 \text{ mL}$
 $V_1 = 5000 \text{ mL}/38$
 $V_1 = 131,58 \text{ mL}$
 $V_1 = 131,6 \text{ mL}$

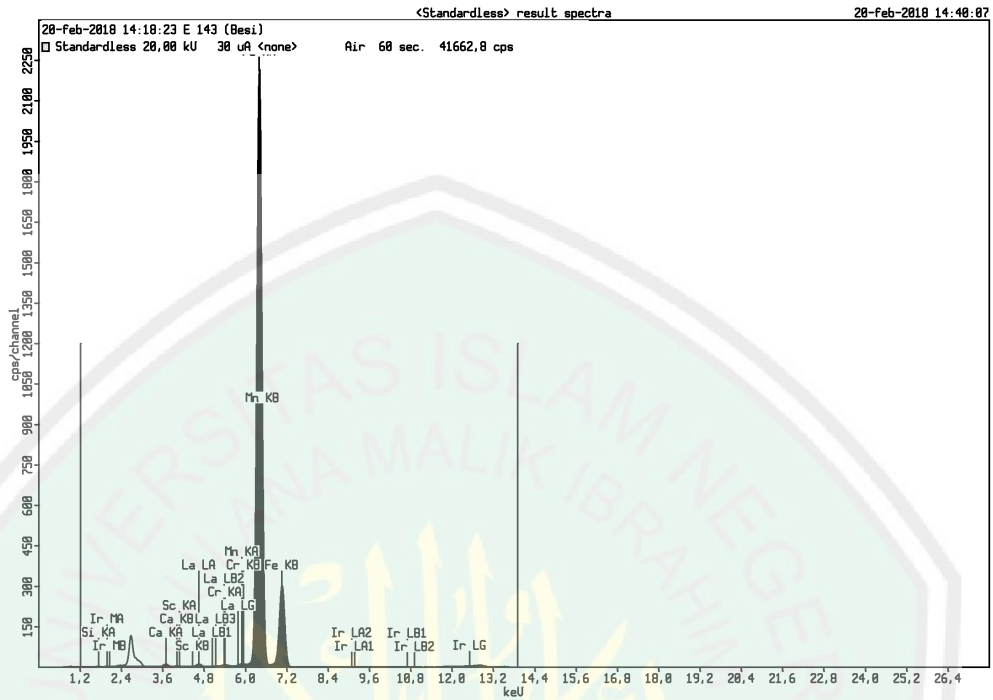
3. Pembuatan H₂SO₄ 30 % 200 mL dari H₂SO₄ 96 %

- $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$
 $V_1 \times 96 \% = 30 \% \times 200 \text{ mL}$
 $V_1 = 6000 \text{ mL}/96$
 $V_1 = 62,5 \text{ mL}$
 $V_1 = 62 \text{ mL}$



Lampiran 4

Hasil Karakterisasi Limbah Bubut Besi Menggunakan XRF



20-feb-2018 14:39:12

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	98,21	0,01	0,33
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%

Lampiran 5

Hasil Karakterisasi XRD

Diffr Type : XPert MPD

Anode : Cu

Labda Alpha 1 : 1.54060

Labda Alpha 2 : 1.54443

Radio Alpha 21 : 0.50000

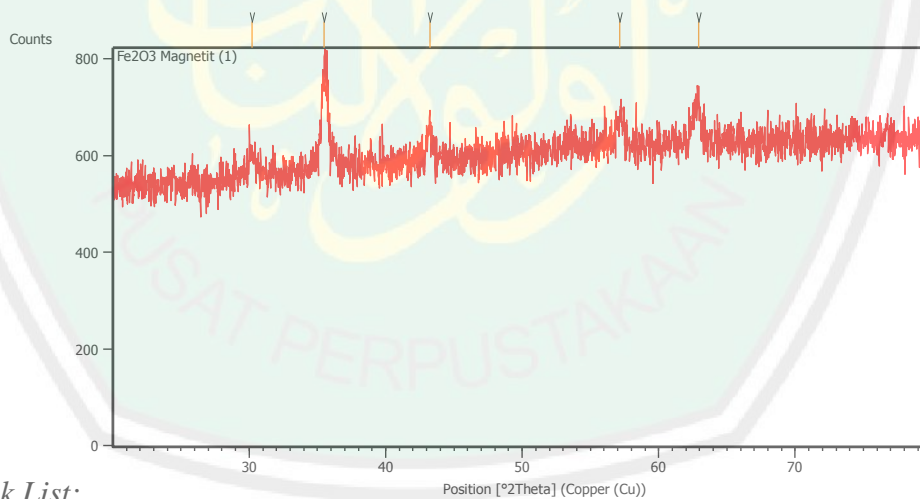
Generator Voltage : 40 kV

Tube Current : 30 mA

Data Angle Range : 20-80 ($^{\circ}2\theta$)

5.1 Pola Difraksi Material Sebelum Kalsinasi

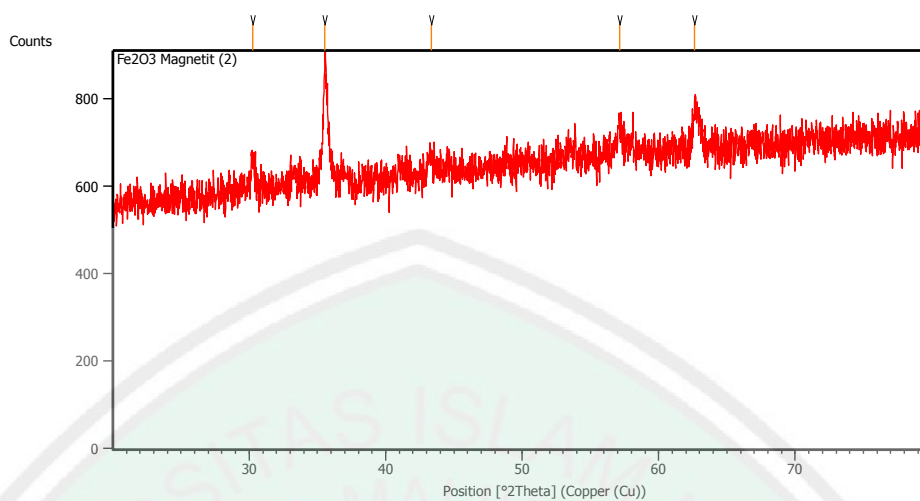
5.1.1 Hasil Karakterisasi Sampel 1



Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.1870	42.66	0.5353	2.96064	21.60
35.4734	197.50	0.4015	2.53062	100.00
43.2538	70.08	0.3346	2.09175	35.48
57.1574	62.10	0.4015	1.61161	31.44
62.9084	94.65	0.2676	1.47741	47.92

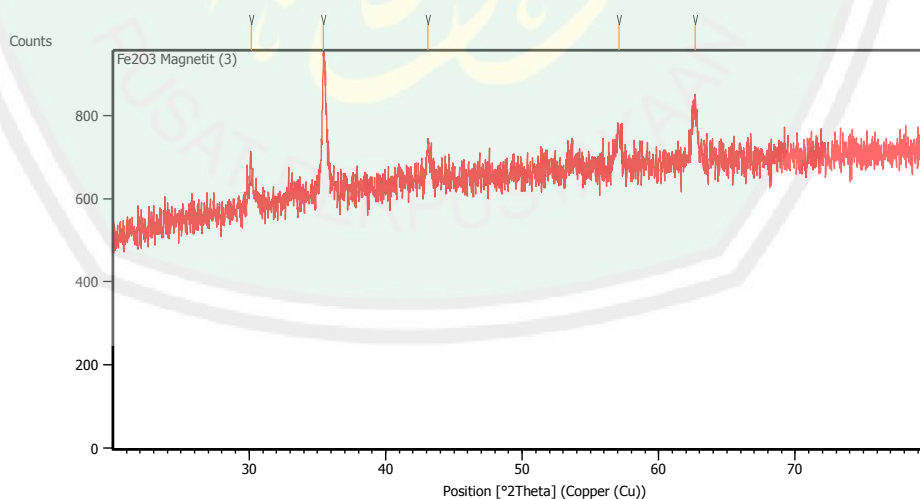
5.1.2. Hasil Karakterisasi Sampel 2



Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.2471	75.07	0.2007	2.95490	25.46
35.5526	294.83	0.2007	2.52517	100.00
43.3294	33.84	0.8029	2.08827	11.48
57.1312	66.95	0.5353	1.61228	22.71
62.6016	80.15	0.4015	1.48391	27.18

5.1.3 Hasil Karakterisasi Sampel 3

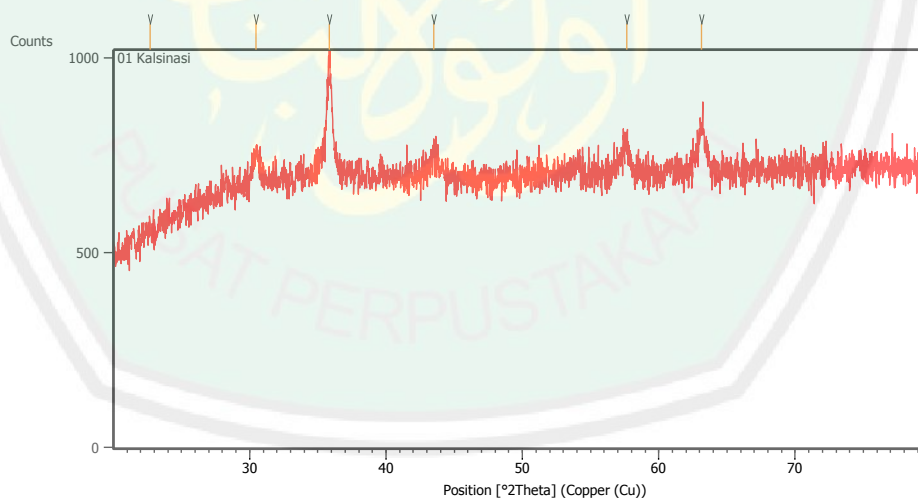


Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.1426	113.32	0.2007	2.96490	33.92
35.4309	334.12	0.1673	2.53356	100.00
43.0733	72.80	0.3346	2.10010	21.79
57.0714	86.22	0.2676	1.61383	25.80
62.6952	124.51	0.4015	1.48192	37.27

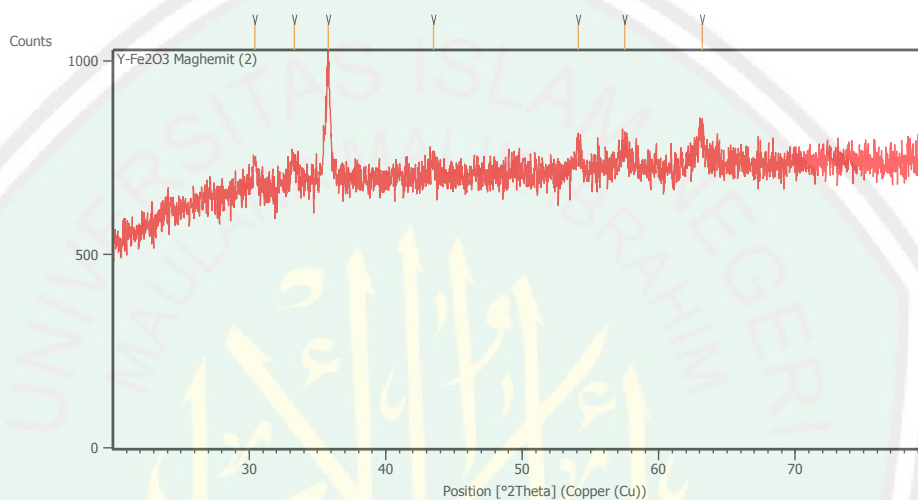
5.2 Perbandingan Posisi 2θ Standar dengan Produk Sebelum Kalsinasi

<i>Hkl</i>	2θ			
	Standar	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
220	30,36	30,42	30,20	30,08
331	35,76	35,54	35,56	35,46
400	43,44	43,22	43,23	43,33
422	53,94	53,56	53,86	53,69
511	57,52	57,42	57,42	57,04
440	62,15	62,23	62,47	62,60

5.3 Pola Difraksi Material Setelah Kalsinasi**5.3.1 Hasil Karakterisasi Sampel 1**

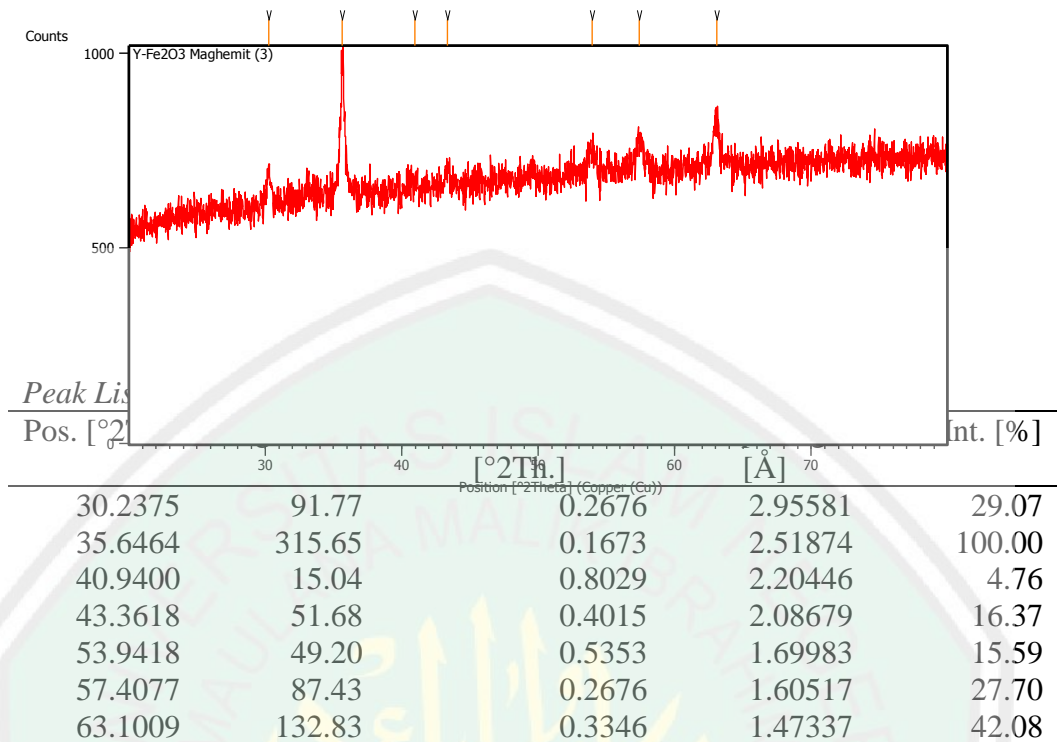
Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.7104	13.31	0.8029	3.91555	4.42
30.4393	80.51	0.5353	2.93668	26.75
35.8228	300.96	0.2007	2.50674	100.00
43.5139	61.77	0.4015	2.07985	20.53
57.6659	84.24	0.4015	1.59860	27.99
63.1532	113.94	0.2676	1.47227	37.86

5.2.2 Hasil Karakterisasi Sampel 2*Peak List:*

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
30.4089	81.50	0.2676	2.93954	24.77
33.2879	65.78	0.4015	2.69160	19.99
35.7843	329.07	0.2007	2.50934	100.00
43.5202	53.88	0.3346	2.07956	16.37
54.0841	66.71	0.3346	1.69569	20.27
57.5143	67.12	0.4015	1.60245	20.40
63.1818	82.96	0.4015	1.47167	25.21

5.2.3 Hasil Karakterisasi Sampel 3



5.4 Perbandingan Posisi 2θ Standar dengan Produk Setelah Kalsinasi

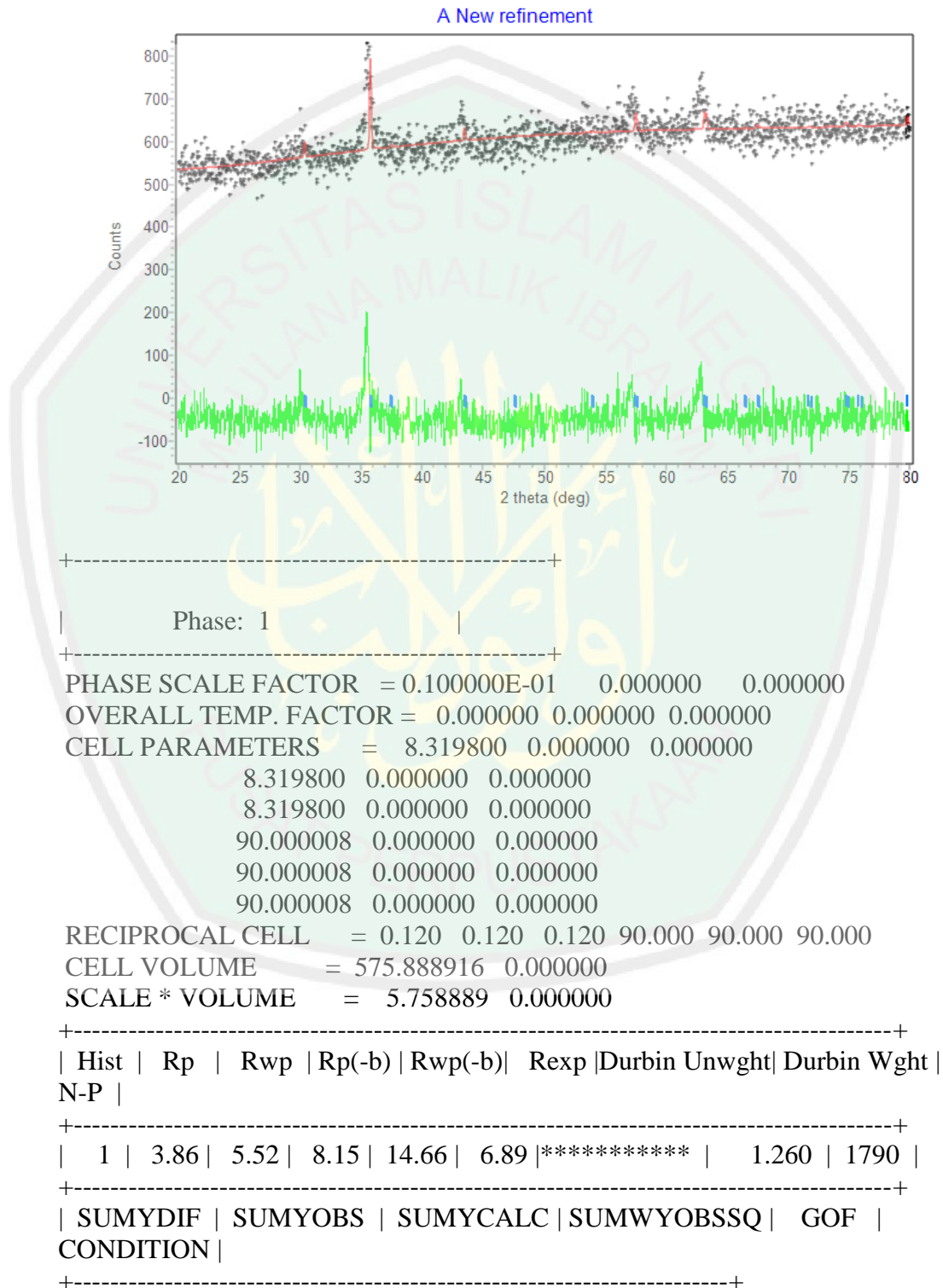
Hkl	2θ			
	Standar	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
220	30,26	30,30	30,45	30,38
331	35,66	35,83	35,76	35,58
400	43,34	43,67	43,57	43,75
422	53,76	53,79	53,83	53,78
511	57,32	57,70	57,32	57,32
440	62,94	62,83	62,98	62,98

Lampiran 6

Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

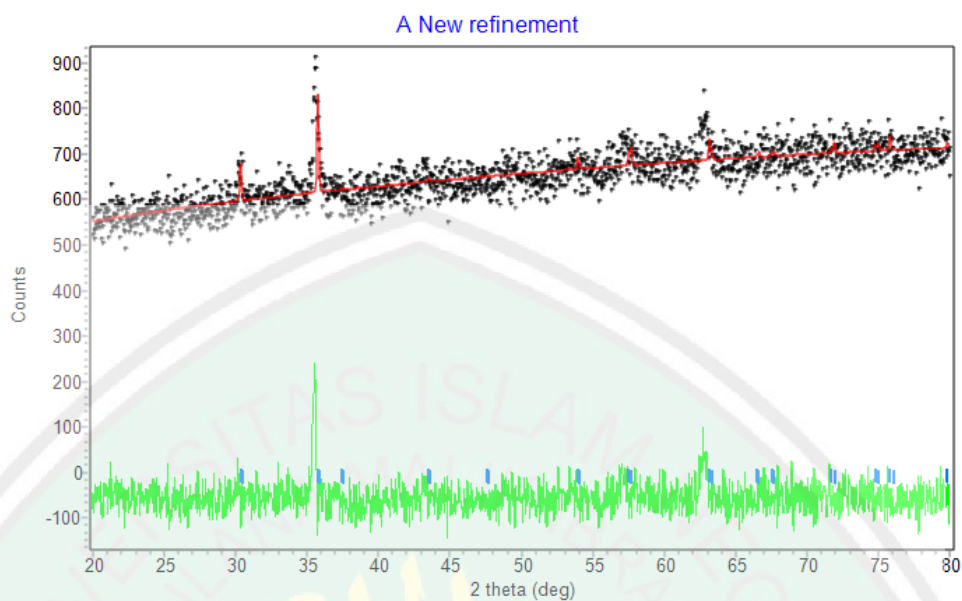
6.1 Hasil *Refinement* sampel Magnetit

6.1.1 Sampel 1 (H₂SO₄ 30% : HCl 38%)



| 0.4189E+05| 0.1085E+07| 0.1085E+07| 0.3774E+06| 0.6435E+00| 0.3171E+13 |

7.1.2 Sampel 2 (H₂SO₄ 30% : HNO₃ 15%)



```

PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 8.319800 0.000000 0.000000
                   8.319800 0.000000 0.000000
                   8.319800 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.120 0.120 0.120 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME       = 575.888916 0.000000
SCALE * VOLUME    = 5.758889 0.000000

```

```

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

```

```

+-----+
| 1 | 3.86 | 5.52 | 8.15 | 14.66 | 6.89 |*****| 1.260 | 1790 |
+-----+

```

```

| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |

```

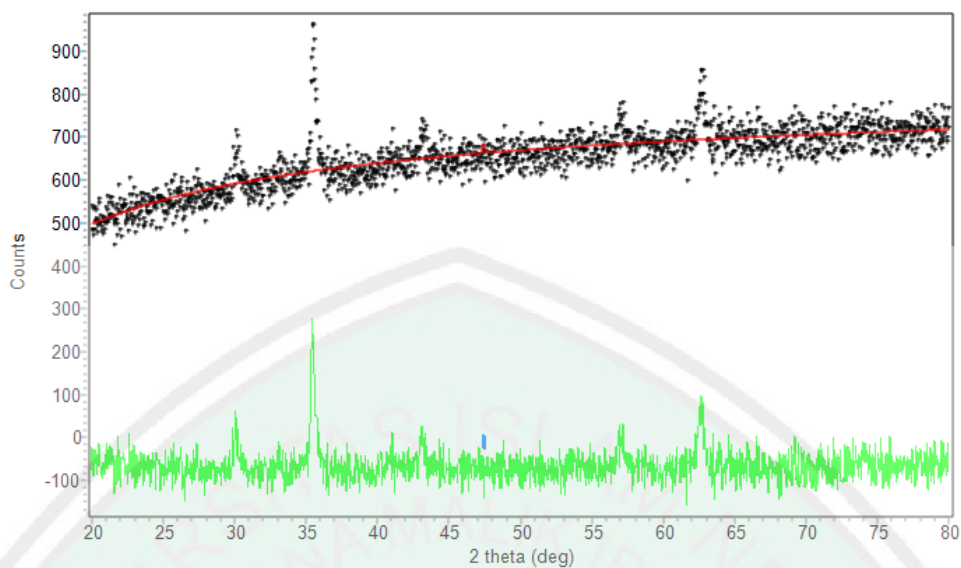
```

+-----+
| 0.4189E+05| 0.1085E+07| 0.1085E+07| 0.3774E+06| 0.6435E+00| 0.3171E+13 |

```

6.1.3 Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%)

A New refinement



```

PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 3.319800 0.000000 0.000000
                    3.319800 0.000000 0.000000
                    3.319800 0.000000 0.000000
                    90.000008 0.000000 0.000000
                    90.000008 0.000000 0.000000
                    90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.301 0.301 0.301 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME       = 36.587742 0.000000
SCALE * VOLUME   = 0.365877 0.000000

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
| N-P |   |     |         |          |      |               |             |
+-----+
|  1  | 3.85 | 6.16 | 8.77 | 20.39 | 6.56 |*****| 0.982 | 1791 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
| CONDITION |
+-----+
| 0.4506E+05 | 0.1171E+07 | 0.1171E+07 | 0.4157E+06 | 0.8795E+00 | 0.1247E+09 |

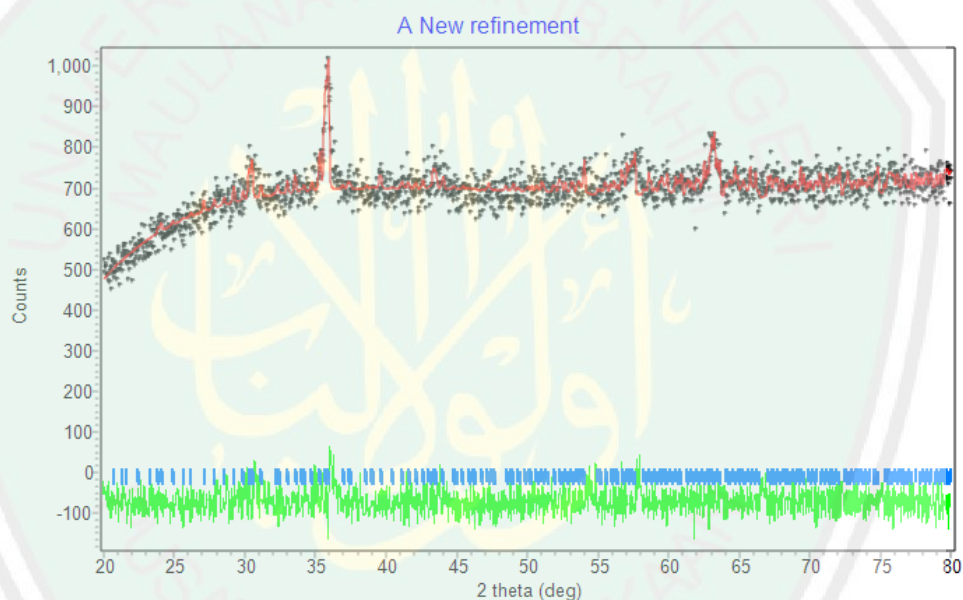
```

Berikut Tabel Hasil *Refinement* Sampel Magnetit:

Paremeter	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
Space Group	Fd3m	Fd3m	Fd3m
Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik
Unit Sel (z)	1	1	1
a (Å)	8,3198	8,3198	3,3198
b (Å)	8,3198	8,3198	3,3198
c (Å)	8,3198	8,3198	3,3198
Volume Sel (Å ³)	575,8889	575,8889	36,5877
Rp (%)	3,86	3,66	3,85
Rwp (%)	5,52	5,30	6,16
GOF	0,6435	0,6682	0,8795

6.2 Hasil *Refinement* sampel Maghemit

6.2.1 Sampel 1 (H₂SO₄ 30% : HCl 38%)



PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000

CELL PARAMETERS = 8.346000 0.000000 0.000000

8.346000 0.000000 0.000000

25.034000 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.120 0.120 0.040 90.000 90.000 90.000

CELL VOLUME = 1743.760986 0.000000

SCALE * VOLUME = 17.437609 0.000000

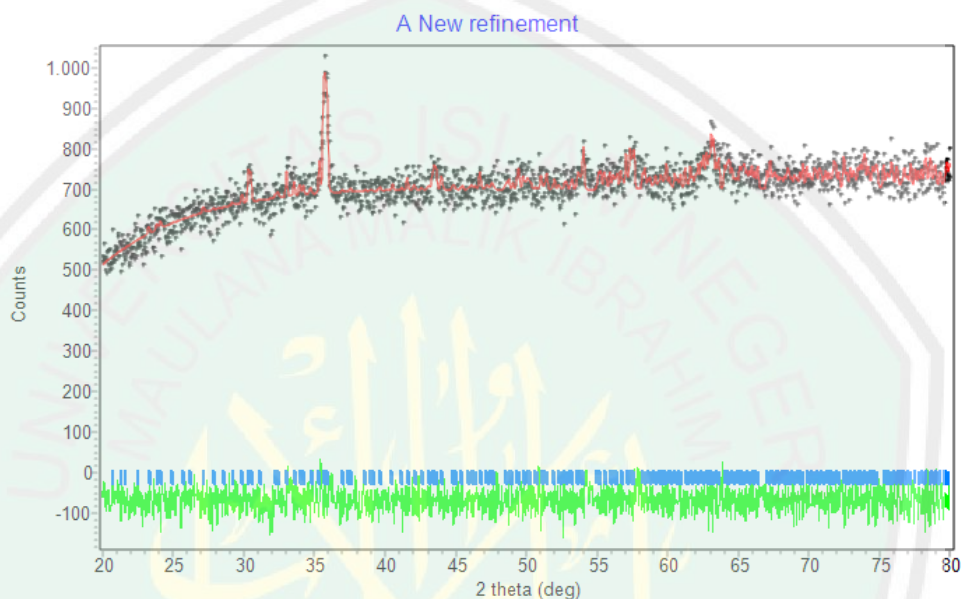
-----+
 | Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
 N-P |

```

+-----+
| 1 | 3.30 | 4.34 | 6.16 | 6.43 | 6.04 |*****| 1.712 | 1789 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.4099E+05 | 0.1244E+07 | 0.1244E+07 | 0.4898E+06 | 0.5163E+00 | 0.7194E+18 |
+-----+

```

6.2.2 Sampel 2 (H₂SO₄ 30% : HNO₃ 15%)



```

PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000  0.000000  0.000000
CELL PARAMETERS = 8.346000  0.000000  0.000000
                  8.346000  0.000000  0.000000
                  25.034000  0.000000  0.000000
                  90.000008  0.000000  0.000000
                  90.000008  0.000000  0.000000
                  90.000008  0.000000  0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.120  0.120  0.040  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME = 1743.760986  0.000000
SCALE * VOLUME = 17.437609  0.000000

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
N-P |
+-----+
| 1 | 3.23 | 4.19 | 5.69 | 5.67 | 5.98 |*****| 1.961 | 1788 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.4084E+05 | 0.1263E+07 | 0.1263E+07 | 0.4998E+06 | 0.4908E+00 | 0.4744E+21 |
+-----+

```


6.2.3 Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%)



```

PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 8.346000 0.000000 0.000000
                   8.346000 0.000000 0.000000
                   25.034000 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.120 0.120 0.040 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME       = 1743.760986 0.000000
SCALE * VOLUME    = 17.437609 0.000000

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
N-P |
+-----+
| 1 | 3.20 | 4.31 | 5.64 | 6.91 | 6.25 | ***** | 1.917 | 1788 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.3887E+05 | 0.1214E+07 | 0.1214E+07 | 0.4572E+06 | 0.4760E+00 | 0.4744E+21 |

```

Berikut Tabel Hasil *Refinement* Sampel Maghemit:

Paremeter	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
Space Group	P 4 ₃ 2 ₁ 2	P 4 ₃ 2 ₁ 2	P 4 ₃ 2 ₁ 2
Kisi Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Unit Sel (z)	32	32	32
a (Å)	8,346	8,346	8,346
b (Å)	8,346	8,346	8,346
c (Å)	25,034	25,034	25,034
Volume Sel (Å ³)	1743,76	1743,76	1743,76
Rp (%)	3,30	3,23	3,20
Rwp (%)	4,34	4,19	4,31
GOF	0,4898	0,4908	0,4760



Lampiran 7

Perhitungan Hasil Karakterisasi UV-Vis

No.	Konsentrasi (ppm)	Aborbansi
1.	0,1	0,1984
2.	0,2	0,3665
3.	0,3	0,7199
4.	0,4	1,0975
5.	0,5	1,5175

$$y = 3,3692x - 0,2308$$

$$R^2 = 0,9806$$

No.	Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1.	Maghemit 1	1,8328	2,4496
2.	Maghemit 2	0,2428	1,2452
3.	Maghemit 3	0,5199	0,8912

Faktor pengenceran = volume labu / volume yang dipipet

$$F_p = 20 \text{ ml} / 5 \text{ ml} = 4$$

Maghemit 1.

$$y = 3,3692x - 0,2308$$

$$1,8323 = 3,3692x - 0,2308$$

$$0,6124 = x$$

$$(0,6124) \times 4 = 2,4496 \text{ ppm}$$

Maghemit 2

$$y = 3,3692x - 0,2308$$

$$0,2428 = 3,3692x - 0,2308$$

$$0,3113 = x$$

$$(0,3113) \times 4 = 1,2452 \text{ ppm}$$

Maghemit 3.

$$y = 3,3692x - 0,2308$$

$$0,5199 = 3,3692x - 0,2308$$

$$0,2228 = x$$

$$(0,2228) \times 4 = 0,8912 \text{ ppm}$$

Lampiran 8

Perhitungan Hasil Karakterisasi AAS

No.	Konsentrasi (ppm)	Aborbansi
1.	1	0,1310
2.	2	0,2808
3.	3	0,4170
4.	4	0,5773
5.	5	0,6492

$$y = 0,13478x + 0,00574$$

$$R^2 = 0,9966$$

No.	Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1.	Maghemit 1	0,2270	32,84
2.	Maghemit 2	0,0771	10,60
3.	Maghemit 3	0,0593	7,96

Faktor pengenceran = volume labu / volume yang dipipet

$$F_p = 20 \text{ ml} / 1 \text{ ml} = 20 \text{ kali}$$

Maghemit 1

$$y = 0,13478x + 0,00574$$

$$0,2270 = 0,13478x + 0,00574$$

$$1,642 = x$$

$$1,642 \times 20 = 32,84 \text{ ppm}$$

Maghemit 2

$$y = 0,13478x + 0,00574$$

$$0,0771 = 0,13478x + 0,00574$$

$$0,530 = x$$

$$0,530 \times 20 = 10,6 \text{ ppm}$$

Maghemit 3

$$y = 0,13478x + 0,00574$$

$$0,0593 = 0,13478x + 0,00574$$

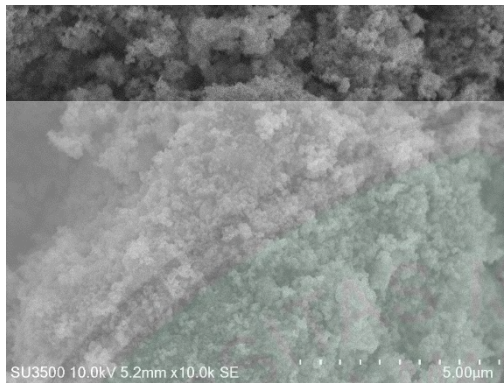
$$0,398 = x$$

$$0,398 \times 20 = 7,96 \text{ ppm}$$

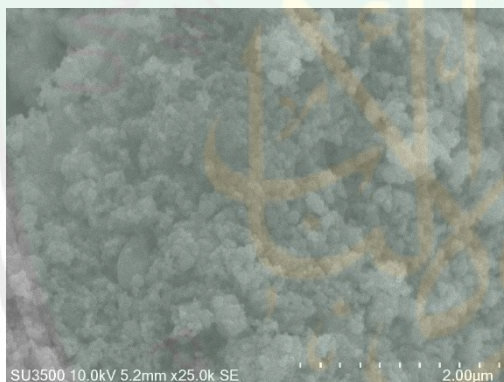
Lampiran 9

Hasil Karakterisasi SEM-EDX

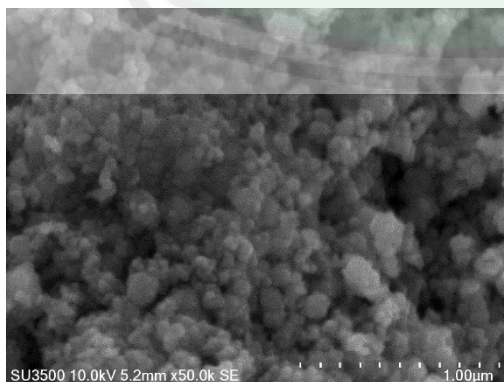
7.1 Karakterisasi Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%) perbesaran 10.000x



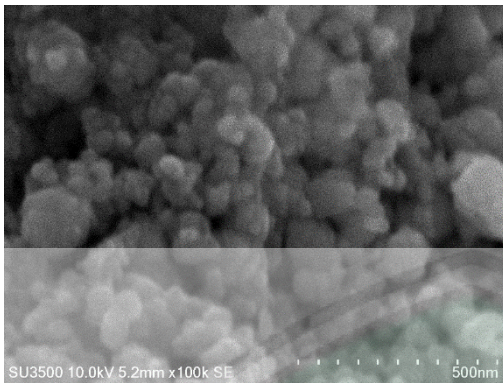
7.2 Karakterisasi Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%) perbesaran 25.000x



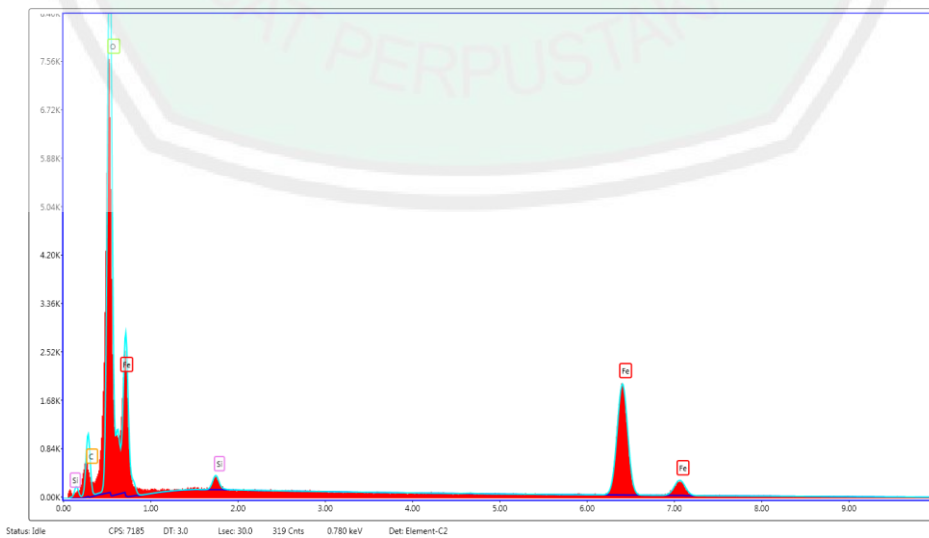
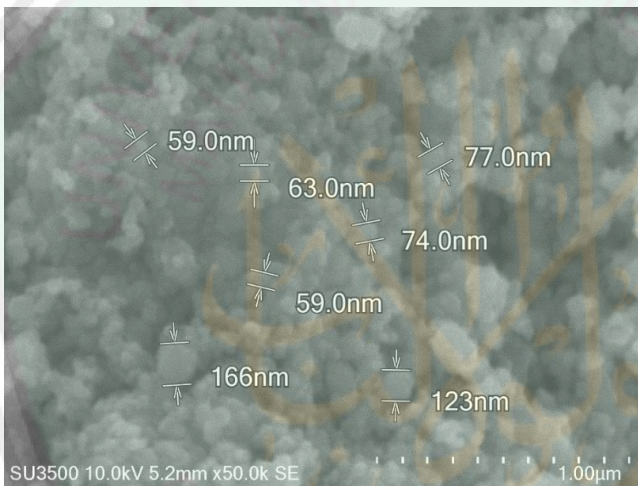
7.3 Karakterisasi Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%) perbesaran 50.000x



7.4 Karakterisasi Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%) perbesaran 100.000x



7.5 Karakterisasi EDX Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%)



Element	Weight %	Atomic %	Error %
Fe	60.57	29.49	3.19
O	30.94	52.57	6.17
C	7.51	16.99	9.85
Si	60.57	0.95	10.88



Lampiran 10

Hasil Uji Warna Pigmen Maghemit Menggunakan Color Reader

Menghitung Nilai Kroma (C^*) dan *Hue* (H°)

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

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

Keterangan:

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

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

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

L^* = Sumbu kecerahan nilainya antara 0 (hitam) hingga 100 (putih)

1. Sampel 1 (H_2SO_4 30% : HCl 38%)

$$\begin{aligned} C^* &= [(16,20)^2 + (18,20)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (18,20/16,20) \\ &= (262,44 + 331,24)^{1/2} & &= 48,33 \\ &= (598,68)^{1/2} \\ &= 24,37 \end{aligned}$$

2. Sampel 2 (H_2SO_4 30% : HNO_3 15%)

$$\begin{aligned} C^* &= [(17,60)^2 + (19,20)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (19,20/17,60) \\ &= (309,75 + 368,64)^{1/2} & &= 47,49 \\ &= (678,4)^{1/2} \\ &= 26,05 \end{aligned}$$

3. Sampel 3 (HCl 25% : HNO_3 15%)

$$\begin{aligned} C^* &= [(18,70)^2 + (19,80)^2]^{1/2} & H^\circ &= \text{Tan}^{-1} (19,80/18,70) \\ &= (349,69 + 392,04)^{1/2} & &= 46,64 \\ &= (741,73)^{1/2} \end{aligned}$$

= 27,23

Berikut tabelnya:

Kode	L*	a*	b*	C*	H°
Standar Maghemit	25 - 37			15 - 34	61 - 72
Standar Hematit	25 - 45			9 - 42	21 - 57
Sampel 1	32,40	16,20	18,20	24,37	48,33
Sampel 2	33,00	17,60	19,20	26,05	47,49
Sampel 3	34,40	18,70	19,80	27,23	46,64



Perhitungan Ukuran Kristal Pigmen Maghemit

Persamaan Debye-Scherrer

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

Dimana:

D = Ukuran partikel (nm) λ = Panjang gelombang radiasi

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

θ = Sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

10.1 Ukuran Kristal Magnetit

1. Sampel 1 (H₂SO₄ 30% : HCl 38%)

$$\begin{aligned} \text{Diketahui : } \lambda (K\alpha) &= 1,54060 \\ \beta (\text{FWHM}) &= 0,4015^\circ \rightarrow 0,4015/180 \times 3,14 = 0,0070 \\ 2\theta &= 35,4734 \\ \theta &= 35,4734/2 = 17,7367 \\ \text{Cos } \theta &= 0,9524 \end{aligned}$$

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0070 \times 0,9525} = 207,8770 \text{ \AA} = 20,7877 \text{ nm}$$

2. Sampel 2 (H₂SO₄ 30% : HNO₃ 15%)

$$\begin{aligned} \text{Diketahui : } \lambda (K\alpha) &= 1,54060 \\ \beta (\text{FWHM}) &= 0,2007^\circ \rightarrow 0,2007/180 \times 3,14 = 0,0035 \\ 2\theta &= 35,5526 \\ \theta &= 35,5526/2 = 17,7763 \\ \text{Cos } \theta &= 0,9523 \end{aligned}$$

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0035 \times 0,9523} = 415,8859 \text{ \AA} = 41,5886 \text{ nm}$$

3. Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%)

$$\begin{aligned} \text{Diketahui : } \lambda (K\alpha) &= 1,54060 \\ \beta (\text{FWHM}) &= 0,1673^\circ \rightarrow 0,1673/180 \times 3,14 = 0,0029 \\ 2\theta &= 35,4309 \\ \theta &= 35,4309/2 = 17,7154 \\ \text{Cos } \theta &= 0,9526 \end{aligned}$$

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0029 \times 0,9526} = 498,7454 \text{ \AA} = 49,8745 \text{ nm}$$

Berikut tabelnya:

Produk	Ukuran kristal (nm)
Magnetit 1	20,7877
Magnetit 2	41,5886
Magnetit 3	49,8745

10.2 Ukuran Kristal Maghemit

1. Sampel 1 (H₂SO₄ 30% : HCl 38%)

a. Hkl 220

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} \quad & \lambda (K\alpha) = 1,5406 \\
 & \beta (\text{FWHM}) = 0,5353^\circ \rightarrow 0,5353/180 \times 3,14 = 0,0093 \\
 & 2\theta = 30,4393 \\
 & \theta = 30,4393/2 = 15,2197 \\
 & \cos \theta = 0,9649 \\
 & D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0093 \times 0,9649} = 154,0556 \text{ \AA} = 15,40556 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

b. Hkl 331

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} \quad & \lambda (K\alpha) = 1,5406 \\
 & \beta (\text{FWHM}) = 0,2007^\circ \rightarrow 0,2007/180 \times 3,14 = 0,0035 \\
 & 2\theta = 35,3228 \\
 & \theta = 35,3228/2 = 17,9114 \\
 & \cos \theta = 0,9515 \\
 & D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0035 \times 0,9515} = 416,3471 \text{ \AA} = 41,6347 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

c. Hkl 400

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} \quad & \lambda (K\alpha) = 1,5406 \\
 & \beta (\text{FWHM}) = 0,4015^\circ \rightarrow 0,4015/180 \times 3,14 = 0,0070 \\
 & 2\theta = 43,5239 \\
 & \theta = 43,5239/2 = 21,7570 \\
 & \cos \theta = 0,9288 \\
 & D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0070 \times 0,9288} = 208,5230 \text{ \AA} = 20,8523 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

d. Hkl 511

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} \quad & \lambda (K\alpha) = 1,5406 \\
 & \beta (\text{FWHM}) = 0,4015^\circ \rightarrow 0,4015/180 \times 3,14 = 0,0070 \\
 & 2\theta = 57,6659 \\
 & \theta = 57,6659/2 = 28,8330 \\
 & \cos \theta = 0,8760 \\
 & D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0070 \times 0,8760} = 227,2950 \text{ \AA} = 22,7295 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

e. Hkl 440

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} \quad & \lambda (K\alpha) = 1,5406 \\
 & \beta (\text{FWHM}) = 0,2676^\circ \rightarrow 0,2676/180 \times 3,14 = 0,0047
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 2\theta &= 63,1532 \\
 \theta &= 63,1532/2 = 31,5766 \\
 \cos \theta &= 0,8519 \\
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0047 \times 0,8519} = 346,625 \text{ \AA} = 34,6625 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

2. Sampel 2 (H₂SO₄ 30% : HNO₃ 15%)

a. Hkl 220

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} : \lambda (K\alpha) &= 1,5406 \\
 \beta (\text{FWHM}) &= 0,2676^\circ \rightarrow 0,2676/180 \times 3,14 = 0,0047 \\
 2\theta &= 30,4089 \\
 \theta &= 30,4089/2 = 15,2045 \\
 \cos \theta &= 0,9650 \\
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0047 \times 0,9650} = 308,1111 \text{ \AA} = 30,8111 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

b. Hkl 331

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} : \lambda (K\alpha) &= 1,5406 \\
 \beta (\text{FWHM}) &= 0,2007^\circ \rightarrow 0,2007/180 \times 3,14 = 0,0035 \\
 2\theta &= 35,7843 \\
 \theta &= 35,7843/2 = 17,8922 \\
 \cos \theta &= 0,9516 \\
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0035 \times 0,9516} = 419,3587 \text{ \AA} = 41,9358 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

c. Hkl 400

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} : \lambda (K\alpha) &= 1,5406 \\
 \beta (\text{FWHM}) &= 0,3346^\circ \rightarrow 0,3346/180 \times 3,14 = 0,0058 \\
 2\theta &= 43,5202 \\
 \theta &= 43,5202/2 = 21,7601 \\
 \cos \theta &= 0,9287 \\
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0058 \times 0,9287} = 256,7592 \text{ \AA} = 25,6759 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

d. Hkl 511

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} : \lambda (K\alpha) &= 1,5406 \\
 \beta (\text{FWHM}) &= 0,4015^\circ \rightarrow 0,4015/180 \times 3,14 = 0,0070 \\
 2\theta &= 57,5143 \\
 \theta &= 57,5143/2 = 28,7572 \\
 \cos \theta &= 0,8767 \\
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0070 \times 0,8767} = 227,2951 \text{ \AA} = 22,7295 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

e. Hkl 440

$$\begin{aligned}
 \text{Diketahui} : \lambda (K\alpha) &= 1,5406 \\
 \beta (\text{FWHM}) &= 0,4015^\circ \rightarrow 0,4015/180 \times 3,14 = 0,0070 \\
 2\theta &= 63,1818 \\
 \theta &= 63,1818/2 = 31,5909 \\
 \cos \theta &= 0,8518
 \end{aligned}$$

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0070 \times 0,8518} = 231,0833 \text{ \AA} = 23,1083 \text{ nm}$$

3. Sampel 3 (HCl 25% : HNO₃ 15%)

a. Hkl 220

Diketahui : λ (K α) = 1,5406
 β (FWHM) = 0,2676° \rightarrow 0,2676/180 x 3,14 = 0,0047
 2θ = 30,2375
 θ = 30,2375/2 = 15,1188
 $\cos \theta$ = 0,9654

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0047 \times 0,9654} = 308,1111 \text{ \AA} = 30,8111 \text{ nm}$$

b. Hkl 331

Diketahui : λ (K α) = 1,5406
 β (FWHM) = 0,1673° \rightarrow 0,1673/180 x 3,14 = 0,0029
 2θ = 35,6464
 θ = 35,6464/2 = 17,8232
 $\cos \theta$ = 0,9520

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0029 \times 0,9520} = 498,7554 \text{ \AA} = 49,8755 \text{ nm}$$

c. Hkl 400

Diketahui : λ (K α) = 1,5406
 β (FWHM) = 0,3346° \rightarrow 0,3346/180 x 3,14 = 0,0058
 2θ = 43,3618
 θ = 43,3618/2 = 21,6809
 $\cos \theta$ = 0,9293

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0058 \times 0,9293} = 184,8667 \text{ \AA} = 18,4866 \text{ nm}$$

d. Hkl 511

Diketahui : λ (K α) = 1,5406
 β (FWHM) = 0,2676° \rightarrow 0,2676/180 x 3,14 = 0,0047
 2θ = 57,4077
 θ = 57,4077/2 = 28,7039
 $\cos \theta$ = 0,8771

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0047 \times 0,8771} = 338,1707 \text{ \AA} = 33,8171 \text{ nm}$$

e. Hkl 440

Diketahui : λ (K α) = 1,5406
 β (FWHM) = 0,3346° \rightarrow 0,3346/180 x 3,14 = 0,0058
 2θ = 63,1009
 θ = 63,1009/2 = 31,5505
 $\cos \theta$ = 0,8522

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,0058 \times 0,8522} = 282,9591 \text{ \AA} = 28,2959 \text{ nm}$$

Berikut Tabelnya:

Hkl	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
220	15,4056	30,8111	30,8111

331	41,6347	41,9359	49,8755
400	20,8523	25,6759	18,4867
511	22,7295	22,7295	33,8171
440	34,6625	23,1083	28,2959



Lampiran 12

Perhitungan Qsp

Rumus Kimia	Ksp
Fe(OH) ₂	4,1 x 10 ⁻¹⁵
Fe(OH) ₃	2 x 10 ⁻³⁹
Ca(OH) ₂	6,5 x 10 ⁻⁶
Mn(OH) ₂	2 x 10 ⁻¹³
Cr(OH) ₃	3 x 10 ⁻²⁹
Sc(OH) ₃	2,22 x 10 ⁻³¹

1. Fe(OH)₂



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

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

$$S = 1,01 \times 10^{-5}$$

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

$$= (1,01 \times 10^{-5}) (10^{-3})^2$$

$$= 10^{-11}$$

Qsp > Ksp → Mengendap

2. Fe(OH)₃



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

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

$$S = 1,22 \times 10^{-10}$$

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

$$= (1,22 \times 10^{-10}) (10^{-3})^3$$

$$= 6,06 \times 10^{-20}$$

Qsp > Ksp → Mengendap

3. Mn(OH)₂



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

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

$$S = 3,68 \times 10^{-5}$$

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

$$= (3,68 \times 10^{-5}) (10^{-3})^2$$

$$= 3,68 \times 10^{-11}$$

Qsp > Ksp → Mengendap

4. Ca(OH)₂



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

$$6,5 \times 10^{-6} = (s) (2s)^2$$

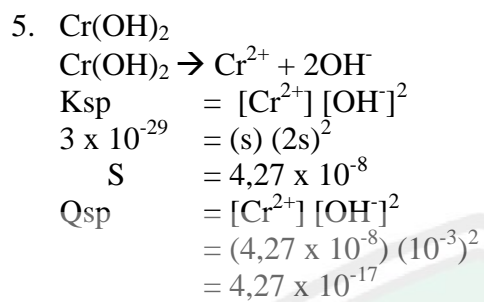
$$S = 1,27 \times 10^{-3}$$

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

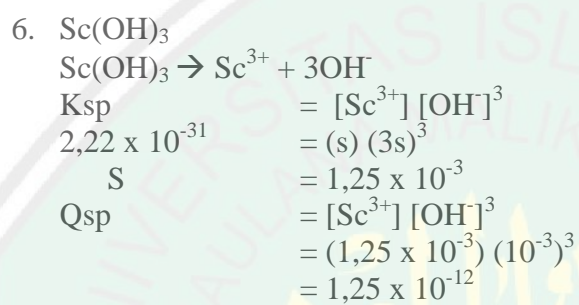
$$= (1,27 \times 10^{-3}) (10^{-3})^2$$

$$= 1,27 \times 10^{-9}$$

$Q_{sp} < K_{sp} \rightarrow \text{Larut}$



$Q_{sp} > K_{sp} \rightarrow \text{Mengendap}$



$Q_{sp} < K_{sp} \rightarrow \text{Larut}$

Dokumentasi Penelitian



Limbah bubut besi



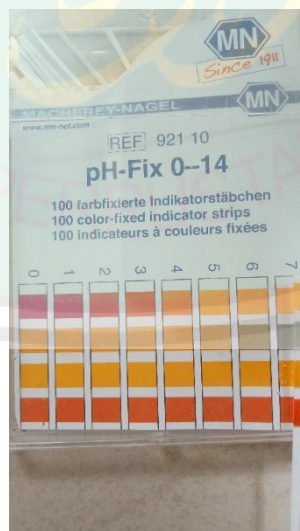
Prekursor Ferric (Fe^{3+}) setelah pemanasan dari pelarut HCl 38% dan HNO_3 15%



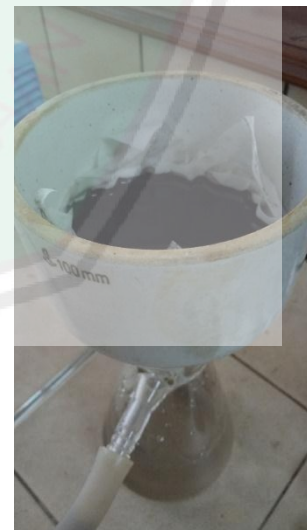
Prekursor Ferro (Fe^{2+}) setelah pemanasan dari pelarut H_2SO_4 30% dan HCl 25%



Proses Sintesis



pH setelah pencucian dengan Aquademin



Proses penyingiran endapan hitam