

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI WAKTU SONIKASI MENGGUNAKAN METODE
PRESIPITASI-SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
DEWI ELOK RAHMAWATI
NIM. 15630016



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

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI WAKTU SONIKASI MENGGUNAKAN METODE
PRESIPITASI-SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
DEWI ELOK RAHMAWATI
NIM. 15630016

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 PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI WAKTU SONIKASI MENGGUNAKAN METODE
PRESIPITASI-SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh :
DEWI ELOK RAHMAWATI
NIM. 15630016

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 17 Desember 2019

Penguji Utama	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Febi Yusniyanti, M.Sc NIP. LB 68004	(.....)
Sekretaris Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
Anggota Penguji	: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I NIPT. 20142011409	(.....)

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan**



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


**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI WAKTU SONIKASI MENGGUNAKAN METODE
PRESIPITASI-SONIKASI**

SKRIPSI

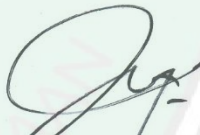
Oleh :
DEWI ELOK RAHMAWATI
NIM. 15630016

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 11 Desember 2019

Pembimbing I


Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 198108112008012010

Pembimbing II


M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIPT. 20142011409

Mengetahui,
Ketua Jurusan




Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 197906202006042002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Dewi Elok Rahmawati

NIM : 15630016

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul : “Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sonikasi Menggunakan Metode Presipitasi-Sonikasi”

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 25 Desember 2019
Yang membuat pernyataan,



Dewi Elok Rahmawati
NIM.15630016

MOTTO

“Setiap kesulitan pasti ada kemudahan”



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Puji syukur kehadirat Allah SWT, karena hanya dengan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sonikasi Menggunakan Metode Presipitasi-Sonikasi**”. Sholawat dan salam semoga selalu dilimpahkan oleh Allah kepada Nabi Muhammad SAW yang menjadi panutan bagi seluruh umat Islam. Skripsi ini telah memberikan banyak manfaat baik dari segi keilmuan maupun pengalaman yang sangat diperlukan bagi penulis.

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

1. Orang tua tercinta Bapak Achmad Dawam Mudini dan Ibu Hartini yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materi yang tak mungkin terbalaskan.
2. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag. selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si. selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang serta dosen penguji dalam skripsi yang memberikan saran-saran untuk kesempurnaan dalam penulisan skripsi ini.
5. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si., Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si., Ibu Febi Yusniyanti, M.Sc., dan Bapak M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun dalam memperbaiki skripsi.
6. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan motivasi, pengalaman, dan pengetahuannya kepada penulis.

7. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2015, khususnya semua anggota tim riset besi oksida 2019-2020 yang selalu memberi bantuan dan motivasi dalam skripsi ini.
8. Keluarga besar PPP.Al-Hikmah Al-Fathimiyyah Malang terkhusus jajaran pengurus masa abdi 2017/2018 dan 2018/2019, anggota kamar O dan C yang telah memberikan dukungan dan bantuan dalam skripsi ini.
9. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materil.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu kritik dan saran yang bersifat konstruktif sangat penulis harapkan. Akhirnya dengan penuh rasa syukur yang mendalam kehadirat Allah SWT, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Malang, 25 Desember 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
MOTTO	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR PERSAMAAN	xii
DAFTAR REAKSI	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
المُلخَص	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Oksida Besi Hematit	6
2.2 Potensi Oksida Besi Hematit sebagai Pigmen	8
2.3 Sintesis Pigmen Oksida Besi Hematit	9
2.3.1 Presipitasi-Kalsinasi	10
2.3.2 Pengaruh Sonikasi	12
2.4 Daya <i>Swelling</i> Kayu.....	16
2.5 X-ray Fluorescence Spectroscopy (XRF)	18
2.6 X-ray Diffractometer (XRD)	18
2.7 <i>Color Reader</i>	21
2.8 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX)	21
2.9 Pemanfaatan Limbah Besi Berdasarkan Prespektif Islam	23
BAB III METODE PENELITIAN	27
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.2.1 Alat	27
3.2.2 Bahan	27
3.3 Rancangan Penelitian	28
3.4 Tahapan Penelitian	28
3.5 Prosedur Penelitian	28

3.5.1 Preparasi Sampel.....	28
3.5.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+}).....	29
3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Lama Sonikasi	29
3.6 Karakterisasi Hasil Penelitian	30
3.6.1 X-ray Fluoresence.....	30
3.6.2 Difraksi Sinar-X (XRD).....	30
3.6.3 <i>Color Reader</i>	31
3.6.4 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)</i>	31
3.6.5 Uji Daya <i>Swelling</i> Balok Kayu Terpigmentasi Hematit	31
3.7 Analisa Hasil Penelitian	32
3.7.1 Analisis Hasil <i>Color Reader</i>	32
3.7.2 Analisis Hasil XRD.....	32
3.7.3 Analisis Daya <i>Swelling</i> Balok Kayu Terpigmentasi Hematit	33
3.7.4 Analisa Data dalam Prespektif Islam	33
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Besi.....	34
4.1.1 Preparasi Sampel	34
4.1.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})	36
4.1.3 Proses Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$).....	36
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	39
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i>	44
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM dan SEM-EDX	47
4.5 Hasil Uji Daya <i>Swelling</i> Pigmen Hematit pada Balok Kayu	49
4.6 Dialog Hasil Penelitian Pemanfaatan Limbah Besi sebagai Pigmen dalam Prespektif Islam.....	53
BAB V PENUTUP	58
5.1 Kesimpulan	58
5.2 Saran	58
DAFTAR PUSTAKA	60
LAMPIRAN	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur hematit.....	7
Gambar 2.2 Hasil SEM uji radiasi kayu	9
Gambar 2.3 Diagram Pourboix pada suhu 25 °C.....	11
Gambar 2.4 Pola hasil difraksi XRD	13
Gambar 2.5 Hasil SEM terhadap sampel Fe ₃ O ₄ dengan penambahan PEG	15
Gambar 2.6 Morfologi dan warna pigmen hematit komersil.....	15
Gambar 2.7 <i>Swelling</i> selulosa	17
Gambar 2.8 Interaksi logam dengan gugus fungsi pada polimer kayu.....	17
Gambar 2.9 Struktur dan Interaksi selulosa dengan Fe hematit	17
Gambar 2.10 Ilustrasi hukum Bragg.....	19
Gambar 2.11 Pola difraksi sinar-X senyawa hematit	20
Gambar 2.12 Standar pola difraksi sinar-X hematit	21
Gambar 2.13 SEM hasil kalsinasi pada suhu 750 °C selama 3 jam	22
Gambar 4.1 Serbuk limbah bubuk besi.....	34
Gambar 4.2 Proses desktruksi limbah besi	35
Gambar 4.3 Hasil uji kualitatif prekursor ferri	35
Gambar 4.4 Reaksi penambahan agen pengendap.....	37
Gambar 4.5 Sampel akhir hasil kalsinasi dan presipitasi.....	39
Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X senyawa ferrihidrit	40
Gambar 4.7 Pola difraksi sinar-X senyawa hematit dengan variasi waktu sonikasi	41
Gambar 4.8 Perbesaran pola difraksi sinar-X senyawa hematit	41
Gambar 4.9 Grafik hubungan waktu sonikasi dengan tingkat kecerahan.....	45
Gambar 4.10 Grafik hubungan a* dan b*	45
Gambar 4.11 Hubungan antara H° dan C*	46
Gambar 4.12 Hasil SEM perbesaran 1000x dan 3000x.....	47
Gambar 4.13 Histrogram pola distribusi diameter partikel hematit.....	48
Gambar 4.14 Penampakan warna dan permukaan kayu sebelum dan setelah perendaman.....	50
Gambar 4.15 Grafik rasio <i>swelling</i> kayu	50
Gambar 4.16 Grafik <i>antiswelling efficiency</i>	51

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Senyawa oksida besi	6
Tabel 2.2 Data kristalografi hematit	7
Tabel 2.3 Kandungan limbah bubuk besi	18
Tabel 4.1 Kandungan prekursor ferrinitrat	36
Tabel 4.2 Ukuran kristal sampe	42
Tabel 4.3 Hasil analisis XRD menggunakan rietica	43
Tabel 4.4 Hasil analisis diameter dan ukuran partikel	48
Tabel 4.5 Hasil EDX komponen hematit sonikasi 90 menit.....	49



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Hukum Bragg's.....	19
Persamaan 3.1 Nilai Kroma	32
Persamaan 3.2 Nilai Hue.....	32
Persamaan 3.3 Debey Scherrer	32
Persamaan 3.4 Rasio <i>swelling</i>	33
Persamaan 3.5 <i>Anti swelling efficiency</i> (ASE).....	33



DAFTAR REAKSI

Reaksi 4.1 Pembentukan prekursor ferrinitrat	35
Reaksi 4.2 Interaksi gas NO dengan oksigen bebas.....	35
Reaksi 4.3 Uji kualitatif prekursor	35
Reaksi 4.4 Proses ionisasi	37
Reaksi 4.5 Pembentukan endapan besi hidroksida	38
Reaksi 4.6 Pembentukan senyawa ferrihidrit.....	38
Reaksi 4.7 Pembentukan senyawa hematit	41



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan penelitian.....	66
Lampiran 2. Diagram alir.....	67
2.1 Preparasi sampel.....	67
2.2 Pembuatan prekursor ferri.....	67
2.3 Sintesis hematit (α -Fe ₂ O ₃) rute presipitasi-sonikasi.....	68
2.4 Uji daya <i>swelling</i>	69
Lampiran 3. Perhitungan preparasi bahan.....	70
3.1 Larutan HNO ₃ 7 M.....	70
3.2 Larutan HNO ₃ 0,1 M.....	70
3.3 Larutan NaOH 2 M sebanyak 100 mL.....	70
3.4 Perhitungan nilai Qc proses presipitasi.....	71
Lampiran 4. Karakterisasi XRF.....	72
Lampiran 5. Karakterisasi XRD.....	73
5.1 Sampel setelah presipitasi.....	73
5.2 Pigmen hematit 30 menit sonikasi.....	75
5.3 Pigmen hematit 60 menit sonikasi.....	77
5.4 Pigmen hematit 90 menit sonikasi.....	79
Lampiran 6. Penentuan parameter kisi dengan metode <i>Le Bail</i> program rietica.....	81
6.1 Sampel setelah presipitasi.....	81
6.2 Sampel kalsinasi 30 menit sonikasi.....	82
6.3 Sampel kalsinasi 60 menit sonikasi.....	83
6.4 Sampel kalsinasi 90 menit sonikasi.....	84
Lampiran 7. Perhitungan <i>crystallite size</i> hematit.....	85
Lampiran 8. Karakterisasi <i>color reader</i>	90
8.1 Perhitungan nilai C* dan H°.....	90
Lampiran 9. Karakterisasi SEM-EDX.....	91
9.1 Hasil SEM sampel sonikasi 30 menit perbesaran 5000x, 10000x, 30000x, dan 40000x.....	91
9.2 Hasil SEM sampel sonikasi 60 menit perbesaran 5000x, 10000x, 30000x, dan 40000x.....	91
9.3 Hasil SEM sampel sonikasi 90 menit perbesaran 5000x, 10000x, 30000x, dan 40000x.....	92
9.4 Hasil analisis menggunakan imageJ.....	93
9.5 Hasil SEM-EDX sampel sonikasi 90 menit perbesaran 10000x.....	94
Lampiran 10. <i>Swelling</i> pada balok kayu.....	95
10.1 Hasil pengukuran kayu.....	95
10.2 Contoh perhitungan rasio <i>swelling</i> kayu.....	95
10.3 Contoh perhitungan <i>anti swelling efficiency</i> (ASE) kayu.....	96
Lampiran 11. Dokumentasi penelitian.....	97
a. Preparasi sampel.....	97
b. Pembuatan prekursor ferri.....	97
c. Sintesis hematit.....	98
d. Aplikasi pigmen pada kayu (<i>swelling</i>).....	100

ABSTRAK

Rahmawati, D. Elok. 2019. **SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN VARIASI WAKTU SONIKASI MENGGUNAKAN METODE PRESIPITASI-SONIKASI.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Pembimbing II: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I, Konsultan: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc.

Kata Kunci: Limbah bubuk, hematit (α -Fe₂O₃), sonokimia, nanopartikel, PEG-6000, pigmen, daya *swelling*

Serbuk limbah besi yang dihasilkan industri bubuk besi berpotensi sebagai bahan baku dalam sintesis pigmen hematit, hal ini dikarenakan kadar besi yang dimiliki cukup tinggi. Pigmen hematit mempunyai banyak keunggulan salah satunya sifat *antiswelling* yang mampu mempertahankan dimensi kayu. Sintesis pigmen hematit dilakukan menggunakan metode presipitasi-sonikasi-kalsinasi.

Tahapan presipitasi menggunakan larutan ammonium hidroksida sebagai agen pengendap. Tahapan sonikasi dilakukan pada waktu yang berbeda menggunakan template PEG-6000. Tahapan akhir yaitu kalsinasi pada suhu 750 °C selama 3 jam. Penelitian dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu sonikasi terhadap ukuran kristal, warna pigmen, morfologi, dan komposisi pigmen hasil sintesis serta daya *swelling* terhadap kayu. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD), *color reader*, dan SEM-EDX.

Data hasil XRD dan *color reader* menunjukkan fasa ferrihidrit setelah proses presipitasi dan berubah menjadi hematit saat proses kalsinasi dengan peningkatan derajat kristalinitas. Sampel dengan sonikasi 90 menit memiliki derajat kristalinitas tertinggi. Hasil *color reader* menunjukkan warna keseluruhan sampel sesuai standar dengan tingkat kecerahan dan kemerahan yang semakin menurun dengan bertambahnya waktu. Hasil SEM menunjukkan morfologi tidak seragam dengan ukuran partikel yang semakin kecil seiring bertambahnya waktu sonikasi. Hasil EDX menunjukkan pigmen hematit masih mengandung pengotor berupa unsur karbon. Uji *swelling* menunjukkan stabilitas tertinggi terdapat pada kayu terpigmentasi hematit sebanyak 30 mg.

ABSTRACT

Rahmawati, D. Elok. 2019. **SYNTHESIS OF HEMATITE PIGMEN (α -Fe₂O₃) FROM IRON LATHE WASTE WITH VARIATION OF SONICATION TIME USING THE PRECIPITATION-SONICATION METHOD.** Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Supervisor II: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I, Consultant: Febi Yusniyanti, S.Si., M.Sc.

Key Words: Iron lathe waste, hematite (α -Fe₂O₃), sonochemistry, nanoparticles, PEG-6000, pigment, swelling power

Iron lathe waste powder produced by the iron lathe industry has the potential as a raw material in the synthesis of hematite pigments, this is because of the iron content is high enough. Hematite pigments have many advantages, one of them is anti-swelling properties that can maintain the dimensions of wood. Hematite pigment synthesis was carried out using the precipitation-sonication-calcination method.

Ammonium hydroxide solution was used in the precipitation stage as a precipitating agent. Stages of sonication were performed at different times using the PEG-6000 template. The final stage was calcination at 750 °C for 3 hours. The research was conducted to determine the effect of sonication time on crystal size, pigment color, morphology, and composition of pigmented synthesis and swelling power on wood.

Synthesized samples were characterized using X-ray diffraction (XRD), color reader, and SEM-EDX. Data from the XRD and color reader showed the ferrihydrite phase after the precipitation stages and after the calcination stages turn into the hematite phase and increase the crystallinity of the sample. Samples with 90 minutes sonication had the highest degree of crystallinity. The result of the color reader showed the overall color of the sample according to the standard with the brightness and redness level which decreases with increasing sonication time. The result of SEM showed non-uniform morphology with smaller particle sizes along increasing sonication time. EDX result showed that hematite pigments still contain impurities in the form of carbon elements. The swelling test showed hematite pigment can decrease swelling on wood and the highest stability of wood used hematite 30 mg.

الملخص

رحمواتي، د. إيلوك. ٢٠١٩. توليف بقايا الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) من مخلفات الحديد مع مجموعة متنوعة من زمن السونيك باستخدام طريقة إعداد الوريد بالموجات فوق الصوتية. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: رحمواتي نينجسيه، الماجستير، المشرف الثاني: مخلص فحر الدين، الماجستير المستشار: فبي يوسنيانتي، الماجستير

كلمات البحث: مخرطة النفايات، الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)، الكيمياء الدقيقة، الجسيمات النانوية، PEG-٦٠٠٠، الصباغ، قوة التورم.

يحتوي مسحوق نفايات الحديد الذي تنتجه صناعة مخرطة الحديد على مادة خام في تصنيع أصباغ الهيماتيت، وذلك لأن محتوى الحديد مرتفع بما فيه الكفاية. تحتوي أصباغ الهيماتيت على العديد من المزايا، واحدة منها هي خصائص مضادة للتهجين قادرة على الحفاظ على أبعاد الخشب.

تم إجراء توليف الصباغ الهيماتيت باستخدام طريقة التكليل-سونيكيشن. تستخدم مرحلة الهطول محلول هيدروكسيد الأمونيوم كعامل ترسيب. تم تنفيذ مراحل الصوتنة في أوقات مختلفة باستخدام قالب PEG-٦٠٠٠. المرحلة النهائية هي تكليل عند ٧٥٠ درجة مئوية لمدة ٣ ساعات. أجريت الدراسة لتحديد تأثير زمن الصوت على حجم البلورة ولون الصبغة والتشكل وتكوين التوليفات المصبغة وقوة التورم على الخشب. تميزت العينات المركبة باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD)، وقارئ الألوان، و SEM-EDX.

تظهر بيانات من XRD وقارئ الألوان مرحلة فريهيدريت بعد عملية الهطول وتتحول إلى الهيماتيت أثناء عملية التكليل مع زيادة درجة التبلور. وكانت العينات مع ٩٠ دقيقة صوتنة أعلى درجة من البلورة. تُظهر نتائج قارئ الألوان اللون الكلي للعينات وفقاً للمعايير مع مستوى السطوع والاحمرار الذي يتناقص مع زيادة الوقت. تظهر نتائج SEM أن التشكل غير منتظم مع زيادة حجم الجسيمات مع زيادة وقت الصوتنة. تظهر نتائج EDX أن أصباغ الهيماتيت لا تزال تحتوي على شوائب في شكل عناصر كربونية. أظهر اختبار التورم أعلى مستوى من الثبات الموجود في الخشب المصبغ بالهيماتيت بقدر ٣٠ ملغ.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri bubut besi menghasilkan limbah besi yang cukup besar berkisar 10-20 kg/bulan (Budi K, 2010). Menurut Khoiroh, dkk. (2013) limbah bubut besi masih mengandung unsur besi sebesar 97,11% yang dapat dimanfaatkan sehingga dapat meningkatkan nilai ekonomi serta mengurangi pencemaran lingkungan yang ditimbulkan. Pemanfaatan unsur besi telah dijabarkan dalam Al-Qur'an surat As Saba ayat 10-11 :

وَلَقَدْ آتَيْنَا دَاوُدَ مِنَّا فَضْلًا يَا جِبَالُ أَوِّبِي مَعَهُ وَالطَّيْرَ وَأَلْنَا لَهُ الْحَدِيدَ ﴿١٠﴾ أَنْ أَعْمَلَ سَابِغَاتٍ
وَقَدِّرَ فِي السَّرْدِ وَاعْمَلُوا صَالِحًا إِنِّي بِمَا تَعْمَلُونَ بَصِيرٌ ﴿١١﴾

Artinya :

Dan sesungguhnya telah Kami berikan kepada Daud karunia Kami. Kami berfirman: "Hai gunung-gunung dan burung-burung, bertasbihlah berulang-ulang bersama Daud, dan Kami telah melunakkan besi untuknya. Buatlah baju besi yang besar-besar dan ukurlah anyamannya dan kerjakan amal yang saleh. Sungguh, Aku Maha Melihat apa yang kamu kerjakan."

Kalimat tersebut menjelaskan kemampuan besi untuk diolah, salah satu cara pengolahan unsur besi yaitu sebagai besi oksida yang dapat digunakan sebagai pigmen hematit (Khoiroh, dkk., 2013; Legodi, M A, dan de Wall, 2007; Quddus, dkk., 2018). Pigmen besi oksida hematit (Fe_2O_3) memiliki warna merah dengan beberapa keunggulan seperti ramah lingkungan (*nontoxicity*), stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya tutup (*hidding*), daya tahan (*swelling*) yang baik (Septityana, dkk., 2013), biaya rendah, dan tahan terhadap korosi (Tadić, dkk., 2011). Selain itu, besi oksida hematit memiliki aplikasi yang cukup luas dalam berbagai bidang industri mulai industri keramik, industri plastik,

industri cat hingga pengerajin batik (Sobirin, dkk., 2015). Hal tersebut menjadikan perkembangan metode sintesis pigmen hematit dari limbah terus berkembang guna memperoleh hasil pigmen terbaik.

Penelitian ini akan mensintesis pigmen besi oksida hematit berbahan dasar limbah industri bubut besi dengan menggunakan metode presipitasi-kalsinasi (Chabib, 2017). Metode presipitasi-kalsinasi memiliki prosedur yang sederhana, mudah (Martimez, dkk., 2009; Chabib, 2017), murah, hasil berlimpah dengan suhu yang relatif rendah dan ekstraksi yang sempurna (Fatmaliana, Rahwanto, dan Jalil, 2016). Menurut Abdulkadir dan Aliyu (2013) metode ini mempunyai kekurangan yaitu hasil yang diperoleh mempunyai distribusi ukuran yang beragam serta bentuk yang kurang terkontrol. Oleh sebab itu, untuk meningkatkan hasil yang diperoleh dalam penelitian ini, dilakukan penggabungan metode lain yaitu sonokimia.

Metode sonokimia merupakan metode yang menggunakan gelombang ultrasonik untuk memperoleh hasil dengan ukuran nano dan seragam (Khalil, dkk., 2014). Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi struktur, ukuran, dan distribusi partikel hematit pada metode sonikasi yaitu waktu sonikasi. Delmifiana dan Astuti (2013) mensintesis nanopartikel magnetik menggunakan waktu sonikasi yang berbeda yaitu 0 ; 3 ; dan 4 jam memperoleh ukuran kristal beragam yang berturut-turut sebesar 58,7 nm ; 41,6 nm ; dan 55,9 nm. Berdasarkan hasil analisa XRD, sonikasi selama 4 jam menghasilkan fasa lain berupa hematit yang merupakan hasil oksidasi dari fasa magnetik. Selain itu, dari hasil analisa SEM sonikasi dapat mengurangi terjadinya penggumpalan (*agglomeration*) yang terlihat dari adanya rongga pemisah antar partikel.

Perbedaan waktu sonikasi juga memberikan perbedaan tingkat warna pigmen yang dihasilkan. Katsuki (2003) melakukan sonikasi pada hasil sintesis serbuk hematit dengan waktu yang berbeda yaitu 5 dan 60 menit. Sonikasi selama 5 menit menghasilkan warna pigmen dengan nilai $L^* = 27,4$, $a^* = 26,4$, dan $b^* = 13,2$ dengan ukuran partikel 155 nm. Sonikasi selama 60 menit menghasilkan warna yang lebih cerah dengan nilai $L^* = 30,5$, $a^* = 28,5$, dan $b^* = 15,9$ dengan ukuran partikel yang lebih kecil yaitu 53 nm.

Berdasarkan hal tersebut peneliti melakukan sintesis pigmen nanopartikel hematit dari limbah besi menggunakan rute presipitasi-sonikasi-kalsinasi dengan variasi waktu sonikasi untuk memperoleh pigmen yang terbaik. Pengaruh waktu sonikasi pada sampel akan dianalisa menggunakan *colour reader*, dan difraksi sinar-X (XRD). Hasil sintesis terbaik akan dilakukan karakterisasi menggunakan SEM-EDX dan pengujian daya *swelling* pigmen dalam kayu.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan permasalahan diatas, maka rumusan permasalahan pada penelitian sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh lama sonikasi terhadap ukuran kristal hasil sintesis dari limbah besi bubuk?
2. Bagaimana pengaruh lama sonikasi terhadap warna pigmen hematit hasil sintesis?
3. Bagaimana morfologi dan komposisi senyawa hasil sintesis terbaik dari limbah besi bubuk menggunakan metode presipitasi-sonikasi-kalsinasi?
4. Bagaimana pengaruh perbedaan jumlah pigmen hematit hasil sintesis terbaik terhadap daya *swelling* kayu?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan penelitian yang ada diperoleh tujuan penelitian sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh lama sonikasi terhadap ukuran kristal hasil sintesis dari limbah besi bubuk menggunakan metode sonikasi-kalsinasi.
2. Mengetahui pengaruh lama sonikasi terhadap warna pigmen hematit hasil sintesis.
3. Mengetahui morfologi dan komposisi senyawa hasil sintesis terbaik dari limbah besi bubuk menggunakan instrument XRD dan SEM-EDX.
5. Mengetahui pengaruh perbedaan jumlah pigmen hematit hasil sintesis terbaik terhadap daya *swelling* kayu?

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Limbah bubuk besi yang digunakan berbentuk serbuk yang berasal dari bengkel bubuk besi di daerah Malang.
2. Pigmen hasil sintesis terbaik berdasarkan struktur dan warna yang mendekati standar.
3. Kalsinasi dilakukan pada suhu 750 °C selama 3 jam.

1.5 Manfaat penelitian

Manfaat penelitian sebagai berikut :

1. Dapat mengurangi pencemaran lingkungan dan meningkatkan harga jual limbah bubuk besi dengan cara mengolahnya menjadi pigmen.

2. Bagi masyarakat, dapat memberikan informasi tentang cara pengolahan limbah bubuk besi dan kegunaan pigmen hematit sebagai *antismelling*.
3. Bagi mahasiswa, dapat mengetahui karakter hasil sintesis pigmen nanopartikel hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) akibat perbedaan lama sonikasi menggunakan metode presipitasi-sonikasi.
4. Bagi masyarakat, dapat memberikan informasi cara pengolahan limbah bubuk besi dan daya *swelling* kayu terpigmentasi hematit.
5. Bagi mahasiswa, dapat mengetahui karakter hasil sintesis pigmen nanopartikel hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) akibat perbedaan lama sonikasi menggunakan metode presipitasi-sonikasi..



BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Oksida Besi Hematit

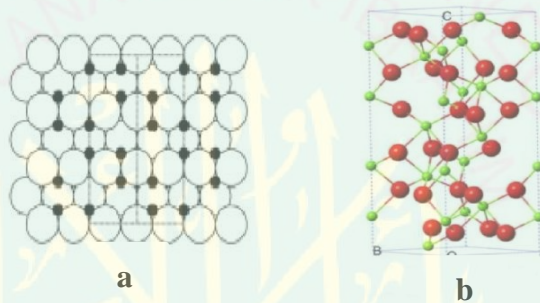
Oksida besi merupakan senyawa yang tersusun dari Fe dan O/OH dalam bentuk oksida dan oksihidroksida. Oksida besi memiliki aplikasi yang cukup luas seperti pigmen, katalis, diagnosis atau terapi (Frankel, 2016), bahan pembuatan magnet (Wang, dkk., 2008), adsorben, sensor gas sensor gas (Mohapatra dan Anand, 2010), dan lain sebagainya. Menurut Frankel (2016), terdapat 16 senyawa oksida besi yang telah ditemukan di alam yang dirangkum dalam Tabel 2.1 berikut :

Tabel 2.1 Senyawa oksida besi

Oksihidroksida	Lambang	Warna	Oksida	Lambang	Warna
Goethit	α -FeOOH	Kuning-Oranye	Hematit	α -Fe ₂ O ₃	Merah
Lepidocrit	γ -FeOOH	Oranye	Magnetit	Fe ₃ O ₄	Hitam
Akagenit	β -FeOOH	Kuning-Coklat	Maghemit	γ -Fe ₂ O ₃	Kemerahan-Coklat
Schwertmanit	Fe ₁₆ O ₁₆ (OH) _y (SO ₄) _z .nH ₂ O	Oranye-Coklat	β -Fe ₂ O ₃	-	-
δ -FeOOH	-	-	ϵ -Fe ₂ O ₃	-	-
Feroxyhyt	δ' -FeOOH	Merah-Coklat	Wustit	FeO	Hitam
FeOOH tekanan tinggi	-	-	-	-	-
Ferrihydrit	Fe ₅ HO ₈ .4H ₂ O	Merah-Coklat	-	-	-
Bernalit	Fe(OH) ₃	-	-	-	-
Fe(OH) ₂	-	-	-	-	-
Green Rusts	Fe ^{III} _x Fe ^{II} _y (OH) _{3x+2y} .zA ⁻ =Cl ⁻ ;1/2 SO ₄ ²⁻	-	-	-	-

Sumber : (Frankel, 2016)

Salah satu jenis senyawa oksida besi yaitu hematit yang memiliki warna merah dengan kestabilan paling tinggi dibandingkan oksida besi jenis lain (Vujtek, dkk., 2003). Oksida besi hematit memiliki sifat semikonduktor tipe n dan celah pita sebesar 2,0-2,2 eV. Menurut Morales-morales (2017) nilai cela pita (band gap) tersebut memberikan sifat-sifat lain seperti kemampuan dalam menyerap sebagian besar spektrum matahari, stabilitas kimia dalam lingkungan berair, dan tidak beracun. Berikut merupakan struktur kristal serta data kristalografi hematit (Cornell dan Schwertmann, 2003; Wu, dkk., 2015):



Gambar 2.1 Struktur dari hematit a) *hexagonal close packing* (hcp) dari oksigen dengan distribusi kation di cela struktur oktahedral dan b) Susunan model bola dan batang dalam sel satuan

Tabel 2.2 Data kristalografi hematit

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rombohedral Heksagonal
Tipe struktur	Korondum
Kelompok ruang	$R\bar{3}C$
Parameter kisi (nm)	$a_{Rh}=0.5427$, $\alpha=55.3^\circ$ (rombohedral) $a = 0.5034$, $c = 1.3752$ (heksagonal)
Z	6
Density (g/cm^3)	5.26
Kekerasan	6.5
Rasio $a:c$	1:2.734
Warna	Merah
Volume unit sel (nm)	30.272
Titik leleh ($^\circ C$)	1350
Kemagnetan	Feromagnetik lemah atau antiferomagnetik

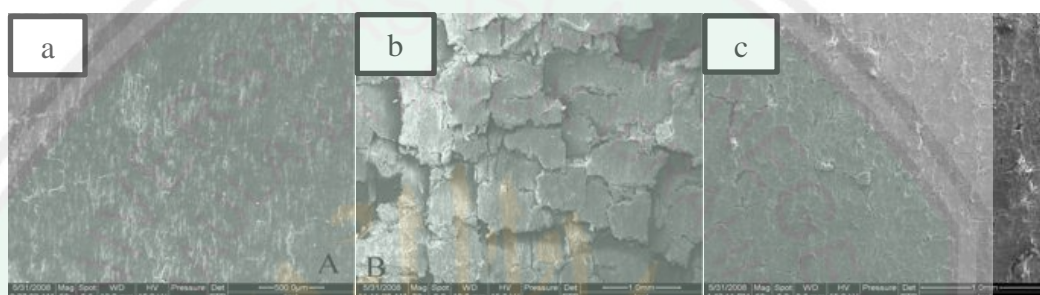
Sumber : (Cornell dan Schwertmann, 2003)

2.2 Potensi Oksida Besi Hematit sebagai Pigmen

Pigmen menjadi komponen dasar dalam pembuatan cat yang berfungsi sebagai daya hiding (tutup). Penggunaan cat mengalami peningkatan sebanding dengan tumbuhnya industri-industri penyerap pigmen seperti industri cat, keramik, gelas, tekstil, plastik, dan *coating* (Septityana, dkk., 2013). Menurut Rahman, dkk. (2013) bahan baku cat salah satunya pigmen hingga saat ini masih impor dari beberapa negara seperti Jerman, India, Cina, dan lainnya. Total pigmen di impor dari tahun 2007 sampai 2011 berturut-turut 7.586.840, 12.245.576, 8.288.717, 12.681.961, 14.854.952 US\$ dan dipastikan akan terus meningkat setiap tahunnya. Salah satu pigmen yang cukup besar produksinya yaitu pigmen oksida besi hematit sebesar 40.700 ton pada tahun 2009 dan 62.900 ton pada tahun 2010 dan dipastikan akan terus mengalami peningkatan seiring kebutuhan masyarakat (Tanner, 2009).

Pigmen hematit termasuk pigmen anorganik yang mempunyai daya tahan lebih baik dibandingkan pigmen organik terhadap pelapukan oleh sinar UV (Tian, dkk., 2017). Selain daya tahan yang lebih baik pigmen hematit memiliki beberapa keunggulan lainnya seperti lebih ramah lingkungan karena sifatnya *nontoxic*, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan daya tahan baik (Septityana, dkk., 2013), serta tahan terhadap suhu tinggi (Vujtek, dkk., 2003). Wang, dkk. (2011) melakukan uji daya *swelling* selama 2000 jam pada kayu, hasil yang diperoleh kayu yang dilapisi dengan pigmen hematit mampu mempertahankan permukaan kayu tetap halus, mengalami pemudaran yang lebih lambat, serta tahan terhadap pelapukan akibat sinar UV dan air dibandingkan tanpa penambahan pigmen.

Penggunaan pigmen besi oksida dalam sampel *wood product* memberikan morfologi permukaan yang halus ketika diamati menggunakan SEM. Sampel yang tidak dilapisi pigmen besi oksida mengalami retakan yang cukup signifikan dan mengalami pengelupasan dari permukaannya akibat dari radiasi UV dan embunisasi yang dipercepat selama 2000 jam. Berikut merupakan hasil pengamatan SEM (Zhang, dkk., 2010) :



Gambar 2.2 a) Kayu, b) Kayu tidak terpigmentasi hematit setelah dilakukan uji radiasi 2000 jam, c) Kayu terpigmentasi hematit setelah dilakukan uji radiasi 2000 jam

2.3 Sintesis Pigmen Oksida Besi Hematit

Sintesis pigmen hematit nanopartikel dari limbah besi telah dilakukan dengan beberapa metode yang ada. Beberapa hal sangat mempengaruhi keberhasilan sintesis nanopartikel hematit seperti jenis prekursor, jenis agen pengendap, pH, metode yang digunakan, waktu sonikasi maupun kalsinasi. Faktor tersebut akan mempengaruhi kristalinitas, ukuran, bentuk, distribusi partikel (Pramanik dkk., 2005) dan bahkan warna dari pigmen yang dihasilkan (Katsuki, 2003).

Jenis prekursor mempengaruhi keberhasilan sintesis hematit yang dilakukan. Penelitian yang dilakukan Sobirin, dkk. (2015) mensintesis limbah baja dengan menggunakan asam sulfat yang ditambahkan H_2O_2 menghasilkan fase

ferrous Fe^{2+} dan *Ferric* Fe^{3+} dalam larutan prekursor. Penelitian Sunardi, dkk. (2015) mensintesis ion ferri dari scrap besi bengkel bubut dengan asam klorida menghasilkan kadar yang masih rendah dan terdapat fasa lain. Fasa yang dihasilkan tersebut memberikan produk akhir berupa seyawa campuran sehingga menurunkan derajat kemurnian senyawa hasil sintesis. Berbeda dengan larutan asam nitrat, dalam penelitian Chabib (2017) pembentukan prekursor menggunakan larutan asam nitrat mampu menghasilkan ion ferri secara sempurna. Analisa jenis prekursor yang didapatkan menggunakan larutan NaOH. Prekursor *ferrous* akan bereaksi dengan NaOH menghasilkan $Fe(OH)_2$ yang ditandai dengan perubahan warna menjadi hijau. Prekursor *ferric* ditandai dengan reaksi yang menghasilkan endapan coklat kemerahan (Vogel, 1990).

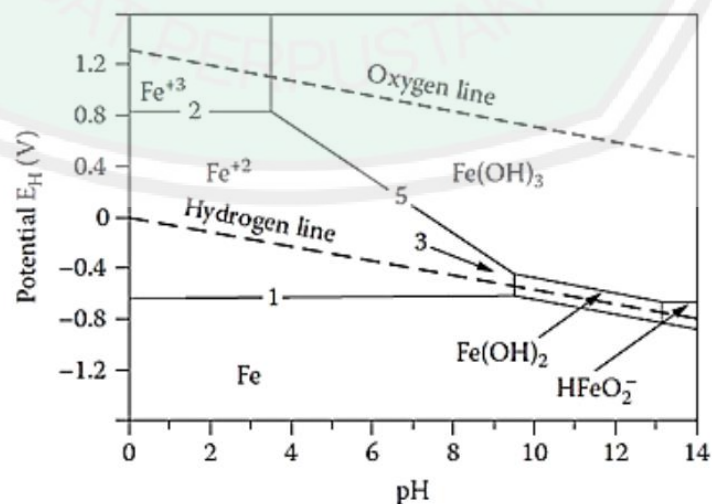
2.3.1 Presipitasi - Kalsinasi

Presipitasi merupakan metode pemisahan yang cepat, sederhana, mudah, dan murah yang didasarkan pada perbedaan besar harga hasil kali kelarutan (K_{sp}) yang disebut dengan reaksi pengendapan (Suryanti, dkk., 2008 : Chabib, 2017). Suatu zat akan mengendap apabila nilai hasil kali konsentrasi (K_{sp}) ion-ionnya melebihi harga K_{sp} senyawa tersebut. Senyawa $Fe(OH)_3$ memiliki nilai K_{sp} sebesar $1,1 \times 10^{-36}$ sedangkan senyawa $Fe(OH)_2$ sebesar $1,6 \times 10^{-14}$. Semakin kecil nilai K_{sp} maka semakin mudah senyawa tersebut mengendap (Chang, 2003). Proses pengendapan menyebabkan perubahan zat yang dipisahkan menjadi fasa baru berupa endapan (padatan) (Wasito dan Biyantoro, 2009).

Menurut Khalil, dkk. (2017) agen pengendap NaOH, NH_4OH , dan butylamin memberikan hasil yang berbeda. Berdasarkan hasil penelitian agen pengendap yang bersifat basa kuat seperti NaOH dan butylamenin cenderung

menghasilkan produk campuran goetit dan magnetit. Berbeda dengan agen pengendap basa lemah seperti NH_4OH menghasilkan fasa akhir berupa hematit keseluruhan dan distribusi partikel dengan ukuran partikel lebih kecil dibandingkan agen pengendap lain (Khalil, dkk., 2017). Penelitian yang dilakukan akan menggunakan agen pengendap NH_4OH 25% pada pH 6. Menurut Cornell dan Schwertmann (2003) endapan pada pH 6 dimungkinkan akan membentuk senyawa ferrihidrit atau goethit.

Andujar, dkk. (2012) mensintesis besi oksida dengan variasi pH 6, 7, 8, 9, dan 10. Hasil penelitian menunjukkan perbedaan fasa, ukuran, dan morfologi yang diperoleh. Sintesis pada pH 6 memberikan morfologi acicular yang homogen dengan fasa goethit murni. Khoiroh, dkk. (2013) mensintesis hematit menggunakan pH yang berbeda yaitu 6, 7, 8, dan 9. Hasil sintesis pada pH 6 memberikan senyawa hematit dengan distribusi partikel lebih seragam serta memberikan nilai warna yang sesuai dengan standar. Pengaruh pH terhadap sintesis oksida besi didasarkan pada diagram kesetimbangan potensial pH berikut (Verink, dkk., 2011):



Gambar 2.3 Diagram Pourboix pada suhu 25 °C

Endapan yang dihasilkan kemudian dilakukan pengeringan dengan metode kalsinasi. Legodi (2008) menjelaskan sintesis hematit berbahan dasar *mill scale* pada proses kalsinasi dengan perbedaan waktu dan suhu memberikan hasil warna yang berbeda. Suhu 650 °C selama 3 jam menghasilkan warna oranye kecoklatan, pada suhu 700 °C selama 5 jam menghasilkan warna merah kecoklatan, pada suhu 750 °C selama 3 jam menghasilkan warna merah cerah, pada suhu 800 °C selama 5 jam menghasilkan warna maroon/ ungu, sedangkan pada suhu 900 °C selama 5 jam menghasilkan warna abu-abu.

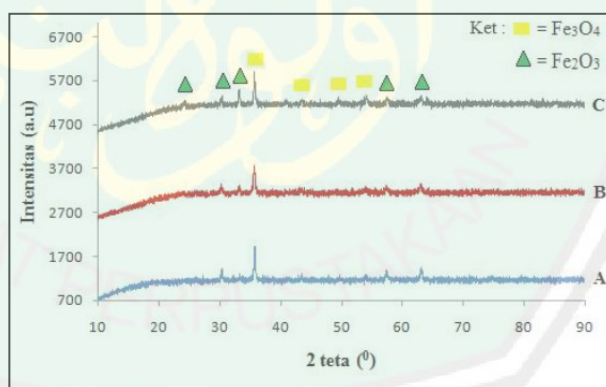
Berdasarkan warna yang dihasilkan kalsinasi pada suhu 750 °C selama 3 jam memberikan hasil yang terbaik. Menurut Legodi (2008) kalsinasi pada suhu 750 °C selama 3 jam memberikan nilai luas permukaan sebanding dengan produk komersil, sehingga pigmen yang dihasilkan memberikan kekuatan warna yang tinggi, baik dalam menyerap minyak, dan mempunyai daya tutup (*hiding*). Selain itu, proses kalsinasi pada suhu dan waktu tersebut memberikan derajat kriticalitas yang tinggi (Chabib, 2017).

2.3.2 Pengaruh Sonikasi

Delmifiana dan Astuti (2013) mensintesis nanopartikel besi oksida melalui metode sonikasi dengan penambahan PEG 4000 menggunakan variasi waktu sonikasi yang berbeda yaitu 0 (tanpa sonikasi), 3, dan 4 jam. Berdasarkan difraksi XRD pada Gambar 2.4 menunjukkan puncak sampel mengalami pergeseran dari standar. Pergeseran tersebut mempengaruhi ukuran kristal yang dihasilkan. Sampel tanpa sonikasi yang menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar dibandingkan dengan adanya sonikasi yaitu 58,7 nm. Sonikasi 3 jam menghasilkan ukuran kristal 41,6 nm dan 4 jam memberikan ukuran kristal

sebesar 55,9 nm. Ukuran kristal dan partikel berkisar 0-100 nm merupakan ukuran nano. Nanopartikel saat ini menjadi material yang sangat menarik untuk dipelajari sebab memiliki sifat yang lebih baik dibandingkan dengan material ruah (*bulk*). Pigmen hematit berukuran nano memiliki sifat yang mampu menyerap sebagian spektrum matahari, stabilitas kimia dalam lingkungan berair, dan tidak beracun (Morales-morales, 2017). Sifat-sifat tersebutlah menyebabkan pigmen hematit ini mampu mencegah terjadinya pembengkakan (*swelling*) pada kayu. Ukuran-ukuran yang dimiliki suatu material sangat mempengaruhi sifat yang dihasilkan.

Perbedaan waktu sonikasi juga mempengaruhi fase yang dihasilkan yang terlihat dari puncak dari hasil difraksi sinar-X. Semakin lama sonikasi maka fasa hematit yang dihasilkan semakin meningkat yang terlihat dari lama sonikasi selama 4 jam.



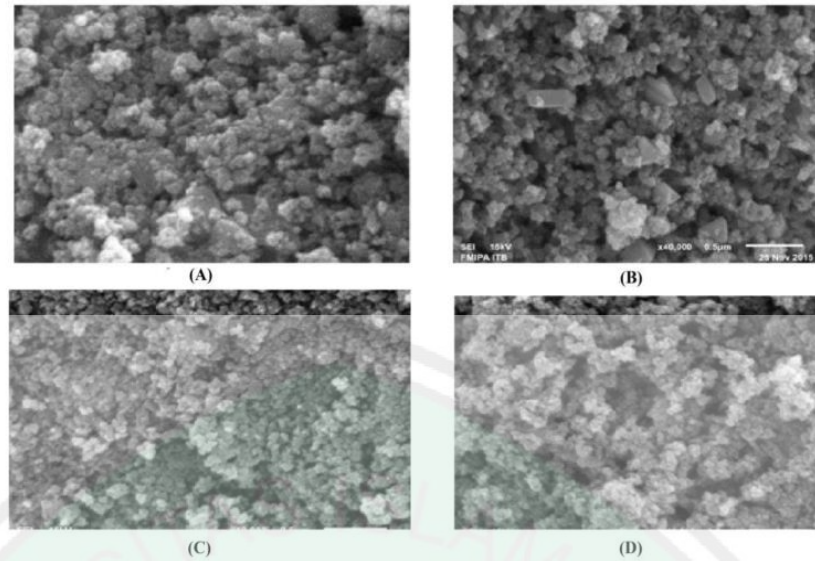
Gambar 2.4 Pola hasil difraksi XRD, A) Tanpa sonikasi, B) Sonikasi selama 3 jam, dan C) Sonikasi selama 4 jam

Senyawa *polyethylene glycol* (PEG) yang ditambahkan pada proses sonikasi dalam sintesis oksida besi berfungsi untuk menurunkan tingkat reuni atau *agglomeration* terhadap partikel yang dihasilkan akibat dari proses sonikasi. PEG juga dapat digunakan sebagai pengontrol ukuran serta pori yang bertindak

sebagai *template* dan pembungkus partikel besi sehingga tidak membentuk agregat. Senyawa PEG akan terjebak dipermukaan partikel dan menutupi ion positif besi sehingga akan menghasilkan partikel dengan bentuk bulatan yang seragam (Perdana, 2010). PEG mempunyai ujung rantai yang berbeda sifat dimana satunya bersifat hidrofilik (kelompok suka air) dan sisi lain bersifat hidrofobik (tidak suka air). Ujung rantai yang bersifat hidrofilik akan mudah menempel pada permukaan koloid oksida besi dan hidrofobik bebas sehingga dapat digunakan dalam sintesis oksida besi (Nuzully, dkk., 2013).

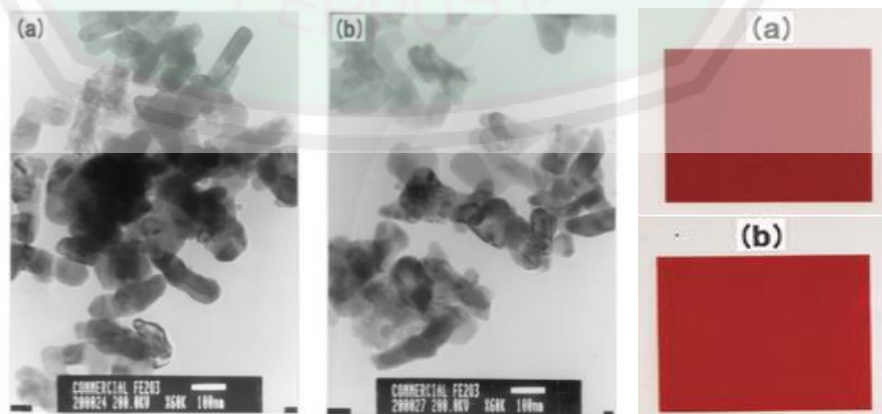
Sifat-sifat yang dihasilkan oleh adanya PEG bergantung pada berat molekul dari PEG. Penelitian yang dilakukan oleh Nursa, dkk., (2016) mensintesis nanopartikel besi oksida magnetik (Fe_3O_4) dengan berbagai jenis PEG yaitu PEG 1000, PEG 2000, PEG 4000, dan PEG 6000 dengan perbandingan (1:1). Perbedaan jenis PEG mempengaruhi ukuran kristal yang dihasilkan yang berturut-turut yaitu 19,32 nm; 19,37 nm; 21,35 nm; dan 18,29 nm. Selain itu, ukuran partikel yang dihasilkan yaitu 85 nm; 67,75 nm; 86,5 nm; dan 60,75 nm. Perbedaan tersebut juga mempengaruhi morfologi partikel yang ditampilkan pada Gambar 2.5.

Berdasarkan hasil SEM, penambahan PEG 6000 menjadi titik optimum untuk jenis PEG yang ditambahkan dalam sintesis. Hasil yang diperoleh dengan penambahan PEG 6000 memberikan pengaruh yang besar terhadap ukuran kristal dan partikel yang dihasilkan. Berdasarkan hasil SEM dengan penambahan PEG 6000 pada sintesis nanopartikel Fe_3O_4 menghasilkan morfologi *spherical* (bulat) tanpa ada pengotor dan membentuk campuran yang homogen (Nursa, dkk., 2016).



Gambar 2.5 Hasil SEM terhadap sampel Fe_3O_4 dengan penambahan
A) PEG 1000 B) PEG 2000 C) PEG 4000 D) PEG 6000

Katsuki (2003) melakukan penelitian terhadap perbedaan waktu sonikasi yaitu 5 dan 60 menit pada pigmen hematit komersial. Hasil yang diperoleh pigmen hematit memiliki morfologi serta warna yang berbeda ditampilkan pada Gambar 2.6. Warna yang dihasilkan dari sonikasi selama 5 menit tersebut memiliki nilai $L^* = 27,4$, $a^* = 26,4$, dan $b^* = 13,2$. Berbeda dengan sonikasi selama 60 menit menghasilkan warna yang lebih cerah dengan nilai $L^* = 30,5$, $a^* = 28,5$, dan $b^* = 15,9$.

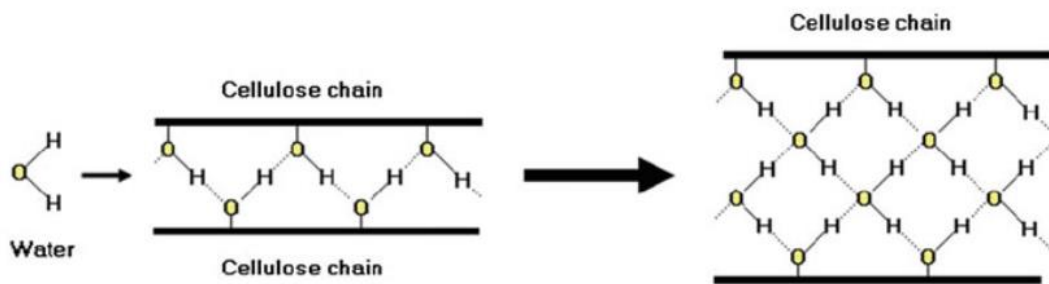


Gambar 2.6 Morfologi dan warna pigmen hematit komersial dengan (a) Sonikasi selama 5 menit, (b) Sonikasi selama 60 menit

2.4 Daya Swelling Kayu

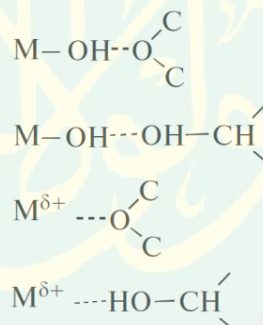
Kayu menjadi material yang memiliki aplikasi cukup luas dalam kehidupan sehari-hari baik *interior* maupun *exterior* karena memiliki tampilan yang menarik, murah, dan dapat diperbarui sehingga dapat digunakan dalam jangka waktu yang panjang (Auclair, dkk., 2011). Stabilitas pemakaian kayu tersebut dipengaruhi oleh kandungan senyawa yang dimiliki. Pasaribu, dkk. (2015) menyebutkan beberapa kandungan senyawa yang dimiliki kayu dan kandungan terbesar merupakan senyawa selulosa berkisar 40-45 %. Selulosa merupakan penyusun terbesar dari dinding sel tanaman dan ditemukan dalam bentuk senyawa yang berikatan dengan lignin dan hemiselulosa membentuk lignoselulosa sehingga memberikan pengaruh terhadap sifat kimia yang dimiliki kayu (Lynd, dkk., 2002)

Menurut Shankaran (2018) selulosa mempunyai struktur yang dominan yaitu kristalin dan sedikit struktur amorf. Struktur kristalin mempunyai kecenderungan membentuk ikatan hidrogen intra dan intermolekuler dengan kelompok hidroksil yang mempengaruhi kekuatan dan kristalinitas selulosa (Karimi, dkk., 2012). Struktur amorf yang dimiliki selulosa mempunyai sifat yang mudah menyerap air dan mudah mengalami hidrolisis yang menyebabkan mudahnya mengalami pembengkakan (*swelling*). Pembengkakan (*swelling*) pada kayu terjadi akibat adanya adsorpsi air oleh selulosa yang membentuk ikatan hidrogen antara gugus OH air dengan gugus OH bebas pada selulosa. Hal tersebut menyebabkan berkurangnya umur pemakaian kayu, pembengkakan (*swelling*) digambarkan sebagai berikut (Karimi, dkk., 2012):

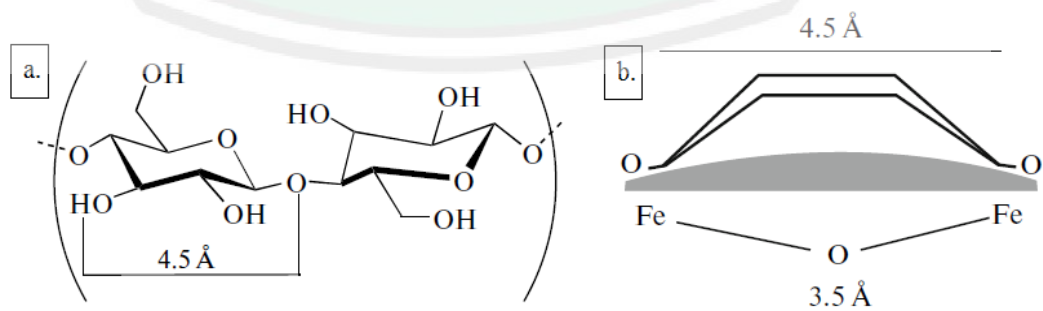


Gambar 2.7 Swelling selulosa

Salah satu cara pencegahan pembengkakan (*swelling*) kayu yaitu dengan melapisi kayu menggunakan pigmen hematit. Hematit mampu membentuk *cross link* antara polimer selulosa dengan Fe pada hematit. Penambahan hematit menyebabkan struktur kayu menjadi kaku dan atom O mengalami penurunan kereaktifan dalam berinteraksi dengan air. Interaksi tersebut diperlihatkan pada Gambar 2.8 dan Gambar 2.9 berikut (Bulychev, 2010):



Gambar 2.8 Interaksi logam dengan gugus fungsi pada polimer kayu



Gambar 2.9 a) Struktur selulosa, b) Interaksi selulosa dengan Fe hematit

2.5 X-ray Fluorescence Spectroscopy (XRF)

Analisa menggunakan XRF digunakan untuk mengetahui unsur-unsur logam yang ada di sampel yang diuji (Legodi, 2008). Hasil XRF diperoleh dari adanya proses emisi sinar-X pada sampel sehingga memberikan efek fotolistrik. Sampel yang diradiasi oleh sinar-X akan menyebabkan eksitasi elektron ke tingkat energi yang lebih rendah dengan memancarkan sinar-X karakteristik. Sinar-X karakteristik ini dibaca oleh detektor yang digunakan untuk menganalisa unsur-unsur logam yang ada pada sampel sesuai dengan karakteristik dari unsur (Jamaludin dan Adiantoro, 2012).

Penelitian Khoiroh, dkk. (2013) menganalisis kandungan unsur yang dimiliki limbah bubuk besi menggunakan XRF diperoleh data yang dirangkum dalam Tabel 2.3 berikut :

Tabel 2.3 Kandungan limbah bubuk besi

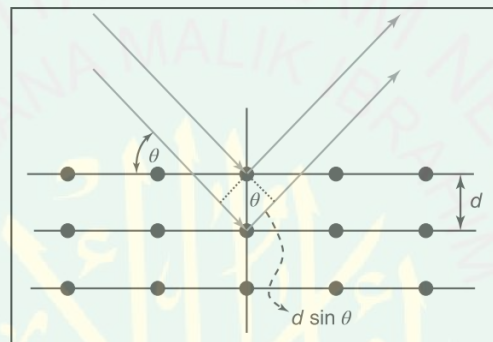
Unsur		Kadar (%)
Besi	(Fe)	97, 11
Europium	(Eu)	0,67
Rubidium	(Rb)	0,65
Mangan	(Mn)	0,54
Kalsium	(Ca)	0,30
Kromium	(Cr)	0,26
Fosfor	(P)	0,2
Renium	(Re)	0,2
Tembaga	(Cu)	0,13
Skandium	(Sc)	0,053
Nikel	(Ni)	0,037
Lantanum	(La)	0,3
Iterbium	(Yb)	0,3
Seng	(Zn)	0,3

Sumber : (Khoiroh, 2013)

2.6 X-ray Diffractometry (XRD)

Difraksi sinar-X (XRD) dapat digunakan sebagai analisa secara kualitatif dan kuantitatif dari sampel padat ataupun serbuk. Analisa menggunakan XRD

didasarkan pada peristiwa difraksi sinar-X pada sampel untuk mengetahui struktur yang dimiliki berdasarkan tingkat atom (Legodi, 2008). Sinar-X bertindak sebagai radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi tinggi antara 200 eV- 1 MeV dengan panjang gelombang antara 0,5-2,5 Å (Anggraini dan Ramli, 2017). Sinar-X akan dipantulkan ke bidang kristal yang saling berdekatan sehingga menghasilkan hamburan dengan sudut pantul tertentu yang diilustrasikan pada Gambar 2.10 berikut:



2.10 Ilustrasi hukum Bragg (Frankel, 2016)

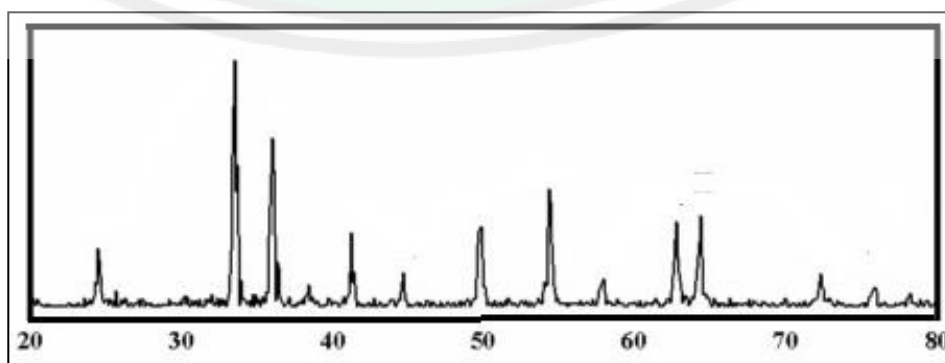
Proses hamburan oleh sinar-X digambarkan dengan hukum Bragg's berikut (Frankel, 2016):

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.1)$$

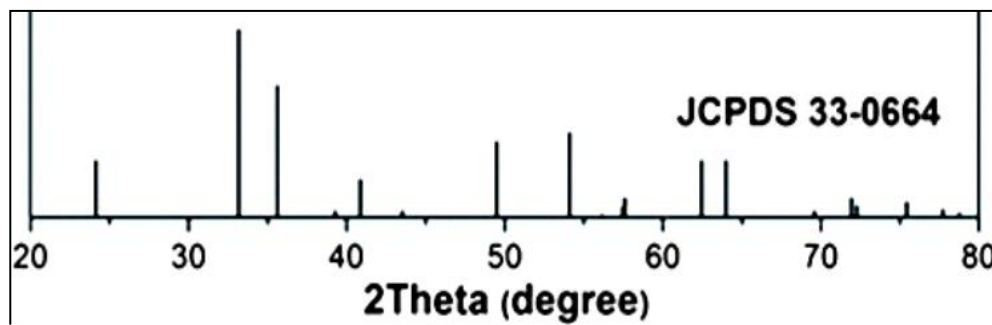
Dimana n merupakan bilangan bulat, λ merupakan panjang gelombang dari radiasi, θ merupakan sudut antara sinar datang dan sinar pantul, dan d adalah jarak antar bidang. Hasil analisa XRD berupa pola garis ataupun puncak yang berbeda-beda yang menunjukkan intensitas dan posisi. Hasil difraksi yang diperoleh dibandingkan dengan database senyawa murni. Perbedaan intensitas yang diperoleh bergantung pada metode hingga alat yang digunakan (West, 2014).

Analisa bentuk puncak dapat digunakan untuk mengindikasikan derajat kristalin yang dimiliki, semakin tinggi kristalinitas senyawa maka puncak yang dihasilkan semakin sempit (Legodi, 2008). Setiap senyawa kristalin mempunyai karakteristik pola difraksi yang berbeda-beda sehingga dapat digunakan sebagai acuan identifikasi fasa yang dihasilkan. Selain itu, dari karakteristik pola difraksi yang dihasilkan dapat diketahui senyawa lain yang menjadi pengotor dalam sintesis (West, 2014). Analisa kuantitatif ukuran kristal diperoleh melalui perhitungan menggunakan hukum Debye-Scherrer (Khalil, dkk., 2017).

Hasil analisa XRD pada struktur hematit menggunakan agen pengendap NH_4OH dengan sonikasi selama 45 menit ditampilkan pada Gambar 2.11 (Khalil, dkk., 2017). Struktur kristal hematit diidentifikasi melalui puncak-puncak yang sesuai dengan standar pada Gambar 2.12. Berdasarkan *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) no. 33-0664 hematit mempunyai puncak-puncak difraksi yang khas pada 2θ ($^\circ$) yaitu 24,180; 33,159; 35,660; 40,861; 43,464; 49,440; 54,020; 57,500; 62,382; 63,981. Adapun nilai hkl yang dimiliki berturut-turut adalah (012), (104), (110), (113), (202), (024), (116), (122), (214), dan (300) dengan intensitas puncak difraksi tertinggi berada pada sudut 2θ ($^\circ$): 33,159 dengan nilai hkl (104) (Buck, dkk., 2003).



Gambar 2.11 Pola difraksi sinar-X senyawa hematit



Gambar 2.12 Standar pola difraksi sinar-X hematit

2.7 Color Reader

Color reader dapat digunakan sebagai alat ukur tingkat warna. Instrumentasi ini mempunyai beberapa bagian yaitu ujung reseptor, layar, dan empat buah tombol dengan tiga tombol L^* , a^* , dan b^* yang berada dibawah layar sisi samping alat (Deman, 1997). Instrumen ini bekerja berdasarkan perbedaan warna yang diteruskan akibat pantulan cahaya pada permukaan sampel. Hasil analisa color reader berupa nilai kecerahan (L^*), kemerahan (a^*), dan kekuningan atau kebiruan (b^*) (Anggraeni, 2008).

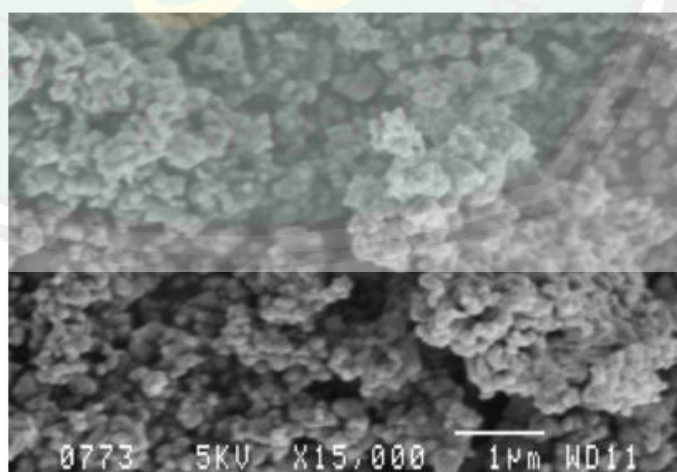
Nilai L^* , a^* , dan b^* akan digunakan untuk memperoleh nilai warna *value* (L^*), *chroma* (C^*), *hue* (H°). Nilai *value* menggambarkan derajat kecerahan yang dimiliki sampel, sedangkan *chroma* merupakan tingkat kemurnian warna, dan *hue* merupakan nilai yang menggambarkan corak warna yang dimiliki. Pigmen hematit memiliki tingkat warna merah dengan standar nilai, *value* (L^*) = 25-45, *chroma* (C^*) = 9-42 dan *hue* (H°) = 21-57 dengan nilai rata-rata L^* = 37, C^* = 29, dan H° = 42 (Cornell dan Schwertmann, 2003).

2.8 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

SEM digunakan untuk menggambarkan profil permukaan dari materi. Instrumentasi SEM didasarkan pada proses bombardier elektron berenergi tinggi

pada permukaan sampel (Legodi, 2008). Permukaan materi yang dikenai berkas elektron akan memantulkan kembali berkas tersebut dan menghasilkan elektron sekunder kesegala arah. Detektor akan mendeteksi pantulan elektron yang memiliki intensitas tertinggi (Abdullah dan Khairurrijal, 2009). Selain itu, analisa menggunakan SEM digunakan untuk melihat tekstur permukaan sampel, topografi yang ditampilkan dalam bentuk tiga dimensi (West, 2014).

EDX digunakan untuk menentukan komposisi unsur dari suatu materi dengan bekerja bersama SEM. Prinsip kerjanya yaitu dengan menangkap dan mengolah sinyal dari sinar-X yang dihasilkan akibat adanya berkas elektron berenergi tinggi yang mengenai materi. Unsur-unsur yang berada dalam sampel dapat diketahui dari nilai panjang gelombang sinar-X yang sesuai dengan karakteristik unsur (Chabib, 2017). Berikut merupakan contoh hasil analisa SEM partikel hematit yang dikalsinasi selama 3 jam pada suhu 750 °C, menghasilkan ukuran partikel kecil beraturan dengan bentuk *pseudocubic* yang seragam (Legodi, 2008):



Gambar 2.13 SEM hasil kalsinasi pada suhu 750 °C selama 3 jam

2.9 Pemanfaatan Limbah Besi Berdasarkan Prespektif Islam

Limbah bubuk besi berukuran kecil oleh industri bubuk besi umumnya tidak dimanfaatkan lagi dan langsung dibuang ke lingkungan tanpa melalui pengolahan yang berpotensi menyebabkan pencemaran udara, air, dan bahkan menurunkan kesuburan tanah apabila melebihi ambang batas yaitu diatas 5 mg/L (SNI 06-6989.49-2005). Kerusakan yang ditimbulkan merupakan akibat dari ulah tangan manusia yang tidak bertanggung jawab dalam memanfaatkan nikmat yang Allah berikan yang tertuang dalam surat ar-Rum 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 lautan yang disebabkan oleh tangan-tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”

Tafsir Quraish Shihab (2003) mempertegas terjadinya kerusakan di darat maupun di laut merupakan hasil dari perbuatan manusia itu sendiri. Kerusakan-kerusakan yang ditimbulkan manusia misalnya kebakaran, kekeringan, banjir, dan banyak lainnya yang terjadi akibat tingkah laku manusia. Hal tersebut tidak sesuai dengan tujuan Allah SWT menciptakan manusia di bumi sebagai khalifah yang disinggung dalam surat Al-Baqarah ayat 30:

قَالُوا أَجْعَلُ فِيهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ ۖ وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلٰٓئِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً ۗ
الذِّمَاءِ ۗ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ

Artinya:

Dan 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.”

Seorang khalifah harus mampu mengemban tugas dalam merawat, mengelola, dan menjaga lingkungan. Berdasarkan ayat tersebut mengisyaratkan setelah diciptakannya bumi, mengelola, dan mengaturnya. Allah SWT menciptakan manusia sebagai khalifah yang artinya Allah memberikan kekuatan dalam diri manusia agar mampu mengelola dan menata bumi (Ash-Shiddieqy, 2000). Salah satu cara dalam mengolah dan menata bumi yaitu dengan secara 3R “Reduce, Reuse, Recycle”. 3R merupakan salah satu cara dalam mengolah limbah menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat dan dapat mengurangi pencemaran lingkungan yang terjadi sehingga dapat sesuai tujuan manusia diciptakan di muka bumi.

Penelitian ini berupaya mengelola limbah bubuk besi dengan menjadikannya sebagai pigmen oksida besi yang diaplikasikan pada kayu untuk mengurangi pencemaran yang ditimbulkan. Pemanfaatan limbah besi menjadi pigmen yang ramah lingkungan merupakan hasil proses berfikir dalam surat Al-Hadid ayat 25 :

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

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 turunkan 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.”

Penggalan ayat tersebut menjelaskan bahwa besi memiliki kegunaan yang sangat besar yang dapat digunakan dalam berbagai bidang. Menurut tafsir Quraish Shihab, penggalan ayat tersebut juga menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan besi yang didalamnya memiliki kekuatan yang hebat. Hal tersebut yang menjadikan besi memiliki potensi yang besar untuk dimanfaatkan. Salah satu potensi dalam memanfaatkan besi yaitu menjadikannya sebagai oksida besi. Penelitian ini melakukan pemanfaatan limbah bubuk besi yang berpotensi mencemari lingkungan menjadi besi oksida yang memiliki banyak manfaat. Oksida besi yang disintesis akan digunakan sebagai pigmen dalam melapisi kayu untuk memperpanjang umur kayu dengan mengurangi daya bengkak (*swelling*) kayu.

Penelitian sintesis besi oksida dengan memanfaatkan limbah bubuk besi yang berpotensi mencemari lingkungan merupakan salah satu hasil pemikiran sebagai insan *ulul albab* yang dituntut untuk berfikir tentang segala sesuatu yang terjadi memiliki hikmah. Sesuai firman Allah dalam surat al-Imron ayat 190-191:

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

Artinya:

“Sesungguhnya, dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang, terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang

berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka.”

Menurut Shihab (2005) dalam ayat 190 Allah telah menguraikan ciptaan-Nya dan memerintahkan kita untuk memikirkannya. Pada Ayat 191 menjelaskan sebagian ciri-ciri insan *ulul albab* yaitu seseorang laki-laki/perempuan yang terus menerus mengingat Allah SWT melalui ciptaan-Nya dengan ucapan ataupun hati dalam kondisi dan situasi apapun. Dengan begitu manusia akan menyimpulkan bahwa Allah SWT menciptakan alam dan seisinya dengan tidak sia-sia.

Salah satu hal yang dipikirkan dalam hal ini yaitu tentang cara untuk memenuhi kebutuhan pigmen besi oksida yang tinggi dan mengurangi potensi terjadinya pencemaran. Solusi dalam hal tersebut, yaitu dengan sintesis pigmen besi oksida dari limbah besi sebab jumlah besi oksida di alam terbatas sehingga perlu melakukan sintesis untuk memenuhi kebutuhan pasar. Selain untuk meminimalisir terjadinya pencemaran lingkungan dan untuk memenuhi kebutuhan pasar, tindakan yang dilakukan menjadi salah satu tugas manusia sebagai insan *ulul albab* dan *khalifatullah fi 'ard* dalam melestarikan alam.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Maret 2019 – September 2019 di Laboratorium Riset Kimia Fisik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi *color reader* dilakukan di Laboratorium Ilmu dan Teknologi Pangan Universitas Muhammadiyah Malang (UMM). Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh November (ITS). Karakterisasi XRF dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju Universitas Negeri Malang (UM). Karakterisasi SEM-EDX dilakukan di Universitas Gajah Mada (UGM).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam sintesis diantaranya adalah seperangkat alat gelas, spatula, cawan, tanur, lemari asam, oven, corong Buchner, erlenmeyer vakum, *stirrer* magnetik, pH meter, timbangan analitik, kertas saring, sonikator, jangka sorong, mikroskop optik, *magnetic separator*, *color reader*, XRD, XRF, dan SEM-EDX.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis antara lain yaitu limbah serbuk besi, aquademineral, NHO_3 , PEG-6000, NaOH, NH_4OH 25 %, sherlak, balok kayu, dan metanol teknis.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah sintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari limbah serbuk besi menggunakan metode presipitasi kemudian metode sonikasi dengan penambahan PEG menggunakan variasi waktu sonikasi selama 30: 60: dan 90 menit dilanjutkan proses kalsinasi. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik *color reader* dan XRD. Hasil pola difraksi XRD terbaik akan dilakukan karakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi serta komposisi unsur dan pengujian daya *swelling*.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah :

1. Preparasi sampel
2. Pembuatan precursor ferri (Fe^{3+})
3. Sintesis senyawa pigmen hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi lama sonikasi
4. Karakterisasi yang digunakan meliputi: (a) XRF, (b) *color reader*, (c) XRD, (d) SEM-EDX, dan (e) daya *swelling*
5. Analisa Data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Bahan

Bahan dasar yang digunakan berupa serbuk besi limbah bubuk besi dari industri kerajinan besi di kota Malang, Jawa Timur. Serbuk limbah bubuk besi diambil dan dipisahkan dari senyawa lain dengan menggunakan *magnetic separator*. Sampel yang telah terpisah diambil dan digunakan sebagai bahan prekursor.

3.5.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})

Sampel limbah bubuk besi diletakkan dalam *beaker glass* sebanyak 30 gr dan ditambahkan 300 mL asam nitrat (HNO_3) 7 M. Campuran yang dihasilkan didiamkan selama 24 jam dalam lemari asam dan dilakukan pemanasan untuk memaksimalkan pelarutan (Legodi dan Wall, 2007). Pemanasan dilakukan sampai campuran menjadi kisan atau terbentuk *slurry* hingga memadat.

Analisa kualitatif untuk menunjukkan adanya ion Fe^{3+} dilakukan dengan mengambil sedikit padatan dan dilarutkan kedalam aquademin kemudian ditetesi dengan larutan NaOH. Reaksi positif, ditandai dengan perubahan warna menjadi endapan coklat kemerahan. Apabila endapan yang dihasilkan berwarna hijau maka mengindikasikan adanya ion Fe^{2+} (Vogel, 1990). Sebagian sampel dikarakterisasi menggunakan instrumentasi XRF untuk mengetahui kandungan unsur-unsur dan komposisi yang ada didalam sampel.

3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Lama Sonikasi

Prekursor sebanyak 30 gram dilarutkan kedalam larutan HNO_3 0,1 M sebanyak 100 mL diaduk hingga homogen. Larutan yang diperoleh ditambahkan NH_4OH 25% hingga pH 6 (Fatmaliana, dkk., 2016). Larutan kemudian dipanaskan selama 1 jam pada suhu 70 °C dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 750 rpm (Das, Hendry, dan Dughan, 2011). Larutan selanjutnya didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang dan didekantasi. Hasil dekantasi kemudian dicuci menggunakan aquademin. Randemen diambil sebanyak 10 gram selanjutnya ditambah PEG-6000 sebanyak 20 gram yang telah dilelehkan. Campuran dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* (Nursa, dkk., 2016). Larutan kemudian disonikasi menggunakan *ultrasonic bath* selama 30

menit. Endapan yang diperoleh dilanjut dekantasi dan dikeringkan. Sampel yang dihasilkan kemudian dikalsinasi selama 3 jam pada suhu 750 °C kemudian didinginkan dalam desikator (Khoiroh, dkk., 2013).

Variasi lama sonikasi dilakukan dengan langkah yang sama dengan waktu sonikasi 60 dan 90 menit untuk mengetahui pengaruh yang dihasilkan terhadap produk sintesis. Produk sintesis dikarakterisasi menggunakan *color reader* sehingga diperoleh hasil distribusi warna. Analisis menggunakan XRD untuk memperoleh struktur dan ukuran kristal. Selain itu, sampel setelah presipitasi juga dilakukan analisis untuk mengetahui fasa transisi dari sintesis yang dilakukan. Analisis menggunakan SEM-EDX untuk produk hasil kalsinasi digunakan untuk mengetahui morfologi, analisis komposisi, distribusi ukuran partikel dari hematit hasil sintesis.

3.6 Karakterisasi Hasil Penelitian

3.6.1 X-Ray Fluorescence

Limbah serbuk besi yang telah di preparasi dianalisa menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan bahan-bahan kimia dan konsentrasi unsur yang terkandung dalam limbah tersebut. Analisa dapat berupa kualitatif dan kuantitatif. Analisa kualitatif dilakukan untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam limbah sedangkan analisis kuantitatif dilakukan untuk mengetahui konsentrasi dari unsur yang terkandung dalam limbah serbuk besi.

3.6.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

Analisa ini digunakan untuk mengetahui fasa, ukuran, dan struktur kristal hematit yang terbentuk dari produk sintesis. Sumber radiasi yang digunakan

dalam analisa XRD adalah Cu K α ($\lambda= 1,54060 \text{ \AA}$) dengan daya sebesar 30 kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang 2θ ($^{\circ}$) = 10-90 $^{\circ}$.

3.6.3 Color Reader

Produk hasil sintesis diletakkan pada tempat sampel dan ditekan hingga berbunyi atau lampu menyala. Hasil yang diperoleh berupa nilai L*, a*, dan b* dengan skala 0-100. Hasil yang diperoleh kemudian ditampilkan dan diukur pada grafik untuk mengetahui spesifikasi warna.

3.6.4 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Produk terbaik dari hasil pola difraksi sinar-X yang berupa serbuk kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk menganalisa morfologi permukaan, distribusi ukuran partikel, dan komposisi unsurnya. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 5000-40.000x.

3.6.5 Uji Daya Swelling Balok Kayu Terpigmentasi Hematit

Disiapkan balok kayu dengan ukuran $\pm(1 \times 1 \times 0.5)$ cm. Balok kayu kemudian dipigmentasi dengan hasil sintesis pigmen terbaik dengan variasi konsentrasi pigmen yaitu 10; 20; dan 30 mg. Pigmen dilarutkan kedalam 1 mL larutan campuran (1 gr sherlak : 10 mL metanol). Dilakukan pengukuran volume serta permukaan kayu menggunakan mikroskop optik. Kayu didiamkan selama interval waktu 2, 4, 6, dan 8 hari. Selama interval waktu tersebut diukur pertambahan volume dan berat dari balok kayu serta penampakan permukaan kayu. Dilakukan secara duplo tiap sampel dan sebagai kontrol, maka dilakukan hal yang sama terhadap balok kayu tanpa pemberian pigmen dan balok kayu dilapisi larutan campuran.

3.7 Analisa Hasil Penelitian

3.7.1 Analisis Hasil Colour Reader

Berdasarkan hasil pengukuran *color reader* berupa nilai L^* , a^* , dan b^* , maka dapat ditentukan nilai kroma (C^*) dan hue (H^0) dengan persamaan 3.1 dan 3.2.

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

$$H^0 = \tan^{-1} (b^*/a^*), \text{ degree } 0^0 \leq H^0 \leq 360 \quad (3.2)$$

Hasil perhitungan yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai L^* , C^* , dan H^0 dengan standar pigmen hematit.

3.7.2 Analisis Hasil XRD

Pola XRD senyawa hasil sintesis digunakan untuk mengetahui ukuran kristal berdasarkan persamaan *Debey-Scherrer* yang ditulis seperti berikut:

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

Keterangan :

D : Ukuran kristal (nm)

k : Konstanta (0,9)

λ : Panjang gelombang radiasi (nm)

β : FWHM (*full width at half max*)/ integrasi luas puncak refleksi (radian)

θ : Sudut sinar-X

Parameter kisi diperoleh menggunakan program Rietica dengan metode Le Bail. Proses *refinement* dengan program Rietica dilakukan dengan cara

memasukkan dua jenis data yakni data parameter struktur dan intensitas difraksi sinar-X. Pola difraksi sinar-X hasil sintesis akan dianalisa dengan cara membandingkannya dengan standar JCPDS no. 33-0664 (Karami, 2010).

3.7.3 Analisis Daya Swelling Balok Kayu Terpigmenkan Hematit

Uji ini dilakukan untuk mengetahui daya pigmen untuk mencegah *swelling* pada kayu. Daya *swelling* dan *anti swelling efficiency* (ASE) balok kayu terpigmentasi hematit dihitung menggunakan rumus berikut:

$$\% \text{ Swelling} = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \times 100\% \quad (3.4)$$

Keterangan:

V1 = volume kayu setelah perendaman dalam larutan air

V2 = volume kayu sebelum perendaman

$$\text{ASE} (\%) = \frac{S_1 - S_2}{S_1} \times 100\% \quad (3.5)$$

Keterangan:

ASE = *antislwelling efficiency/ antishrink efficiency*

S1 = koefisien pengembangan volume kayu yang tidak diberi perlakuan

S2 = koefisien pengembangan volume kayu yang diberi perlakuan

3.7.4 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 keislaman maka hasil penelitian dilakukan analisa dan diintegrasikan dengan Islam melalui Al-Qur'an dan Hadist.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian sintesis pigmen besi oksida hematit berbahan baku limbah bubuk besi menggunakan metode presipitasi-sonikasi-kalsinasi. Sintesis pigmen hematit dimulai dengan pembuatan prekursor yang kemudian dilakukan sintesis dengan rute tersebut. Adapun karakterisasi hasil sintesis yaitu XRF, *color reader*, XRD, serta SEM-EDX.

4.1 Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi

4.1.1 Preparasi Sampel

Bahan dasar yang digunakan dalam pembuatan prekursor adalah limbah bubuk besi berbentuk serbuk yang diperoleh dari bengkel bubuk besi di Jalan Joyo Tambaksari, Merjosari, Lowokwaru, Malang. Limbah yang digunakan berbentuk serbuk yang kemudian dipisahkan dari pengotor lain berdasarkan sifat kemagnetan yang dimiliki menggunakan *magnetic separator*. Logam besi yang memiliki sifat ferromagnetik akan tertarik kuat oleh medan magnet sehingga mudah dipisahkan dari pengotor lain.



Gambar 4.1 Pemisahan serbuk besi dari pengotor

4.1.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe³⁺)

Prekursor ferri diperoleh melalui destruksi menggunakan larutan HNO₃ yang mampu mendestruksi besi menghasilkan ion ferri secara sempurna. Proses

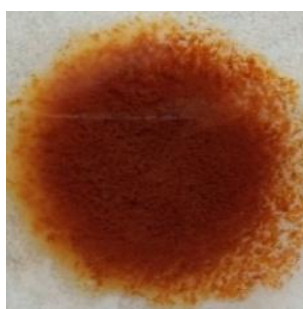
destruksi digunakan untuk memutuskan ikatan logam Fe. Asam nitrat akan bertindak sebagai oksidator yang mengubah bilangan oksidasi besi dari 0 menjadi +3 (ferri) dalam bentuk larutan garam (Vogel, 1990).



Gambar 4.2 Reaksi limbah besi dengan asam nitrat



Selama proses destruksi terjadi pembentukan gas NO_2 berwarna coklat yang merupakan hasil reaksi antara gas NO dari proses destruksi dengan oksigen bebas di udara yang ditampilkan pada gambar 4.2. Menurut Vogel (1999) pembentukan ion Fe^{3+} diketahui melalui uji kualitatif yang ditandai endapan merah ketika direaksikan dengan basa. Prekursor hasil penelitian menunjukkan reaksi positif ketika direaksikan dengan larutan NaOH yang ditampilkan pada gambar 4.3.



Gambar 4.3 Pembentukan endapan merah

Proses destruksi dilakukan selama 24 jam pada suhu ruang untuk meningkatkan kelarutan limbah bubuk besi. Larutan kemudian dipanaskan pada suhu tinggi untuk mempercepat proses destruksi hingga sampel menjadi padatan berwarna coklat. Penelitian Schmidt, dkk. (2012) mensintesis besi (III) nitrat hidrat dengan beragam jumlah hidrat, berdasarkan hasil penelitian prekursor yang dihasilkan memiliki warna yang sesuai dengan besi (III) nitrat yang disintesis.

Prekursor hasil destruksi kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen XRF untuk mengetahui kandungan unsur yang ditampilkan pada Tabel 4.1. Berdasarkan hasil XRF kandungan unsur dengan kadar paling tinggi adalah unsur besi dan beberapa unsur lain dengan kadar yang relatif kecil.

Tabel 4.1 Kandungan prekursor ferrinitrat

Unsur kimia	Kadar (%)
Fe	96,58
Si	0,49
P	0,21
Ca	0,12
Cr	0,24
Mn	0,54
Cu	0,22
Br	0,51
La	0,06
Eu	0,76
Os	3,25

4.1.3 Proses Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃)

Sintesis hematit dilakukan dengan tahapan presipitasi-sonikasi-kalsinasi. Tahap awal presipitasi, prekursor garam besi nitrat yang dilarutkan dalam asam nitrat encer (0,1 M) terurai menjadi ion-ionnya sesuai reaksi 4.4. Proses pengendapan ion ferri dilakukan dengan penambahan agen pengendap ammonium hidroksida pada pH 6 sebanyak ± 19 mL. Penambahan agen pengendap

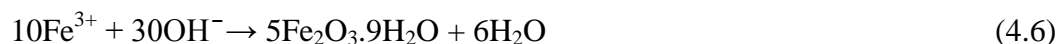
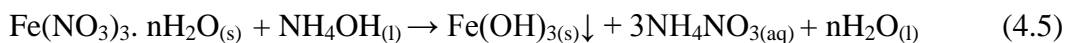
menyebabkan perubahan warna dari kecoklatan menjadi merah tua serta keruh yang ditampilkan pada gambar 4.4. Pemanasan selama 1 jam pada suhu 70 °C berfungsi untuk mempercepat reaksi dalam pembentukan kristal. Pembentukan kristal diawali dengan pertumbuhan inti-inti kristal (*nukleus*) kecil yang terbentuk secara merata diseluruh cairan. Kemudian, diikuti pertumbuhan kristal-kristal dan inti kristal yang baru diseluruh volume cairan menjadi padatan (Setyo, 2004). Berdasarkan penelitian Das, Hendry, dan Dughan (2010) sampel pada kondisi pH dan suhu tersebut secara konstan mengalami proses kristalisasi senyawa ferrihidrit. Senyawa tersebut menjadi kemungkinan senyawa yang terbentuk yang kemudian diperkuat dengan hasil analisis data XRD dan *color reader*.



Gambar 4.4 Larutan sebelum dan sesudah penambahan agen pengendap

Setelah proses pemanasan, larutan membentuk dua lapisan yaitu filtrat dan endapan berwarna merah pekat. Endapan terbentuk dikarenakan senyawa $\text{Fe}(\text{OH})_3$ memiliki nilai $Q > K_{sp}$ sebagaimana perhitungan pada lampiran 3 (3.4). Agen pengendap ammonium hidroksida dipilih karena kation NH_4^+ yang terurai akan berikatan dengan anion NO_3^- dari prekursor membentuk larutan NH_4NO_3 , sehingga tidak menjadi pengotor pada endapan yang terbentuk. Penambahan ammonium hidroksida dalam larutan nitrat pada keadaan setimbang membentuk

senyawa besi hidroksida (Suryanti, Purwanti, dan Muhadi, 2008) dan ketika berlebih membentuk senyawa baru sebagai berikut (Lavrinenko, dkk., 2008) :



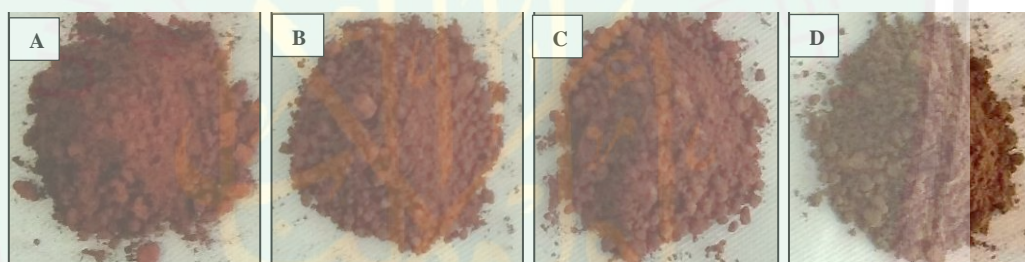
Sampel kemudian didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang yang berfungsi untuk memaksimalkan proses kristalisasi. Larutan yang dihasilkan selanjutnya didekantasi untuk menghilangkan filtrat. Endapan yang diperoleh kemudian dicuci menggunakan aquademineral untuk menghilangkan pengotor serta mengurangi bau tajam akibat amoniak yang ditambahkan. Beberapa endapan dikeringkan dan dilakukan karakterisasi XRD serta *color reader*.

Endapan hasil presipitasi kemudian disonikasi dengan lama waktu yang berbeda untuk mengetahui efek gelombang ultrasonik yang ditimbulkan. Endapan sebelumnya ditambah dengan PEG 6000 yang telah dicairkan. Sampel kemudian disonikasi selama 30, 60, dan 90 menit pada suhu 50-60 °C. Dimana pada suhu tersebut PEG 6000 tidak mudah mengalami pemadatan sehingga bekerja secara efektif sebagai *template*. Sonikasi akan menghasilkan iradiasi gelombang ultrasonik berfrekuensi tinggi dalam medium cair yang menimbulkan efek kavitasi. Adanya efek kavitasi menyebabkan tumbukan antar partikel yang dimungkinkan akan mempengaruhi ukuran partikel yang dihasilkan.

Sampel setelah sonikasi dikeringkan dengan metode *freeze-drying* karena lebih cepat, mudah, tidak merusak bahan dan terjaga kualitasnya. *Freeze drying* bekerja dengan cara sublimasi yaitu perpindahan dari padatan menuju gas. Sampel berbentuk cair akan dilakukan proses pembekuan menjadi padatan es dengan cara

di *freezer*. Sampel padat kemudian dimasukkan dalam alat untuk proses sublimasi menjadi gas. Perubahan fase tersebut terjadi ketika molekul memiliki energi yang cukup untuk melepaskan diri tanpa melalui pembentukan fase cair (Setyowati, Hidayah, dan Suryani, 2017).

Tahap terakhir proses sintesis yaitu kalsinasi pada suhu tinggi (750 °C) selama 3 jam menggunakan *furnace*/tanur. Penggunaan suhu tinggi dilakukan untuk menghidrasi H₂O yang tersisa dan digunakan untuk mengubah senyawa ferrihidrit menjadi senyawa yang stabil pada suhu tinggi. Hasil akhir sintesis diperoleh serbuk berwarna merah bata yang ditampilkan pada gambar 4.5 dan dilakukan karakterisasi untuk mengetahui senyawa yang terbentuk.



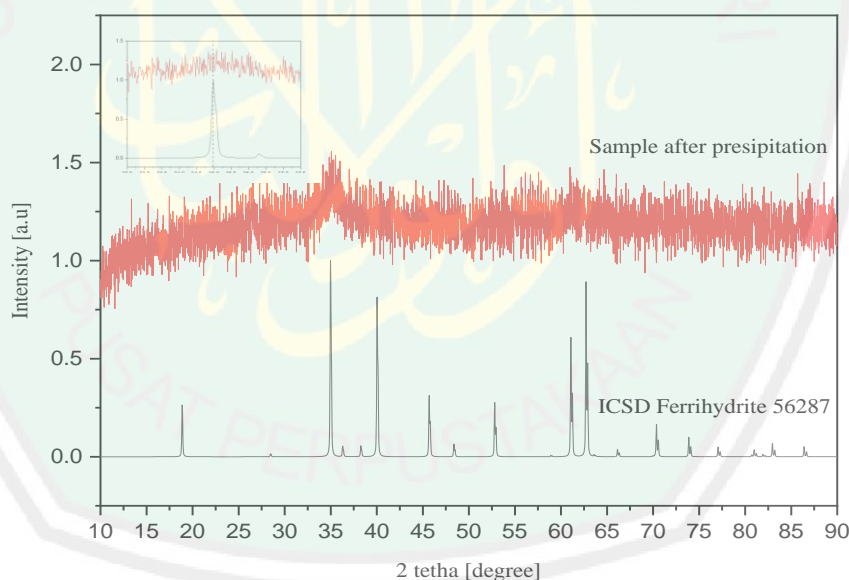
Gambar 4.5 Sampel akhir A) 90 menit sonikasi, B) 60 menit sonikasi, C) 30 menit sonikasi, dan D) sampel setelah presipitasi

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

Karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui senyawa yang diperoleh serta kristalinitas hasil sintesis. Sampel setelah presipitasi dilakukan karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk. Hasil difraktogram kemudian dibandingkan dengan puncak senyawa standar yang dimungkinkan terbentuk pada proses presipitasi menggunakan program origin yang ditampilkan pada gambar 4.6. Berdasarkan pola hasil difraksi senyawa yang terbentuk adalah ferrihidrit yang teridentifikasi melalui puncak 2θ : $35,2602^\circ$ yang

mendekati standar ICSD Ferrihidrit (No.56287) dan didukung dengan data warna (*colour reader*). Puncak yang dihasilkan mengalami pergeseran 2θ yang lebih besar dari standar (2θ standar: $34,98^\circ$). Pergeseran dimungkinkan karena adanya cacat kristal senyawa ferrihidrit dan terjadi perubahan parameter sel kisi kristal dari standar (Muller, 2015).

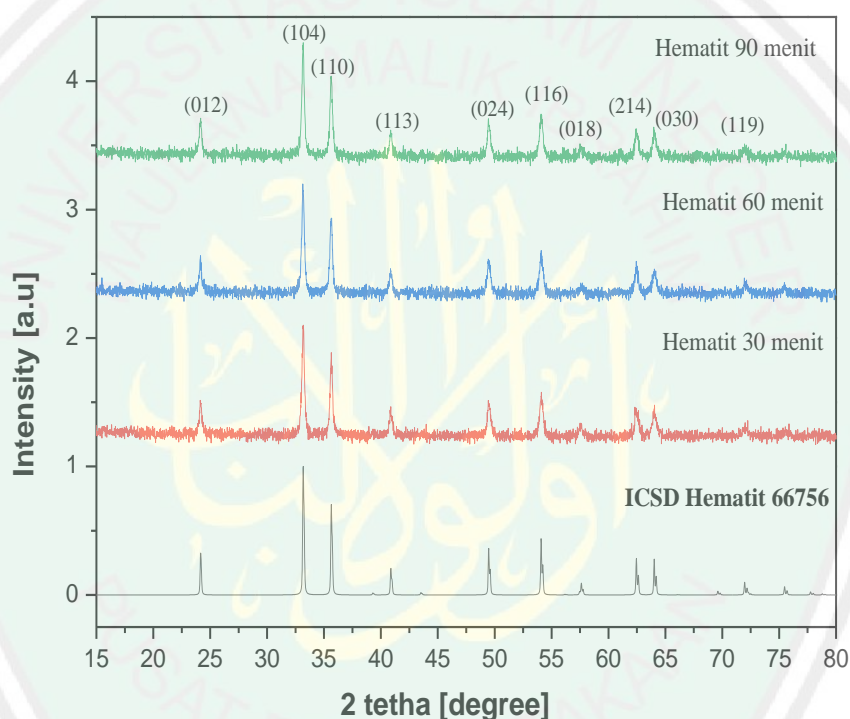
Pola difraksi menunjukkan intensitas senyawa masih rendah dengan *noise* tinggi yang menggambarkan kristalinitas senyawa rendah. Berbeda dengan senyawa setelah kalsinasi dengan variasi waktu sonikasi yang memiliki intensitas tinggi dengan *noise* yang rendah. Hal tersebut menjelaskan tahapan sintesis selanjutnya yaitu sonikasi dan kalsinasi dapat mengurangi *noise* dan meningkatkan kristalinitas senyawa yang dihasilkan.



Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X senyawa dibandingkan dengan standar senyawa ferrihidrit

Sampel hasil sintesis dianalisis dengan membandingkan posisi puncak 2θ dengan standar ICSD Hematit (No.66756) yang ditampilkan pada gambar 4.7 dengan perbesaran puncak pada gambar 4.8. Berdasarkan pola difraksi yang

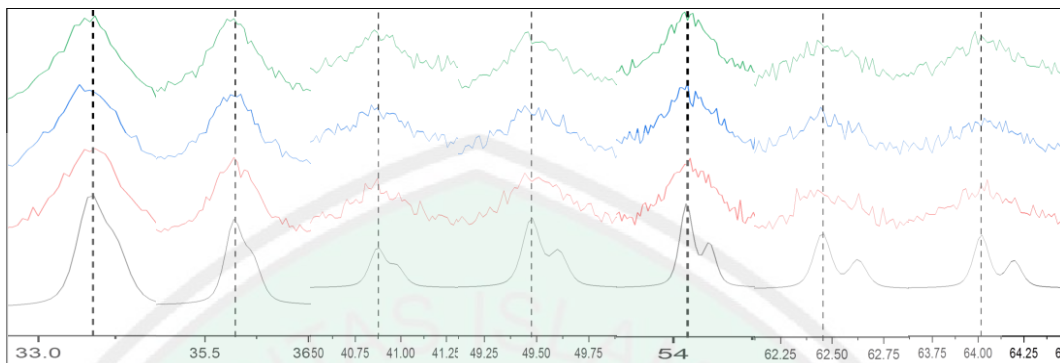
dihasilkan, puncak-puncak ketiga sampel hasil sintesis identik dengan puncak standar senyawa hematit. Kesamaan pola difraksi dengan standar menggambarkan sampel memiliki fasa hematit murni tanpa membentuk fasa lain. Perubahan fasa ferrihidrit menjadi hematit terjadi selama proses kalsinasi pada suhu tinggi dengan reaksi 4.7 berikut (Cudennec, 2006):



Gambar 4.7 Pola difraksi sinar-X senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi waktu sonikasi

Gambar 4.8 menampilkan beberapa puncak senyawa hematit mengalami pergeseran. Puncak senyawa hematit sonikasi 30 dan 60 menit mengalami pergeseran ke 2θ lebih kecil, sedangkan sonikasi 90 menit mengalami pergeseran ke 2θ lebih kecil dan besar. Pergeseran tersebut memberikan dampak terhadap ukuran kristal yang dihasilkan. Pergeseran puncak difraktogram dimungkinkan

karena adanya beberapa cacat kisi kristal dan perubahan parameter kisi kristal akibat dari gelombang ultrasonik yang diradiasikan pada sampel (Muller, 2015).



Gambar 4.8 Perbesaran pola difraksi sinar-X senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi waktu sonikasi

Ukuran kristal dihitung melalui persamaan Debye-Scherrer sesuai lampiran 7. Berdasarkan perhitungan, senyawa ferrihidrit mempunyai ukuran kristal 90,3538 nm pada puncak $35,26^\circ$ dan 100,097 nm pada puncak $61,31^\circ$. Berbeda dengan ukuran kristal yang dimiliki sampel hasil sintesis yang ditampilkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Ukuran kristal sampel

Sampel Hematit	2θ	Height	Ukuran Kristal (nm)
30 menit	33,2095	1628,65	61,3007
	35,6304	1218,42	61,7063
	54,0579	594,89	43,9638
60 menit	33,1294	1617,84	81,6765
	35,6584	1109,41	61,7063
	54,0653	595,03	105,557
90 menit	33,1806	1683,38	61,2943
	35,6057	1205,66	70,4991
	54,0944	616,58	32,9802

Berdasarkan Tabel 4.2, ukuran kristal yang dimiliki senyawa hematit lebih kecil dibandingkan ukuran kristal senyawa ferrihidrit. Perbedaan ukuran yang dihasilkan, membuktikan proses sonikasi dapat menurunkan ukuran kristal

senyawa. Selain itu, perbedaan waktu sonikasi juga mempengaruhi ukuran kristal yang dihasilkan. Rata-rata ukuran kristal yang dihasilkan senyawa sebesar 60-100 nm dengan ukuran kristal paling kecil terdapat pada sampel sonikasi 90 menit dan tidak berbeda signifikan dengan sampel sonikasi 30 menit. Menurut Taurozzi, dkk. (2010) penurunan ukuran kristal disebabkan karena energi yang diiradiasikan cukup besar sehingga dapat memecahkan ikatan molekul antar larutan. Berbeda dengan sampel sonikasi 60 menit yang menghasilkan ukuran kristal paling besar. Hal tersebut dimungkinkan pada waktu sonikasi 60 menit sampel membentuk kompleks yang lebih besar akibat energi yang diiradiasikan sonikasi. Namun, energi tersebut tidak cukup besar untuk memutuskan ikatan molekul antar larutan sehingga ukuran yang dihasilkan lebih besar dibandingkan 30 dan 90 menit.

Perbedaan waktu sonikasi tidak hanya mempengaruhi ukuran kristal yang dimiliki namun juga menghasilkan tinggi intensitas puncak (h) yang berbeda. Intensitas puncak tertinggi terdapat pada sampel hematit dengan sonikasi selama 90 menit. Semakin tinggi intensitas puncak yang dihasilkan maka semakin tinggi derajat kristalinitas sampel dan semakin bagus kualitas yang dimiliki sampel (Herdianita, dkk., 1999).

Analisa struktur dan kisi kristal melalui metode *Le Bail* menggunakan *refinement* program ditampilkan pada Tabel 4.3. Hasil analisa ini menunjukkan derajat kesesuaian yang tinggi antara observasi dan perhitungan. Proses analisa dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi data terhitung dan terukur dari ICSD senyawa hematit No. 6756. Kecocokan sampel ditunjukkan dengan R_p , R_{wp} , dan GOF. Nilai yang diperoleh berada pada rentang yang masih diterima untuk proses

refinement, dimana nilai $R_{wp} < 20\%$ (Kisi dan Howard, 2012). Berdasarkan analisis, keseluruhan sampel hasil kalsinasi memiliki sesuai dengan struktur dengan standar yang menandakan keseluruhan sampel memiliki struktur rhombohedral.

Tabel 4.3 Hasil analisis XRD menggunakan rietica

Parameter	Standar Hematit	30 menit Sonikasi	60 menit Sonikasi	90 menit Sonikasi
Grup Ruang	R-3c	R-3c	R-3c	R-3c
Kisi Kristal	Rhomboidal	Rhomboidal	Rhomboidal	Rhomboidal
Unit	6	6	6	6
a (Å)	5,0342	5,037504	6,641081	6,62180
b (Å)	5,0342	5,037504	6,641081	6,62180
c (Å)	13,746	13,753325	13,056124	13,100387
Volume		302,251923	498,680603	301,6949
Rp		2,24	2,52	2,59
Rwp		2,81	3,82	3,91
GOF (χ^2)		0,93930E+01	0,7081E+01	0,7729E+01

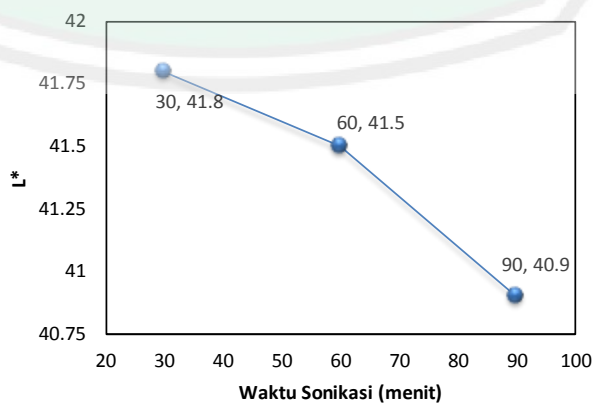
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader*

Uji warna menggunakan *color reader* digunakan untuk mengetahui tingkat warna sebagai salah satu faktor penentu kualitas sampel (Winarno, 2002). Hasil karakterisasi akan diperoleh nilai L^* , a^* , dan b^* , nilai a^* dan b^* akan digunakan untuk mengetahui besaran nilai C^* (*chroma*) dan H° (*Hue*). Nilai yang diperoleh akan diidentifikasi dengan membandingkan *range* nilai warna standar.

Karakterisasi sampel setelah kalsinasi diperoleh grafik hubungan waktu sonikasi dengan nilai L^* yang ditampilkan pada Gambar 4.10. Nilai L^* menggambarkan tingkat kecerahan sampel hasil sintesis. Berdasarkan grafik yang ditampilkan, peningkatan waktu sonikasi menyebabkan tingkat kecerahan warna yang dihasilkan semakin rendah. Tingkat kecerahan paling rendah terdapat pada sampel dengan sonikasi selama 90 menit. Menurut Cornell dan Swerthmann

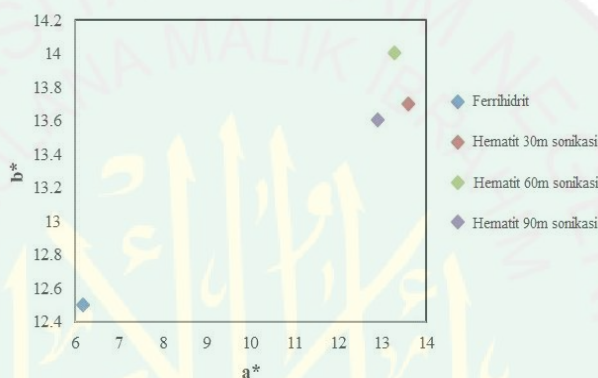
(2003) tingkat kecerahan warna pigmen dipengaruhi oleh ukuran partikel yang dihasilkan. Semakin kecil ukuran partikel maka kecerahan pigmen semakin tinggi. Ukuran partikel tersebut akan mempengaruhi *tinting strenght* dan *power* pigmen, semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan maka semakin besar kekuatan pigmen tersebut. Penurunan ukuran partikel menyebabkan perbedaan warna pigmen hematit yang dihasilkan dikarenakan adanya efek *quantum confinement*. Partikel berukuran kecil mengalami perubahan sifat elektron dan optik. Perubahan tersebut menyebabkan elektron dari kontinu menjadi diskrit akibatnya energi *bandgap* meningkat, hal tersebut menyebabkan warna yang dihasilkan semakin transparan (Shevell, 2003). Hasil yang diperoleh menunjukkan penurunan derajat kecerahan seiring bertambahnya waktu sonikasi yang tidak signifikan. Menurut Pailhe, N., dkk. (2008) penurunan warna disebabkan karena adanya distorsi struktur hematit.

Berbeda dengan fasa transisi yang dihasilkan, nilai kecerahan yang dimiliki senyawa lebih tinggi dibandingkan dengan senyawa hematit yaitu 45,1. Nilai tersebut masih masuk dalam *range* standar senyawa ferrihidrit (23-56), dimana hasil tersebut memperkuat hasil senyawa setelah presipitasi dari analisa XRD.



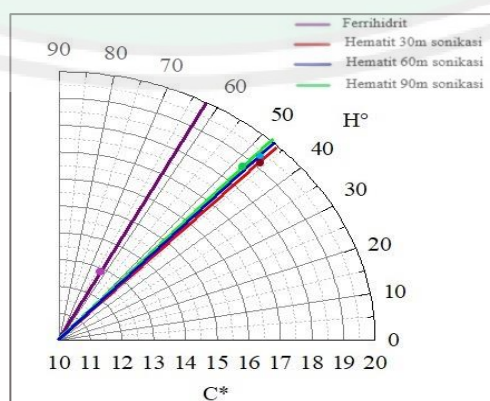
Gambar 4.9 Grafik hubungan waktu sonikasi dan tingkat kecerahan

Gambar 4.10 memperlihatkan grafik hubungan parameter a^* dengan b^* , dimana nilai a^* menggambarkan tingkat warna hijau-merah pada sampel, sedangkan b^* tingkat warna biru-kuning. Berdasarkan grafik tersebut, tingkat kemerahan sampel (a^*) semakin menurun seiring meningkatnya waktu sonikasi yang berhubungan dengan efek *quantum confinement* yang dihasilkan. Berbeda dengan nilai b^* , tingkat warna kuning paling mendominasi terdapat pada sampel dengan waktu sonikasi selama 60 menit.



Gambar 4.10 Grafik hubungan a^* dan b^*

Senyawa transisi menghasilkan tingkat warna merah dan kuning paling rendah dibandingkan hasil akhir sintesis. Perbedaan tingkat warna tersebut dikarenakan senyawa ferrihidrit memiliki warna khas yaitu kuning sedangkan hematit merah (Cornell dan Swerthmann, 2003).



Gambar 4.11 Hubungan antara H° dan C^*

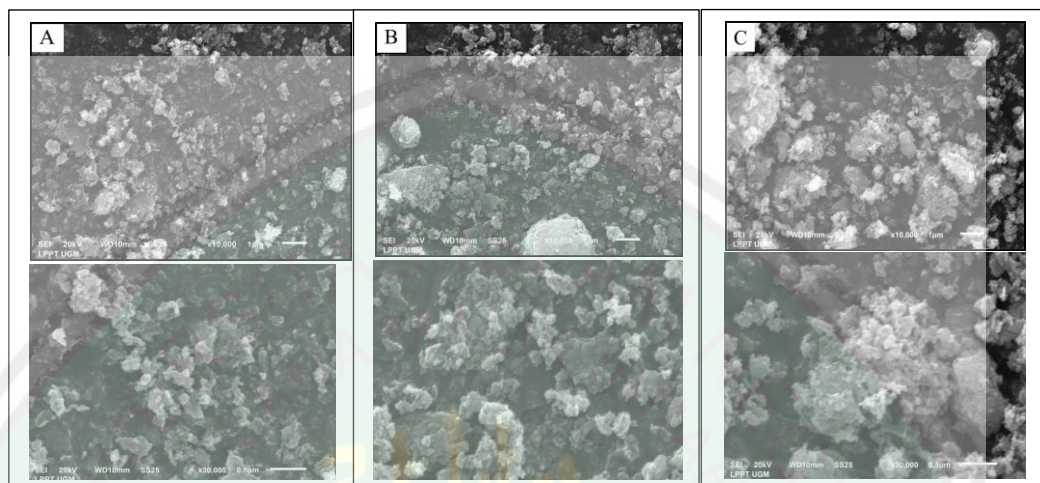
Hasil analisis nilai a^* dan b^* diolah dengan persamaan (3.1) dan (3.2) sehingga diperoleh nilai C^* dan H° . Nilai C^* (*Chroma*) menunjukkan intensitas kemurnian sampel sedangkan H° (*Hue*) menunjukkan corak warna sampel. Kemurnian sampel senyawa transisi masuk dalam *range* standar ferrihidrit ($C^* = 10-39$) dengan nilai kemurnian yang lebih tinggi dibandingkan sampel setelah kalsinasi. Sampel setelah kalsinasi memiliki perbedaan hasil, dimana sampel dengan sonikasi selama 60 menit memberikan tingkat kemurnian paling tinggi dibandingkan waktu sonikasi yang lain.

Corak warna pada senyawa ferrihidrit lebih rendah dibanding dengan hematit dengan nilai sedikit melebihi *range* standar namun tidak berbeda signifikan. Hal tersebut dimungkinkan karena impuritis senyawa yang dihasilkan. Berbeda dengan ketiga sampel setelah kalsinasi yang memiliki nilai corak (H°) yang berbeda-beda dan keseluruhan masih dalam *range* standar hematit. Corak warna paling rendah terdapat pada sampel dengan sonikasi selama 90 menit, hal tersebut dikarenakan ukuran partikel yang dihasilkan paling kecil.

4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM dan SEM-EDX

Analisa SEM digunakan untuk mengerahui morfologi yang dihasilkan partikel ditampilkan pada Gambar 4.12. Berdasarkan analisa senyawa hasil sintesis memiliki ukuran partikel yang tidak merata dengan morfologi yang beragam. Selain itu, sampel menghasilkan tingkat agglomerasi yang berbeda. Semakin lama waktu sonikasi maka agglomerasi yang dihasilkan semakin meningkat. Peningkatan agglomerasi terjadi karena ketidakstabilan partikel akibat energi tinggi yang diiradiasikan sonikasi pada sampel. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Xi-Rong, C., dkk. (2016) mensintesis hematit menggunakan waktu yang

berbeda, dan hasil analisa menunjukkan tingkat aglomerasi sampel semakin tinggi seiring waktu sonikasi yang digunakan. Peningkatan yang terjadi akibat suhu dan tekanan yang semakin tinggi sehingga meningkatkan efek kavitasasi pada sampel.

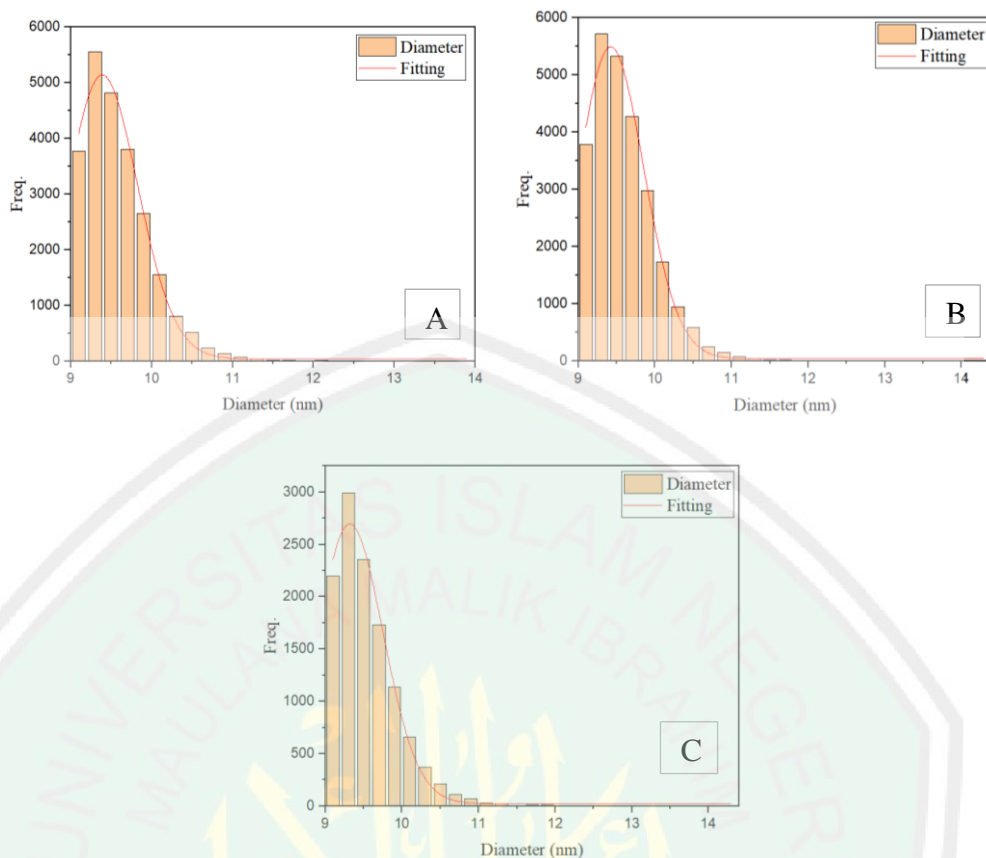


Gambar 4.12 SEM perbesaran 10000x dan 30000x pada sampel hematit A) 30 menit sonikasi B) 60 menit sonikasi C) 90 menit sonikasi

Hasil karakterisasi SEM kemudian digunakan untuk analisa distribusi diameter partikel dan ukuran partikel menggunakan program *ImageJ* yang ditampilkan pada Gambar 4.13 dan Tabel 4.4. Berdasarkan Tabel 4.4, variasi waktu sonikasi menghasilkan ukuran partikel yang tidak berbeda signifikan. Hasil yang diperoleh menunjukkan ukuran partikel terkecil terdapat pada sampel dengan sonikasi selama 90 menit. Nilai tersebut relevan dengan hasil analisis ukuran kristal menggunakan XRD, dimana sonikasi selama 90 menit menghasilkan ukuran kristal paling kecil.

Tabel 4.4 Hasil analisis diameter dan ukuran partikel

Sampel variasi waktu sonikasi	30 menit	60 menit	90 menit
Diameter ukuran patikel (nm)	9,40852 ± 0,01421	9,44128 ± 0.01075	9,33923 ± 0,01808
Ukuran Partikel (nm)	72.398	72.58	71.872



Gambar 4.13 Histogram pola distribusi diameter partikel hematit dengan variasi waktu sonikasi A) 30 menit, B) 60 menit, dan C) 90 menit

Analisis pola distribusi partikel ditampilkan pada Gambar 4.13. Berdasarkan pola distribusi partikel ketiga sampel memiliki rentang diameter partikel yang sama yaitu 9 – 10 nm. Hasil analisis rata-rata ukuran diameter partikel diperoleh dari nilai X_c pada lampiran hasil analisis *ImageJ* yang ditampilkan pada Tabel 4.4. Berdasarkan tabel, ukuran diameter partikel pada ketiga sampel tidak berbeda signifikan. Sampel hematit dengan waktu sonikasi selama 90 menit memberikan distribusi ukuran diameter partikel paling kecil. Diameter yang dimiliki tersebut akan mempengaruhi ukuran partikel yang dihasilkan. Semakin kecil diameter suatu partikel maka ukuran yang dihasilkan partikel juga akan semakin kecil. Tabel 4.4 menunjukkan ukuran partikel terkecil

juga dimiliki sampel dengan sonikasi selama 90 menit dan hasil tersebut relevan dengan hasil analisis ukuran kristal menggunakan XRD.

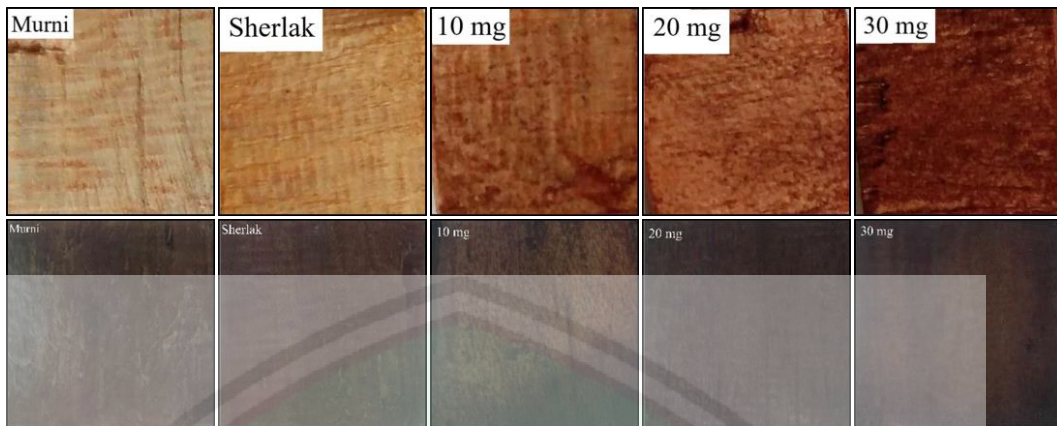
Hasil analisis SEM-EDX pada sampel hematit dengan sonikasi selama 90 menit ditampilkan pada Tabel 4.5. Berdasarkan tabel, sampel hasil sintesis masih mengandung pengotor berupa unsur karbon. Unsur karbon tersebut berasal dari bahan dasar yang digunakan sebagai campuran untuk meningkatkan sifat besi agar kuat dan keras sehingga dapat digunakan. Unsur ini tidak bisa hilang karena memiliki titik leleh yang lebih tinggi dibandingkan suhu pada proses sintesis yaitu 3652 °C (Mulyono, 2006). Kadar yang dihasilkan unsur karbon dalam sampel cukup tinggi dimungkinkan selain dari bahan dasar yang digunakan juga dihasilkan pada saat proses analisis menggunakan SEM.

Tabel 4.5 Hasil EDX komponen hematit sonikasi 90 menit

Unsur	Besi(Fe)	Karbon(C)	Oksigen(O)
Kadar(%)	50,23	13,82	35,95

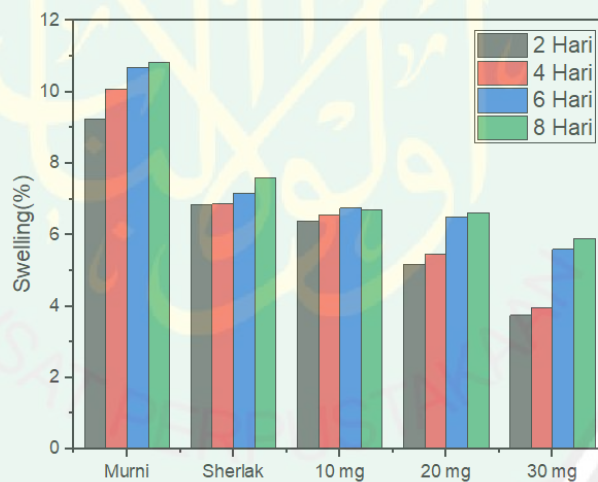
4.5 Hasil Uji Daya *Swelling* Pigmen Hematit pada Balok Kayu

Pigmen hasil sintesis digunakan sebagai pelapis kayu untuk mengetahui kekuatan pigmen yang dihasilkan, salah satunya dengan mengukur daya bengkak kayu (*swelling*). Daya *swelling* kayu diketahui melalui perubahan volume kayu sebelum dan setelah perendaman. Sebagai kontrol digunakan sampel kayu yang dilapisi larutan campuran sherlak dan kayu murni. Gambar 4.14 menunjukkan permukaan kayu setelah dipisi pigmen hematit dan setelah uji *swelling*. Permukaan kayu memiliki warna yang semakin merah merata seiring bertambahnya jumlah pigmen yang digunakan. Uji *swelling* dilakukan dengan pengulangan (*duplo*) untuk memperoleh ketelitian dengan interval waktu perendaman 2, 4, 6, dan 8 hari.



Gambar 4.14 Penampakan warna dan permukaan kayu sebelum dan setelah perendaman

Hasil uji diperoleh persen rasio *swelling* dan *anti swelling efficiency* (ASE) yang dihubungkan dengan interval waktu yang digunakan. Hasil perhitungan uji *swelling* ditampilkan pada Gambar 4.15 dan 4.16.

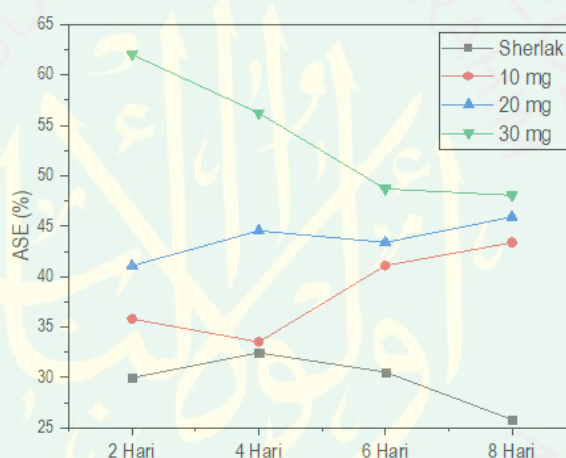


Gambar 4.15 Grafik rasio *swelling* kayu

Berdasarkan Gambar 4.15 perubahan volume paling besar terdapat pada kayu kontrol kemudian kayu yang dilapisi larutan sherlak. Berbeda dengan kayu terpigmentasi hematit yang memberikan perubahan volume kayu paling rendah. Hal tersebut memperjelas bahwa pigmen hematit mampu mengurangi daya *swelling* pada kayu. Selain itu, jumlah hematit yang digunakan juga

mempengaruhi daya *swelling* yang dihasilkan. Semakin tinggi konsentrasi pigmen hematit maka semakin rendah daya *swelling* pada kayu.

Selama interval waktu perendaman keseluruhan kayu mengalami pertambahan volume. Perubahan volume terjadi akibat interaksi antara selulosa pada kayu dengan air yang diperlihatkan pada Gambar 2.7 (Karimi, Shafiei, dan Kumar, 2012). Gambar tersebut terlihat gugus aktif selulosa pada kayu berinteraksi kuat membentuk ikatan hidrogen antar molekul dengan air sehingga menyebabkan penambahan volume kayu. Pertambahan volume menyebabkan pengelupasan permukaan kayu yang diperlihatkan pada Gambar 4.14 kayu murni.



Gambar 4.16 Grafik *antiswelling efficiency*

Anti swelling efficiency (ASE) merupakan nilai yang digunakan untuk menggambarkan kualitas pigmen hematit dalam mempertahankan dimensi kayu (stabilitas). Semakin tinggi nilai ASE maka semakin rendah kemampuan pigmen menyerap gugus air di lingkungan sehingga semakin tinggi stabilitas kayu. Berdasarkan Gambar 4.16 nilai ASE tertinggi dimiliki kayu terpigmentasi hematit sebanyak 30 mg. Semakin banyak pigmen hematit yang digunakan untuk melapisi kayu maka semakin rendah kemampuan kayu menyerap air di lingkungan dan semakin kuat stabilitas kayu.

Pelapisan merupakan salah satu cara untuk mempertahankan dimensi kayu. Pelapisan kayu dengan sherlak ataupun pigmen dapat meningkatkan nilai *anti swelling efficiency* (ASE) kayu karena pigmen memiliki sifat *hiding* (penutup) dan membentuk ikatan *cross link*. *Hiding power* merupakan salah satu sifat yang dimiliki pigmen. Pigmen memiliki partikel-partikel yang mampu menutup pori-pori permukaan kayu sehingga mengurangi interaksi kayu dengan lingkungan. Selain itu, peningkatan nilai *anti swelling efficiency* (ASE) pada kayu juga terjadi akibat interaksi gugus hidroksil kayu dengan pigmen hematit membentuk *cross link* (Gambar 2.9b). Pembentukan *cross link* menyebabkan struktur kayu menjadi kaku dan menurunkan jumlah gugus aktif hidroksil kayu berinteraksi dengan air di lingkungan.

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

Berdasarkan hasil penelitian diketahui bahwa limbah bubuk besi dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan pigmen besi oksida. Hal tersebut merupakan salah satu alternatif untuk mengolah limbah besi yang berpotensi mencemari lingkungan. Menjaga lingkungan menjadi kewajiban bagi setiap muslim, telah dipaparkan dalam surat al-A'raf ayat 74 :

وَادْكُرُوا إِذْ جَعَلْنَاكُمْ خُلَفَاءَ مِنْ بَعْدِ عَادٍ وَبَوَّأْنَاكُمْ فِي الْأَرْضِ أَنْ تَتَّخِذُوا مِنْ سُهُولِهَا قُصُورًا وَتَنْحِتُونَ
الْجِبَالَ بُيُوتًا فَاذْكُرُوا آيَةَ اللَّهِ وَلَا تَعْتُوا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ

Artinya:

“Dan ingatlah ketika Dia menjadikan kamu khalifah-khalifah setelah kaum ‘Ad dan menempatkan kamu di bumi. Di tempat yang datar kamu dirikan istana-istana dan di bukit-bukit kamu pahat menjadi rumah-rumah. Maka ingatlah nikmat-nikmat Allah dan janganlah kamu membuat kerusakan di bumi.”

Menurut tafsir Quraish Shihab dalam ayat tersebut, Allah telah menjadikan manusia sebagai khalifah dan menjadikan bumi sebagai tempat tinggal yang indah. Ayat tersebut juga mempertegas untuk tidak berbuat semena-mena di muka bumi dengan menjadi perusak. Hal tersebut juga diartikan bahwa manusia diberi tugas (kewajiban) untuk menjaga bumi agar tidak terjadi kerusakan. Menurut Yusuf Qardhawi (2002) ada beberapa alasan menjaga lingkungan adalah kewajiban bagi setiap muslim. Pertama, menjaga alam merupakan rekonstruksi dari makna khalifah. Dalam Al-Quran ditegaskan khalifah diciptakan untuk tidak melakukan perusakan dan pertumpahan darah, tetapi untuk membangun kehidupan yang damai, sejahtera, dan penuh keadilan. Kedua, ekologi sebagai doktrin utama (*ushul*) ajaran Islam, yang artinya menempatkan wacana lingkungan pada doktrin utama (*ushul*) ajaran Islam. Ketiga, peduli terhadap lingkungan menjadi kesempurnaan iman seseorang. Keberimanan seseorang tidak hanya diukur dari banyaknya ritual ibadah yang dilakukan, tetapi juga menjaga dan memelihara lingkungan menjadi hal yang fundamental dalam kesempurnaan iman seseorang. Keempat, perusak lingkungan adalah kafir ekologis (*kufir al-bi'ah*). Alam semesta ini merupakan tanda-tanda kebesaran Allah, dengan merusak lingkungan sama halnya ingkar (kafir) terhadap kebesaran Allah. Allah berfirman dalam surat Shaad ayat 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. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena akan masuk neraka.”

Ayat tersebut menerangkan kepada kita bahwa memahami alam secara sia-sia merupakan pandangan orang-orang kafir. Apalagi sampai melakukan kerusakan terhadap alam. Ayat tersebut tidak hanya ditujukan kepada orang-orang yang tidak percaya kepada Allah, tetapi juga ingkar terhadap seluruh nikmat yang diberikanNya kepada manusia termasuk alam semesta ini.

Sintesis pigmen besi oksida dari limbah besi menjadi salah satu upaya dalam menjaga dan melestarikan lingkungan. Pigmen besi oksida diklasifikasikan menjadi 16 senyawa yang memiliki warna yang beragam (Frankel, 2016). Menurut Rahman, dkk. (2013) pigmen oksida besi dikategorikan kedalam *black pigment* (magnetit), *colored pigment* (geothit dan maghemit), dan *metal effect pigment* (hematit). Keberagaman warna telah Allah SWT jelaskan dalam firmannya QS. Fathir ayat 27 :

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُّخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيضٌ وَحُمْرٌ مُّخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ

Artinya :

“Tidakkah kamu melihat bahwasanya Allah menurunkan hujan dari langit lalu Kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya. Dan di antara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada yang hitam pekat”

Tafsir oleh al-Maraghi (1993) menjelaskan surat Fathir ayat 27 menerangkan tentang kesempurnaan dan kekuasaan Allah yang mampu menciptakan bermacam-macam benda dari materi berupa air hujan yang diturunkan. Kalimat *أَلْوَانُهَا* menjelaskan dari air hujan tersebut Allah mengeluarkan buah-buahan yang bermacam-macam dan beragam warna, rasa, serta baunya. Sedangkan kalimat *جُدَدٌ* diartikan sebagai jalan yang bermacam-macam warnanya, dan pada kalimat *وَحُمْرٌ* yang berarti merah sesuai dengan warna pigmen hematit

yang disintesis. Imam farro' berkata arti dari مُخْتَلِفٌ menjadikan bermacam-macam warna, dalam hal itu Allah SWT sesungguhnya menjelaskan bahwa segala sesuatu itu mempunyai perbedaan warna karena keagungan, keadilan atas kekuasaan Allah dan menjadi bukti atas keindahan ciptaanNya supaya kamu berpikir.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan senyawa hasil sintesis dengan perbedaan waktu sonikasi yaitu 30, 60, dan 90 menit memiliki fasa hematit. Ukuran kristal yang dihasilkan senyawa sintesis secara berurutan yaitu 61,3007; 81,6765; 61,2943 nm. Hasil SEM menunjukkan morfologi yang dihasilkan beragam dan distribusi yang tidak merata serta agglomerasi yang meningkat seiring meningkatnya waktu sonikasi. Ukuran partikel yang dihasilkan secara berurutan adalah 72,398; 72,58; 71,872 nm. Hasil EDX menunjukkan sampel masih mengandung pengotor berupa karbon. Berdasarkan hal tersebut, menjadi sebuah pertanda bahwa setiap ciptaan Allah SWT memiliki ukuran-ukuran tertentu. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Al-Furqan ayat 2:

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَمَآ يَتَّخِذُ وَلَدًا وَمَآ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ
فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا

Artinya :

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

Berdasarkan tafsir Quraish Shihab (2003) ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah telah memberikam ukuran dan aturan yang sangat cermat terhadap ciptaan-Nya berupa rahasia-rahasia yang dapat menentukan keberlangsungan tugasnya secara teratur. Dalam ayat ini juga menjelaskan bahawa setiap jenis yang

Allah SWT ciptakan memiliki sifat-sifat yang berbeda. Hal tersebut yang menjelaskan bahwa setiap ukuran yang dimiliki suatu partikel memberikan sifat yang berbeda-beda. Semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan maka semakin baik kualitas pigmen dalam mempertahankan dimensi kayu. Semakin tinggi ukuran atau kadar pigmen yang digunakan untuk melapisi kayu maka semakin rendah daya *swelling* kayu.

Melalui pemaparan diatas kita dapat memahami peran manusia terhadap hubungan dengan lingkungan semesta sangat tegas. Manusia menjadi aktor dominan (*determinant actor*) yang menentukan lingkungan menjadi baik, terawat (*i'mar*), terlindungi atau sebaliknya rusak, tercemar, dan terdegradasi (*fasad*). Dalam Al-Qur'an manusia diciptakan di bumi sebagai khalifah [QS. 2: 30] yang bertugas untuk memanfaatkan, mengolah, dan memelihara alam semesta. Oleh karena itu, sebagai seorang manusia ulul albab maka sangat perlu mengembangkan teknologi yang mampu mengurangi limbah khususnya besi yang berpotensi mencemari lingkungan. Salah satunya cara yaitu dengan mendaur ulang (*recycle*) limbah menjadi pigmen yang berfungsi sebagai *antiswelling* pada kayu. Dengan penelitian yang dilakukan diharapkan dapat memberikan tambahan informasi kepada bidang kimia lingkungan dan khususnya industri pigmen, sehingga mampu mengembangkan pigmen besi oksida dari limbah besi untuk memperkecil potensi pencemaran oleh limbah dan meningkatkan nilai jual limbah.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan dari penelitian, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa proses sonikasi dapat meningkatkan derajat kristanilitas sampel. Derajat kristalinitas tertinggi dengan ukuran kristal terkecil diperoleh pada saat sampel disonikasi selama 90 menit.
2. Nilai warna yang dihasilkan keseluruhan sampel sesuai dengan nilai standar pigmen hematit dan tidak memberikan perbedaan yang signifikan. Nilai L^* dan a^* tertinggi diperoleh pada saat sampel disonikasi selama 30 menit.
3. Hasil karakterisasi SEM-EDX diperoleh morfologi yang beragam dan *agglomerasi* yang meningkat seiring bertambahnya waktu sonikasi. Distribusi diameter dan ukuran partikel terkecil pada saat sampel disonikasi selama 90 menit. Hasil EDX menunjukkan sampel masih mengandung pengotor berupa unsur karbon.
4. Stabilitas kayu terbaik dengan daya *swelling* terendah dan nilai *anti swelling efficiency* (ASE) tertinggi diperoleh pada kayu terpigmentasi hematit dengan jumlah 30 mg.

5.2 Saran

Penelitian sintesis pigmen berbahan dasar limbah bubuk besi perlu dikaji lebih lanjut dalam penggunaan *ultrasonic batch* dengan tingkat energi yang

berbeda serta penggunaan agen pengendap untuk memperoleh nanopartikel terbaik. Selain itu, penggunaan waktu sonikasi dalam sintesis, jumlah serta pelarut pigmen hematit sebagai pelapis pada kayu juga perlu dikaji lebih lanjut untuk meningkatkan stabilitas kayu.



DAFTAR PUSTAKA

- Abdulkadir, I. dan Aliyu, A. B. 2013. Some wet routes for synthesis of hematite nanostructures. *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, Vol. 7, No.3, hlm: 114-121.
- Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nano Sains dan Teknologi*, Vol.2, No.1, hlm: 1-9.
- Alaerts, G. dan Sumestri, S.S. 1987. *Metode Penelitian Air*. Surabaya: Usaha Nasional.
- Andujar, C. B., Ortega, D., Pankhurst, A., Thi, N., dan Thanh, K. 2012. Elucidating the morphological and structural evolution of iron oxide nanoparticles formed by sodium carbonate in aqueous medium. *Journal of Materials Chemistry*, Vol.22, hlm: 12498–12506.
- Anggraeni, N.D. 2008. *Analisa SEM (Scanning Electron Microscopy) dalam Pemantauan Proses Oksidasi Magnetit Menjadi Hematit. Makalah disajikan dalam Seminar Nasional VII Rekayasa dan Aplikasi Teknik Mesin di Industri Kampus*. Bandung: Fakultas Teknologi Nasional. 28-29 Oktober 2008.
- Anggraini.M, M.S., Ramli, dan Hidayanti. 2017. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Kristal Magnetit (Fe_3O_4) Berbahan Mineral Vulkanik dari Gunung Marapi Sumatera Barat. *Pillar of Physics*, Vol.10, hlm: 47–54.
- Ash-Shiddieqy, M.H. 2000. *Tafsir al-Qur'anul Majid An-Nur*. Semarang: PT. Pustaka Rizki Putra.
- Astuti dan Hasanah, A. P. I. 2012. Pengaruh Waktu Pemanasan Terhadap Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 . *Jurnal Ilmu Fisika (JIF)*, Vol.4, No.1, hlm: 20–25.
- Auclair, N., Riedl, B., Blanchard, V., dan Blanchet, P. 2011. Improvement of Photoprotection of Wood Coatings by Using Inorganic Nanoparticles as Ultraviolet Absorbers. *Forest Products Journal*, Vol.61, No.1.
- Buck, E.C., Arey, B.W., Fiskum, S.K., Geeting, J.G.H., Jenson, E.D., Mcnamara, B.K., dan Poloski, A.P. 2003. *Identification of Washed Solids from Hanford Tanks 241-AN-102 and 241-AZ-101 with X-Ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy, and Light-Scattering Particle Analysis*. Richland: WTP Project Report.
- Budi K, Y. 2010. Pembuatan kristal ferro sulfat dari limbah besi bengkel bubut. *Jurnal Kimia dan Teknologi*, Vol.6, No.2, hlm: 76–82.
- Bulychev, N. A., Fomin, V. N., Malyukova, E. B., dan Ur'ev, N. B. 2011. Structure of Adsorption Layers and Conformation Transformations of Ethylhydroxyethylcellulose on Surfaces of Titanium and Iron Oxides. *Russian Journal of Physical Chemistry*, Vol.85, No.1, hlm: 84-88.

- Chabib, M. N. A. 2017. Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Chang, R. 2003. *Kimia Dasar Konsep-konsep Inti Jilid 2, Edisi 3*. Jakarta: Erlangga.
- Cornell, R. M., dan Schwertmann, U. 2003. *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences, and uses (2nd, completely and extended ed ed.)*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Cudennec, Y. dan Lecerf, A. 2006. The Transformation of Ferrihydrite Into Goethite or Hematite, Revisited. *Journal of Solid State Chemistry*, No. 179, hlm: 716-722.
- Das, S., Hendry, M Jim., adn Dughan, J. E. 2011. Transformation of Two-Line Ferrihydrite to Goethite and Hematite as a Function of pH and Temperature. *Environ.Sci.Technol*, Vol. 45, hlm: 268-275.
- Delmifiana, B. dan Astuti. 2013. Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesi dengan Metode Kopresipitasi. *Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas*, Vol.2, No.3.
- Demam, J.M. 1997. *Principles of Food Chemistry, Edisi 3*. Gaithersburg: An Aspen Publication.
- Douglass, M. 1974. *Chemical and Process Technology Encyclopedia*. New York: McGraw Hill Book Company.
- Fatmaliana, A., Rahwanto, A., dan Jalil, Z. 2016. Synthesis and characterization of hematite (Fe_2O_3) extracted from iron ore by precipitation method. *Jurnal Nature* Vol.16, No.1, hlm: 11–12.
- Frankel, R. B. 2016. *Iron Oxides From Nature to Application*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Herdianita, N.R., Ong H.L., Subroto, dan Priadi, B. 1999. Pengukuran Kristalinitas Silika Berdasarkan Metode Difraktometer Sinar-X. *PROC.ITB*, Vol.31, No.1.
- Hua, chia C., Zakaria, S., Farahiyah, R., Khong, L. T., Nguyen, K. L., Abdullah, M., dan Ahmad, S. 2008. Size-controlled Synthesis and Characterization of Fe_3O_4 Nanoparticles by Chemical Coprecipitation Method. *Sains Malaysiana*, Vol.37, No.4, hlm: 389–394.
- Jamaludin, A. dan Adiantoro, D. 2012. *Analisa Kerusakan X-Ray Fluoresence (XRF) Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir*. Banten: BATAN.
- Karami, H. 2010. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles by Solid State Chemical Reaction. *J Clust Sci*, Vol.21, hlm: 11–20.

- Karimi, K., Shafiei, M., dan Kumar, R. 2012. Progress in Physical and Chemical Pretreatment of Lignocellulosic Biomass. *Biofuel Technologie*, 3: 53-96.
- Kartika, D.L dan Pratapa, S. 2014. Sintesis Fe₂O₃ dari Pasir Besi dengan Metode Logam Terlarut Asam Klorida. *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*, Vol.3, No.2, hlm: 33–35.
- Katsuki, H. 2003. Role of α - Fe₂O₃ Morphology on the Color of Red Pigment for Porcelain. *Communication of the American Ceramic Society*, Vol.86, No.1, hlm: 183–185.
- Khalil, M., Yu, J., Liu, N., dan Lee, R. L. 2017. Synthesis and Characterization of hematite nanoparticles Using Ultrasonic Sonochemistry Methode. *International Journal of Technology*, Vol.4, hlm: 582-590.
- Khalil, M., Yu, J., Liu, N., Lee, dan R. L. 2014. Hydrothermal synthesis, characterization , and growth mechanism of hematite nanoparticles. *Journal Nanoparticle Res.*, Vol.16, hlm: 2362.
- Khoiroh, L. M., Mardiana, D., Sabarudin, A., dan Ismuyanto, B. 2013. Synthesis of Hematite Pigments (α - Fe₂O₃) by Thermal Transformations of FeOOH. *Journal Pure Application of Chemistry*, Vol.2, No.1, hlm: 27–34.
- Kisi, E. H. Dan Howard, C. J. 2012. *Applications of neutron powder diffraction*. Oxford University Press.
- Lavrinenko, E. N., Prokopenko, V. A., Lebovka, N. I, dan Mamunya, S. V. 2008. The Effect of Temperature on the Development of Nanosized Nucleus Iron-Oxygen Structures in Fe⁰-H₂O-O₂ Systems. *Colloid journal*, Vol. 70, No. 3: 303-310.
- Legodi, M. A. 2008. *Raman Spectroscopy Applied to Iron Oxide Pigments from Waste Materials and Earthenware Archaeological Objectss*. Pretoria: University of Pretoria.
- Legodi, M. A. dan Waal, D. De. 2007. The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste. *Dyes and Pigments*, Vol.74, hlm: 161-168.
- Lynd, L. R., P.J. Weimer, W. H. van Zyl WH dan I.S. Pretorius. 2002. Microbial Cellulose Utilization: Fundamentals and Biotechnology. *Microbiol. Mol. Biol. Rev.*, Vol.66, No.3, hlm: 506-577.
- Martinez, A., Lobato, M.A.G., dan Perry, D.L. 2009. *Study of the Properties of Iron Oxide Nanostructures*. Dalam A. Barranon (Ed.), *Research in Nanotechnology Developments (hlm. 183-194)*. Coahuila: Nova Science Publishers.
- Mohapatra, M., dan Anand, S. 2010. Synthesis and applications of nano-structured iron oxides / hydroxides – a review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, Vol.2, No.8, hlm: 127–146.

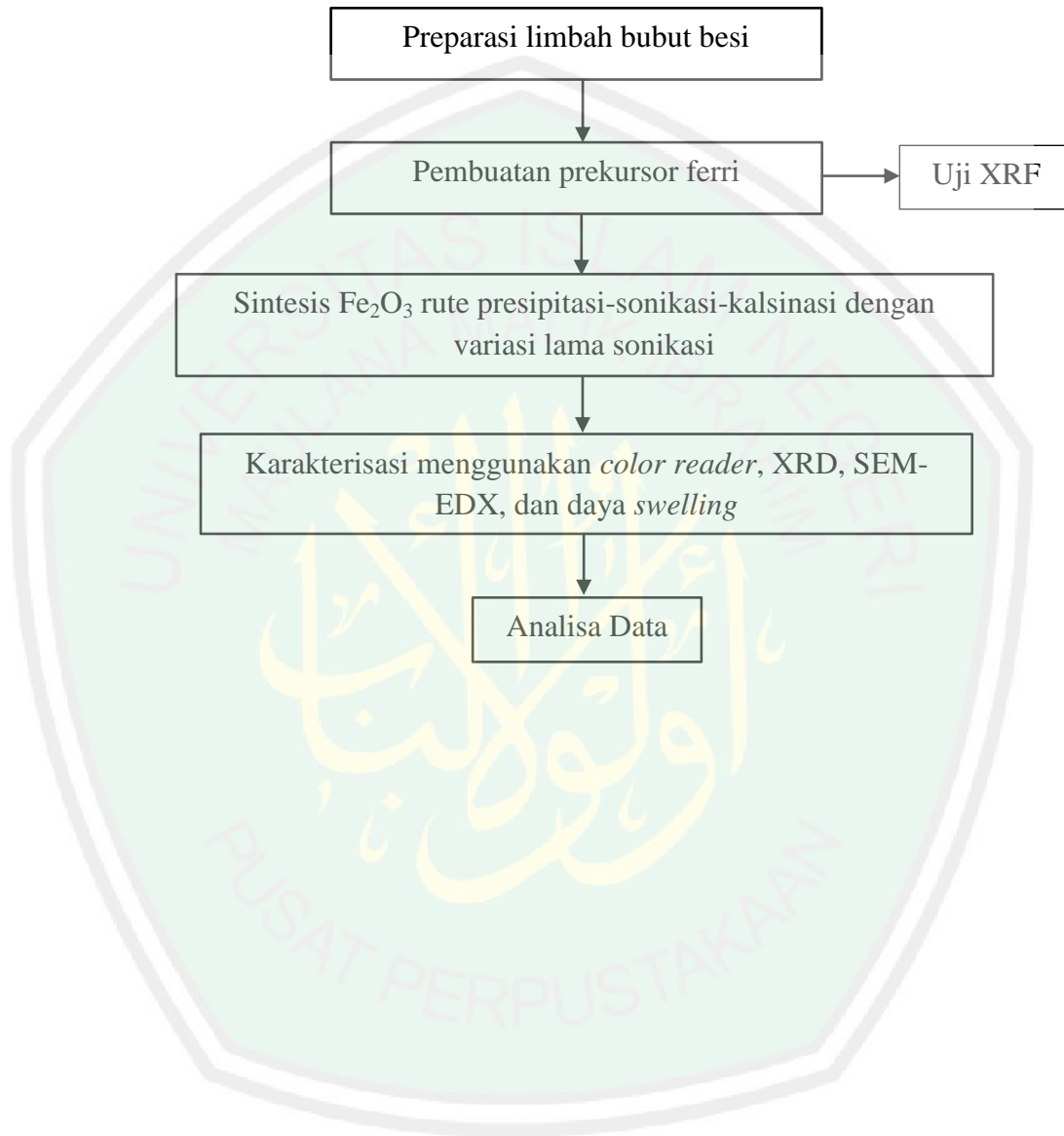
- Morales-morales, J. A. 2017. Synthesis of Hematite α - Fe_2O_3 Nano Powders by the controlled precipitation method. *Ciencia En Desarrollo*, Vol.8, No.1, hlm: 99–107.
- Muller, M., Villalba, J.C., Mariani, F.Q., Dalpasquale, M., Lemos, M.Z., Huila, M.F.G., dan Anaissi, F.J. 2015. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments Through the Method of the Force Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dyes and Pigments*, Vol.120, hlm: 217-278.
- Mulyono. 2006. *Kamus Kimia*. Jakarta: PT. Bumi Aksara.
- Nursa, I., Puryanti, D., dan Budiman, A. 2016. Pengaruh Polietilen Glikol (PEG) Terhadap Ukuran Partikel Magnetit (Fe_3O_4) yang Disintesis dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, Vol.5, No.3, hlm: 209–213.
- Nuzully, S., Kato, T., dan Iwata, S. 2013. Pengaruh Konsentrasi Polyethylene glycol (PEG) pada Sifat Kemagnetan Nanopartikel Magnetik PEG-Coated Fe_3O_4 . *Jurnal Fisika Indonesia*, XVII: 35–40.
- Pailhé, A., N., Wattiaux, Gaudon, M., Demourgues. 2008. Impact of Stuctural Features on Pigment Properties of α - Fe_2O_3 haematite. *Journal of Solid State Chemistr*, Vol.181, hlm: 2697-2704.
- Pasaribu, G., Sipayung, B., dan Pari, G. 2015. Analisis Komponen Kimia Empat Jenis Kayu Asal Sumatera Utara. *Universitas Sumatra Utara*, Vol.1, hlm: 1–11.
- Perdana, Febie A. 2010. Sitiesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe_3O_4 dengan Template PEG-1000. *Jurnal Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*. Surabaya: ITS.
- Pramanik, N. C., Bhuiyan, T. I., Nakanishi, M. F., Tatsuo, T., JunSeok, S. 2005. Synthesis and characterization of Cerium Substituted Hematite by Sol–gel Method. *Materials Letters*, Vol.59, hlm: 3783–3787.
- Quddus, S., Rahman, L., Khanam, J., dan Biswas, B. 2018. Synthesis and Characterization of Pigment Grade Red Iron Oxide from Mill Scale. *Intenational Research Journal of Pure & Applied Chemistry*, Vol.16, No.4, hlm: 1–9.
- Rahman, T. P., Sukarto, A., Rochman, N. T., dan Manaf, A. 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). *Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia*, Vol.3, hlm: 86–89.
- Schmidt, H., Asztalos, A., Bok, A., dan Voigt, W. 2012. New Iron (III) Nitrate Hydrates: $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ with $x = 4, 5$ and 6 . *Acta Crystallographica Section C*. ISSN 0108-2701.

- Schwertmann, U. dan Cornell, R. M. 2000. *Iron Oxides in the Laboratory Preparation and Characterization (2nd, completely and extended ed ed.)*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Septityana, K. D., Rochman, N. T., Prastyo, T., Nugroho, D. W., Ikono, R., dan Novan, N. 2013. Sintesis dan karakterisasi pigmen hematit (α - Fe_2O_3) dari bijih besi alam melalui metode presipitasi. *Youngster Physics Journal*, Vol.1, No.4, hlm: 95–100.
- Setyo, A. Noor. Pengaruh Temperatur pada Proses Kristalisasi Logam Cor. *Jurnal Fakultas Teknik Universitas Tidar Magelang*, Vol.21, No.1, hlm: 17-26.
- Setyowati, A., Hidayah, I.M., dan Suryani, C.L. 2017. Pengaruh Variasi Jenis Pengeringan terhadap Karakteristik Fisik, Kimia dan Antioksidan Tepung Daun Pandan Wangi. *Prosiding Seminar Nasional seri 7 Menuju Masyarakat Madani dan Lestari*. Fakultas Agroindustri Universitas Mercu Buana Yogyakarta.
- Shankaran, Dheshingh R. 2018. Application of Nanomaterials Chapter 14: Cellulose Nanocrystals for Health Care Applications. *Book*. India: University of Madras.
- Shevell, S.K. 2003. The Science of Color. *ELSEVIER, Departments of Psychology and Ophthalmology & Visual Science University of Chicago*.
- Shihab, Quraish, M. 2003. *Tafsir ak-Misbah: Kesan dan Kesorasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sobirin, M., Fitriawan, M., Zannah, R., Puspitarini, Y., Saputra, F., dan Putro, A. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja (mill scale) dengan Metode laux. *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika*, Vol.2, hlm: 2–5.
- Sunardi, Prasadja, M. E, dan Sembiring, F. 2015. Sintesis Ferri Klorida dari Scrap Besi Bengkel Bubut. *Ekosains, VII*, Vol.2, hlm: 117–120.
- Suyanti., Purwani, M.V., dan Aw, M. 2008. Peningkatan Neodimium Secara Proses Pengendapan Bertingkat Memakai Amonia. *Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir*; Yogyakarta, 25-26 Agustus 2008. Batan: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan. Hlm:429-438.
- Tadić, M., Ćitakovic, N., Panjan, M., Stojanović, Z., Marković, D., dan Spasojević, V. 2011. Synthesis, morphology, microstructure and magnetic properties of hematite submicron particles. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol.509, hlm: 7639-7644.
- Tanner, A. O. 2010. *Iron Oxide Pigment*. U.S Geological Survey.

- Taurozzi, J.S., Hackley, V.A., dan Wiesner, M.R. 2010. Ultrasonic Dispersion of Nanoparticles for Environmental, Health, and Safety Assessment-Issues and Recommendations. *Nanotoxicology*, hlm:1-19.
- Tian, G., Wang, W., Wang, D., Wang, Q., dan Wang, A. 2017. Novel environment friendly inorganic red pigments based on attapulgite. *Powder Technology*, Vol.315, hlm: 60–67.
- Verink, E.D. 2000. *Uhlig's Corrosion Handbook, Second Edition* (R. Winston, Ed.). Florida: John Wiley dan Sons, Inc.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Jilid 1*. Jakarta: PT. Kalman Media Pusaka.
- Vujtek, M., Zboril, R., Kubinek, R., dan Mashlan, M. 2003. Ultrafine Particles of Iron (III) Oxides by View of AFM–Novel Route for Study of Polymorphism in Nano-World. *Science, Technology and Education of Microscopy*, Vol.1, hlm:1–8.
- Wang, H. dan Sohn, H. Y. 2011. Effects of Firing and Reduction Conditions on Swelling and Iron Whisker Formation during the Reduction of Iron Oxide Compact. *ISIJ International*, Vol.51, No.6, hlm: 906-912.
- Wang, W. H., Zhang, Z. M., Wang, Q. W., dan Cui, Y. Z. 2011. Application of Organic and Inorganic Dye to Wood Plastic Composite. *Advanced Materials Research*, hlm: 183–185.
- Wang, Y., Cao, J., Wang, S., Guo, X., Zhang, J., Xia, H., Wu, S. 2008. Facile Synthesis of Porous α - Fe_2O_3 Nanorods and Their Application in Ethanol Sensors. *J. Phys. Chem. C*, Vol.112, hlm: 17804–17808.
- Wasito, B., dan Biyantoro, D. 2009. Optimasi Proses Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Pasir Senotim dan Analisis Produk dengan Spektrometer Pendar Sinar-X. *Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir*, hlm: 677–686.
- West, A. R. 2014. *Solid State Chemistry and its Applications*. John Wiley & Sons.
- Winarno, F.G. 2002. *Fisiologi Lepas Panen Produk Hortikultura*. Bogor: M-Brio Press.
- Wu, W., Wu, Z., Yu, T., Jiang, C., dan, dan Kim, W.S. 2015. Recent progress on magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis , surface functional strategies and biomedical applications. *Scienc and Technology of Advanced Materials*, Vol.16.
- Zhang, Z., Du, H., Wang, W., dan Wang, Q. 2010. Property changes of wood-fiber/HDPE composites colored by iron oxide pigments after accelerated UV weathering. *Journal of Forestry Research*, Vol.21, No.1, hlm: 59–62.

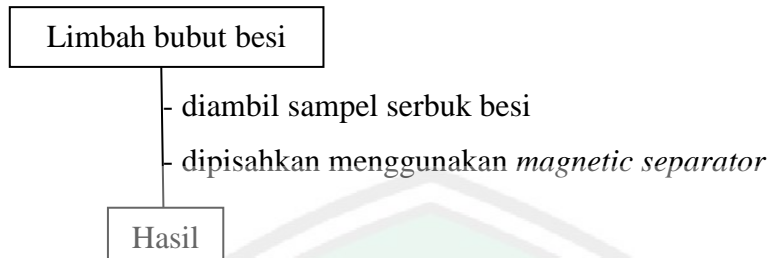
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan penelitian

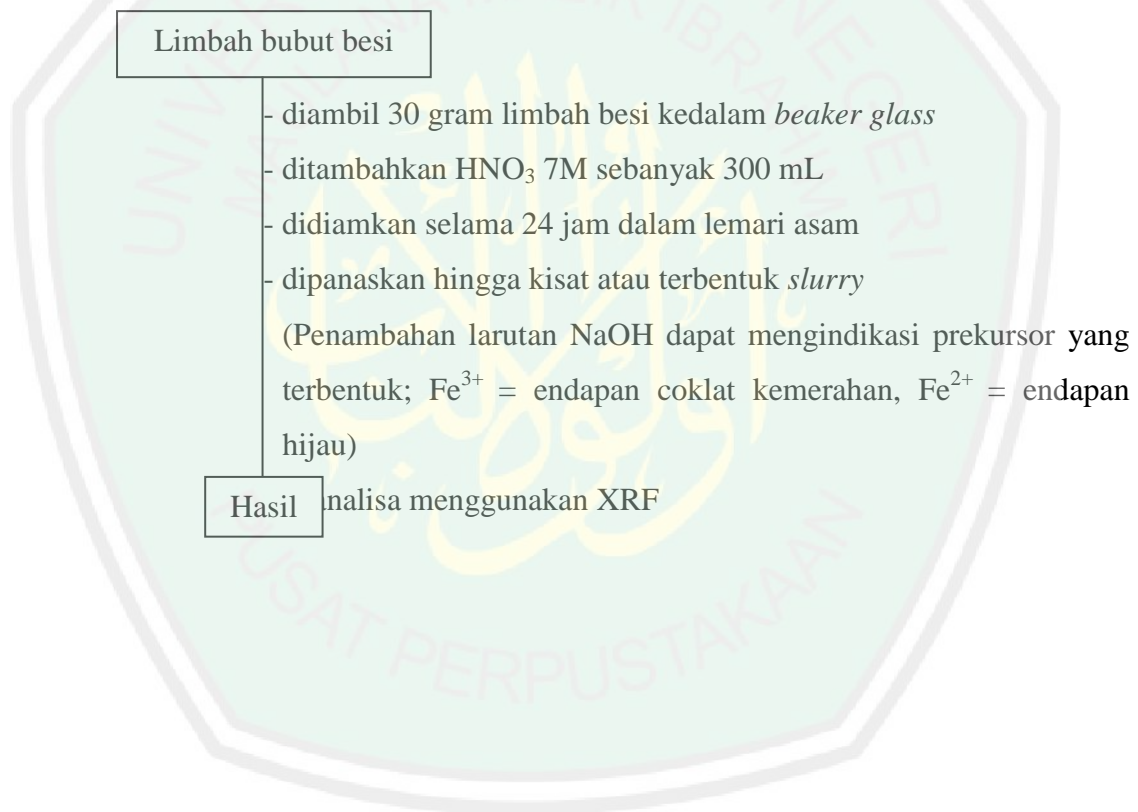


Lampiran 2. Diagram alir

2.1 Preparasi Sampel



2.2 Pembuatan Prekursor Ferri



2.3 Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃) Rute Presipitasi-Sonikasi-Kalsinasi



2.4 Uji Daya Swelling

Pigmen Hasil Sintesis Terbaik

- diambil sebanyak 10 mg
- dilarutkan dalam 1 mL campuran sherlak : metanol (1 gram : 10 mL)
- dipigmentasi ke 2 balok kayu ukuran $\pm (1 \times 1 \times 0.5)$ cm
- direndam dalam air dengan interval waktu 2, 4, 6, dan 8 hari
- diukur volume menggunakan jangka sorong dan penampakan permukaan kayu dengan mikroskop optik sebelum dan sesudah perendaman
- dilakukan hal yang sama dengan variasi konsentrasi pigmen 20 dan 30 mg

Hasil

Lampiran 3. Perhitungan preparasi bahan

3.1 Larutan HNO₃ 7 M

$$\text{BJ HNO}_3 = 1,4 \text{ g/mL}$$

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

$$\begin{aligned} \text{Molaritas} &= \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{v} \\ &= \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{m/\rho} \\ &= \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000 \rho}{m} \\ &= \frac{\frac{65}{100} \times 1000 \times \rho}{\text{Mr}} \\ &= \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ g/mL}}{63 \text{ g/mol}} \\ &= 14,444 \text{ M} \end{aligned}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,444 \text{ M} \times V_1 = 7 \text{ M} \times 300 \text{ mL}$$

$$V_1 = 145,39 \text{ mL}$$

3.2 Larutan HNO₃ 0.01 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,444 \text{ M} \times V_1 = 0,1 \text{ M} \times 450 \text{ mL}$$

$$V_1 = 3,1155 \text{ mL}$$

3.3 Larutan NaOH 2 M sebanyak 100 mL

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

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

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

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

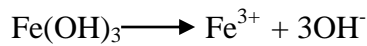
$$\text{mol} = \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}}$$

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

$$m = 8 \text{ gram}$$

3.4 Perhitungan Nilai Qc Proses Presipitasi

Ksp standar $\text{Fe}(\text{OH})_3 = 1,1 \times 10^{-36}$ (Chang, 2003)



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

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

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

$$= 27s^4$$

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

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

pH diatur menjadi 6 \longrightarrow $\text{pOH} + \text{pH} = 14$

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

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

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

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

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

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

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

Jika $Q = 0,45 \times 10^{-33} > K_{sp} = 1,1 \times 10^{-36}$ maka larutan lewat jenuh

(mengendap)

Lampiran 4. Karakterisasi XRF

08-apr-2019 13:52:23

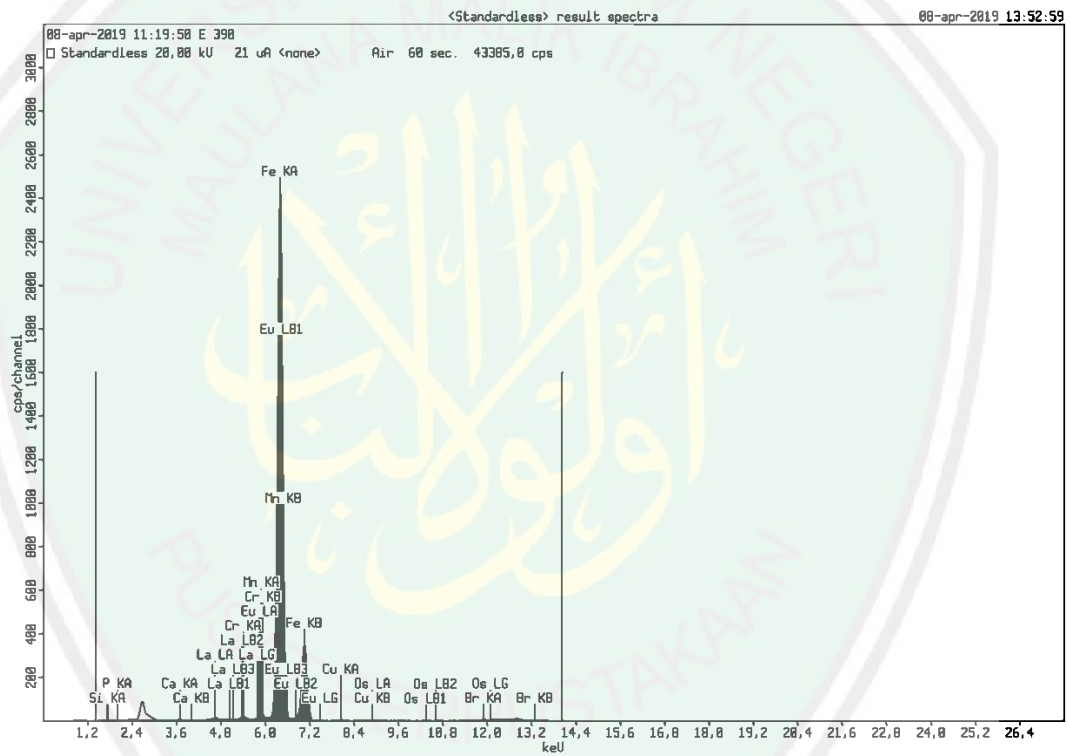
Sample results

Page 1

Sample ident	
E	390

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	08-apr-2019 11:19:50
Position	1

Compound	Si	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Cu	Br	La	Eu	Os
Conc	0,49	0,21	0,12	0,24	0,54	96,58	0,22	0,51	0,06	0,76	0,25
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

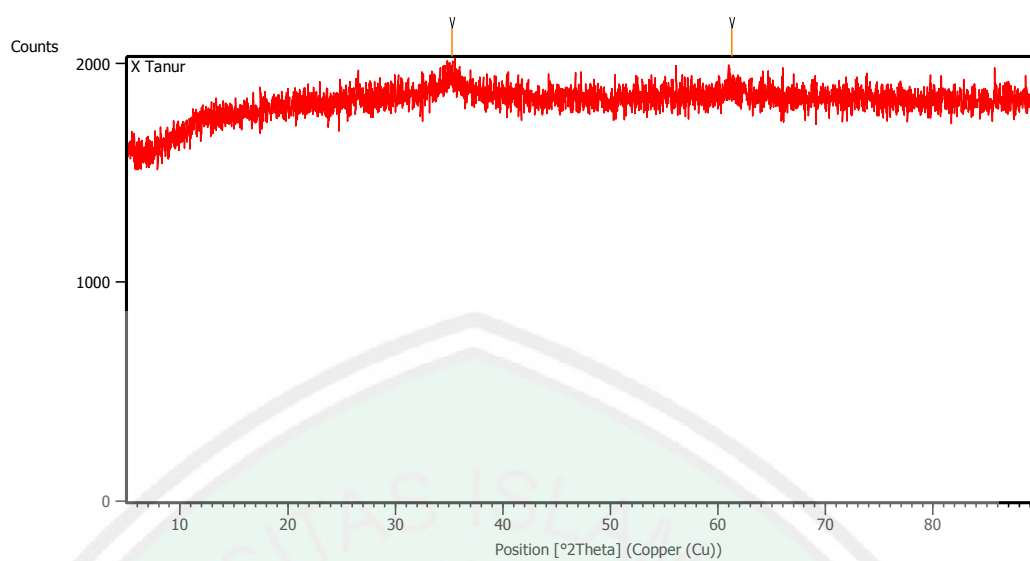


Lampiran 5. Karakterisasi XRD

5.1 Sampel setelah presipitasi

Measurement Conditions:

Dataset Name	X Tanur
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian 2019\Juli\Dewi
Elok\X Tanur\X Tanur.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	7/30/2019 3:02:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	24.7500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes



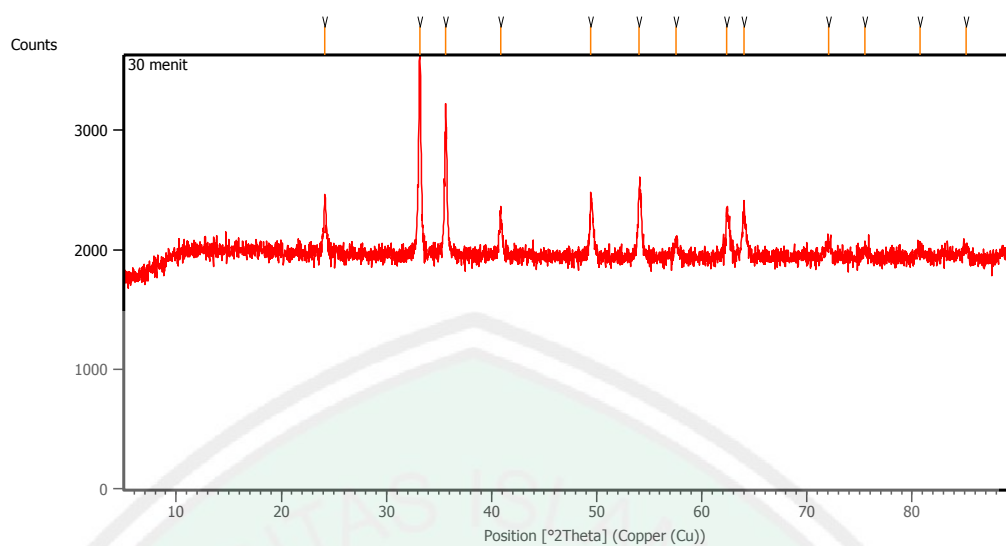
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
35.2602	122.84	0.0900	2.54333	99.79
61.3154	123.10	0.0900	1.51066	100.00

5.2 Pigmen Hematit 30 menit Sonikasi

Measurement Conditions:

Dataset Name	30 menit
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian 2019\Juli\Dewi Elok\30 menit\30 menit.xrdml
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=1/15/2016 11:44:36 AM
	Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
	Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
	Diffractometer system=XPERT-PRO
	Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 20-80 Scan Lambat.xrdmp, Identifier={F45E8C90-9570-477D-8858-9DAB1097313F}
Measurement Date / Time	7/30/2019 12:43:28 PM
Operator	Institut Teknologi
Raw Data Origin	XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	24.7650
Scan Type	Continuous
PSD Mode	Scanning
PSD Length [°2Th.]	2.12
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2177
Specimen Length [mm]	10.00
Measurement Temperature [°C]	25.00
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	0000000011119014
Diffractometer Number	0
Goniometer Radius [mm]	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	100.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes



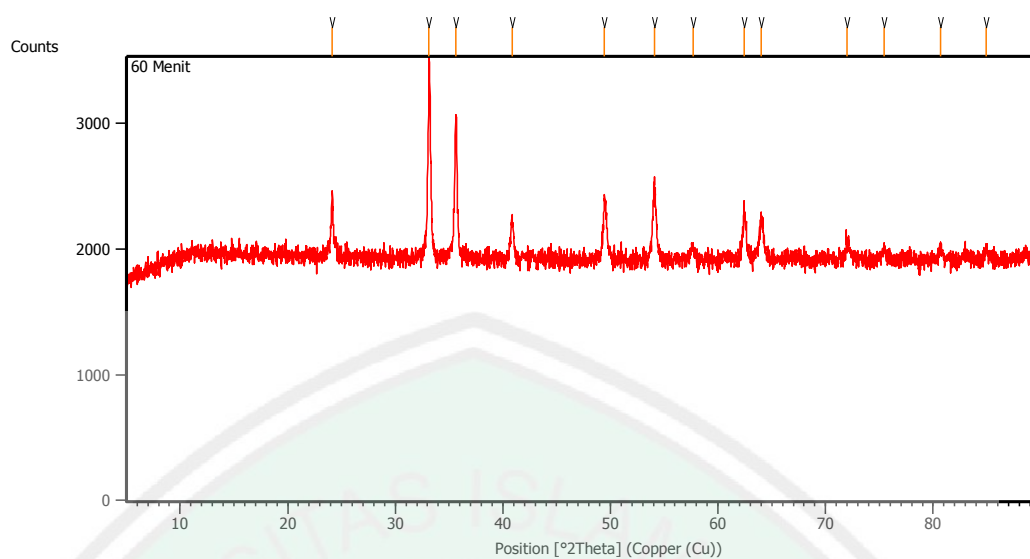
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.1317	485.25	0.1004	3.68807	29.79
33.2095	1628.65	0.1338	2.69778	100.00
35.6304	1218.42	0.1338	2.51983	74.81
40.8493	382.09	0.1338	2.20914	23.46
49.4592	504.47	0.2342	1.84286	30.97
54.0579	594.89	0.2007	1.69645	36.53
57.5560	159.90	0.2676	1.60139	9.82
62.3914	397.65	0.1673	1.48840	24.42
63.9983	343.09	0.2007	1.45485	21.07
72.0536	107.49	0.4015	1.31075	6.60
75.5110	72.38	0.8029	1.25910	4.44
80.7703	59.59	0.8029	1.18986	3.66
85.1100	67.84	0.4015	1.13994	4.17

5.3 Pigmen Hematit 60 menit Sonikasi

Measurement Conditions:

Dataset Name	60 Menit
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian 2019\Juli\Dewi
Elok\60 Menit\60 Menit.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	7/30/2019 1:36:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	24.7500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes



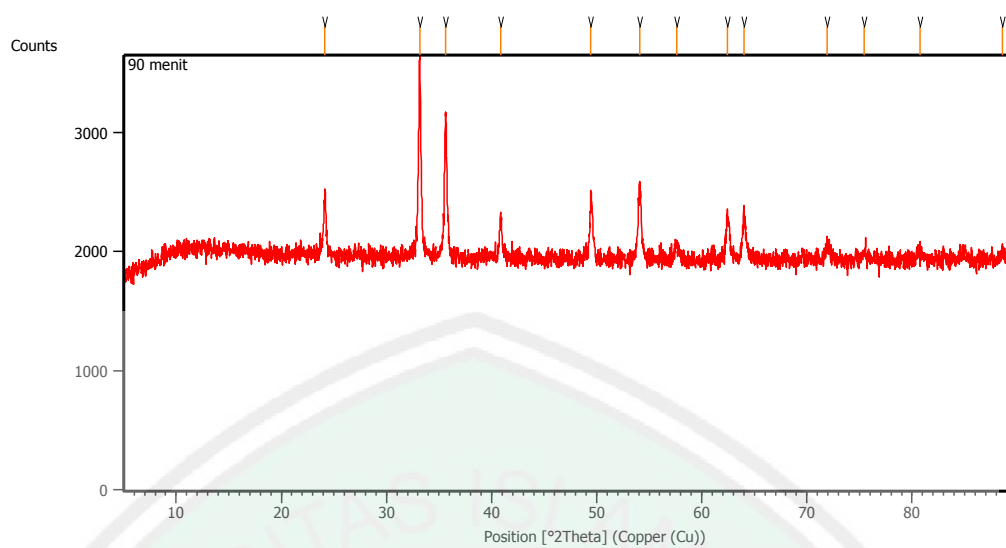
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.1290	524.17	0.0836	3.68847	32.40
33.1294	1617.84	0.1004	2.70411	100.00
35.6584	1109.41	0.1338	2.51791	68.57
40.8552	342.23	0.1171	2.20884	21.15
49.4565	490.04	0.1673	1.84296	30.29
54.0653	595.03	0.0836	1.69624	36.78
57.6782	96.09	0.4015	1.59829	5.94
62.4333	424.33	0.1004	1.48750	26.23
64.0018	308.30	0.3011	1.45478	19.06
72.0237	110.32	0.4015	1.31122	6.82
75.4689	61.93	0.8029	1.25970	3.83
80.7051	81.60	0.4015	1.19066	5.04
84.9577	84.34	0.4015	1.14159	5.21

5.4 Pigmen Hematit 90 menit Sonikasi

Measurement Conditions:

Dataset Name	90 menit
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian 2019\Juli\Dewi
Elok\90 menit\90 menit.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	7/30/2019 1:03:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	24.7500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes



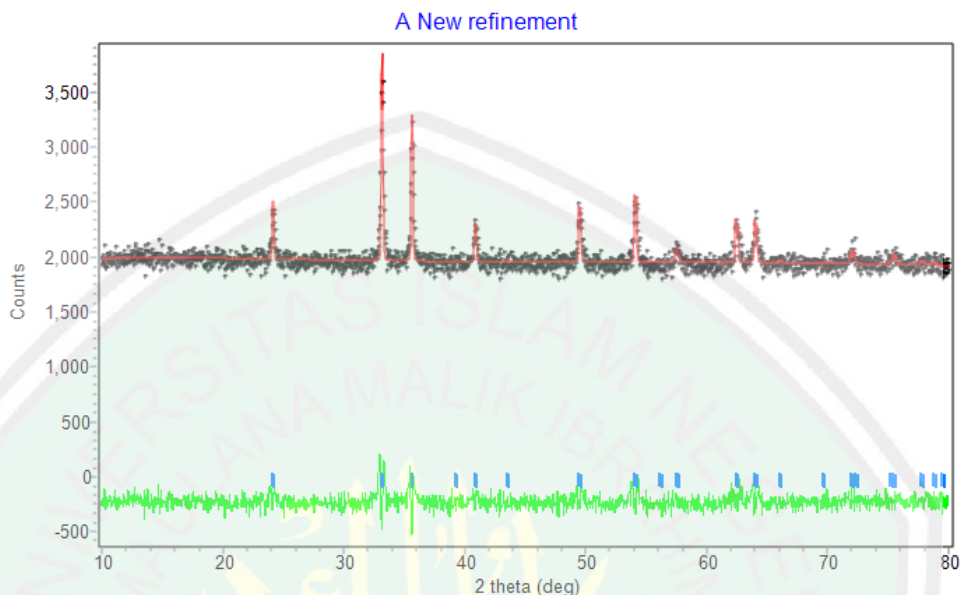
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.1589	529.57	0.1338	3.68397	31.46
33.1806	1683.38	0.1338	2.70006	100.00
35.6057	1205.66	0.1171	2.52152	71.62
40.8773	343.58	0.2007	2.20770	20.41
49.4494	552.25	0.1673	1.84320	32.81
54.0944	616.58	0.2676	1.69539	36.63
57.6223	119.20	0.4015	1.59971	7.08
62.4280	362.87	0.2007	1.48762	21.56
64.0338	358.11	0.2342	1.45413	21.27
71.9530	118.94	0.4015	1.31234	7.07
75.4208	79.61	0.4015	1.26038	4.73
80.7619	51.51	0.8029	1.18996	3.06
88.6085	72.72	0.4015	1.10375	4.32

Lampiran 6. Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program

Rietica

6.1 Sampel setelah presipitasi



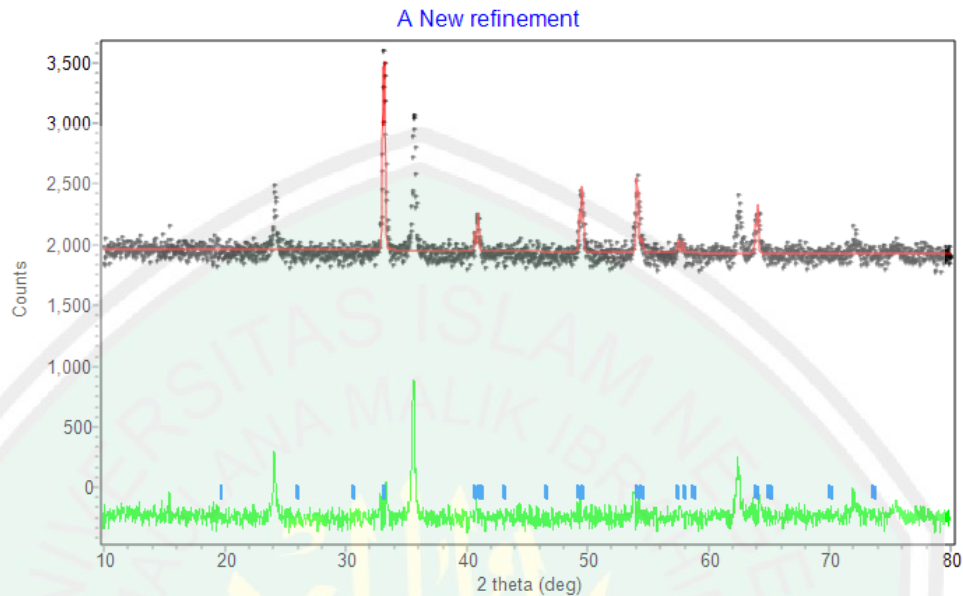
```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000  0.000000  0.000000
CELL PARAMETERS = 5.037504  0.000000  0.000331
                  5.037504  0.000000  0.000331
                  13.753325  0.000000  0.001269
                  90.000008  0.000000  0.000000
                  90.000008  0.000000  0.000000
                  120.000008  0.000000  0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.229  0.229  0.073  90.000  90.000  60.000
CELL VOLUME = 302.251923  0.039555
SCALE * VOLUME = 3.022519  0.000396
MOLECULAR WEIGHT = 0.000
DENSITY = 0.000
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
| N-P | | | | | | | | |
+-----+
| 1 | 2.24 | 2.81 | 3.65 | 6.10 | 1.42 | ***** | 1.527 | 2093 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
| CONDITION |
+-----+

```

| 0.9301E+05| 0.4159E+07| 0.4159E+07| 0.1044E+08| 0.3930E+01| 0.7752E+02 |
+-----+

6.2 Sampel Kalsinasi 30 menit Sonikasi



Phase: 1

PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000
 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
 CELL PARAMETERS = 6.641081 0.000002 0.003331
 6.641081 0.000002 0.003331
 13.056124 0.000000 0.005121
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 120.000000 -0.000008 0.000000
 RECIPROCAL CELL = 0.174 0.174 0.077 90.000 90.000 60.000
 CELL VOLUME = 498.680603 0.404212
 SCALE * VOLUME = 4.986806 0.004042
 MOLECULAR WEIGHT = 0.000
 DENSITY = 0.000

-----+

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght
1	2.52	3.82	5.40	14.75	1.44	*****	0.853

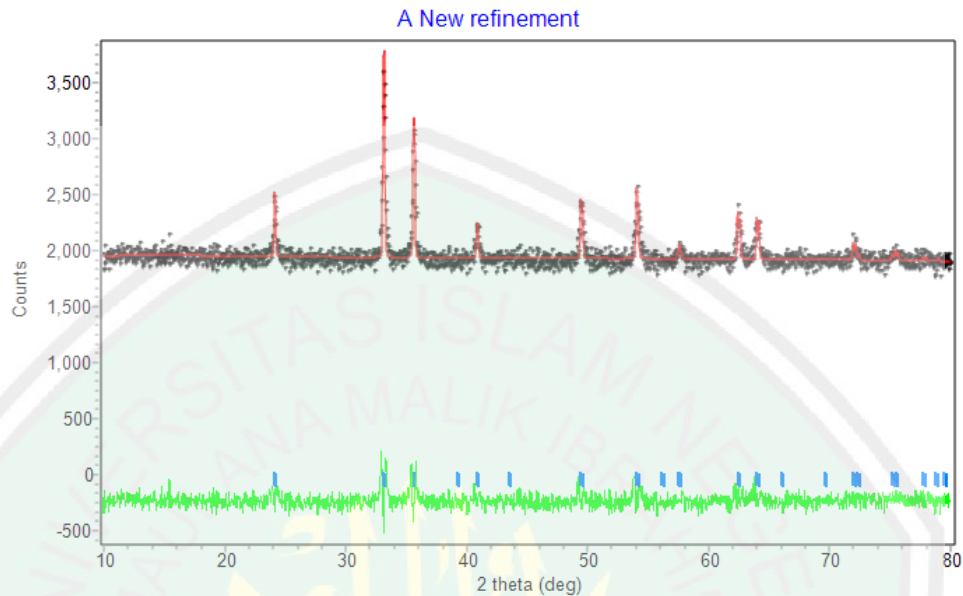
-----+

SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION

-----+

| 0.1037E+06| 0.4109E+07| 0.4109E+07| 0.1013E+08| 0.7081E+01| 0.1338E+15 |
+-----+

6.3 Sampel Kalsinasi 60 menit Sonikasi



Phase: 1

PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000
 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
 CELL PARAMETERS = 5.034200 0.000000 0.000000
 5.034200 0.000000 0.000000
 13.746000 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 120.000008 0.000000 0.000000
 RECIPROCAL CELL = 0.229 0.229 0.073 90.000 90.000 60.000
 CELL VOLUME = 301.694885 0.000000

+-----+

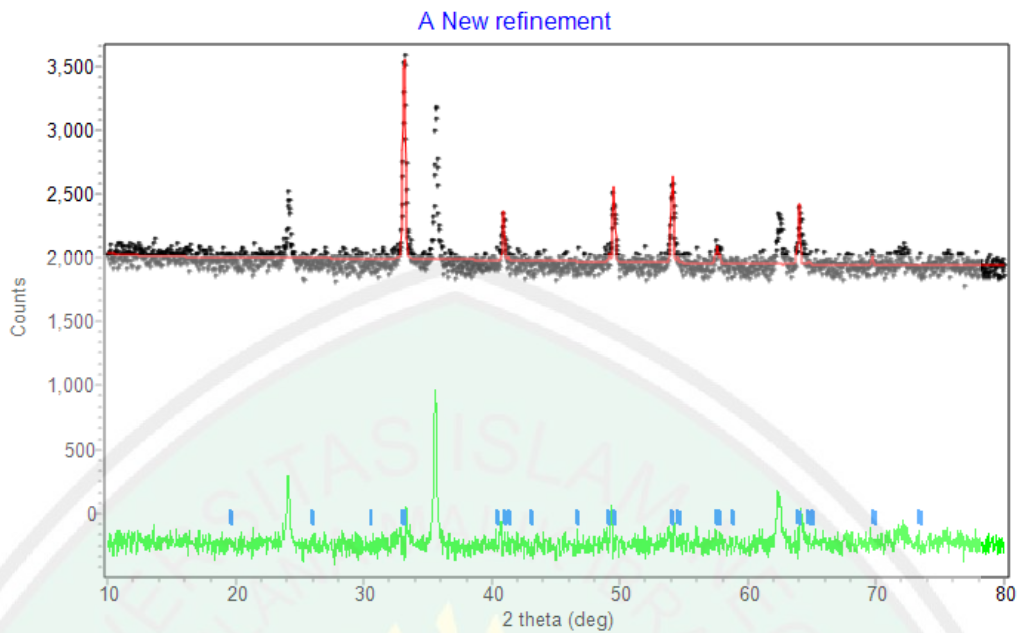
Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	2.18	2.81	3.55	6.21	1.44	*****	1.559	2090

+-----+

SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION
0.8955E+05	0.4109E+07	0.4109E+07	0.1013E+08	0.3830E+01	0.4984E+12

+-----+

6.5 Sampel Kalsinasi 90 menit Sonikasi



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000  0.000000  0.000000
CELL PARAMETERS    = 6.626180  0.000002  0.003920
                    6.626180  0.000002  0.003920
                    13.100387 -0.000004  0.005449
                    90.000008  0.000000  0.000000
                    90.000008  0.000000  0.000000
                    120.000000  0.000000  0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.174  0.174  0.076  90.000  90.000  60.000
CELL VOLUME       = 498.128235  0.465422
SCALE * VOLUME    = 4.981282  0.004654
MOLECULAR WEIGHT  = 0.000
DENSITY           = 0.000
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
N-P |
+-----+
| 1 | 2.59 | 3.91 | 5.61 | 15.64 | 1.40 |*****| 0.771 | 2090 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.1081E+06 | 0.4166E+07 | 0.4166E+07 | 0.1059E+08 | 0.7728E+01 | 0.7596E+15 |
+-----+

```

Lampiran 7. Perhitungan *Crystallite Size* Hematit

Perhitungan *crystallite size* hematit menggunakan persamaan Debye-Scherrer (persamaan 3.3). Berikut merupakan nilai hasil analisa yang diperlukan untuk menentukan ukuran kristal:

Sampel	Pos. [°2Th.]	FWHM Left [°2Th.]
Ferrihydrit	35,2602	0,0900
	61,3154	0,0900
Hematit 30 menit	33,2095	0,1338
	35,6304	0,1338
	54,0579	0,2007
Hematit 60 menit	33,1294	0,1004
	35,6584	0,1338
	54,0653	0,0836
Hematit 90 menit	33,1806	0,1338
	35,6057	0,1171
	54,0944	0,2676

7.1 Ferrihydrit

- Pos. [°2Th.] : 35,2602

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

$$\beta (\text{FWHM}) : 0,09^\circ \longrightarrow \frac{0,09}{180} \times 3,14 = 0,000159236$$

$$2\theta : 35,2602 \longrightarrow \frac{35,2602}{2} = 17,6301$$

$$\text{Cos } \theta : 0,953$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,000159236 \times 0,953} = 9035,384596 \text{ \AA} = 90,35 \text{ nm}$$

- Pos. [°2Th.] : 61,3154

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

$$\beta (\text{FWHM}) : 0,09^\circ \longrightarrow \frac{0,09}{180} \times 3,14 = 0,000159236$$

$$2\theta \quad : 61,3154 \longrightarrow \frac{61,3154}{2} = 30,6577$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,86023$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,000159236 \times 0,86023} = 10009,7899 \text{ \AA} = 100,09 \text{ nm}$$

7.2 Hematit 30 menit

- Pos. [$^{\circ}2\theta$.] : 33,2095

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

$$\beta \text{ (FWHM)} : 0,1338^{\circ} \longrightarrow \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,002334067$$

$$2\theta \quad : 33,2095 \longrightarrow \frac{33,2095}{2} = 16,60475$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,9583$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,002334067 \times 0,9583} = 613,0066 \text{ \AA} = 61,30066 \text{ nm}$$

- Pos. [$^{\circ}2\theta$.] : 35,6304

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

$$\beta \text{ (FWHM)} : 0,1338^{\circ} \longrightarrow \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,002334067$$

$$2\theta \quad : 35,6304 \longrightarrow \frac{35,6304}{2} = 17,8152$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,952$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,002334067 \times 0,952} = 617,0632687 \text{ \AA} = 61,70633 \text{ nm}$$

- Pos. [$^{\circ}2\theta$.] : 54,0579

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

$$\beta (\text{FWHM}) : 0,2007^{\circ} \longrightarrow \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035011$$

$$2\theta : 54,0579 \longrightarrow \frac{54,0579}{2} = 27,02895$$

$$\text{Cos } \theta : 0,8908$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,0035011 \times 0,8908} = 439,6379523 \text{ \AA} = 43,9638 \text{ nm}$$

7.3 Hematit 60 menit

- Pos. [$^{\circ}2\theta$.] : 33,1294

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

$$\beta (\text{FWHM}) : 0,1004^{\circ} \longrightarrow \frac{0,1004}{180} \times 3,14 = 0,001751422$$

$$2\theta : 33,1294 \longrightarrow \frac{33,1294}{2} = 16,5647$$

$$\text{Cos } \theta : 0,9585$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,001751422 \times 0,9585} = 816,7646391 \text{ \AA} = 81,6765 \text{ nm}$$

- Pos. [$^{\circ}2\theta$.] : 35,6584

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

$$\beta (\text{FWHM}) : 0,1338^{\circ} \longrightarrow \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,002334067$$

$$2\theta : 35,6584 \longrightarrow \frac{35,6584}{2} = 17,8292$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,952$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,002334067 \times 0,952} = 617,0632687 \text{ \AA} = 61,70633 \text{ nm}$$

○ Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] : 54,0653

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

$$\beta \text{ (FWHM)} : 0,0836^{\circ} \longrightarrow \frac{0,0836}{180} \times 3,14 = 0,001458356$$

$$2\theta \quad : 54,0653 \longrightarrow \frac{54,0653}{2} = 27,03265$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,8907$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,001458356 \times 0,8907} = 1055,565 \text{ \AA} = 105,5565 \text{ nm}$$

7.4 Hematit 90 menit

○ Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] : 33,1806

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

$$\beta \text{ (FWHM)} : 0,1338^{\circ} \longrightarrow \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,002334067$$

$$2\theta \quad : 33,1806 \longrightarrow \frac{33,1806}{2} = 16,5903$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,9584$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,002334067 \times 0,9584} = 612,94265 \text{ \AA} = 61,29426 \text{ nm}$$

○ Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] : 35,6057

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

$$\beta (\text{FWHM}) : 0,1171^\circ \longrightarrow \frac{0,1171}{180} \times 3,14 = 0,002042744$$

$$2\theta : 35,6057 \longrightarrow \frac{35,6057}{2} = 16,5903$$

$$\text{Cos } \theta : 0,9521$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,002042744 \times 0,9521} = 704,990552 \text{ \AA} = 70,49906 \text{ nm}$$

○ Pos. [$^{\circ}2\theta$.] : 54,0944

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

$$\beta (\text{FWHM}) : 0,2676^\circ \longrightarrow \frac{0,2676}{180} \times 3,14 = 0,004668133$$

$$2\theta : 54,0944 \longrightarrow \frac{54,0944}{2} = 27,0472$$

$$\text{Cos } \theta : 0,8906$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{COS } \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,004668133 \times 0,8906} = 329,80251 \text{ \AA} = 32,98025 \text{ nm}$$

Lampiran 8. Karakterisasi *Color Reader*

Tabel L.2 Hasil analisis warna sampel

Sampel	L	a+	b+	C*	H°
Standar Ferrihidrit	23-56			10-39	44-63
Setelah Presipitasi	45,1	6,2	12,5	13,953	63,618
Standar Hematit	25-45			9-42	21-57
Setelah Kalsinasi 30 menit Sonikasi	41,8	13,6	13,7	19,304	45,21
Setelah Kalsinasi 60 menit Sonikasi	41,5	13,3	14	19,31	46,469
Setelah Kalsinasi 90 menit Sonikasi	40,9	12,9	13,6	18,745	46,513

8.1 Perhitungan Nilai C* dan H°

1. Sampel setelah presipitasi

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(6,2)^2 + (12,5)^2]^{1/2} & H^\circ &= \tan^{-1}(12,5/6,2) \\
 &= [38,44 + 156,25]^{1/2} & &= \tan^{-1}(2,01613) \\
 &= [194,69]^{1/2} & &= 63,618 \\
 &= 13,953
 \end{aligned}$$

2. Sampel setelah kalsinasi 30 menit sonikasi

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(13,6)^2 + (13,7)^2]^{1/2} & H^\circ &= \tan^{-1}(13,7/13,6) \\
 &= [184,96 + 187,69]^{1/2} & &= \tan^{-1}(1,00735) \\
 &= [372,65]^{1/2} & &= 45,21 \\
 &= 19,304
 \end{aligned}$$

3. Sampel setelah kalsinasi 30 menit sonikasi

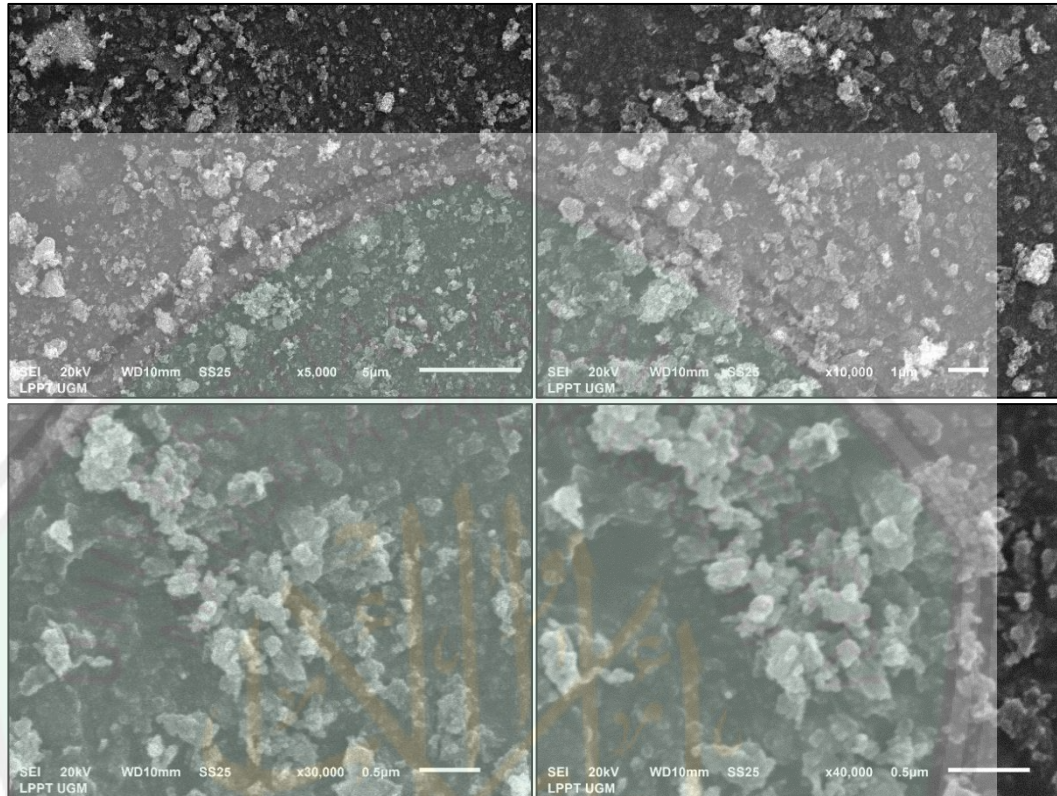
$$\begin{aligned}
 C^* &= [(13,3)^2 + (14)^2]^{1/2} & H^\circ &= \tan^{-1}(14/13,3) \\
 &= [176,89 + 196]^{1/2} & &= \tan^{-1}(1,0526) \\
 &= [372,89]^{1/2} & &= 46,469 \\
 &= 19,31
 \end{aligned}$$

4. Sampel setelah kalsinasi 30 menit sonikasi

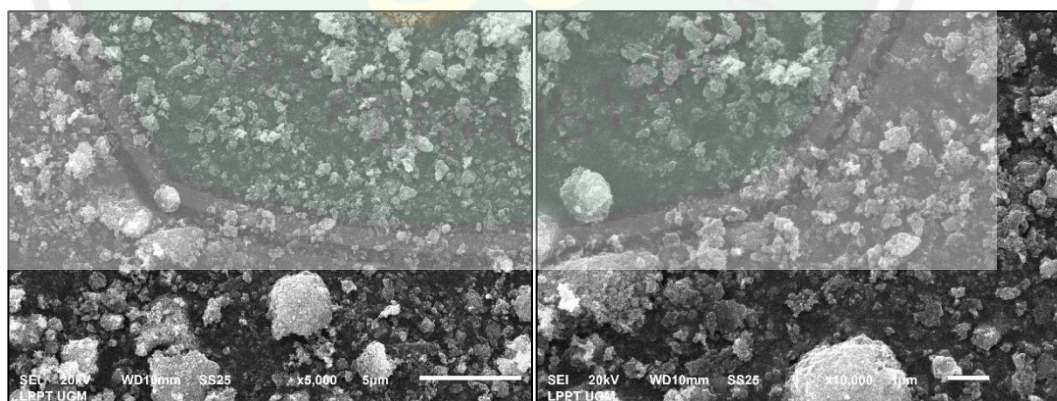
$$\begin{aligned}
 C^* &= [(12,9)^2 + (13,6)^2]^{1/2} & H^\circ &= \tan^{-1}(13,6/12,9) \\
 &= [166,41 + 184,96]^{1/2} & &= \tan^{-1}(1,05426) \\
 &= [351,37]^{1/2} & &= 46,513 \\
 &= 18,746
 \end{aligned}$$

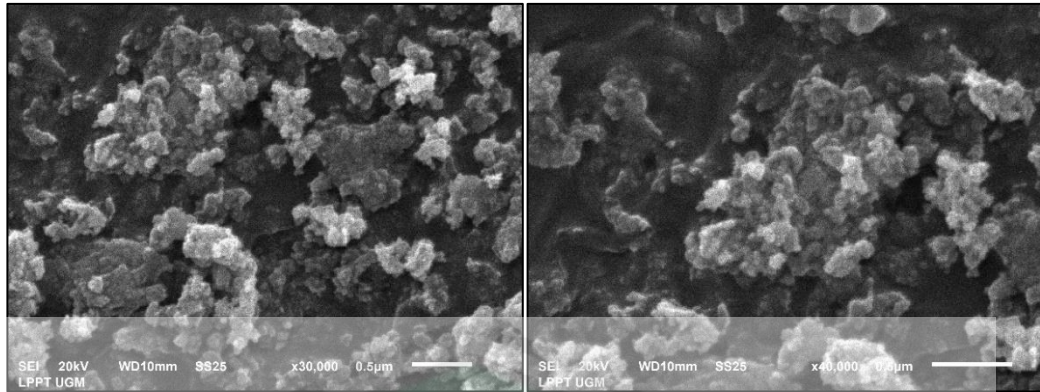
Lampiran 9. Karakterisasi SEM-EDX

9.1 Hasil SEM Sampel Sonikasi 30 menit Perbesaran 5000x, 10000x, 30000x, dan 40000x

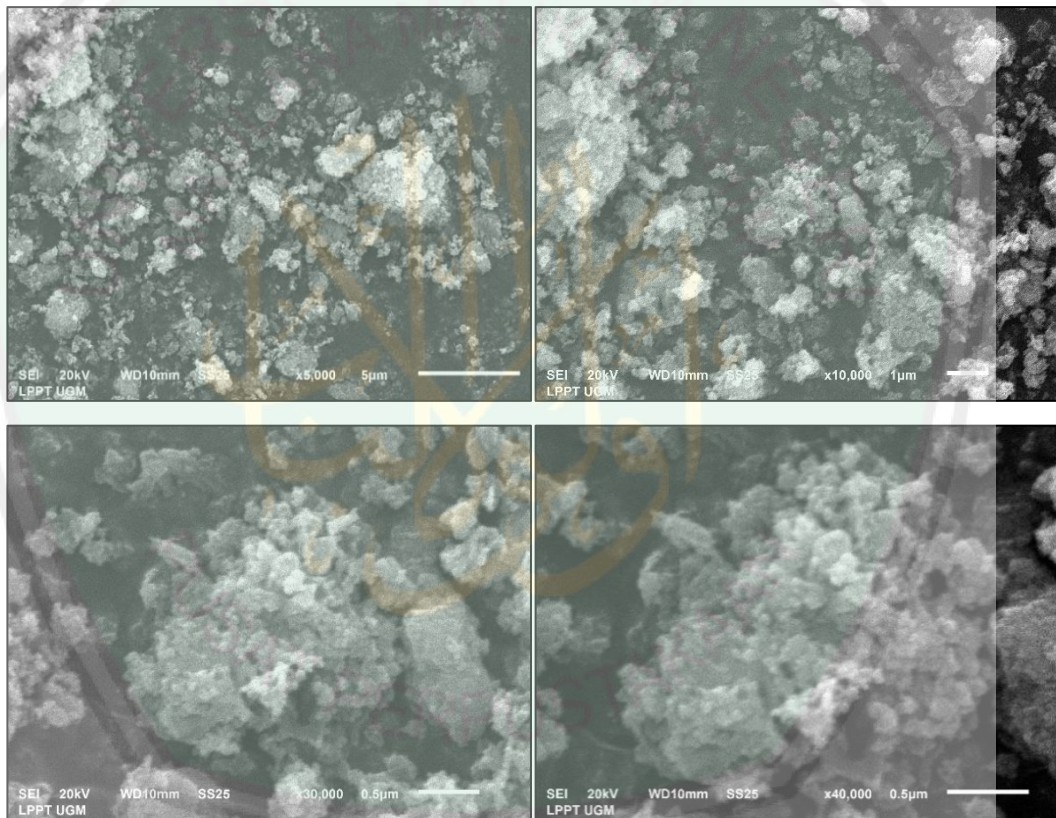


9.2 Hasil SEM Sampel Sonikasi 60 menit Perbesaran 5000x, 10000x, 30000x, dan 40000x





9.3 Hasil SEM Sampel Sonikasi 90 menit Perbesaran 5000x, 10000x, 30000x, dan 40000x



9.4 Hasil analisis menggunakan *imageJ*

Tabel L.3 hasil sampel sonikasi 30 menit

Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi})w^*x) * \exp(-(\ln(x/x_c))^2/(2*w^2))$
Plot	Freq.
y0	39.88883 ± 38.29484
xc	9.40852 ± 0.01421
w	0.04595 ± 0.00175
A	5520.84326 ± 117.13588
Reduced Chi-Sq	24871.43207
R-Square (COD)	0.99255
Adj. R-Square	0.99148

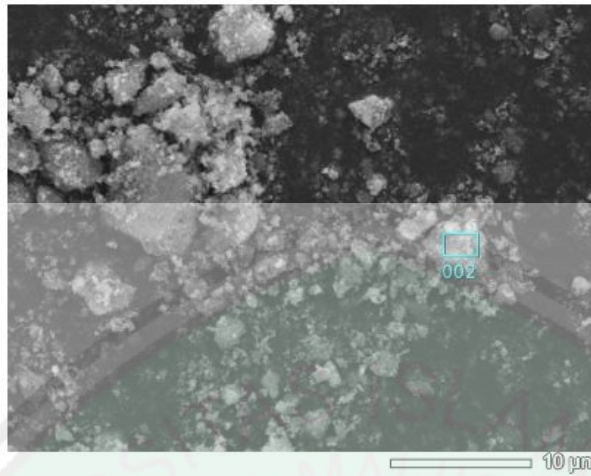
Tabel L.3 hasil sampel sonikasi 60 menit

Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi})w^*x) * \exp(-(\ln(x/x_c))^2/(2*w^2))$
Plot	Freq.
y0	36.62795 ± 32.32494
xc	9.44128 ± 0.01075
w	0.04509 ± 0.00134
A	5814.35968 ± 103.19213
Reduced Chi-Sqr	19772.35261
R-Square (COD)	0.99445
Adj. R-Square	0.99373

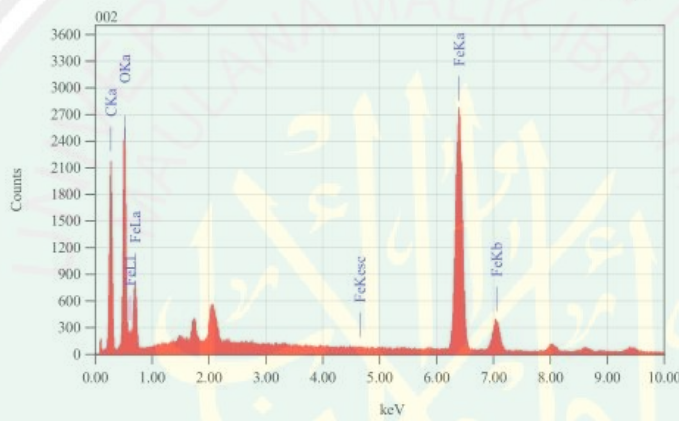
Tabel L.5 hasil sampel sonikasi 90 menit

Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi})w^*x) * \exp(-(\ln(x/x_c))^2/(2*w^2))$
Plot	Freq.
y0	21.48452 ± 19.96025
xc	9.33923 ± 0.01808
w	0.04579 ± 0.00209
A	2864.03034 ± 64.33495
Reduced Chi-Sqr	7693.46565
R-Square (COD)	0.99068
Adj. R-Square	0.98947

9.5 Hasil SEM-EDX Sampel Sonikasi 90 menit Perbesaran 10000x



Title	: IMG1
Instrument	: 6510 (LA)
Volt	: 20.00 kV
Mag.	: x 3,000
Date	: 2019/09/18
Pixel	: 1024 x 768



Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510 (LA)
Acc. Voltage	: 20.0 kV
Probe Current	: 1.000000 nA
PHA mode	: T3
Real Time	: 51.80 sec
Live Time	: 50.00 sec
Dead Time	: 3 %
Counting Rate	: 3626 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.0628

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
C K	0.277	36.80	0.15	53.86			K
O K	0.525	33.48	0.24	36.78			
Fe K	6.398	29.72	0.18	9.35			
Total		100.00		100.00			

Lampiran 10. Swelling pada Balok Kayu

10.1 Hasil pengukuran kayu

Tabel L.6 Hasil *swelling* kayu

Hari <i>swelling</i>	Jenis	Volume rata-rata <i>swelling</i> (cm ³)			Anti Swelling Efficiency (ASE) %	% <i>Swelling</i>	
		Sebelum	Setelah	Selisih			
2	Murni	0,47774	0,521865	0,044125	29,97402	9,236169	
	Sherlak	0,452249	0,483147	0,030899		6,832278	
	10 mg	0,44420	0,472525	0,028325		35,80718	6,376632
	20 mg	0,501748	0,527748	0,026		41,07632	5,181884
	30 mg	0,447986	0,464754	0,0169769		61,99706	3,743146
4	Murni	0,470586	0,518028	0,047442	32,45252	10,08152	
	Sherlak	0,467234	0,49928	0,032046		6,858669	
	10 mg	0,480764	0,5123	0,0315365		33,52646	6,55967
	20 mg	0,482119	0,50843	0,026311		44,54039	5,457421
	30 mg	0,526726	0,5475	0,020775		56,21091	3,944085
6	Murni	0,473768	0,524322	0,050554	30,53787	10,67054	
	Sherlak	0,489824	0,52494	0,035116		7,169024	
	10 mg	0,441412	0,477138	0,029782062		41,08818	6,746999
	20 mg	0,43995	0,468573	0,028623		43,38091	6,505967
	30 mg	0,464001	0,489938	0,025937		48,69334	5,589939
8	Murni	0,497116	0,550949	0,053833	25,83232	10,829	
	Sherlak	0,526113	0,56604	0,039926		7,588959	
	10 mg	0,455346	0,485833	0,03048675		43,36765	6,69529
	20 mg	0,439638	0,468761	0,029124		45,90003	6,624431
	30 mg	0,473924	0,501887	0,027963		48,05578	5,90031

10.2 Contoh perhitungan rasio *swelling* kayu

Rasio % *swelling* diperoleh melalui pengukuran melalui persamaan 3.4 (BAB III). Data-data hasil pengukuran volume kayu digunakan dalam mengetahui nilai rasio *swelling* kayu pada salah satu kayu murni pada interval waktu perendaman selama 2 hari :

$$\begin{aligned}
 \text{Swelling (\%)} &= \frac{\text{volume akhir} - \text{volume awal}}{\text{volume awal}} \times 100\% \\
 &= \frac{(0,521865 - 0,47774) \text{ cm}^2}{0,47774 \text{ cm}^2} \times 100\% \\
 &= \frac{0,044125 \text{ cm}^2}{0,47774 \text{ cm}^2} \times 100\%
 \end{aligned}$$

$$= 9.236169 \%$$

10.3 Contoh perhitungan *anti swelling efficiency* (ASE) kayu

Persen *anti swelling efficiency* (ASE) diperoleh melalui pengukuran melalui persamaan 3.5 (BAB III). Data-data hasil pengukuran volume kayu digunakan dalam mengetahui nilai ASE kayu pada salah satu kayu terpigmentasi hematit 10 mg pada interval waktu perendaman selama 2 hari :

$$\begin{aligned} \text{ASE (\%)} &= \frac{S_1 - S_2}{S_1} \times 100\% \\ &= \frac{0.04412487 - 0.028325}{0.04412487} \times 100\% \\ &= \frac{0.0158}{0.04412487} \times 100\% \\ &= 35.80718 \% \end{aligned}$$

Lampiran 11. Dokumentasi Penelitian

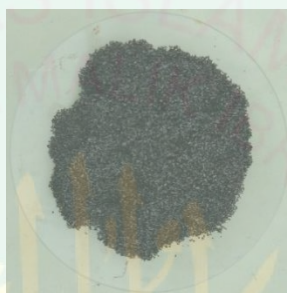
11.1 Preparasi Sampel



Tahapan pemisahan limbah besi



Penimbangan limbah besi

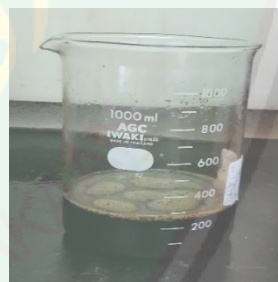


Limbah besi setelah preparasi

11.2 Pembuatan Prekursor Ferri



Reaksi limbah besi dengan larutan asam nitrat



Hasil larutan prekursor



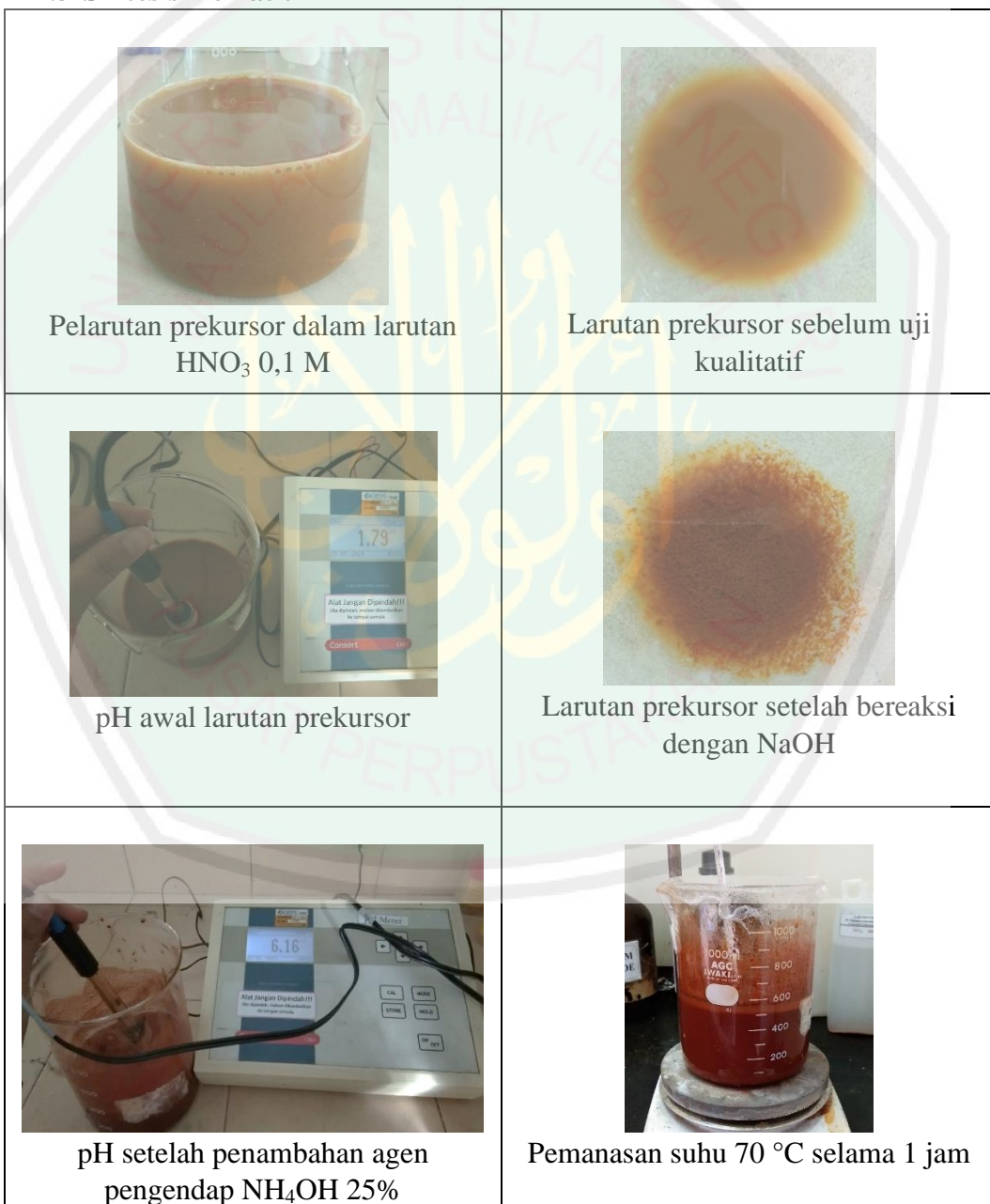
Proses pemanasan larutan prekursor



Prekursor berbentuk slurry



11.3 Sintesis Hematit





Hasil setelah pengerman selama 24 jam



Proses dekantasi



Hasil setelah dekantasi



PEG 6000



Proses pencairan PEG 6000



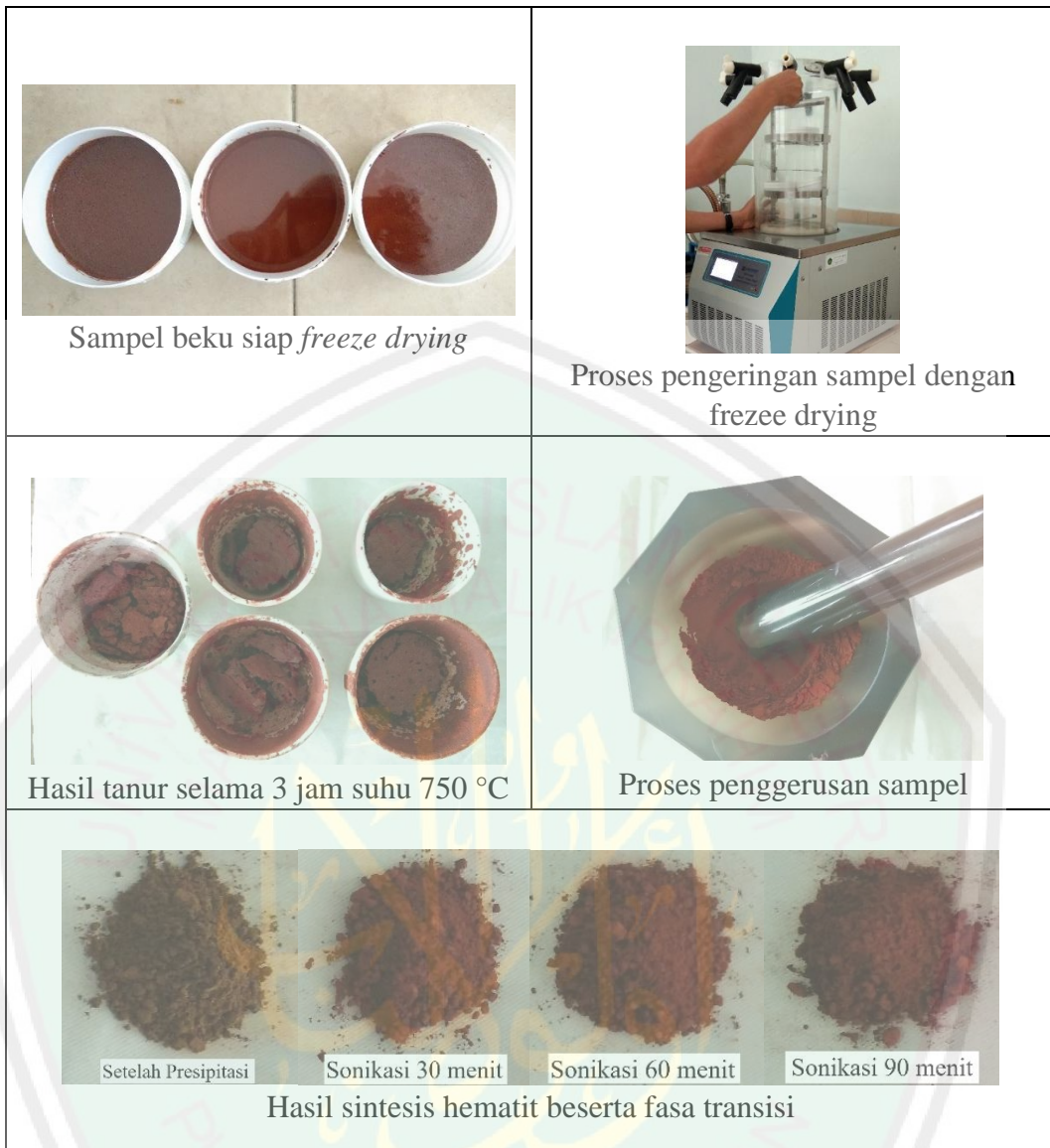
Hasil pencampuran sampel dengan PEG 6000



Proses sonikasi



Hasil setelah sonikasi



11.4 Aplikasi pigmen pada kayu (*Swelling*)

