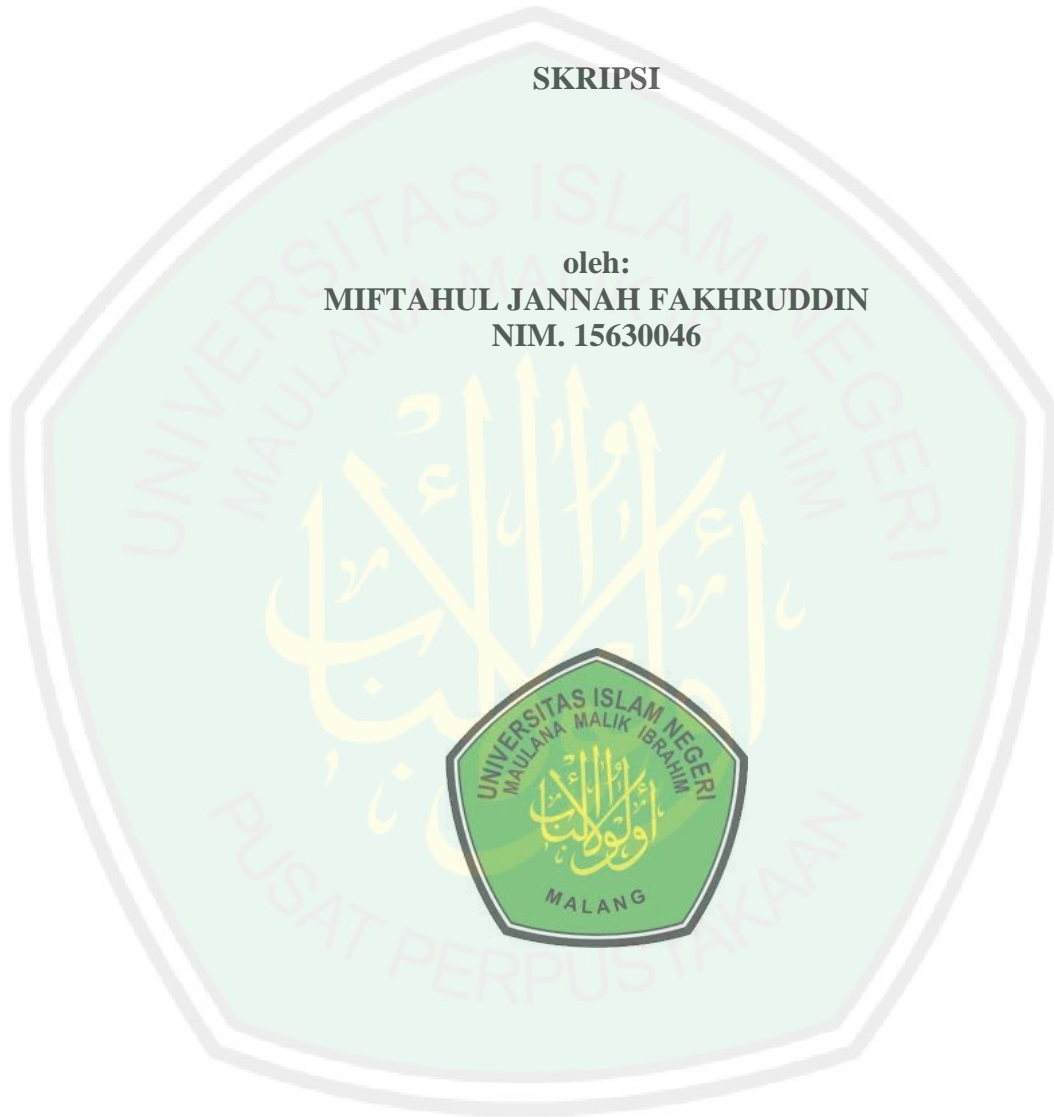


**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI WAKTU SONIKASI DAN APLIKASINYA SEBAGAI
ANTI SWELLING PADA KAYU**

SKRIPSI

oleh:
MIFTAHUL JANNAH FAKHRUDDIN
NIM. 15630046



**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 DAN APLIKASINYA SEBAGAI
ANTI SWELLING PADA KAYU**

SKRIPSI

Oleh:
MIFTAHUL JANNAH FAKHRUDDIN
NIM. 15630046

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**

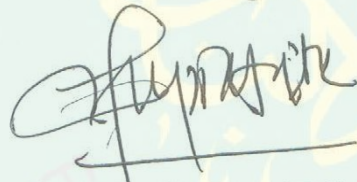
**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI WAKTU SONIKASI DAN APLIKASINYA SEBAGAI
ANTI-SWELLING PADA KAYU**

SKRIPSI

Oleh:
MIFTAHUL JANNAH FAKHRUDDIN
NIM. 15630046

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 20 Desember 2019

Pembimbing I



Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Pembimbing II



Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIDT. 19890113 20180201 1 244

Mengetahui,
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 DAN APLIKASINYA SEBAGAI
ANTI SWELLING PADA KAYU**

SKRIPSI

Oleh:
MIFTAHUL JANNAH FAKHRUDDIN
NIM. 15630046

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 20 Desember 2019

Penguji Utama : Himmatul Baroroh, M.Si
NIP. 19750730 200312 2 001

(.....)

Ketua Penguji : Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc
LB. 68004

(.....)

Sekretaris Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

(.....)

Anggota Penguji : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIDT. 19890113 20180201 1 244

(.....)

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**



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

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Miftahul Jannah Fakhruddin
NIM : 15630046
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : “Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sonikasi dan Aplikasinya sebagai Anti Swelling pada Kayu”

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 20 Desember 2019
Yang Membuat Pernyataan,



Miftahul Jannah Fakhruddin
NIM. 15630046

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis haturkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik serta hidayah-Nya. Sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi, dengan judul **”Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sonikasi dan Aplikasinya sebagai Anti *Swelling* pada Kayu”**. Skripsi ini dapat tersusun dengan baik berkat bantuan dari pihak-pihak yang telah memberikan bimbingan dan dukungan untuk penulis sehingga penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua tercinta Bapak Fakhruddin Prasong, S.Ag, M.Pd dan Ibu Suwaibah Kapa, S.Ag, M.Pd.I yang telah memberikan banyak dukungan, perhatian, kasih sayang, nasihat, dan doa.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan kima sekaligus dosen wali yang telah memberikan ilmu pengatuhan yang sangat bermanfaat.
3. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku ibu pendamping yang telah memberikan dukungan, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
4. Pak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Ibu Himmatul Baroroh, M.Si, Ibu Feby Yusniyanti, S.Si, M.Sc dan Pak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I yang telah memberikan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini dengan sabar sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
5. Semua dosen, staf dan laboran kimia UIN Malang yang telah menyalurkan ilmu dan bantuan dalam proses penelitian kepada penulis.

6. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2015, khususnya kelompok riset besi oksida 2018 yaitu Asmaul Dwi Ayu Sholehah, Nikmah Himatul Ulya, Roisyatul Habibah. Elok Dewi Rachmawati yang selalu memberi bantuan.
7. Sahabat syantik solehah (Ricul, Nyem, Emon, Ruroh, Dita, Widul, Mak Ila, Yoli) yang telah menghibur, mensupport dan memberikan motivasi selama penyusunan skripsi ini.
8. BTS (uri Kim Namjoon, Kim Seokjin, Min Yoongi, Jung Heosok, Park Jiminie, Kim Teahyung, Jeon Jungkook) yang telah menghibur dan memotivasi dengan lagu nya kepada penulis selama proses penulisan skripsi ini.
9. Semua pihak yang turut membantu dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dan kekeliruan dalam penulisan laporan ini. Penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari pembaca. Akhirnya penulis mengucapkan terimakasih atas segala dukungan dan bantuan sehingga laporan ini dapat tersusun dengan baik.

Malang, 21 Desember 2019

Penulis

PERSEMBAHAN

Puji syukur Allhamdulillah, karya tulis ini saya persembahkan untuk:

1. Bapak Fakhruddin Prasong, S.Ag, M.Pd dan ibu Suwaibah Kapa, S.Ag, M.Pd.I selaku orang tua tercinta yang selalu memberikan dukungan dan doa penuh terhadap penulis.
2. Rohmania Prasong, S.E, Muh. Zaki Zikrillah Prasong, Nurul Faizah Prasong, Azmah Najihah Prasong dan Hamka Prasong selaku saudara kandung yang selalu menghibur dan memberikan dukungan kepada penulis.
3. Warga Kimia Angkatan 2015 dan khususnya teman-teman kelas B 2015 yang telah menghibur dan berjuang bersama menyelesaikan study di UIN Maliki Malang.

MOTTO

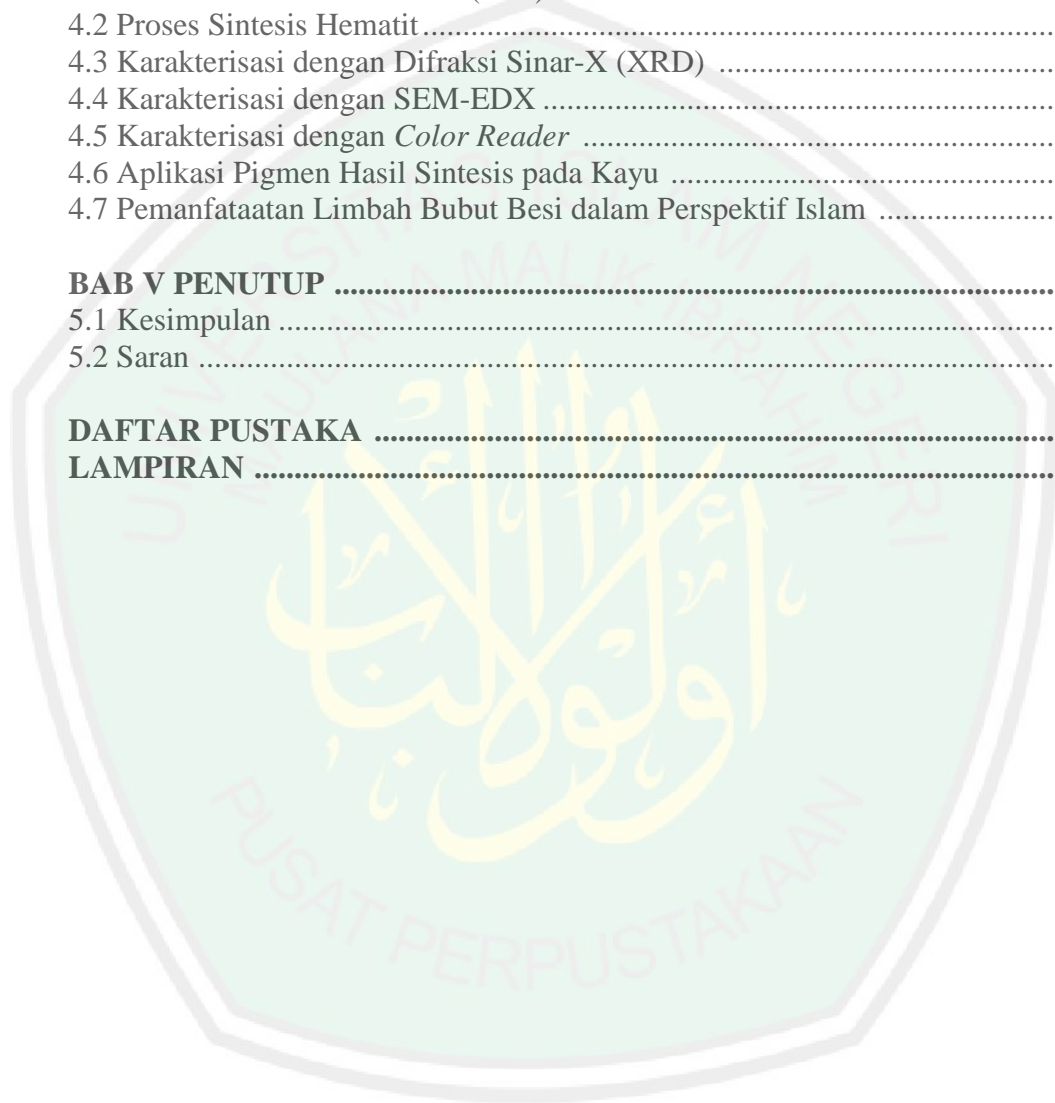
**“There is no piety without effort
There is no patience without effort
There is no success without effort”**

Tiada Ketakwaan Tanpa Usaha
Tiada Kesabaran Tanpa Usaha
Tiada Keberhasilan Tanpa Usaha

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR ORISINILITAS	iv
KATA PENGANTAR	v
PERSEMBAHAN	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR REAKSI	xiii
DAFTAR PERSAMAAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
المستخلص	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Limbah Bubut Kerajinan Industri Besi	7
2.2 Besi Oksida Hematit Sebagai Pigmen	8
2.3 Metode Sintesis Hematit	11
2.4 Efek Waktu Sonikasi	15
2.5 Daya <i>Swelling</i> Kayu	17
BAB III METODE PENELITIAN	19
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat	19
3.2.2 Bahan	19
3.3 Rancangan Penelitian	19
3.4 Tahapan Penelitian	20
3.5 Prosedur Penelitian	20
3.5.1 Preparasi Sampel	20
3.5.2 Pembuatan Prekursor Fe ³⁺	21
3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe ₂ O ₃) dengan Variasi Waktu Sonikasi	21
3.5.4 Aplikasi Pigmen pada Kayu	22
3.5.6 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis	22
3.5.6.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	22
3.5.6.2 Difraksi Sinar-X (XRD)	23
3.5.6.3 <i>Color Reader</i>	23

3.5.6.4 SEM-EDX	23
3.5.6.5 Uji Daya <i>Swelling</i> Kayu Terpigmenkan Hematit	23
3.6 Analisis Hasil Penelitian	24
3.6.1 Analisis Hasil XRD	24
3.6.2 Analisis Hasil <i>Color Reader</i>	24
3.6.3 Analisis Daya <i>Swelling</i> Kayu Terpigmentasikan Hematit	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})	26
4.2 Proses Sintesis Hematit	29
4.3 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	31
4.4 Karakterisasi dengan SEM-EDX	33
4.5 Karakterisasi dengan <i>Color Reader</i>	37
4.6 Aplikasi Pigmen Hasil Sintesis pada Kayu	39
4.7 Pemanfataatan Limbah Bubut Besi dalam Perspektif Islam	42
BAB V PENUTUP	47
5.1 Kesimpulan	47
5.2 Saran	47
DAFTAR PUSTAKA	48
LAMPIRAN	53



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Percobaan	53
Lampiran 2. Diagram Alir	54
Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan	57
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi	58
Lampiran 5. Perhitungan Nilai Q_c Proses Presipitasi	71
Lampiran 6. Perhitungan dan Data <i>Crystallite Size</i> Hematit	72
Lampiran 7. Aplikasi Hasil Sintesis pada Kayu	74
Lampiran 8. Dokumentasi Penelitian	89



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Berbagai macam fasa oksida besi	8
Tabel 2.2	Data kristalografi hematit (α -Fe ₂ O ₃)	9
Tabel 2.3	Komponen kimia penyusun kayu	18
Tabel 4.1	Kandungan unsur pada hasil prekursor	28
Tabel 4.2	Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis	33
Tabel 4.3	Ukuran butir rata-rata senyawa hematit hasil sintesis	36
Tabel 4.4	Komposisi unsur-unsur pada pigmen hematit	36
Tabel 4.5	Hubungan variasi waktu sonikasi dengan nilai L*	38
Tabel L4.1	Nilai hasil uji warna <i>color reader</i>	59
Tabel L4.2	Nilai warna hematit dengan variasi waktu sintesis	60
Tabel L5.1	Nilai standar unsur logam hidroksida	71
Tabel L6.1	Ukuran kristal senyawa hematit dengan variasi waktu sonikasi	73
Tabel L7.1	Hasil pengukuran volume kayu (mm)	74
Tabel L7.2	Rata-rata volume kayu (cm)	78
Tabel L7.3	Daya <i>swelling</i> kayu hasil percobaan	82

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur hematit (α -Fe ₂ O ₃)	9
Gambar 2.2	Warna pigmen hematit	10
Gambar 2.3	Difraktogram hematit hasil sintesis dengan metode sonikasi	13
Gambar 2.4	SEM hematit hasil sintesis	13
Gambar 2.5	Difraktogram magnetik hasil sintesis	16
Gambar 2.6	SEM hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi	16
Gambar 2.7	Warna pigmen hematit	17
Gambar 4.1	Reaksi saat sampel didestruksi dan hasil setelah didestruksi	27
Gambar 4.2	Hasil reaksi prekursor ferri dengan NaOH	28
Gambar 4.3	Pembentukan endapan dengan penambahan agen pengendap	30
Gambar 4.4	Difraktogram hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi	31
Gambar 4.5	Perbesaran beberapa puncak tertinggi	32
Gambar 4.6	Hasil analisa SEM senyawa hematit	34
Gambar 4.7	Hasil pengukuran ukuran partikel menggunakan <i>ImageJ</i>	35
Gambar 4.8	Pigmen hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi	37
Gambar 4.9	Hubungan nilai a* dan b*	38
Gambar 4.10	Hubungan nilai C* dan H°	39
Gambar 4.11	Pengaruh pigmen pada daya <i>swelling</i> dan ASE kayu	40
Gambar 4.12	Analisa kayu dengan mikroskop optik	42
Gambar L4.1	Hasil SEM hematit 30 menit	66
Gambar L4.2	Hasil SEM hematit 45 menit	66
Gambar L4.3	Hasil SEM hematit 60 menit	67
Gambar L4.4	Hasil ukuran partikel rata-rata hematit 30 menit	69
Gambar L4.5	Hasil ukuran partikel rata-rata hematit 45 menit	69
Gambar L4.6	Hasil ukuran partikel rata-rata hematit 60 menit	70
Gambar L8.1	Proses preparasi sampel	89
Gambar L8.2	Proses pembuatan prekursor	90
Gambar L8.3	Proses sintesis hematit	91
Gambar L8.4	Hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi	92

DAFTAR REAKSI

Reaksi 2.1 Hidrolisis urea	12
Reaksi 2.2 Besi nitrat dengan basa	12
Reaksi 2.3 Pembentukan fasa hematit	12
Reaksi 4.1 Besi dengan asam nitrat	26
Reaksi 4.2 Ion besi dengan NaOH	26
Reaksi 4.3 Hidrolisis urea	28
Reaksi 4.4 Disosiasi NaOH	29
Reaksi 4.5 Besi nitrat dengan agen pengendap	29
Reaksi 4.6 Pembentukan fasa hematit	29



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Persamaan Bragg	14
Persamaan 2.2 Debye-Scherrer (D)	14
Persamaan 3.1 Nilai kroma (C^*)	24
Persamaan 3.2 Nilai Hue (H^0)	24
Persamaan 3.3 % Daya <i>Swelling</i>	24
Persamaan 3.4 % ASE	24



ABSTRAK

Fakhruddin, Miftahul Jannah. 2019. **Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sonikasi dan Aplikasinya Sebagai Anti Swelling pada Kayu**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I, Konsultan: Febi Yusniyanti, S.Si, M. Sc

Kata kunci: α -Fe₂O₃, waktu sonikasi, pigmen, *swelling* kayu

Limbah bubut besi merupakan limbah yang berasal dari industri kerajinan besi yang dalam bentuk serbuknya langsung dibuang ke lingkungan dan termasuk limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) yang dapat berpotensi mencemari lingkungan. Limbah ini mengandung besi (Fe) yang cukup besar, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku (prekursor) untuk mensintesis pigmen besi oksida. Pada penelitian ini dilakukan sintesis pigmen hematit (α -Fe₂O₃) dengan metode rute presipitasi-sonikasi dan dengan variasi waktu sonikasi 30, 45 dan 60 menit. Proses presipitasi menggunakan agen pengendap urea dan proses kalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C. Prekursor dikarakterisasi menggunakan XRF sedangkan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), *colour reader* dan hasil terbaik dikarakterisasi dengan SEM-EDX. Pigmen hematit (α -Fe₂O₃) yang dihasilkan kemudian diaplikasikan terhadap kayu untuk menguji daya *swelling* pada kayu. Data XRD menunjukkan bahwa pada semua variasi sintesis yang dilakukan berhasil diperoleh fasa hematit dan sampel dengan waktu sonikasi 60 menit mempunyai derajat kristalinitas yang paling tinggi. Gambar SEM menunjukkan bahwa semakin lama waktu sonikasi morfologi α -Fe₂O₃ semakin seragam dengan tingkat aglomerasi yang berkurang dan hasil EDX ditemukan pengotor berupa unsur C. Data hasil *colour reader* yang menunjukkan nilai warna L*, a*, b*, C* dan H° pada semua pigmen hasil sintesis sesuai dengan standar hematit. Hasil aplikasi pigmen pada kayu menunjukkan bahwa pigmen hematit hasil sintesis dapat mengurangi daya *swelling* pada kayu. Pigmen dengan variasi waktu 30;45; dan 60 menit pada hari ke-7 menghasilkan % ASE berturut-turut 80,99; 78,02; dan 66,24%.

ABSTRACT

Fakhruddin, Miftahul Jannah. 2019. **Synthesis of Hematite Pigments (α -Fe₂O₃) from Iron Lathe Waste with Sonication Time Variation and Its Application as Anti Swelling on Wood**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I, Co-Supervisor: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc.

Keyword: α -Fe₂O₃, sonication time, pigment, wood swelling

Lathe waste is waste generated from the iron craft industry which in the form of powder is directly discharged into the environment and includes hazardous and diverted (B3) waste that can be used to pollute the environment. This waste contains iron (Fe) which is large enough, so that it can be used as a raw material (precursor) to synthesize iron oxide pigments. In this research, synthesis of hematite pigment (α -Fe₂O₃) was carried out by the precipitation-sonication route method and with variations in sonication time of 30, 45 and 60 minutes. The precipitation process uses urea precipitating agents and calcination process for 3 hours with 750°C temperature. The precursors were characterized using XRF while the synthesis results were characterized using X-ray diffraction (XRD) techniques, color reader and the best results were characterized by SEM-EDX. Hematite pigment (α -Fe₂O₃) produced then applied to wood to test the swelling power of the wood. The XRD data showed that in all variations of synthesis performed successfully obtained hematite phase and at sonication time of 60 minutes the synthesized sample has the highest degree of crystallinity. SEM pictures show that the longer the sonication time of morphology α -Fe₂O₃ the more uniform with the reduced agglomeration level and the EDX results found impurities in the form of element C. Data from the color reader that shows the color values of L*, a*, b*, C* and H° in all pigments resulting from the synthesis are in accordance with hematite standards. The results of the application of pigments in wood showed that synthesized hematite pigments can reduce swelling power in wood. Pigment with time variation of 30; 45; and 60 minutes on day 7 produce %ASE is 80,99; 78,02; and 66,24%.

مستخلص البحث

فخر الدين ، مفتاح الجنة. 2019. فخر الدين ، مفتاح الجنة. 2019. تخليق أصباغ الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) من نفايات مخرطة الحديد مع تباين وقت الصوتنة وتطبيقه كمضاد للتورم على الخشب. رسالة الليسانس. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: د. أنطون براشيتو، الماجستي ، المشرف الثاني: أوكي باجاس براشيتو، الماجستير، الخبير: فيبي يوسنيانتي، الماجستير.

~~الكلمات المفتاحية: $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ، وقت الصوتنة، الصباغ، تورم الخشب~~

نفايات مخرطة الحديد هي نفايات ناشئة عن صناعة حرفة الحديد والتي يتم تصريفها مباشرة في البيئة على شكل مسحوق وتتضمن نفايات خطيرة وسامة (B3) يمكن أن تلوث البيئة. تحتوي هذه النفايات على حديد (Fe) كبير جداً، بحيث يمكن استخدامه كمادة خام (مادة مسبقة) لتركيب أصباغ أكسيد الحديد. في هذا البحث، تم إجراء عملية تخليق صبغة الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) بواسطة طريقة التساقط بالموجات فوق الصوتية وبتغيرات في زمن الصوتنة 30 و 45 و 60 دقيقة. تستخدم عملية الترسيب عوامل ترسيب اليوريا وعملية التكليل لمدة 3 ساعات عند 750 درجة مئوية. تميزت السلانف باستخدام XRF بينما تميزت النتائج التجميعية باستخدام تقنيات حيود الأشعة السينية (XRD) وقارئ الألوان وكانت أفضل النتائج تتميز بـ SEM-EDX. ثم يتم تطبيق صبغة الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) المنتجة على الخشب لاختبار قوة تورم الخشب. أظهرت بيانات XRD أنه في جميع أشكال التوليف التي أجريت بنجاح تم الحصول على طور الهيماتيت، وكانت العينات ذات زمن صوتنة 60 دقيقة أعلى درجة من البلورة. تُظهر صورة SEM أنه كلما طال الوقت الصوتي لمورفولوجيا $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ كلما كان ذلك أكثر تناسقاً مع انخفاض مستوى التكتل ونتائج EDX وجدت شوائب في شكل عنصر C. تظهر نتائج قارئ الألوان قيم ألوان * L و * a و * b و * C و * H⁰ جميع أصباغ توليفها وفقاً لمعايير الهيماتيت. تظهر نتائج تطبيق الأصباغ في الخشب أن أصباغ الهيماتيت المركبة يمكن أن تقلل من قوة التورم في الخشب.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri kerajinan besi merupakan industri yang mengelolah bijih besi menjadi produk kerajinan yang dapat menghasilkan limbah bubut besi. Menurut Peraturan Pemerintah No. 101/2014 menyatakan bahwa limbah yang mengandung besi dari kegiatan industri termasuk dalam limbah bahan beracun berbahaya (B3). Kandungan besi pada limbah bubut besi cukup tinggi yakni 97,11% (Khoiroh, dkk., 2013). Sugiharto (1997) menyatakan limbah besi berupa bubut yang berukuran kecil biasanya tidak dimanfaatkan lagi dan akan dibuang secara langsung ke lingkungan. Oleh karena itu, limbah ini perlu mendapatkan perhatian dan penanganan.

Limbah bubut besi dapat dimanfaatkan, salah satunya sebagai bahan prekursor untuk sintesis besi oksida (Chabib, 2017). Manfaat besi ini juga tertuang dalam al-Qur'an surat al-Hadid (25) yang berbunyi :

وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَن يَنْصُرُهُ، وَرُسُلَهُ،
بِالْغَيْبِ ۗ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ (٢٥)

Artinya : *“Dan Kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya Padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha kuat lagi Maha Perkasa“*

Shihab (2002) dalam tafsirannya al-Misbah menjelaskan bahwa dalam ayat diatas besi mempunyai kekuatan yang dapat digunakan dalam kehidupan manusia. Kegunaan tersebut dapat menguntungkan dan dapat pula membahayakan manusia. Sebagaimana dalam industri kerajinan besi dan industri material bangunan dimana

limbahnya jika dibuang ke lingkungan dapat mencemari lingkungan. Untuk itu, dalam penelitian ini akan menggunakan limbah industri kerajinan besi berupa bubut besi untuk disintesis menjadi pigmen oksida besi.

Oksida besi mempunyai banyak keunggulan yaitu tidak beracun, relatif inert dan memiliki warna yang beragam sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pigmen (Aji, dkk., 2007; Kusumawati, dkk., 2013; Sobirin dan Margi Fitriawan, 2015). Besi oksida akhir-akhir ini banyak digunakan dan dikembangkan sebagai pigmen. Oksida besi dalam bentuk oksida dan oksihidroksinya terdiri dari 16 macam fasa murni, salah satunya adalah dalam bentuk hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (Mohapatra dan Anand, 2010).

Nanopartikel hematit sebagai pigmen memiliki keunggulan seperti ramah lingkungan, tidak beracun, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup material dan tahan lama (daya tahan) yang baik (Sobirin dan Margi Fitriawan, 2015). Cornell dan Schwertmann (2003) menyatakan standar pigmen hematit yaitu memiliki distribusi ukuran partikel yang kecil dan seragam dengan standar nilai warna hematit L^* berkisar antara 25-45, C^* berkisar 9-42 dan H° berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata berturut-turut adalah 37, 29, dan 42. Menurut Tanner (2015) partikel hematit dengan ukuran kecil (nano) memiliki luas dan volume permukaan yang merata sehingga kestabilan warna pada pigmen dapat meningkatkan, tingkat reaktivitas tinggi dan ketahanan terhadap cahaya.

Pigmen hematit ini mempunyai banyak fungsi, salah satunya untuk mengurangi daya *swelling* (pembengkakan) pada kayu. Wang, dkk. (2011) dalam penelitiannya menyatakan bahwa kayu yang dilapisi dengan pigmen hematit dapat tahan terhadap pelapukan oleh air dan sinar UV, selain itu warna dari pigmen dapat

bertahan lama. Tian, dkk. (2017) menyatakan pigmen hematit yang melapisi kayu dapat menjaga permukaan kayu tetap halus dan warna kayu akan bertahan lama. Oleh karena itu, akan dilakukan pengaplikasian hasil sintesis pigmen hematit pada kayu untuk mengetahui peran pigmen dalam mengurangi daya *swelling* pada kayu.

Sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari limbah bubut besi dapat dilakukan dengan menggunakan metode presipitasi, sonikasi dan kalsinasi. Penelitian oleh Chabib (2017) menggunakan metode presipitasi-kalsinasi untuk mensintesis partikel hematit dari bahan prekursor yang tidak murni. Hal ini dikarenakan metode ini merupakan metode yang paling mudah dan memiliki beberapa keunggulan seperti waktu persiapan singkat, biaya rendah dan produk yang dihasilkan banyak. Akan tetapi, hasil partikel yang didapatkan dengan metode ini masih berukuran besar dan beragam. Oleh karena itu, digunakan juga metode sonikasi dalam penelitian ini.

Khalil, dkk. (2017) menyatakan sintesis menggunakan metode sonikasi dapat menghasilkan produk akhir dengan ukuran nanopartikel dan kristalinitas yang tinggi. Penelitian dari Khalil, dkk. (2017) bahwa sintesis menggunakan metode sonikasi ultrasonik menghasilkan nanopartikel hematit dengan ukuran kristal sekitar 14 nm. Penggunaan metode sonikasi ini dapat dipadukan dengan penambahan polimer polietilen glikol (PEG) untuk mengontrol ukuran nanopartikel agar seragam (Delmifiana, 2013). Menurut Firnando (2015) ukuran partikel dapat diatur dengan menambahkan polimer atau surfaktan. PEG adalah salah satu polimer yang dapat digunakan untuk mengatur ukuran partikel. Polimer ini memiliki sifat yang stabil, mudah bercampur dengan komponen lain, tidak beracun dan tidak iritatif.

Waktu sonikasi dapat mempengaruhi hasil sintesis pigmen hematit yaitu pada struktur, ukuran dan warna pigmen. Delmifiana (2013) menyatakan bahwa dengan variasi waktu sonikasi dapat menghasilkan fasa yang berbeda pada sintesis besi oksida. Hasil XRD menunjukkan fasa magnetit yang terbentuk pada perlakuan tanpa sonikasi, sedangkan pada waktu sonikasi 3 dan 4 jam mulai terbentuk fasa hematit dan magnetit dengan intensitas yang berbeda. Penelitian oleh Khalil, dkk. (2017) mensintesis hematit dengan lama sonikasi 45 menit dengan hasil XRD yang menunjukkan selain fasa hematit, masih terdapat sedikit fasa gheotit dan magnetit pada hasil sintesis.

Ukuran kristal juga dapat dipengaruhi oleh waktu sonikasi. Iacob (2015) dalam penelitiannya mensintesis hematit menggunakan metode sonikasi dengan lama sonikasi 30 menit menghasilkan nanopartikel hematit yang homogen dengan ukuran 10-40 nm. Khalil, dkk. (2017) menggunakan prekursor FeCl_3 dengan metode sonikasi selama 45 menit. Hasil yang didapatkan yaitu nanopartikel yang seragam dengan ukuran 14 nm. Penelitian oleh Askarinejad, dkk. (2011) menggunakan metode sonikasi dengan lama sonikasi 60 menit menghasilkan nanopartikel hematit yang seragam dengan ukuran 79,197 nm dan aglomerasi yang semakin berkurang.

Selain struktur dan ukuran, warna pigmen juga dipengaruhi oleh waktu sonikasi. Penelitian oleh Katsuki dan Komarneni (2003) yang mensintesis pigmen hematit dengan variasi waktu sonikasi selama 5 dan 60 menit. Hasil yang didapatkan yaitu pigmen dengan waktu sonikasi 60 menit lebih terang dibandingkan pigmen dengan waktu sonikasi 5 menit. Grazenaite, dkk. (2016) dalam penelitiannya mensintesis nanopartikel untuk pigmen dengan

membandingkan antara metode sol-gel dan sonikasi dan didapatkan pigmen dengan metode sonikasi memiliki warna yang lebih terang dengan semakin kecil partikel dibandingkan dengan metode sol-gel.

Berdasarkan uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis pigmen hematit dari limbah bubuk besi dengan metode presipitasi-sonikasi-kalsinasi dengan variasi waktu sonikasi. Pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap produk hasil sintesis akan dikaji datanya menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), *color reader*, dan *scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray* (SEM-EDX).

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap ukuran partikel hasil sintesis?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap warna hasil sintesis?
3. Bagaimana pengaruh pigmen hasil sintesis sebagai anti *swelling* pada kayu?

1.3 Tujuan Penelitian

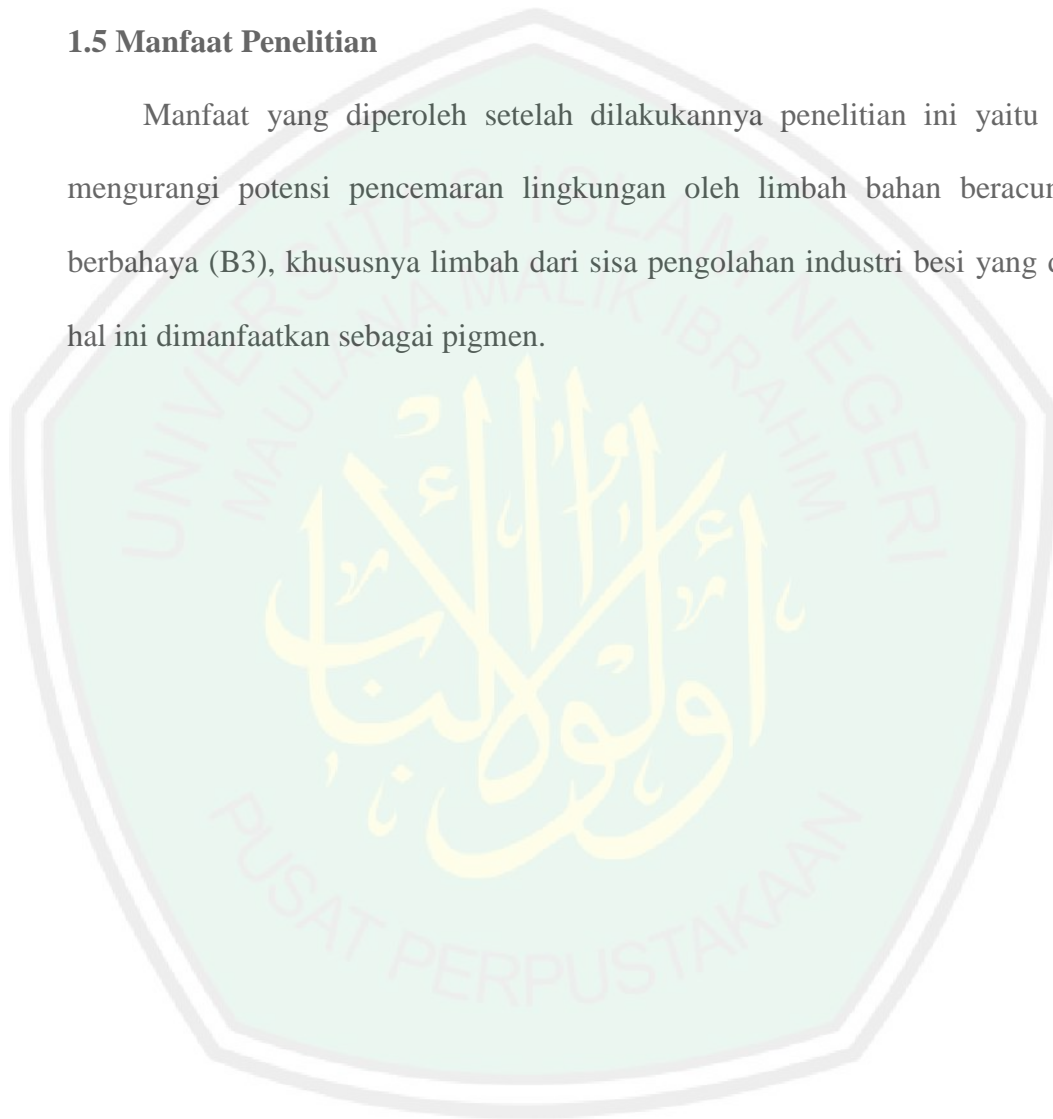
1. Untuk mengetahui pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap ukuran partikel hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap warna hasil sintesis.
3. Untuk mengetahui pengaruh pigmen hasil sintesis sebagai anti *swelling* pada kayu.

1.4 Batasan Masalah

1. Limbah besi berasal dari industri kerajinan besi di Malang.
2. Pelarut yang digunakan untuk destruksi logam Fe adalah asam nitrat (HNO_3).
3. Agen pengendap yang digunakan yaitu urea.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah dilakukannya penelitian ini yaitu dapat mengurangi potensi pencemaran lingkungan oleh limbah bahan beracun dan berbahaya (B3), khususnya limbah dari sisa pengolahan industri besi yang dalam hal ini dimanfaatkan sebagai pigmen.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Bubut Kerajinan Industri Besi

Suatu industri akan menimbulkan dampak terhadap lingkungan, baik secara langsung maupun tidak langsung khususnya mengenai limbah pabrik yang harus mendapat penanganan seperti limbah besi (Sunardi, 2015). Sebagai contoh, limbah besi dihasilkan sekitar 3-5 kg/bulan oleh industri pelapisan logam yang dibuang langsung ke lingkungan sedangkan limbah bengkel bubut menghasilkan limbah besi sekitar 10-20 kg/bulan dengan limbah besi bubut yang berukuran besar dijual dan yang berukuran kecil dibuang ke lingkungan sehingga potensi limbah besi yang mencemari lingkungan sangat besar (Sundari, dkk., 2007). Peraturan Pemerintah No. 101/2014 tentang Pengelolaan limbah bahan beracun dan berbahaya (B3) menyatakan bahwa limbah yang mengandung besi dari kegiatan industri termasuk dalam limbah B3. Berdasarkan SNI 06-698949-2005 bahwa kadar Fe tertinggi yang diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan adalah sebesar 5 mg/L.

Salah satu penghasil limbah besi adalah industri kerajinan besi yang mengelolah bijih besi menjadi produk kerajinan yang akan menghasilkan limbah berupa limbah bubut besi. Limbah bubut besi termasuk limbah logam berat. Simamora dan Krisna (2015) menyatakan bahwa konsentrasi tertentu limbah logam berat dapat memberikan efek toksik yang sangat berbahaya bagi kehidupan manusia dan lingkungan.

Sugiharto (1997) menyatakan limbah bubut besi bersifat korosif yang menyebabkan kesuburan tanah menurun. Kandungan Fe dalam limbah bubut besi sangat tinggi sehingga jika bercampur dalam air dapat menyebabkan biota dalam

air mati dan keseimbangan ekologi dalam air terganggu, sehingga limbah bubut besi ini perlu mendapatkan perhatian dan penanganan. Khoiroh, dkk. (2013) menyatakan kandungan logam yang mendominasi dalam limbah bubut besi adalah Fe sekitar 97,11%. Selain Fe, terdapat logam lain yang terkandung dalam limbah bubut besi seperti Eu, Rb, Mn, Ca, Cr, P, Cu, Ni dan lain-lain.

2.2 Besi Oksida Hematit Sebagai Pigmen

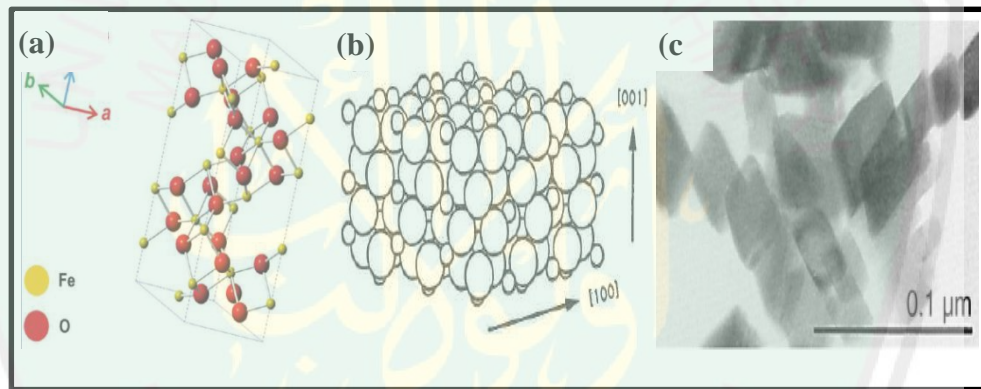
Oksida besi tersusun dari Fe yang terikat dengan O atau OH (Cornell dan Schwertmann, 2003). Oksida besi terdiri dari 16 macam fasa murni dalam bentuk oksida dan oksihidriksinya, salah satunya dalam bentuk hematit (α -Fe₂O₃) (Mohapatra dan Anand, 2010). Fasa oksida besi dirangkum dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Berbagai macam fasa oksida besi (Cornell dan Schwertmann, 2003)

Oksi-hidroksida dan hidroksida	Lambang	Sistem kristalografi	Oksida	Lambang	Sistem kristalografi
Geothit	α -FeOOH	Ortorombik	Hematit	α -Fe ₂ O ₃	Heksagonal Rombohedral
Lepidocrit	γ -FeOOH	Ortorombik	Magnetit	Fe ₃ O ₄	Kubik
Akagenit	β -FeOOH	Monoklinik	Maghemit	γ -Fe ₂ O ₃	Kubik
Schwertmani t	Fe ₁₆ O ₁₆ (O H) _y (SO ₄) _z .n H ₂ O	Tetragonal	Wustite	FeO	Tetragonal Kubik
Feroxyhyt	δ' -FeOOH	Heksagonal	ϵ -Fe ₂ O ₃	-	Ortorombik
δ -FeOOH	-	Heksagonal	β -Fe ₂ O ₃	-	-
FeOOH tekanan tinggi	-	Ortorombik			
Ferrihydrit	Fe ₅ HO ₈ . 4H ₂ O	Heksagonal			
Bernalit	Fe(OH) ₃	Ortorombik			
Fe(OH) ₂	-	Heksagonal			
Green ruts		-			

Tabel 2.2 Data kristalografi hematit (α -Fe₂O₃) (Cornell and Schwetmann, 2003)

Karakteristik	Hematit
Sistem Kristal	Rombohedral, Heksagonal
Parameter Kisi (nm)	$a=b=0,50346$, $c=1,3752$ (heksagonal) $a_{Rh}=0,5427$, $\alpha=55,3^\circ$ (rombohedral)
Grup Ruang	R3c
Densitas (g/cm ³)	5,26
Titik Leleh (°C)	1350
Kekerasan	6,5
Tipe Struktur	Korondum
Rasio $a : c$	1 : 2,734
Volume Unit Sel	30,272
Z	6

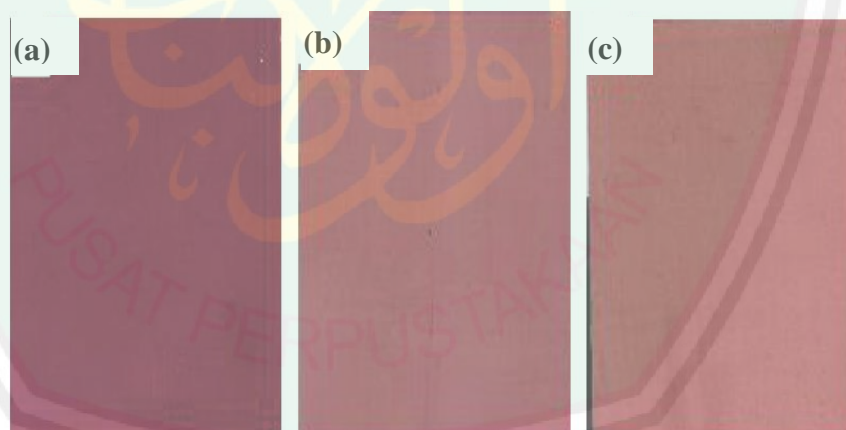


Gambar 2.1. (a) Struktur Hematit (α -Fe₂O₃) (Machala, Tuček, dan Zbořil, 2011), (b) Struktur kristal *hexagonal close packed* (hcp) hematit (Eggleston and Michael, 1992), (c) TEM kristal hexagonal hematit hasil sintesis (Cornell and Schwetmann, 2003)

Hematit (α -Fe₂O₃) adalah mineral primer atau mineral yang terdapat di dalam batuan secara alami. Besi Oksida hematit memiliki struktur yaitu korondum dengan ion-ion oksigen dalam kemasan rapat heksagonal (Hamsah, 2007). Hematit memiliki grup ruang R3c (simetri rombohedral) dan parameter kisi yang berbentuk unit heksagonal $a=b=5,0346 \text{ \AA}$, $c=13,752 \text{ \AA}$ (Cornell and Schwetmann, 2003).

Data struktur kristal dirangkum dalam Tabel 2.2 dan gambar struktur hematit ditampilkan pada Gambar 2.1.

Keunggulan yang dimiliki oleh hematit sebagai pigmen adalah mempunyai stabilitas kimia yang baik, tidak beracun, tahan terhadap suhu yang sangat tinggi sehingga mempunyai karakteristik pigmen yang unggul (Vujtek, dkk., 2003). Cornell dan Schwertmann (2003) menyatakan bahwa standar pigmen hematit yaitu memiliki distribusi ukuran partikel yang kecil dan seragam, sedangkan standar nilai warna hematit L^* berkisar antara 25-45, C^* berkisar 9-42 dan H° berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata berturut-turut adalah 37, 29, dan 42. Mufti, dkk. (2013) menyatakan warna pigmen hematit yaitu coklat sampai coklat kemerahan dan merah. Berikut ini warna pigmen hematit hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Warna pigmen hematit hasil sintesis dengan ukuran: (a) 7-9 nm, (b) 12-16 nm, dan (c) 16-22 nm (Fauda, dkk., 2012)

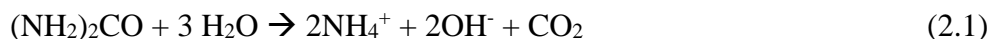
Pigmen besi oksida banyak dikembangkan sebagai pigmen karena memiliki ukuran nanopartikel atau sangat kecil sehingga dapat meningkatkan kestabilan warna pada pigmen dengan kenaikan luas dan volume permukaan yang merata,

tingkat reaktivitas tinggi dan ketahanan terhadap cahaya (Tenner, 2015). Umumnya, nanopartikel besi oksida memiliki ukuran 2-10 nm yang dapat meningkatkan transparansi 3-10 kali dibandingkan bentuk bulknya. Pigmen besi oksida lebih disukai karena sifat transparannya, karena memiliki stabilitas yang baik pada suhu 160 – 300 °C (Mohapatra dan Anand, 2010).

2.3 Metode Sintesis Hematit

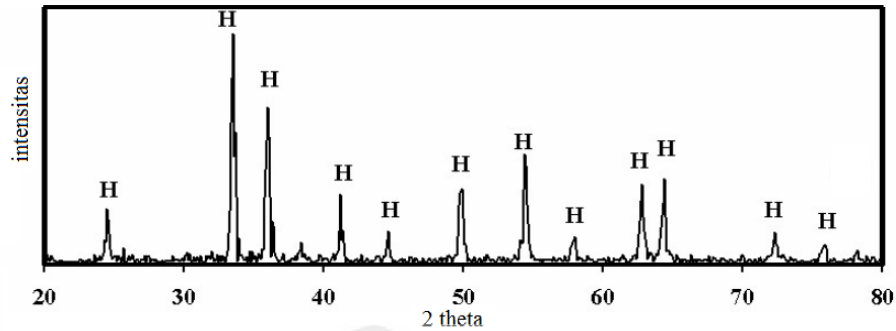
Sintesis nanopartikel hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dapat dilakukan dengan metode presipitasi, sonikasi dan dilanjutkan dengan kalsinasi. Metode presipitasi-kalsinasi merupakan metode sintesis yang paling mudah dan banyak digunakan untuk sintesis pigmen besi oksida dengan bahan prekursor yang tidak murni (Chabib, 2017). Metode ini mempengaruhi beberapa sifat dari material dasar besi oksida seperti aglomerasi, impuritas dan fasa yang terbentuk (Septityana, dkk., 2013). Keunggulan dari metode ini diantaranya waktu persiapan singkat, biaya rendah dan produk yang dihasilkan banyak, akan tetapi ukuran partikelnya besar dan beragam. Prinsip metode presipitasi adalah pemisahan unsur-unsur dengan pengendapan berdasarkan perbedaan besarnya harga hasil kali kelarutan (K_{sp}) (Suyanti, dkk., 2008). Pengendapan dapat terjadi jika zat yang diinginkan berada dalam bentuk persenyawaan yang mempunyai nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga K_{sp} senyawa tersebut (Wasito dan Biantoro, 2009). Prinsip metode kalsinasi adalah dengan pemanasan yang akan melepaskan gas-gas (karbonat atau hidroksida) dan menghasilkan bahan dalam bentuk oksida (Chabib, 2017). Chaundari, dkk. (2009) dalam penelitiannya mensintesis nanopartikel hematit menggunakan metode presipitasi-kalsinasi dengan agen pengendap urea. Hasil

yang didapatkan yaitu nanopartikel hematit dengan struktur kristal heksagonal dan berukuran 60-95 nm. Reaksi yang terjadi ditampilkan pada reaksi 2.1, 2.2, dan 2.3.

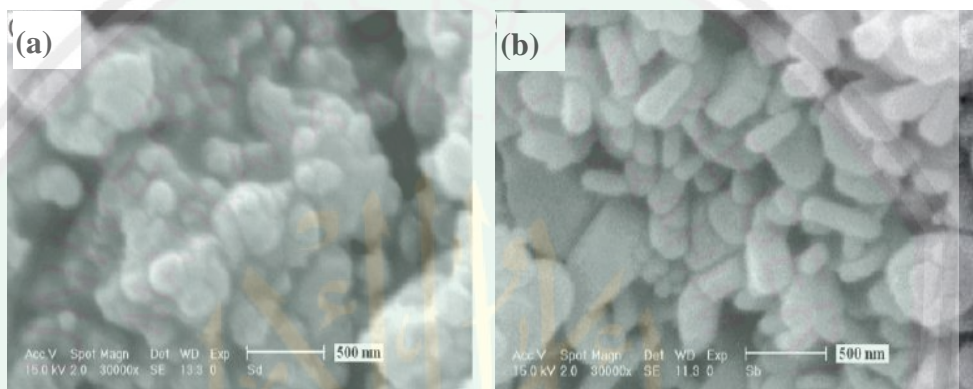


Metode sonikasi merupakan metode yang efektif untuk pembentukan materi berukuran nano atau sangat kecil (Hapsari, 2009). Kelebihan dari metode ini yaitu tidak membutuhkan banyak penambahan bahan kimia, proses yang berjalan cepat dan mudah, tidak mengakibatkan perubahan yang signifikan pada struktur kimia partikel dan senyawa bahan baku yang digunakan (Arifin, 2012). Prinsip metode sonikasi yaitu penggunaan gelombang ultrasonik dengan frekuensi yang tinggi yang menyebabkan partikel bertumbukan dan terpecah menjadi partikel-partikel yang kecil (Firnando, 2015).

Khalil, dkk. (2017) dalam penelitiannya mensintesis hematit dengan metode sonikasi dan didapatkan produk akhir dengan kristalinitas yang tinggi dan ukuran nanopartikel yaitu 14 nm. Askarnejad, dkk. (2011) dalam penelitiannya mensintesis hematit tanpa menggunakan metode sonikasi dan menggunakan metode sonikasi. Hasil yang didapatkan ukuran partikel dengan menggunakan metode sonikasi lebih kecil dan seragam dibandingkan tanpa menggunakan metode sonikasi, akan tetapi masih terlihat adanya penggumpalan partikel pada hasil SEM. Difraktogram dan gambar SEM hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 2.3 dan 2.4.



Gambar 2.3 Difraktoram hematit hasil sintesis dengan metode sonikasi (Khalil, dkk., 2017)



Gambar 2.4 SEM hematit hasil sintesis: (a) tanpa sonikasi (79 nm) dan (b) menggunakan metode sonikasi (17 nm) (Askarinejad, dkk., 2011)

Penggumpalan dapat diatasi dengan penggunaan surfaktan atau polimer. Salah satu contoh dengan penambahan polimer PEG untuk mengontrol ukuran nanopartikel agar seragam (Delmifiana, 2013). Radu, dkk. (2017) dalam penelitiannya mensintesis besi oksida dengan menggunakan PEG sebagai pengontrol ukuran partikel dan didapatkan nanopartikel seragam dan tidak mengalami penggumpalan.

Ukuran partikel dalam orde nanometer dapat diukur salah satunya menggunakan teknik difraksi sinar-X. Teknik ini sering digunakan untuk menentukan berbagai parameter fisika dari material seperti struktur kristal, struktur unit sel, cacat kristal, dan ukuran kristal (Sumadiyasa dan Manuaba, 2018). Ketika

sinar-X yang monokromatik mengenai sebuah kristal maka sinar-X tersebut akan berhamburan ke segala arah, akan tetapi dikarenakan pada bidang kristal terdapat keteraturan pada letak atom-atom maka pada arah tertentu saja gelombang hambur akan berinterferensi konstruktif. Untuk mendapatkan berkas yang sejajar pada atom-atom kristal yang dihamburkan akan berinterferensi konstruktif adalah memenuhi persamaan Bragg (persamaan 2.1) (Masruroh, dkk., 2015). Berdasarkan beberapa eksperimen yang telah dilakukan maka didapatkan persamaan Debye-Scherrer untuk menentukan ukuran kristal dilihat dari puncak-puncak utama pola difraktogram (persamaan 2.2) (Astuti dan Hashim, 2015).

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

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.2)$$

Dengan D = ukuran kristal, K = faktor bentuk dari kristal (0,9-1), λ = panjang gelombang (1,54056 Å), β = nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad), dan θ = sudut difraksi (°). Masruroh, dkk. (2015) menyatakan persamaan Debye-Scherrer menunjukkan bahwa nilai FWHM dengan nilai ukuran kristal yang dihasilkan akan berbanding terbalik yang dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitas maka nilai FWHM semakin kecil.

Ukuran kristal yang semakin kecil menyebabkan titik-titik difraksi yang diperoleh dari kristal tunggal dan garis-garis yang diberikan menjadi lebih besar. Persamaan Debye-Scherrer menggunakan lebar garis yang timbul dari faktor geometris yaitu lebar minimum yang dapat diamati tanpa tindakan khusus, sehingga akan sulit untuk menentukan ukuran kristal kecil dengan lebar garis lebih besar (Guiner, 1994). Selain itu, konstanta pada persamaan Scherrer yang digunakan

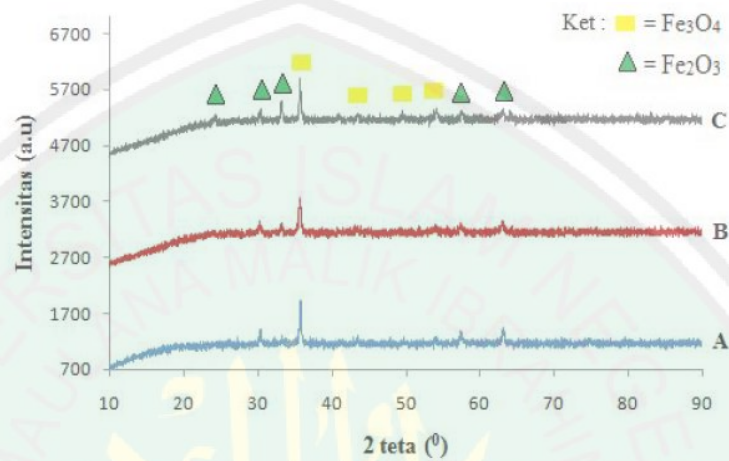
adalah 0,89 bukan 0,94, yang diturunkan untuk sampel kristal kubus akan tetapi sering diterapkan pada lebar puncak sampel kristal non-kubus. Penentuan ukuran kristal dengan persamaan Scherrer ini juga dapat dipengaruhi oleh beberapa efek dari faktor instrumental, seperti lebar celah dan lebar panjang gelombang garis $K\alpha_1$ dan $K\alpha_2$ ketika puncak tidak berubah (Warren, 1990).

2.4 Efek Waktu Sonikasi

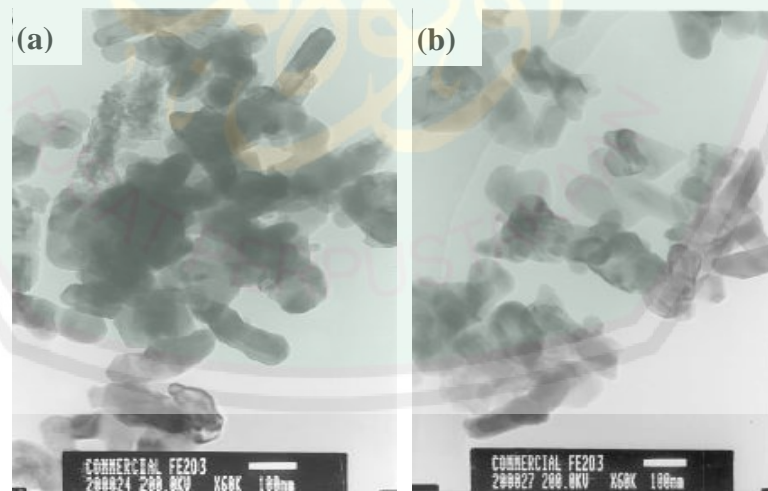
Efek waktu sonikasi dapat mempengaruhi struktur, ukuran dan warna pigmen pada hasil sintesis pigmen hematit. Askarinejad, dkk. (2011) menyatakan efek kavitasi dari metode sonikasi dapat menyebabkan kondisi ekstrim dengan suhu mencapai 5000°C dan tekanan mencapai 500 atm sehingga dapat mempengaruhi struktur hasil sintesis. Khalil, dkk. (2017) mensintesis hematit menggunakan metode sonikasi dengan lama sonikasi 45 menit. Hasil difraktogram yang didapatkan menunjukkan adanya sedikit fasa geotit dan magnetit selain fasa hematit pada hasil sintesis. Delmifiana (2013) mensintesis nanopartikel magnetit dengan variasi waktu sonikasi yaitu tanpa sonikasi, 3 dan 4 jam. Hasil difraktogram yang didapatkan menunjukkan terdapat fasa hematit pada waktu sonikasi 3 dan 4 jam. Difraktogram hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 2.5.

Ukuran partikel hasil sintesis juga dapat dipengaruhi oleh waktu sonikasi. Delmifiana (2013) menyatakan gelombang kejut pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan (*agglomeration*) sehingga pada hasil sintesis terdapat banyak rongga pemisah antara partikel dan partikel menjadi kecil. Penelitian oleh Iacob (2015), Khalil, dkk. (2017) dan Askarinejad, dkk. (2011) mensintesis nanopartikel hematit dengan waktu sonikasi yang berbeda-beda yaitu 30, 45 dan 60 menit dengan hasil yang didapatkan ukuran kristal yang berbeda-beda yaitu 10-40,

14, dan 79,197 nm. Penelitian oleh Katsuki dan Komarneni (2003) mensintesis nanopartikel hematit dengan variasi waktu sonikasi 5 dan 60 menit didapatkan nanopartikel hematit dengan ukuran partikel 80-230 dan 40-100 nm. Karakterisasi SEM hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.5 Difraktogram magnetik hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi: (a) tanpa sonikasi, (b) 3, dan (c) 4 jam (Delmifiana, 2013)



Gambar 2.6 SEM hematit hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi: (a) 5 menit (80 nm) dan (b) 60 menit (40 nm) (Katsuki dan Komarneni, 2003)

Selain struktur dan ukuran, warna pigmen hematit juga dapat dipengaruhi oleh waktu sonikasi. Delmifiana (2013) menggunakan variasi waktu sonikasi untuk mensintesis nanopartikel magnetit dan didapatkan hasil ukuran nanopartikel yang berbeda-beda sehingga luas permukaannya pun berbeda. Zanur, dkk. (2017) menyatakan semakin kecil ukuran partikel maka luas permukannya semakin besar dengan warna yang dihasilkan semakin terang dan intensitas yang tinggi. Katsuki dan Komarneni (2003) dalam penelitiannya yang mensintesis pigmen hematit dengan variasi waktu sonikasi 5 dan 60 menit menghasilkan warna pigmen hematit yang lebih terang pada waktu sonikasi 60 menit dengan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan 5 menit. Warna pigmen hematit yang didapatkan ditampilkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Warna pigmen hematit: (a) hasil sintesis dengan metode sonikasi selama 5 menit dan (b) hasil sintesis dengan metode sonikasi selama 60 menit (Katsuki dan Komarneni, 2003)

2.5 Daya Swelling Kayu

Kayu merupakan produk alam yang memiliki banyak manfaat dalam kehidupan manusia seperti dijadikan perabotan rumah tangga dan bahan panel.

Daya *swelling* kayu dipengaruhi oleh komponen kimia yang terdapat dalam kayu (Pasaribu, dkk., 2015). Komponen kimia penyusun kayu dirangkum pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Komponen kimia penyusun kayu (Sucipto, 2009)

No.	Komponen Kimia	Jumlah (%)
1.	Selulosa	45-50
2.	Hemiselulosa	25-32
3.	Lignin	16-31
4.	Zat ekstraktif	1-8
5.	Zat abu/mineral	<1

Kayu memiliki sifat higroskopis karena pada dinding selnya mengandung polimer yang memiliki gugus hidroksil yang reaktif. Kayu akan menyerap air pada lingkungan yang mengandung uap air sampai kadar air kesetimbangan dengan lingkungan (*swelling*). Dimensi kayu akan bertambah dengan bertambahnya kadar air dalam dinding sel. Hal ini dikarenakan pada dinding sel mengandung polimer berupa selulosa, hemiselulosa dan lignin yang memiliki gugus OH (hidroksil) dan oksigen lain yang bersifat menarik uap air melalui ikatan hidrogen (Sucipto, 2009).

Daya *swelling* pada kayu dapat dicegah dengan penambahan pigmen yang dapat menghalangi gerakan uap air untuk berikatan dengan polimer kayu (Sucipto, 2009). Pigmen hematit mengandung Fe yang dapat berikatan cross link dengan polimer selulosa, hemiselulosa dan lignin. Interaksi ini menyebabkan struktur polimer kayu menjadi kaku dan atom O pada polimer menjadi kurang aktif berinteraksi dengan uap air (Stevens, 2007).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada rentang waktu bulan Februari 2019 – Juli 2019 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRF di Laboratorium Universitas Malang (UM), karakterisasi XRD di Laboratorium Institut Teknologi Surabaya (ITS), karakterisasi *color raeder* di Laboratorium Ilmu dan Teknologi Pangan Universitas Muhammadiyah Malang (UMM), dan karakteristik SEM-EDX di Laboratorium Universitas Gadjah Mada Yogyakarta (UGM).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah seperangkat alat gelas, lemari asam, Erlenmeyer vakum, corong Buchner, *stirrer* magnetik, timbangan analitik, kertas saring whatcmant 42, *color raeder*, XRF, XRD, dan SEM-EDX.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk limbah besi bubuk, kayu, aquademineral, Urea, HNO₃, PEG-6000, NaOH, serlak dan metanol .

3.3 Rencana Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah mensintesis senyawa hematit (α -Fe₂O₃) menggunakan metode presipitasi, sonikasi dan kalsinasi. Limbah bubuk besi didestruksi menggunakan HNO₃ 65% dan agen pengendap urea dengan variasi

waktu sonikasi 30, 45 dan 60 menit. Produk hasil sintesis dikarakteristik menggunakan teknik XRF, XRD dan *color reader*. Hasil terbaik dari pola difraksi XRD akan dikarakteristik menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsurnya. Produk diaplikasikan pada serbuk kayu untuk diuji daya *swellingnya*.

3.4 Tahap Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi Sampel.
2. Pembuatan prekursor ferri (Fe^{3+}).
3. Analisis dengan XRF.
4. Sintesis senyawa pigmen hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi waktu sonikasi.
5. Karakteristik yang digunakan meliputi: (a) XRF, (b) XRD, (c) *color reader*, dan (d) SEM-EDX.
6. Aplikasi pigmen pada serbuk kayu.
7. Analisa Data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Sampel limbah bubut besi yang digunakan merupakan limbah hasil industri kerajinan besi di kota Malang, Jawa Timur. Limbah bubut besi yang berupa serbuk dipisahkan menggunakan *magnetic separator*. Sampel besi yang telah terpisah digunakan sebagai bahan prekursor.

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

Sebanyak 30 gr sampel besi dimasukkan dalam gelas beaker 500 mL dan ditambahkan 100 mL asam nitrat 7 M (Raming, dkk., 2002). Campuran dibiarkan selama 24 jam agar terlarut sempurna. Untuk memaksimalkan pelarutan maka campuran dipanaskan pada suhu 100°C . Kemudian pemanasan dilanjutkan hingga campuran menjadi kistat atau terbentuk *slurry* (Khoiroh, dkk., 2013).

Analisis kualitatif dilakukan dengan diambil sedikit campuran yang telah kistat dan dilarutkan dengan aquades. Kemudian larutan ditetaskan dengan NaOH. Jika terbentuk endapan coklat kemerahan maka menandakan adanya Fe^{3+} dalam larutan dan jika terbentuk endapan hijau maka menandakan adanya Fe^{2+} . Sebagian sampel besi dianalisis menggunakan instrumentasi XRF untuk mengetahui kandungan unsur-unsur serta komposisi yang ada didalamnya.

3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Waktu Sonikasi

Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ditambahkan aquadimineral sebanyak 150 mL dan 9 gram urea dilarutkan dalam 300 mL aquadimineral (Chaudhari, dkk., 2009). Larutan urea dicampurkan ke dalam larutan prekursor kemudian dipanaskan pada suhu 70°C selama 1 jam. Selanjutnya campuran didinginkan pada suhu ruang (Legodi dan Dewaal, 2007). Campuran didekantasi dan padatan dicuci dengan aquadimineral sampai pH 7.

Endapan yang di dapat kemudian disaring dan dikeringkan pada suhu ruang. Kemudian ditambahkan cairan PEG-6000 dengan perbandingan massa endapan dan PEG-6000 cair sebanyak 1:5 dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* (Nursa, dkk., 2016). Larutan disonikasi menggunakan *ultrasonic bath* (Khalil, dkk., 2017) selama 30 menit. Endapan yang diperoleh didekantasi kemudian disaring

menggunakan corong *buchner* dan pompa vakum kemudian dikalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam (Chabib, 2017). Dengan langkah yang sama dilakukan sintesis hematit dengan variasi waktu sonikasi 45 dan 60 menit.

Ketiga produk hasil sintesis dianalisis dengan XRD sehingga diperoleh struktur dan ukuran kristal. Produk tersebut juga dianalisis dengan *color reader* sehingga diperoleh distribusi warna dari produk. Hasil terbaik dari identifikasi menggunakan XRD dan *color reader* akan dilanjutkan karakterisasinya menggunakan SEM-EDX sehingga diperoleh morfologi, analisis dan komposisi, distribusi ukuran partikelnya (Legodi dan Dewaal, 2007).

3.5.4 Aplikasi Pigmen Pada Kayu

Serlak dilarutkan ke dalam metanol sampai benar-benar larut. Kemudian ditambahkan 1 gram pigmen hematit hasil sintesis dan dioleskan pada permukaan kayu secara merata. Campuran serlak dan metanol tanpa pigmen juga dioleskan ke permukaan kayu sebagai kontrol.

3.5.6 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis

3.5.6.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

Prekursor dianalisis menggunakan teknik XRF untuk mengetahui kandungan bahan-bahan kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam limbah tersebut. Analisis dengan XRF ini dapat berupa analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk mengetahui jenis unsur yang terkandung dalam limbah sedangkan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam limbah tersebut.

3.5.6.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk. Sumber radiasi yang digunakan adalah Cu $K\alpha$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) dengan daya sebesar 30 kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang 2θ ($^\circ$) = 10-90.

3.5.6.3 Color Reader

Produk hasil sintesis ditempelkan pada *color reader* dan ditekan sampai berbunyi atau lampu menyala. Angka yang ditampilkan kemudian diukur pada grafik untuk mengetahui spesifikasi warna. Hasil yang diperoleh berupa nilai L^* , a^* , dan b^* dengan skala 0-100.

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

Produk terbaik dari hasil pola difraksi sinar-X serbuk kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk menganalisis morfologi permukaan, ukuran partikel dan komposisi unsurnya. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 5000-40000x.

3.5.6.5 Uji Daya Swelling Kayu Terpigmenkan Hematit

Uji ini dilakukan untuk mengetahui daya pigmen untuk mencegah *swelling* pada kayu. Kayu hasil pigmentasi dengan hematit ditambahkan 5 mL aquades dan didiamkan selama interval waktu 2, 4 dan 7 hari. Selama interval waktu tersebut diukur pertambahan volume dari kayu. Sebagai kontrol, maka dilakukan hal yang sama terhadap kayu akan tetapi tanpa pemberian pigmen dan pemberian campuran serlak dan metanol.

3.6 Analisis Hasil Penelitian

3.6.1 Analisis Hasil XRD

Pola difraksi sinar-X hasil sintesis akan dianalisa dengan cara membandingkannya dengan standar ICSD no. 66756 (Wu, dkk., 2013). Pola XRD senyawa hasil sintesis dapat dihitung ukuran kristalnya dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer yang ditulis pada persamaan 2.1.

3.6.2 Analisis Hasil *Color Reader*

Berdasarkan nilai L^* , a^* , dan b^* dari pengukuran *color reader*, maka dapat ditentukan nilai kroma (C^*) dan hue (H°) dengan persamaan 3.2 dan 3.3

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

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

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

3.6.3 Analisis Daya *Swelling* Kayu Terpigmenkan Hematit

Uji ini dilakukan untuk mengetahui daya pigmen untuk mencegah *swelling* pada kayu dan anti *swelling efficiency* pada kayu yang terlapis pigmen dengan menghitung volume kayu sebelum dan sesudah perendaman dalam air menggunakan jangka sorong digital dan analisis permukaan kayu menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 1,5 dan 2 kali. Daya *swelling* dan anti *swelling efficiency* kayu terpigmenkan hematit ini dapat dihitung menggunakan persamaan 3.4 dan 3.5.

$$\% \text{ Daya Swelling} = \frac{\text{volume akhir} - \text{volume awal}}{\text{volume awal}} \times 100\% \quad (3.3)$$

$$\% \text{ ASE} = \frac{(S_c - S_t)}{S_c} \times 100\% \quad (3.4)$$

Dengan S_c adalah % daya *swelling* kontrol dan S_t adalah % daya *swelling* kayu terpigmentasi hematit.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

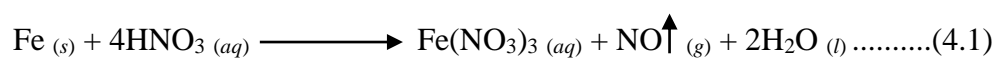
Sintesis pigmen hematit dalam penelitian ini menggunakan bahan baku limbah bubut besi dari industri kerajinan besi. Metode yang digunakan yaitu presipitasi-sonikasi-kalsinasi dengan variasi waktu sonikasi. Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan metode difraksi sinar-X, *color reader*, dan SEM-EDX. Pigmen hasil sintesis akan diaplikasikan pada kayu untuk mengetahui peran pigmen hasil sintesis dalam mencegah daya *swelling* pada kayu. Adapun tahapan dalam sintesis ini adalah pembuatan prekursor, proses sintesis hematit, karakterisasi hasil sintesis dan aplikasi hasil sintesis pada kayu.

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

Tahapan ini dilakukan dengan mendestruksi sampel limbah bubut besi menggunakan asam kuat. Sampel limbah bubut besi yang digunakan berasal dari industri kerajinan besi di Jln. Simpang Gajayana kota Malang. Berdasarkan hasil pada Tabel 4.1 dimana limbah bubut besi memiliki kandungan Fe yang tinggi, sehingga dapat digunakan sebagai bahan baku sintesis pigmen hematit.

Asam kuat yang digunakan untuk mendestruksi sampel yaitu asam nitrat 7 M. Destruksi pada sampel bertujuan untuk memutuskan ikatan logam Fe sehingga dapat membentuk ion ferri (Fe^{3+}). Ion ferri dapat digunakan sebagai prekursor untuk mensintesis senyawa hematit yang lebih murni (Legodi, dkk., 2007). Proses destruksi sampel dengan asam nitrat 7 M menghasilkan ion Fe^{3+} pada kondisi stabil dengan pH 2,06. Kestabilan ion Fe^{3+} terjadi pada kisaran pH 0-3 (Verink, 2011). Penggunaan asam nitrat dapat melarutkan besi menjadi ion ferri dalam bentuk

larutan garam $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ yang ditampilkan pada reaksi 4.1 dan Gambar 4.1 (Vogel, 1990).



Gambar 4.1 Reaksi saat sampel didekstruksi dan hasil setelah didekstruksi

Prekursor hasil dekstruksi kemudian dipanaskan sampai membentuk padatan yang merupakan padatan garam $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Perlakuan ini berfungsi untuk mempercepat reaksi destruksi, menghilangkan sisa gas NO_2 , dan menghilangkan air pada prekursor. Selanjutnya hasil prekursor dilakukan uji kualitatif dan karakterisasi menggunakan XRF. Uji kualitatif digunakan untuk mengetahui prekursor yang didapatkan adalah prekursor Fe^{3+} . Uji kualitatif dilakukan dengan meneteskan NaOH pada hasil prekursor dan hasil yang didapatkan yaitu terbentuk endapan merah kecoklatan setelah penetesan dengan NaOH seperti Gambar 4.2. Menurut Vogel (1990) reaksi Fe^{3+} dengan basa kuat akan menghasilkan endapan berwarna merah kecoklatan. Hasil uji kualitatif ditampilkan pada reaksi 4.2.





Gambar 4.2 Hasil reaksi prekursor ferri dengan NaOH

Berdasarkan hasil karakterisasi prekursor menggunakan XRF dirangkum pada Tabel 4.1 dimana unsur besi lebih mendominasi dari pada unsur lainnya dengan jumlah 96,58%. Jumlah besi yang dominan ini berpotensi sebagai bahan baku sintesis pigmen hematit. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Khoiroh, dkk. (2013) dimana kandungan Fe pada limbah bubuk besi sekitar 97,11% dengan beberapa unsur lain yang berjumlah cukup kecil.

Tabel 4.1 Kandungan unsur pada hasil prekursor

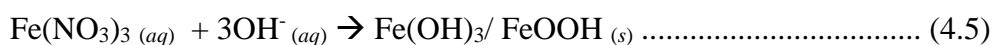
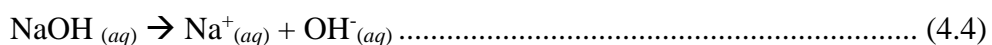
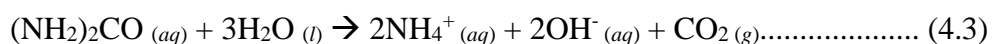
Unsur	Jumlah (%)
Besi (Fe)	96,58
Silika (Si)	0,49
Fosfor (P)	0,21
Kalsium (Ca)	0,12
Kromium (Cr)	0,24
Mangan (Mn)	0,54
Tembaga (Cu)	0,22
Bromin (Br)	0,51
Lantanum (La)	0,06
Europium (Eu)	0,76
Osmium (Os)	0,25

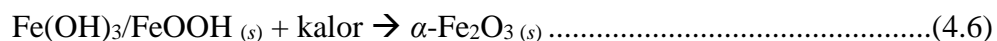
4.2 Proses Sintesis Hematit

Sintesis hematit dilakukan dengan rute metode presipitasi-sonikasi-kalsinasi. Proses presipitasi dilakukan dengan menambahkan senyawa urea pada prekursor

yang dapat membentuk endapan besi oksida/hidroksida. Tahapan dalam proses ini yaitu prekursor ditambahkan terlebih dahulu dengan aquademineral. Proses ini bertujuan untuk menguraikan prekursor garam besi nitrat menjadi ion-ionnya sehingga akan lebih mudah bereaksi dengan agen pengendap yang akan digunakan. Penggunaan aquademineral sebagai pelarut untuk dapat memperkecil pengotor dalam bentuk mineral sehingga produk yang dihasilkan relatif murni.

Langkah berikutnya yaitu penambahan agen pengendap urea 1,5 M dan diatur pH larutan menjadi pH 6. Pengaturan larutan menjadi pH 6 dilakukan dengan penambahan NaOH. Hal ini dikarenakan pertumbuhan kristal yang lambat dengan penambahan urea saja sehingga diperlukan penambahan NaOH untuk mencapai pH 6 dengan pertumbuhan kristal yang cepat. Pengkondisian ini pH ini dilakukan agar larutan berada pada pH yang melebihi pH K_{sp} $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dan nilai Q_{sp} dapat melampaui nilai K_{sp} senyawa $\text{Fe}(\text{OH})_3$ sehingga dapat mengendap sesuai perhitungan pada Lampiran 5. Perlakuan ini menghasilkan larutan yang mulai terbentuk endapan berwarna merah kecoklatan seperti pada Gambar 4.3. Menurut Chaudhari, dkk. (2009) urea akan dihidrolisis dalam air dan melepaskan NH_4 dan OH^- yang menyebabkan kenaikan pH pada larutan yang selanjutnya ion Fe^{3+} perlahan berubah menjadi $\text{Fe}(\text{OH})_3$ sesuai dengan reaksi 4.3 dan 4.5. Menurut Bariyah, dkk. (2010) NaOH akan terdisosiasi menjadi ion-ionnya di dalam air yaitu Na^+ dan OH^- kemudian ion Fe^{3+} akan bereaksi dengan hidroksida membentuk $\text{Fe}(\text{OH})_3$ sesuai dengan reaksi 4.4. dan 4.5.





Gambar 4.3 Pembentukan endapan dengan penambahan agen pengendap

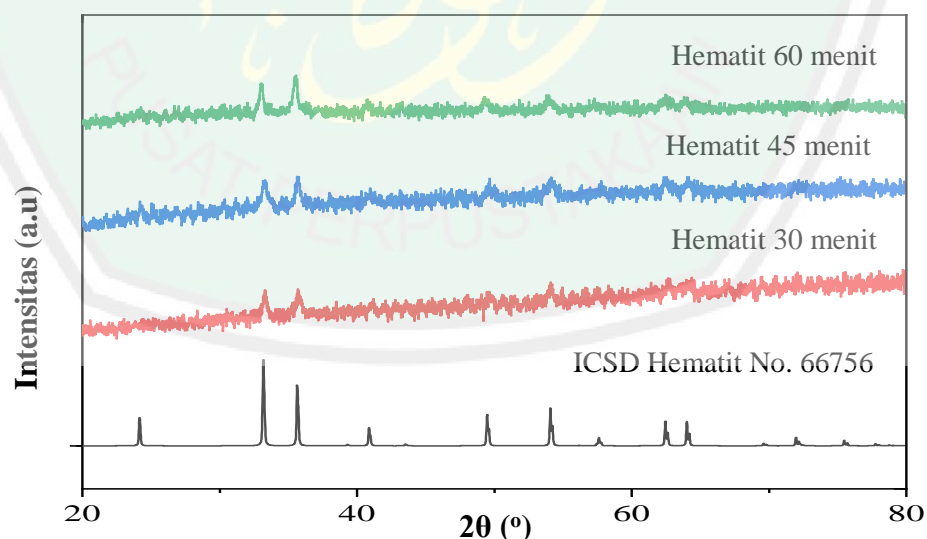
Proses pengendapan dilakukan dengan pemanasan selama 1 jam dan selanjutnya campuran dibiarkan selama 24 jam untuk memaksimalkan pembentukan kristal. Endapan yang terbentuk kemudian dihilangkan pelarutnya dengan cara penyaringan vakum. Hasil endapan dibiarkan dalam desikator hingga endapan kering atau berbentuk serbuk.

Proses selanjutnya yaitu sonikasi dengan variasi waktu sonikasi 30, 45, dan 60 menit. Variasi ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu sonikasi pada hasil sintesis pigmen hematit. Proses sonikasi bertujuan untuk mengubah partikel sintesis menjadi berukuran nano (Hapsari, 2009). Proses ini menggunakan tambahan polimer polietilen glikol (PEG) pada sampel dengan perbandingan 1:2 sebelum dilakukan proses sonikasi agar partikel yang dihasilkan memiliki ukuran yang seragam. Penambahan polimer PEG pada sintesis besi oksida digunakan untuk mengontrol ukuran nanopartikel agar seragam. Hasil proses sonikasi berupa padatan campuran antara PEG dan sampel yang selanjutnya dikalsinasi dengan suhu 750°C. Tujuan dari kalsinasi yaitu untuk mengubah serbuk hasil sintesis dari

warna kuning kecoklatan menjadi merah yang merupakan serbuk pigmen hematit. Reaksi pembentukan hematit dengan pemanasan ditampilkan pada reaksi 4.6 (Chaudhari, dkk., 2009).

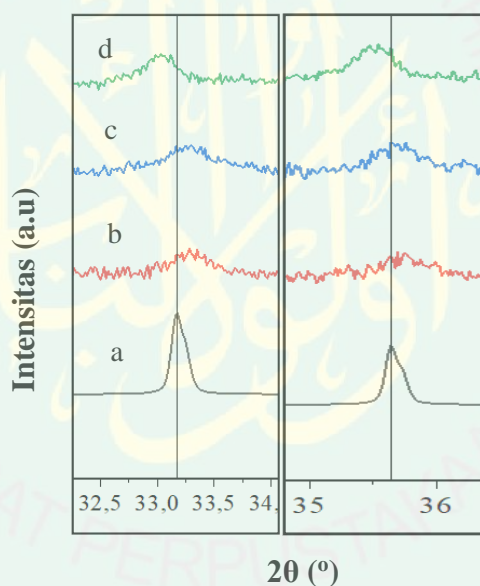
4.3 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi ini dilakukan untuk menentukan fasa yang terbentuk dengan teknik XRD yang selanjutnya akan dibandingkan dengan standar. Difraktogram sampel hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 4.4. Hasil sintesis dengan metode kalsinasi berupa serbuk berwarna merah kecoklatan yang kemudian di karakterisasi dengan XRD. Difraktogram hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi 30, 45 dan 60 menit menunjukkan kesesuaian puncak dengan standar senyawa hematit (*data base* ICSD no. 66756). Hal ini menunjukkan bahwa masing-masing variasi waktu sonikasi hasil sintesis masih dalam fasa hematit dan tidak ditemukan adanya pengotor.



Gambar 4.4 Difraktogram hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi 30, 45 dan 60 menit

Waktu sonikasi mempengaruhi derajat kristalinitas sampel hematit (α -Fe₂O₃). Hal ini ditunjukkan dengan intensitas dari puncak-puncak khas hematit yang semakin lama semakin tinggi. Variasi waktu sonikasi berpengaruh pada kristalinitas dikarenakan semakin lama waktu sonikasi semakin banyak gelembung-gelembung kavitasi yang menghasilkan energi yang digunakan dalam reaksi pembentukan kristal α -Fe₂O₃. Selain itu, dalam proses sonikasi terjadinya reaksi kondensasi yang mana terjadinya pemutusan rantai Fe-O-Fe yang amorf menghasilkan rantai Fe-O-Fe yang lebih teratur sehingga terbentuk fasa kristalin dan semakin lama waktu sonikasi maka semakin banyak reaksi kondensasi yang terjadi (Fauzi, dkk., 2017).



Gambar 4.5 Perbesaran beberapa puncak tertinggi pada variasi waktu sonikasi: (a) standar senyawa hematit (*data base ICSD no. 66756*), (b) hematit 30 menit, (c) hematit 45 menit, (d) hematit 60 menit

Perbandingan posisi puncak 2θ (°): 33 dan 35 ditampilkan pada Gambar 4.5. Dari perbandingan tersebut, dapat diketahui bahwa pada posisi puncak difraktogram sampel yang disintesis dengan waktu sonikasi 60 menit mengalami pergeseran kearah lebih kecil (kiri) yang menandakan ukuran kristal yang semakin

besar, sedangkan pada waktu sonikasi 45 dan 30 menit mengalami pergeseran kearah lebih besar (kanan) yang menandakan ukuran kristal yang kecil. Pergeseran puncak dimungkinkan karena terjadinya pergeseran parameter sel kisi yang berpengaruh pada ukuran kristal dan beberapa jenis cacat dalam kisi kristal hematit (Muller, 2015).

Ukuran kristal dari senyawa hematit dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Ukuran kristal hasil sintesis dirangkum pada Tabel 4.2, dan diketahui bahwa senyawa hematit hasil sintesis memiliki ukuran kristal kisaran 27-41 nm. Hal ini menandakan bahwa kristal tersebut termasuk dalam nanokristal. Berdasarkan ukuran kristal dapat diketahui bahwa semakin lama waktu sonikasi ukuran kristal yang dihasilkan semakin besar. Hal ini dikarenakan waktu sonikasi yang semakin lama dapat menyebabkan pembentukan inti kristal yang cepat sehingga inti kristal cenderung mengalami agregasi dan ukuran kristalnya menjadi lebih besar (Wei dan Chang, 2008).

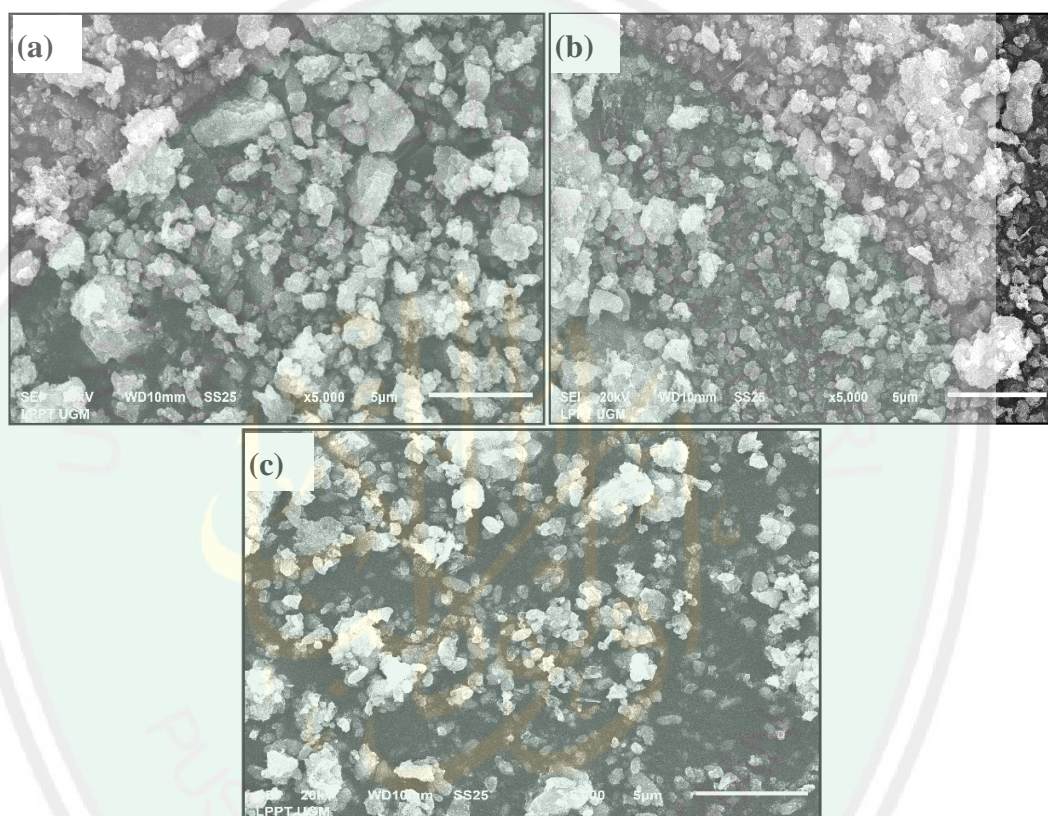
Tabel 4.2 Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis

Variasi waktu sonikasi	2 θ (°)	Ukuran kristal (nm)
30 menit	33,3339	30,6
	35,7026	30,8
45 menit	33,2500	27,3
	35,7201	41,1
60 menit	33,0040	40,8
	35,4767	49,3

4.4 Karakterisasi dengan SEM-EDX

Karakterisasi SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel, distribusi pertumbuhan partikel, ukuran partikel dan komposisi unsur yang

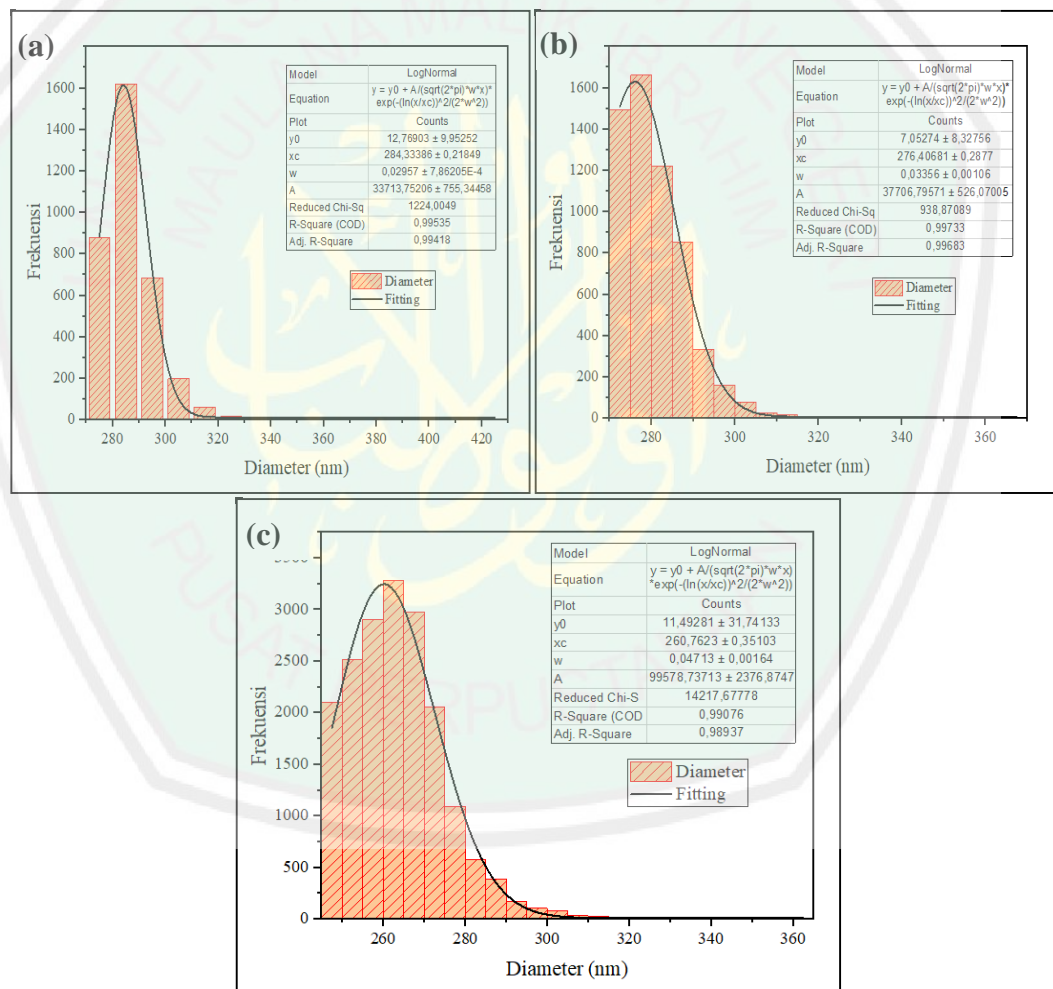
terkandung dalam senyawa hematit hasil sintesis. Pengujian SEM dilakukan pada ketiga variasi waktu sonikasi dengan perbesaran 5000, 10000, 30000, dan 40000 kali yang ditampilkan pada Lampiran 4. Uji EDX hanya dilakukan pada sampel dengan waktu sonikasi 60 menit dan hasil pengukuran ditampilkan pada Lampiran 4.



Gambar 4.6 Hasil analisa SEM senyawa hematit pada perbesaran 5000 kali dengan variasi waktu sonikasi: (a) 30, (b) 45, dan (c) 60 menit

Gambar dari uji SEM sampel senyawa hematit hasil sintesis dengan perbesaran 5000 kali ditampilkan pada Gambar 4.6 dan diketahui bahwa sampel yang disintesis dengan waktu sonikasi 30 menit memiliki bentuk partikel yang tidak teratur dengan beberapa partikel yang berbentuk bulat (*spherical*) dan masih banyak ditemukan partikel yang teraglomerasi. Bentuk partikel sampel yang disintesis dengan waktu sonikasi 45 menit terlihat mulai teratur dengan bentuk

partikel bulat (*spherical*) dan beberapa bentuk partikel oval dengan masih banyak ditemukan partikel yang teraglomerasi. Sampel yang disintesis dengan waktu sonikasi 60 menit memiliki bentuk partikel yang lebih teratur dengan bentuk partikel bulat (*spherical*) dan didominasi bentuk partikel oval dengan partikel yang teraglomerasi lebih sedikit. Hal ini dikarenakan penambahan PEG-6000 yang dapat mencegah partikel berinteraksi dengan partikel lain sehingga bentuk partikel lebih seragam dan teratur dengan tingkat aglomerasi yang berkurang (Radu, dkk., 2017).



Gambar 4.7 Hasil pengukuran ukuran partikel menggunakan aplikasi *ImageJ* pada sampel hematit: (a) 30, (b) 45, dan (c) 60 menit

Ukuran partikel dapat diketahui dari hasil SEM dengan pengukuran menggunakan aplikasi *ImageJ* yang hasil pengukurannya ditampilkan pada Gambar 4.7 dan dirangkum pada Tabel 4.3. Berdasarkan ukuran partikel dapat diketahui bahwa semakin lama waktu sonikasi ukuran partikel rata-rata yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu sonikasi maka gelombang kejut yang dihasilkan lebih banyak sehingga dapat memperkecil ukuran partikel. Waktu sonikasi yang semakin lama dapat menyebabkan partikel semakin kecil dengan bentuk partikel seragam dan tingkat penggumpalan partikel yang berkurang.

Tabel 4.3 Ukuran partikel rata-rata senyawa hematit hasil sintesis

Variasi	Ukuran partikel rata-rata (nm)
Hematit 30 menit	284,33±0,218
Hematit 45 menit	276,41±0,287
Hematit 60 menit	260,76±0,351

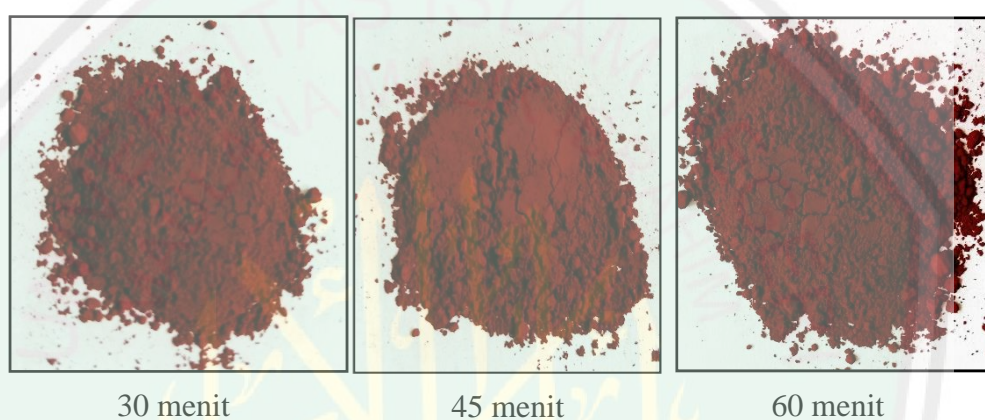
Hasil uji EDX pada perbesaran 5000 kali dirangkum pada Tabel 4.4. Hasil ini menunjukkan unsur yang terkandung paling tinggi yaitu Fe dan O, tetapi masih terdapat kandungan unsur lain yaitu unsur C. Unsur karbon ini berasal dari limbah bubuk besi sebagai bahan baku, yang memiliki titik leleh 3652 °C dan pemanasan yang digunakan pada penelitian yaitu 750 °C sehingga tidak dapat mengabukan unsur karbon (Mulyono, 2006).

Tabel 4.4 Komposisi unsur-unsur pada pigmen hemati

Unsur	Jumlah (%)
Fe	35,31
O	41,41
C	23,28
Total (%)	100

4.5 Karakterisasi dengan *Color Reader*

Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui warna dari pigmen hasil sintesis yang ditunjukkan dengan nilai L^* , a^* , b^* , C^* dan H° yang selanjutnya akan dibandingkan dengan standar hematit. Berdasarkan sintesis dengan variasi waktu sonikasi, didapatkan pigmen hematit berwarna merah dengan nilai L^* , C^* , H° , a^* dan b^* yang berbeda. Hal ini ditampilkan pada Gambar 4.8 dan Lampiran 4.



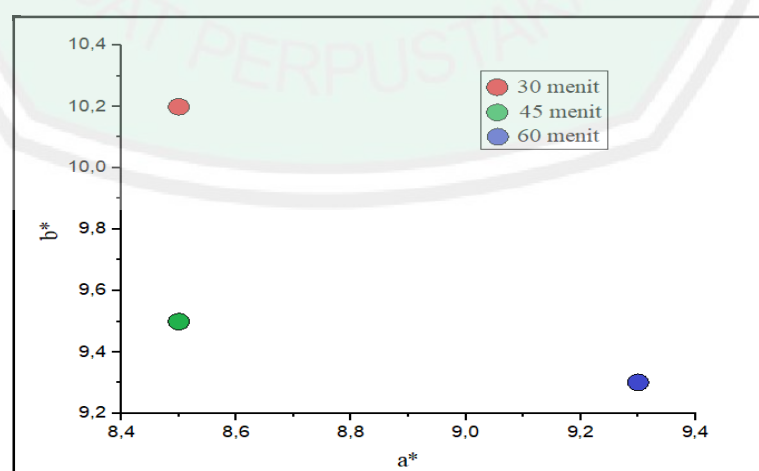
Gambar 4.8 Pigmen hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi

Nilai L^* (*value*) menunjukkan derajat kecerahan, a^* menunjukkan koordinat variasi warna hijau hingga merah, b^* menunjukkan koordinat variasi warna biru hingga kuning, C^* (*chroma*) menunjukkan intensitas kemurnian warna dan H° (*hue*) menunjukkan corak warna dari pigmen. Berdasarkan hasil karakterisasi *colour reader* yang ditunjukkan pada Lampiran 4 menunjukkan bahwa pigmen hematit hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi masuk dalam rentang standar warna pigmen hematit. Berdasarkan Tabel 4.5 menunjukkan variasi waktu sonikasi tidak berpengaruh terhadap nilai L^* hasil sintesis. Hal ini mengindikasikan bahwa tidak ada pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap nilai L^* sampel hasil sintesis.

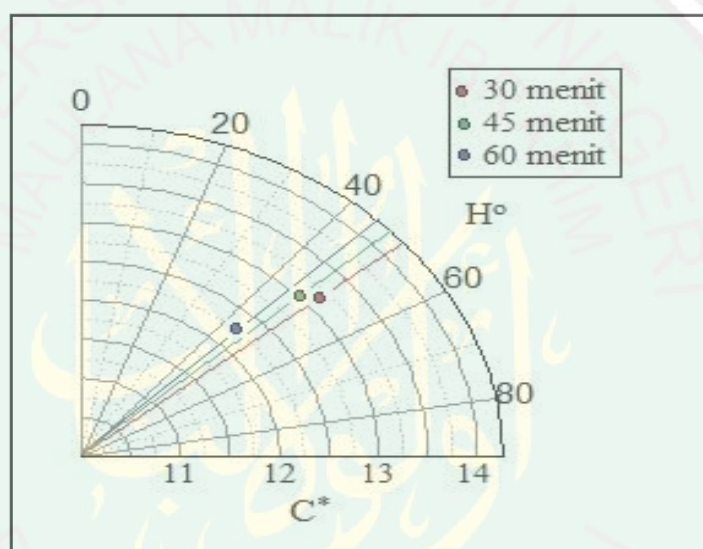
Tabel 4.5 Hubungan variasi waktu sonikasi dengan nilai L*.

Variasi	L*
Hematit 30 menit	40,7
Hematit 45 menit	40,3
Hematit 60 menit	40,4

Gambar 4.9 menunjukkan hubungan nilai a^* yang akan menunjukkan warna semakin merah dengan nilai b^* yang akan menunjukkan warna semakin kuning. Berdasarkan hasil yang didapatkan bahwa variasi waktu sonikasi menghasilkan pigmen hematit dengan warna merah yang semakin cerah dan warna kuning yang semakin rendah dengan bertambahnya waktu sonikasi. Nilai a^* tertinggi pada waktu sonikasi 60 menit, akan tetapi waktu sonikasi 60 menit memiliki nilai b^* terendah sehingga pada waktu ini memiliki warna pigmen merah yang lebih gelap. Semakin lama waktu sonikasi menghasilkan nilai a^* semakin tinggi dengan nilai b^* yang semakin rendah. Hal ini dikarenakan hasil sintesis dengan variasi waktu 60 menit memiliki ukuran partikel yang paling kecil dimana semakin kecil ukuran partikel maka semakin merata luas dan volume permukaan partikel sehingga dapat meningkatkan kestabilan warna merah pada pigmen hematit (Tanner, 2015).

Gambar 4.9 Hubungan nilai a^* dan b^*

Gambar 4.10 menunjukkan hubungan nilai C^* dengan H^0 yang mana kedua nilai ini didapatkan dari perhitungan nilai a^* dan b^* pada Lampiran 4. Nilai C^* dan H^0 tertinggi didapatkan pada waktu sonikasi 30 menit. Semakin lama waktu sonikasi maka semakin kecil nilai H^0 yang berbanding lurus dengan derajat kecerahan dan kekuningan, sehingga dapat disimpulkan semakin lama waktu sonikasi maka warna pigmen yang dihasilkan semakin merah dengan berkurangnya nilai kekuningan dan semakin gelap.

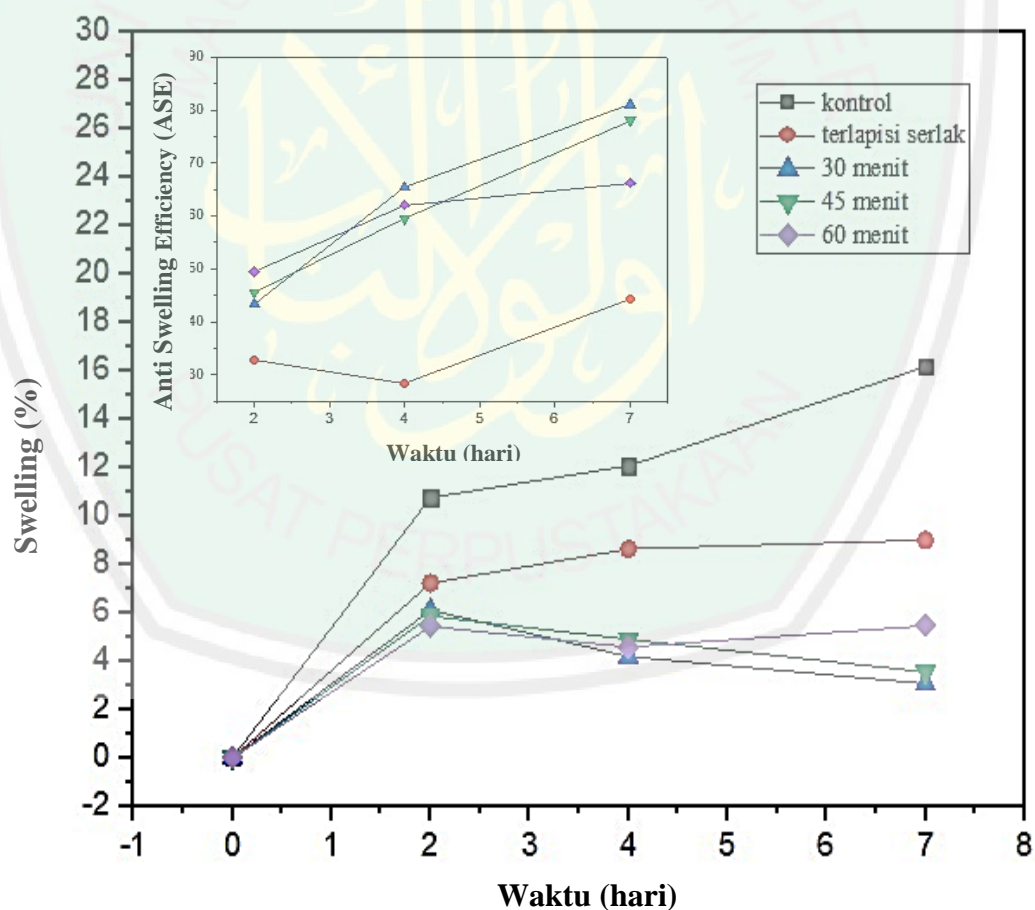


Gambar 4.10 Hubungan nilai C^* dan H^0

4.6 Aplikasi Pigmen Hasil Sintesis pada Kayu

Hematit hasil sintesis dapat digunakan sebagai pigmen salah satu nya digunakan sebagai pewarna merah pada cat kayu. Pigmen hasil sintesis diaplikasikan ke kayu untuk mengetahui peran pigmen dalam mencegah daya *swelling* (pembengkakan) pada kayu. Bahan yang digunakan selain pigmen hasil sintesis yaitu serlak yang dilarutkan ke dalam metanol untuk melarutkan pigmen yang akan diaplikasikan ke kayu.

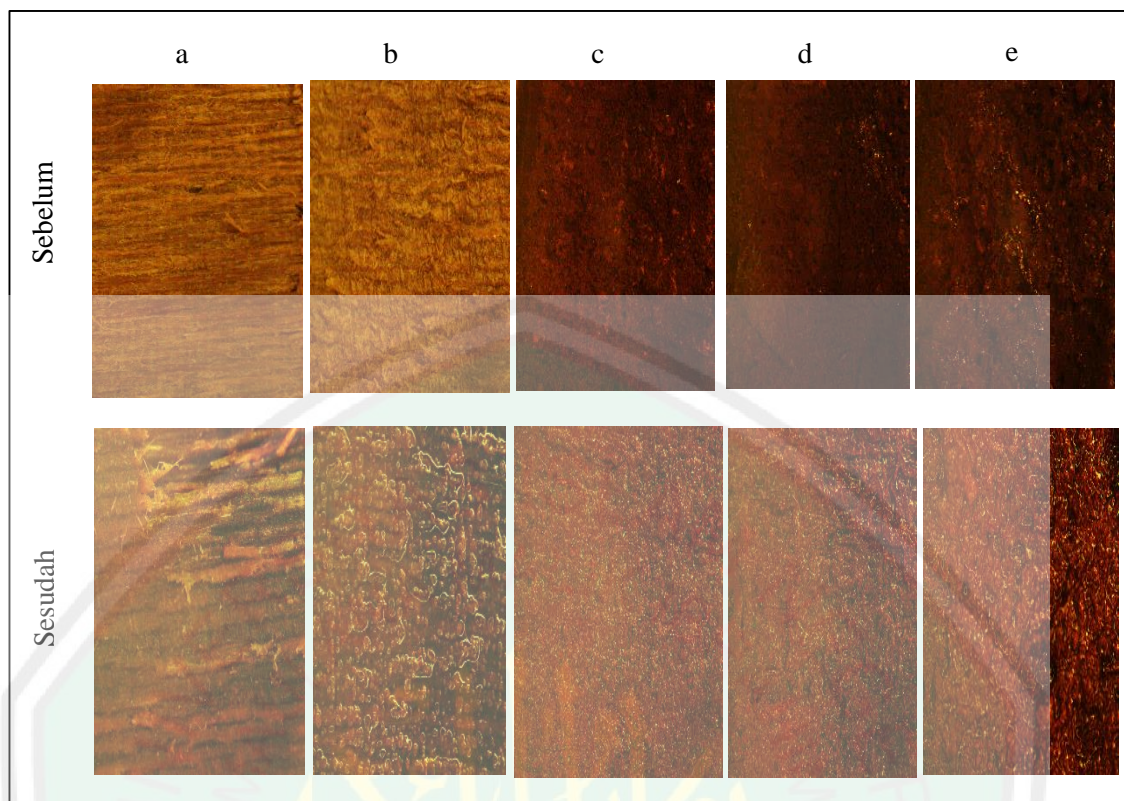
Analisis ini dilakukan pada tanggal 7-14 Oktober 2019 dengan menghitung volume kayu yang mengalami *swelling* dari hari ke 2, hari ke 4 dan hari ke 7 perendaman kayu di dalam air. Variasi yang dilakukan pada aplikasi ini yaitu kayu yang ditambahkan dengan campuran pigmen hasil sintesis, kayu terlapis serlak, dan kayu kontrol (tanpa campuran pigmen). Hasil pengukuran volume ini selanjutnya akan dibandingkan untuk mengetahui perbedaan daya *swelling* dan *anti swelling efficiency* (ASE) dari pigmen hasil sintesis. Hasil volume kemudian dihitung persentasi daya *swelling* pada Lampiran 7 kemudian ditampilkan dalam grafik pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Pengaruh pigmen pada daya *swelling* dan *anti swelling efficiency* (ASE) kayu

Berdasarkan hasil yang didapatkan pada Gambar 4.10, daya *swelling* pada kayu kontrol mengalami peningkatan daya *swelling* yang tinggi dibandingkan kayu dengan campuran pigmen. Kayu terlapsi serlak juga mengalami peningkatan daya *swelling* yang cukup tinggi yang menandakan bahwa pigmen hematit dapat mencegah daya *swelling* pada kayu. Hal ini ditunjukkan pada grafik nilai *anti swelling efficiency* (ASE) kayu terlapsi serlak memiliki nilai yang rendah dibandingkan kayu dengan lapisan pigmen. Berdasarkan variasi yang dilakukan kayu yang terlapsi pigmen dengan waktu sonikasi 60 menit memiliki nilai daya *swelling* yang paling tinggi dan kayu yang terlapsi pigmen dengan waktu sonikasi 30 menit memiliki nilai daya *swelling* yang paling rendah. Pigmen hematit akan masuk kedalam pori-pori kayu sehingga polimer pada kayu tidak dapat menyerap air. Pigmen hematit mengandung Fe yang dapat berikatan *cross link* dengan polimer kayu seperti selulosa, hemiselulosa dan lignin yang menyebabkan struktur polimer menjadi kaku dan atom O pada polimer menjadi kurang aktif berinteraksi dengan uap air (Stevens, 2007).

Selain itu dilakukan analisis mikroskop optik pada kayu untuk mengetahui permukaan kayu dari sebelum dan setelah aplikasi yang ditampilkan pada Gambar 4.12 dan Lampiran 7. Hasil optik menunjukkan pada permukaan kayu tanpa campuran pigmen mengalami perubahan struktur permukaan kayu, sedangkan kayu dengan campuran pigmen tidak terlihat pembengkakan dan perubahan struktur permukaan kayu. Hal ini dikarenakan polimer kayu dengan campuran pigmen tidak dapat mengikat uap air yang akan membengkak dan mempengaruhi struktur permukaan kayu.



Gambar 4.12 Analisa dengan mikroskop optik dengan perbesaran 2 kali pada aplikasi: (a) kayu kontrol, (b) kayu terlapisi serlak, (c) kayu terpigmentasi hematit 30 menit, (d) kayu terpigmentasi hematit 45 menit, dan (e) kayu terpigmentasi hematit 60 menit

4.7 Pemanfaatan Limbah Bubut Besi dalam Perspektif Islam.

Seiring bertambahnya zaman, besi banyak diolah menjadi alat-alat yang dapat membantu kelangsungan hidup manusia. Akan tetapi, banyak industri-industri yang mengolah besi tersebut membuang ke lingkungan limbah sisa perindustriannya yang tidak digunakan dan tidak diolah dengan baik. Hal ini dapat menyebabkan kerusakan dan pencemaran lingkungan yang akan memicu bencana alam.

Salah satu limbah besi yang mencemari lingkungan adalah limbah bubut besi. Sugiharto (1997) menyatakan limbah bubut besi yang berukuran kecil tidak dapat dimanfaatkan lagi dan akan dibuang secara langsung ke lingkungan. Pembuangan

limbah bubut besi yang melebihi ambang batas akan menyebabkan pencemaran lingkungan dikarenakan sifat besi yang korosif dan dapat menurunkan kesuburan tanah. Kerusakan yang terjadi di muka bumi disebabkan oleh ulah manusia dan Allah SWT mendatangkan bencana agar manusia mengetahui perbuatannya sebagaimana firman Allah SWT dalam surat ar-Rum (41) yang berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي
عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ (٤١)

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sabahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”

Bencana yang disebabkan oleh pencemaran lingkungan ini dapat diatasi dengan manusia yang menjaga kelestarian lingkungannya. Hal ini dikarenakan hanya manusia yang diberikan akal agar dapat berpikir untuk mengelola lingkungan agar tidak merusak lingkungannya. Allah SWT menegaskan bahwa manusia telah dipilih sebagai khalifah di bumi ini mengemban tugas untuk senantiasa merawat, mengelola dan menjaga lingkungan sesuai yang terkandung dalam surah al-Baqarah (30) yang berbunyi:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَنْ
يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ
مَا لَا تَعْلَمُونَ (٣٠)

Artinya: “Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada Para Malaikat: “Sesungguhnya aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi.” mereka berkata: “Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal Kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?” Tuhan berfirman: “Sesungguhnya aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui.”

Menurut Ash-Shiddieqy (2000) ayat ini mengisyaratkan bahwa setelah menciptakan bumi, mengelolah dan mengaturnya, Allah SWT kemudian menciptakan manusia dan dilengkapi dengan kekuatan yang mampu membuat mereka dapat mengelola dan menata demi terciptanya kemakmuran bumi. Salah satu contohnya manusia dapat mengelolah kembali limbah menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat, sehingga akan mengurangi dampak pencemaran lingkungan. Upaya untuk mengurangi pencemaran lingkungan dari limbah bubut besi sesuai penelitian ini yaitu menjadikan limbah bubut besi sebagai bahan baku untuk mensintesis senyawa besi oksida (hematit) yang dapat dijadikan sebagai pigmen.

Pigmen hematit yang memiliki warna merah kecoklatan memiliki beberapa keunggulan seperti ramah lingkungan, tidak beracun, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup material dan tahan lama (daya tahan) yang baik (Sobirin dan Margi Fitriawan, 2015). Selain itu pigmen hematit yang diaplikasikan sebagai cat kayu berwarna merah kecoklatan dapat menjaga kayu tetap halus, warna kayu yang bertahan lama dan dapat mencegah daya *swelling* (pembengkakan) pada kayu sehingga kayu tidak cepat mengalami pelapukan (Tian, dkk., 2017). Hal ini menggambarkan bahwa segala sesuatu seperti limbah limbah bubut besi dapat dimanfaatkan kembali menjadi pigmen hematit yang memiliki banyak manfaat karena Allah SWT menciptakan sesuatu yang ada di langit dan bumi tidaklah sia-sia. Seperti yang ditunjukkan dalam firman Allah SWT dalam surah Shaad (27) yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ
فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ (٢٧)

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 mereka akan masuk neraka”

Tafsir Al-Maraghi memberikan penjelasan bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah SWT ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat yang besar (Sitanggal, 1993). Tafsir Ibnu Katsir menjelaskan bahwa Allah SWT menceritakan berbagai nikmat-Nya yang diberikan kepada hamba-hamba-Nya. Segala nikmat ini merupakan bukti kekuasaan Allah SWT bagi kaum yang memikirkan ayat-ayat, mengkajinya dan melakukan penelitian ilmiah. Itulah bentuk dari bagaimana manusia dapat mengoptimalkan daya fikir yang telah diberikan oleh Allah SWT (Mahran, 2006). Pengoptimalan daya fikir dengan memanfaatkan limbah menjadi sesuatu yang bermanfaat dan dapat digunakan merupakan perbuatan amal shaleh yang mana perbuatan amal shaleh ini dijanjikan surga oleh Allah SWT yang tertera pada surah an-Nisa (124) yang berbunyi:

وَمَنْ يَعْمَلْ مِنَ الصَّالِحَاتِ مِنْ ذَكَرٍ أَوْ أُنْثَىٰ وَهُوَ مُؤْمِنٌ فَأُولَٰئِكَ
يَدْخُلُونَ الْجَنَّةَ وَلَا يُظْلَمُونَ نَقِيرًا (١٢٤)

Artinya: “Barangsiapa yang mengerjakan amal-amal saleh, baik laki-laki maupun wanita sedang ia orang yang beriman, maka mereka itu masuk kedalam surga dan mereka tidak dianiaya walau sedikitpun.”

Orang yang melakukan amal shalih akan diterima ketika amal tersebut berlandaskan dengan keimanan yang benar. Tafsir Ibnu Katsir menyatakan untuk bisa beramal shalih juga disyariatkan adanya ilmu. Tanpa adanya ilmu yang benar, bisa jadi kita melakukan amal yang salah (bukan amal shalih). Hal ini menunjukkan

bahwa dengan memiliki ilmu yang benar kita dapat melakukan amal shalih yang salah satu contohnya dengan mempelajari ilmu kimia kita dapat memanfaatkan limbah bubuk besi menjadi pigmen hematit berwarna merah yang memiliki manfaat sebagai cat, tinta dan lain-lain.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang didapatkan dari penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis hematit dengan variasi waktu sonikasi menghasilkan senyawa hematit dengan semakin lama waktu sonikasi ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil.
2. Variasi waktu sonikasi menghasilkan semakin lama waktu sonikasi maka warna pigmen yang dihasilkan semakin merah dengan berkurangnya nilai kekuningan dan semakin gelap.
3. Pigmen hematit hasil sintesis dapat mencegah *swelling* pada kayu dilihat dari nilai % daya *swelling* terkecil dengan nilai % ASE yang paling besar dibandingkan kayu tanpa terlapisi pigmen. Pigmen dengan variasi waktu 30;45; dan 60 menit pada hari ke-7 menghasilkan % ASE berturut-turut 80,99; 78,02; dan 66,24%.

5.2 Saran

Pembuatan prekursor perlu dilakukan optimasi untuk perbandingan yang sesuai agar kristalinitas yang dihasilkan lebih tinggi. Perlu dilakukan optimasi juga pada perbandingan *stabilizer* pada metode sonikasi sehingga mengurangi aglomerasi dan partikel yang dihasilkan lebih seragam. Aplikasi pigmen pada kayu perlu diteliti lebih lanjut sehingga peran pigmen pada kayu lebih efisien.

DAFTAR PUSTAKA

- Aji, M.P., Agus Y., dan Satria, B. 2007. Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 106 (8).
- Ash-Shiddieqy, M.H. 2000. *Tafsir al-Qur'anul Majid An-Nur*. Semarang : PT. Pustaka Rizki Putra.
- Askarinejad, A., Mojtaba, B., dan Ali, M. 2011. Sonochemical Fabrication and Catalytic Properties of α -Fe₂O₃ Nanoparticles. *Journal of Experimental Nanoscience*. 6 (3): 217–25.
- Astuti, B., dan Hasyim, A.M. 2015. Pengaruh Temperatur Deposisi pada Penumbuhan Film Tipis Silikon Karbida dengan Metode *Homemade Hot-Mesh* Chemical Vapor Deposition. *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*. 38 (1): 31-37.
- Bariyah, K., Rahmat, N., dan Linda, S. 2010. Pengaruh Kation Fe²⁺ terhadap Proses Elektrokimiawi Magnesium pada Model Larutan Pekatan Air Laut (*Bittern*). *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 13 (3): 95-100.
- Chabib, M.N. 2017. Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. *Skripsi*, Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Chang, R. 2003. *Kimia Dasar Konsep-konsep Inti Jilid 2*, Edisi 3. Terjemahan Achmadi, S.S. 2005. Jakarta: Erlangga.
- Chaudhari, Nitin, K., Hyung, C.K., Derac, S., dan Jong-Sung Y. 2009. Easy Synthesis and Characterization of Single-Crystalline Hexagonal Prism-Shaped Hematite α -Fe₂O₃ in Aqueous Media. *Crystal Engineering Communication*. 11 (11): 2264-2267.
- Cornell, R.M., dan Schwertmann, U. 2003. *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences, and uses*. 2nd, completely rev. and extended ed ed. Weinheim: Wiley-VCH.
- Delmifiana, B. 2013. “Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur Dan Morfologi Nanopartikel Magnetik Yang Disintesis Dengan Metode Kopesipitasi”. *Jurnal Fisika Unand*. 2 (3): 186-189.
- Eggleston, C.M., dan Michael F.H. 1992. The Structure of Hematite {001} Surface by Scanning Tunneling Microscopy Image Interpretation, Surface Relaxation, and Step Structure. *Journal American Mineralogist*. 77: 911-922.

- Fauzi, S., Mahfudz, M., Sutarno, dan Suyanta. 2017. Pengaruh Waktu Sonikasi Selama Sintesis terhadap Kristalinitas MCM-41 Berbasis Silikat. *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)*. 6 (2): 58-66.
- Fouda, M.F.R., El-Kholy, M.B., Moustafa, S.A., Hussien, A.I., Wahba, M.A., dan El-Shahat, M.F. 2012. Synthesis and Characterization of Nanosized Fe₂O₃ Pigments. *Hindawi International Journal of Inorganic Chemistry*. (9).
- Firnando, H.G. 2015. Pengaruh Suhu Pada Proses Sonikasi Terhadap Morfologi Partikel Dan Kristalinitas Nanopartikel. *Jurnal Fisika Unand*. 4 (1): 1-5.
- Grazenaite, E. 2016. Sol-gel and Sonochemically Derived Transition Metal (Co, Ni, Cu, and Zn) Chromites as Pigment: A Comparative Study. *Ceramics International*. 42: 9402-9412.
- Guinier, A. 1994. *X-Ray Diffraction. In Crystals, Imperfect Crystal, and Amorphous Bodies*. Paris: Dover Publications.
- Hamsah, D. 2007. Pembuatan Penciciran dan Uji Aplikasi Nanokomposit Berbasis Montolamit dan Besi Oksida. *Skripsi*. ITB.
- Hapsari, B.W. 2009. Sintesis Nanosfer Berbasis Ferrofluid dan Polylactic Acid (PLA) dengan Metode Sonikasi. *Skripsi*. Fisika IPB.
- Iacob, M. 2015. Sonochemical Synthesis of Hematite Nanoparticles. *Chemistry Journal of Moldova*. 10 (1): 46-51.
- Katsuki, H., dan Sridhar K. 2003. Role of α -Fe₂O₃ Morphology on the Color of Red Pigment for Porcelain. *Journal of the American Ceramic Society*. 86 (1): 183-85.
- Khalil, M., Ning, L., dan Robert, L. 2017. Synthesis and Characterization of Hematite Nanoparticles Using Ultrasonic Sonochemistry Method. *International Journal of Technology*. 8 (4): 582-590.
- Khoiroh, L.M., Diah, M., Akhmad, S., dan Bambang I. 2013. Synthesis of Hematite Pigments (α -Fe₂O₃) by Thermal Transformations of FeOOH. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*. 2 (1): 27-34.
- Kusumawati, A. 2013. Sintesis Nanopartikel Pigmen Oksida Besi Hitam (Fe₃O₄), Merah (Fe₂O₃) dan Kuning (FeOOH) Berbasis Pasir Besi Tulungagung. *Skripsi UM*. Malang: Fisika UM.
- Legodi, M., dan Dewaal, D. 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality from Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*. 74 (1): 161-68.

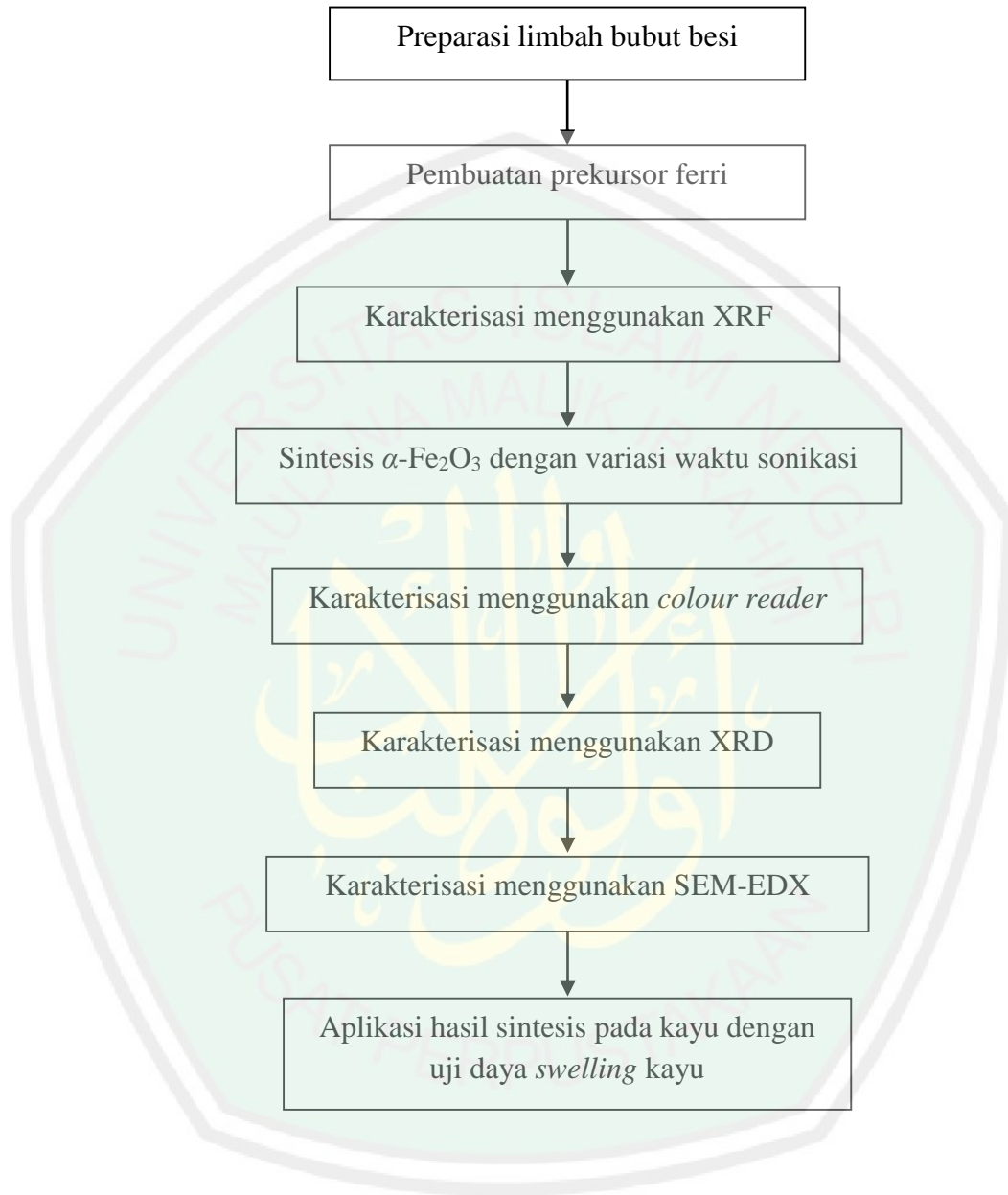
- Machala, L., Jiří, T., dan Radek, Z. 2011. Polymorphous Transformations of Nanometric Iron(III) Oxide: A Review. *Chemistry of Materials*. 23 (14): 3255–72.
- Mahrán, J. dan Abdul, A.H. 2006. *Al-Qur'an Bertutur Tentang Makanan dan Obat-obatan*. Yogyakarta: Mitra Pustaka.
- Masruroh, Manggara, A.B., Papilaka, Titus., dan Triandi, R. 2015. Penentuan Ukuran Kristal (*Crystallite Size*) Lapis Tipis PZT dengan Metode XRD Melalui Pendekatan Persamaan Debye Scherrer. *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*: 24-28.
- Mohapatra, M. dan Anand, S. 2010. Synthesis and applications of nano-structured iron oxides/hydroxides—a review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*. 2 (8): 127–46.
- Mufti, N., Atma, T., Fuad, A., dan Sutadji, E. 2013. Synthesis and Characterization of Black, Red, and Yellow Nanoparticles Pigments From The Iron Sand. *International Conference on Theoretical and Applied Physics*. 1617: 165-169.
- Muller, M., Villaba, J.C., Mariani, F.Q., Dalpasquale, M., Lemos, M.Z., Huila, M.F.G., dan Anaissi, F.J. 2015. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments Through the Method of the Forced Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dyes and Pigments*, 120: 271-278.
- Mulyono. 2006. *Membuat Reagen Kimia di Laboratorium*. Jakarta: PT. Bumi Aksara.
- Nursa, I., Dwi, P., dan Arif, B. 2016. Pengaruh Polietilen Glikol (PEG) Terhadap Ukuran Partikel Magnetit (Fe_3O_4) yang Disintesis dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*. 5 (3): 2302-8491.
- Pasaribu, G., Bonifasius, S., dan Gustan, P. 2015. Analisis Komponen Kimia Empat Jenis Kayu Asal Sumatera Utara. *Jurnal Kimia*. 1: 1–11.
- Raming, T.P. 2002. The Synthesis and Magnetic Properties of Nanosized Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Particles. *Journal of Colloid and Interface Science*. 249: 346-350.
- Radu, T., Iacovita, C., Benea, D., dan Turcu, V. 2017. X-Ray Photoelectron Spectroscopic Characterization of Iron Oxide Nanoparticles. *Applied Surface Science*. 405: 337–43.
- Septityana, K.D., Nurul, T., Tito, P., Dwi, W.N., dan Radyum, I. 2013. Sintesis Dan Karakterisasi Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*. 1 (4): 451-455.

- Shihab, Q.M. 2002. *Tafsir al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sitanggal, A.U. 1993. *Terjemahan Tafsir al-Maraghi juz 6*. Semarang: CV. Toha Putra.
- Sobirin, M., dan Margi, F. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja (mill scale) dengan Metode laux. *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika*. 2.
- Stevens, M.P. 2007. *Kimia Polimer*. 2 ed. Jakarta: Pradnya Paramita.
- Sugiharto. 1997. *Dasar-dasar Pengolahan Air Limbah*, Edisi 1. Jakarta: UI Press.
- Sukirman, E., dan Wisnu A.A. 2006. Analisis Regangan dan Tegangan Sisa dengan Metode *Rietveld* pada $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Hasil Pelelehan. *Jurnal Sains Materi Indonesia*: 147-153.
- Sumadiyasa, M., dan Manuaba, B.S. 2018. Penentuan Ukuran Kristal Menggunakan Formula Scherrer, Williamson-Hull Plot, dan Ukuran Partikel dengan SEM. *Buletin Fisika*. 19 (1): 28-35.
- Sunardi, Prasadja, M.E. dan Sutrisno. 2016. Technopreneur Ferro Sulfat dari Scrap Besi Bengkel Bubut Bagi Siswa SMK. *Jurnal Dianmas*. 5 (2): 109-118.
- Sundari dan Petrus D. 2007. Pengolahan Limbah Besi Bengkel Bubut Menjadi Ferro Sulfat. *Laporan Penelitian Dosen Muda*.
- Suyanti, Purwani, M.V., dan Aw, M. 2008. Peningkatan Neodimium Secara Proses Pengendapan Bertingkat Memakai Amonia. *Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir*: 429-438.
- Tanner, A.O. 2010. Mineral Years Book Iron Oxide Pigments. *U.S Geological Survey*: 40.
- Tian, G., Wenbo, W., Dandan, W., Qin, W., dan Ai Qin, W. 2017. Novel Environment Friendly Inorganic Red Pigments Based on Attapulgitite. *Powder Technology*. 315: 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 Pustaka.

- 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*, 1: 1-8.
- Wang, W.H., Zheng, M.Z., Qing, W.W., dan Yong, Z.C. 2011. Application of Organic and Inorganic Dye to Wood Plastic Composite. *Advanced Materials Research*. 2293 (97):183–185.
- Warren, B.E. 1990. *X-ray Diffraction*. New York: Dover Publication.
- 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*: 677-686.
- Wei, Y. dan Chang, P.C. 2008. Characteristics of Nano Zinc Oxide Synthesized Under Ultrasonic Condition. *Physic Chemistry and Solids*. 5 (69): 688-692.
- Zanur, H., Ardian, P. dan Astuti. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Bijih Besi di Jorong Kepalo Bukik Kabupaten Solok Selatan Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Fisika Unand*. 6 (2): 148-155.

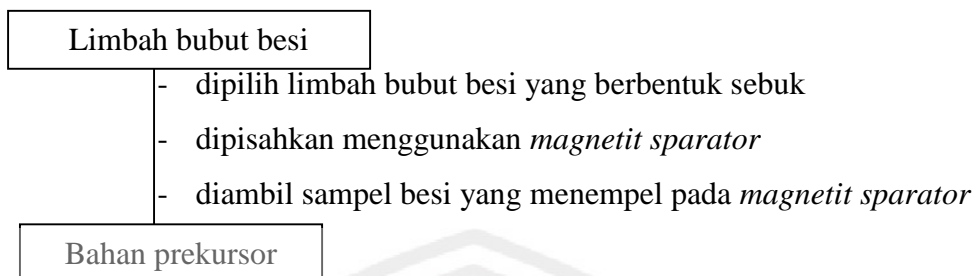
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Percobaan

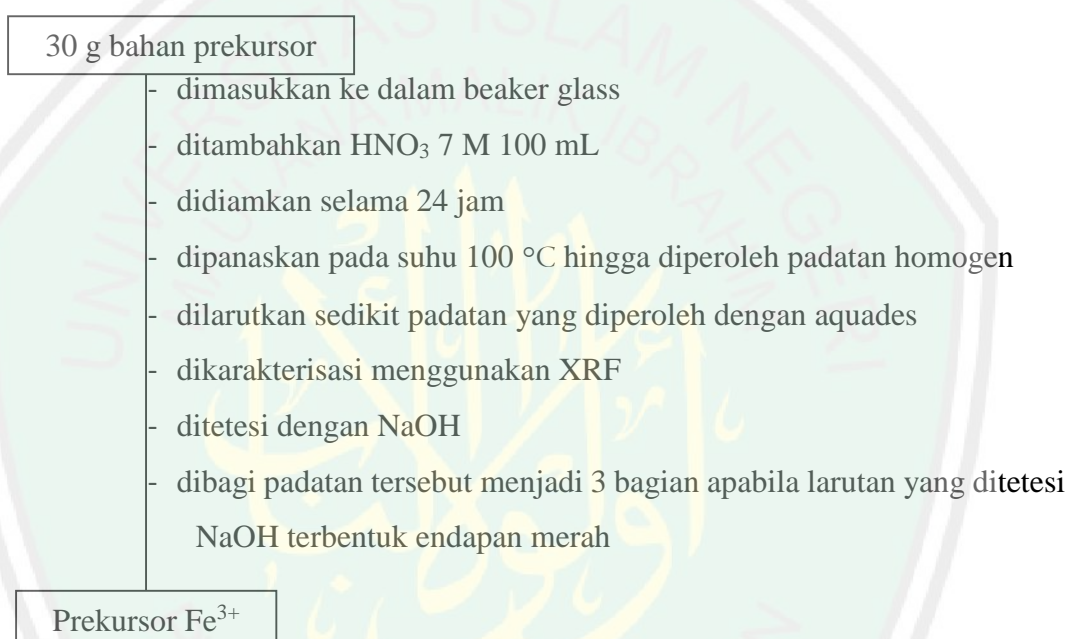


Lampiran 2. Diagram Alir

2.1 Preparasi Bahan



2.2 Pembuatan Prekursor Fe³⁺



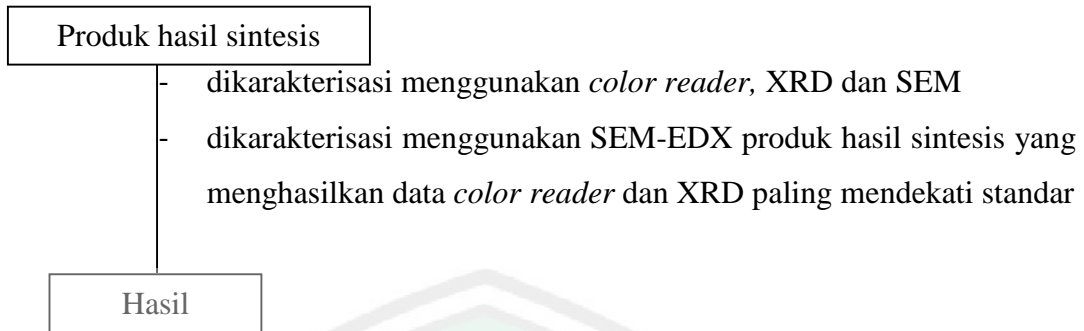
2.3 Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃)

Prekursor Fe³⁺

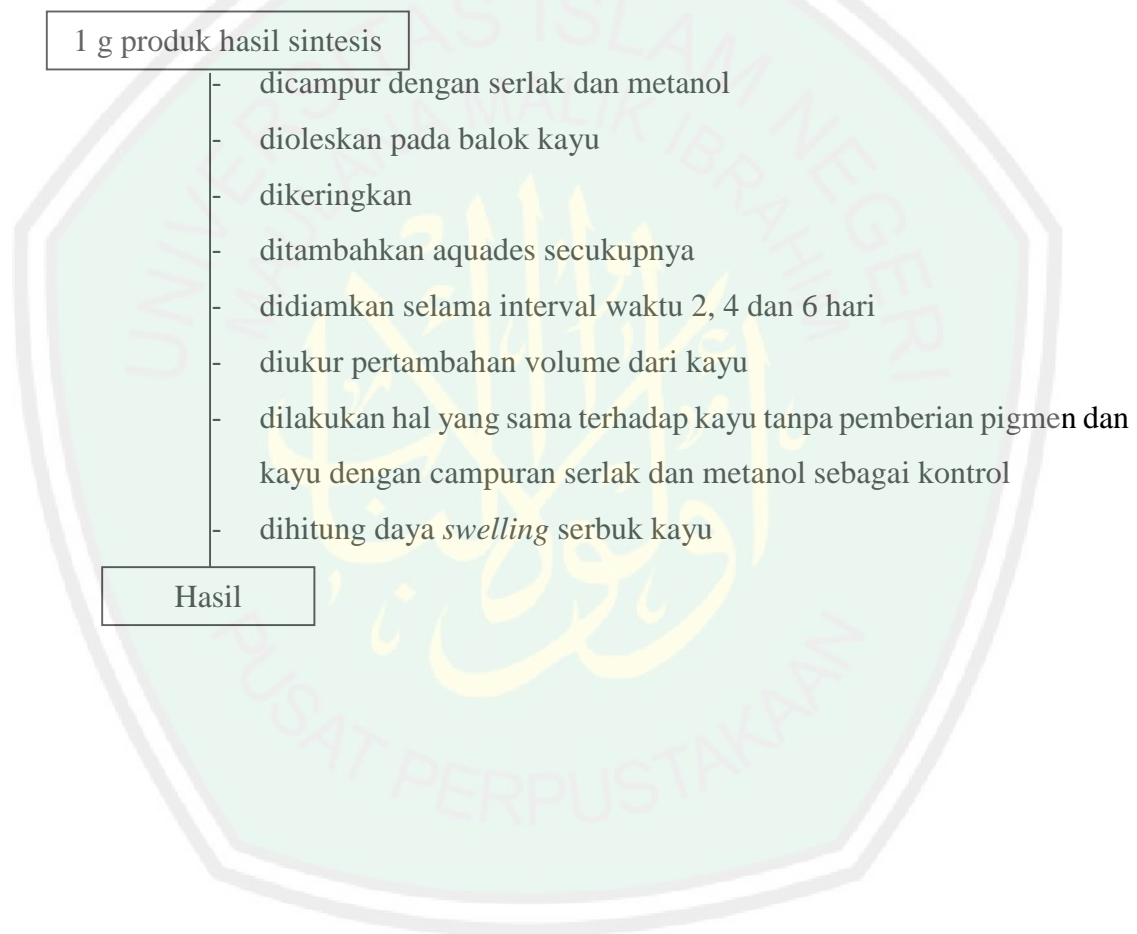
- ditimbang
- dilarutkan dalam 150 mL aquademin
- dilarutkan urea 9 gram kedalam 100 mL aquademin
- dilarutkan NaOH 6 gram kedalam 100 mL aquademin
- dicampurkan larutan urea dengan larutan prekursor
- ditetesi NaOH sampai pH larutan 6
- dipanaskan pada suhu 70 °C selama 1 jam
- didinginkan pada suhu ruang
- didekantasi campuran
- dicuci padatan dengan aquademin sampai pH 7
- disaring
- ditambahkan padatan dengan cairan PEG-6000 dengan perbandingan massa endapan dan PEG-6000 cair sebanyak 1:2
- diaduk menggunakan *magnetic stirrer*
- disonikasi menggunakan *ultrasonic bath* selama 30 menit
- didekantasi dan disaring menggunakan corong *buchner* dan pompa vakum
- dikalsinasi serbuk hasil sintesis tersebut di dalam tanur pada suhu 750°C selama 3 jam
- dilakukan proses sintesis hematit (α -Fe₂O₃) dengan waktu sonikasi 45 dan 60 menit.

Hasil

2.4 Karakterisasi hasil sintesis



2.5 Aplikasi Hasil Sintesis pada Kayu



Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan**a. Larutan HNO₃ 7 M**

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

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

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

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

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

$$= \frac{65}{100} \times \frac{1000 \times \rho}{Mr}$$

$$= \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ g/mL}}{63 \text{ g/mol}}$$

$$= 14,444 \text{ M}$$

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

$$14,444 \text{ M} \times V_2 = 7 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_2 = 48,46 \text{ mL}$$

b. Larutan NaOH 2 M

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

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

$$1,5 \text{ M} = \frac{\text{mol}}{0,1 L}$$

$$= 0,15 \text{ mol}$$

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

$$0,15 \text{ mol} = \frac{m(g)}{40 \text{ g/mol}}$$

$$m = 6 \text{ g}$$

c. Larutan Urea 1,5 M

$$Mr \text{ urea} = 60 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{m(g)}{Mr} \times \frac{1000}{v}$$

$$1,5 \text{ M} = \frac{g}{60 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,1 l}$$

$$= 9 \text{ gram}$$

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

4.1 Karakterisasi XRF

08-apr-2019 13:52:23

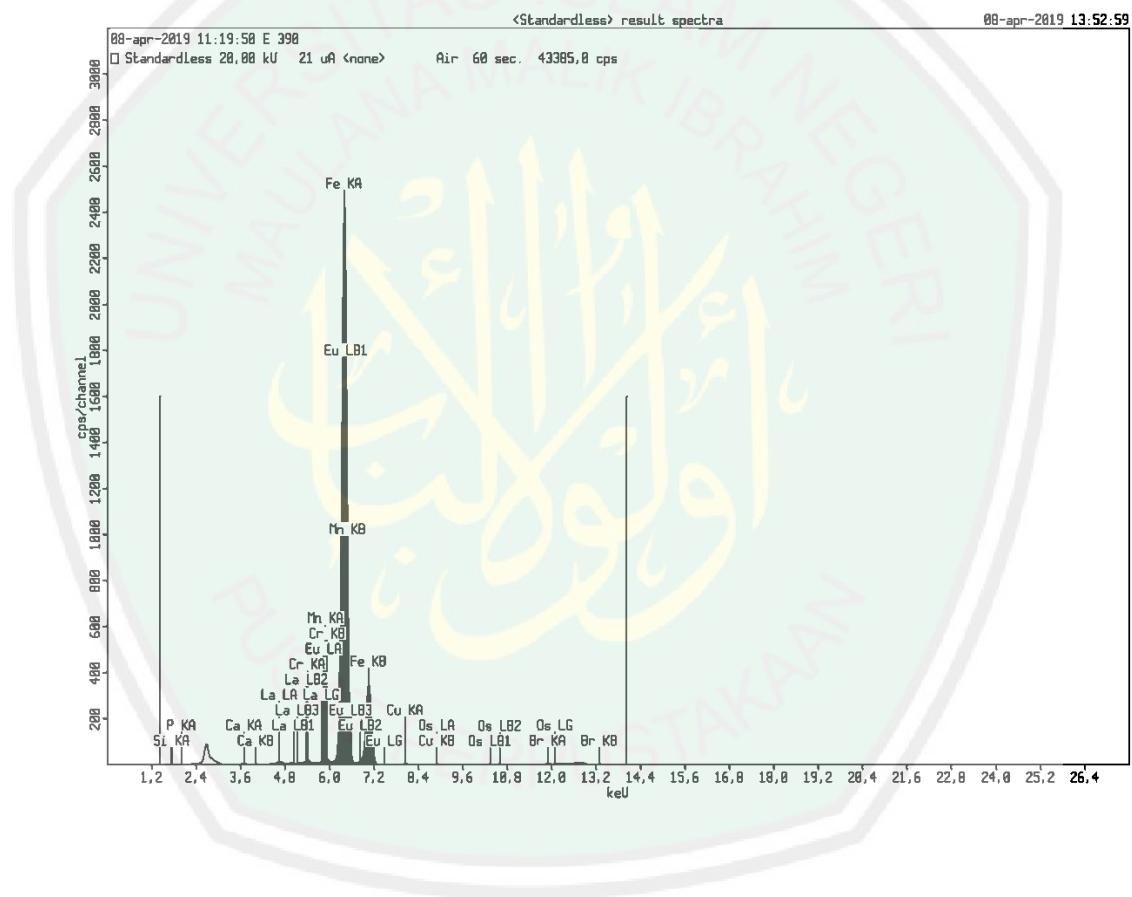
Sample results

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	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%



4.2 Karakterisasi Colour Reader

Nilai warna yang didapatkan dari karakterisasi *colour reader* adalah nilai L^* , a^* dan b^* seperti pada Tabel L.1. Adapun nilai C^* dan H° didapatkan dari

perhitungan menggunakan persamaan 3.2 dan 3.3. Hasil perhitungan nilai C^* dan H^o variasi waktu sonikasi pada sintesis hematit ditunjukkan pada Tabel L.2.

Tabel L4.1 Nilai hasil uji warna *color reader*.

Sampel Hematit	L^*	a^*	b^*
30 menit	40,7	8,5	10,2
45 menit	40,3	8,5	9,5
60 menit	40,4	9,3	9,3

1. Hematit 30 menit

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(8,5)^2 + (10,2)^2]^{1/2} & H^o &= 1/\tan (10,2/8,5) \\
 &= [72,25 + 104,04]^{1/2} & &= 1/\tan (1,2) \\
 &= [176,29]^{1/2} & &= 1/ 0,02095 \\
 &= 13,277 & &= 50,194
 \end{aligned}$$

2. Hematit 45 menit

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(8,5)^2 + (9,5)^2]^{1/2} & H^o &= 1/\tan (9,5/8,5) \\
 &= [72,25 + 86,49]^{1/2} & &= 1/\tan (1,1) \\
 &= [158,74]^{1/2} & &= 1/0,0192 \\
 &= 12,599 & &= 47,726
 \end{aligned}$$

3. Hematit 60 menit

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(9,3)^2 + (9,3)^2]^{1/2} & H^o &= 1/\tan (9,3/9,3) \\
 &= [86,49 + 86,49]^{1/2} & &= 1/\tan (1) \\
 &= [172,98]^{1/2} & &= 1/0,01745 \\
 &= 13,152 & &= 45
 \end{aligned}$$

Tabel L4.2. Nilai warna hematit dengan variasi waktu sonikasi (Cornell dan Scwetmann, 2003)

Variasi Waktu Sonikasi	L^*	C^*	Uji Warna		
			H^o	a^*	b^*
30 menit	40,7	13,277	50,194	8,5	10,2
45 menit	40,3	12,599	47,726	8,5	9,5

60 menit	40,4	13,152	45	9,3	9,3
Standar Hematit*	25-45	9-42	21-57		

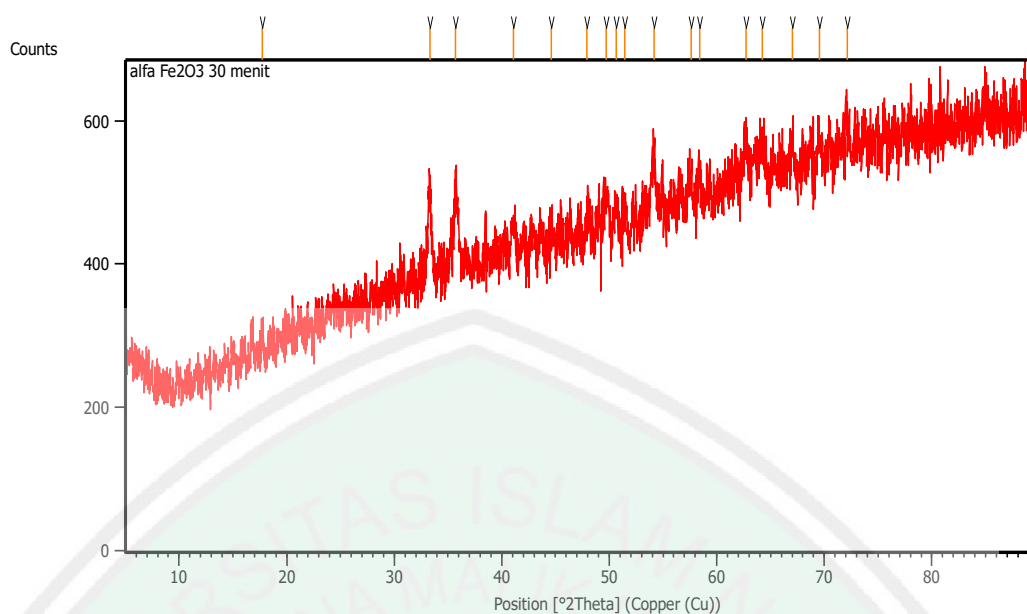
4.3 Karakterisasi XRD

4.3.1 Hematit 30 menit

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	alfa Fe ₂ O ₃ 30 menit
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
	2019\Juli\Miftahul J\Variasi waktu sonifikasi\alfa Fe ₂ O ₃ 30 menit\alfa Fe ₂ O ₃ 30
	menit.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	7/8/2019 11:01:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffraction Type	XPert MPD
Diffraction Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.7591	24.88	0.2007	4.99447	20.69
33.3339	120.25	0.2676	2.68799	100.00
35.7026	114.81	0.2676	2.51490	95.48
41.0837	37.99	0.2676	2.19708	31.59
44.6374	21.58	0.4684	2.03008	17.94
47.9011	26.17	0.4015	1.89910	21.76
49.7154	55.83	0.4015	1.83397	46.43
50.6210	40.95	0.2676	1.80326	34.06
51.4345	38.40	0.4015	1.77664	31.93
54.1647	93.58	0.3346	1.69336	77.82
57.5970	30.13	0.4684	1.60035	25.06
58.3750	44.79	0.2007	1.58086	37.25
62.6955	64.88	0.3346	1.48191	53.96
64.2602	45.00	0.4015	1.44956	37.42
67.0004	41.24	0.4015	1.39678	34.30
69.5495	31.69	0.4015	1.35169	26.35
72.1478	38.37	0.4015	1.30927	31.91

4.3.2 Hematit 45 menit

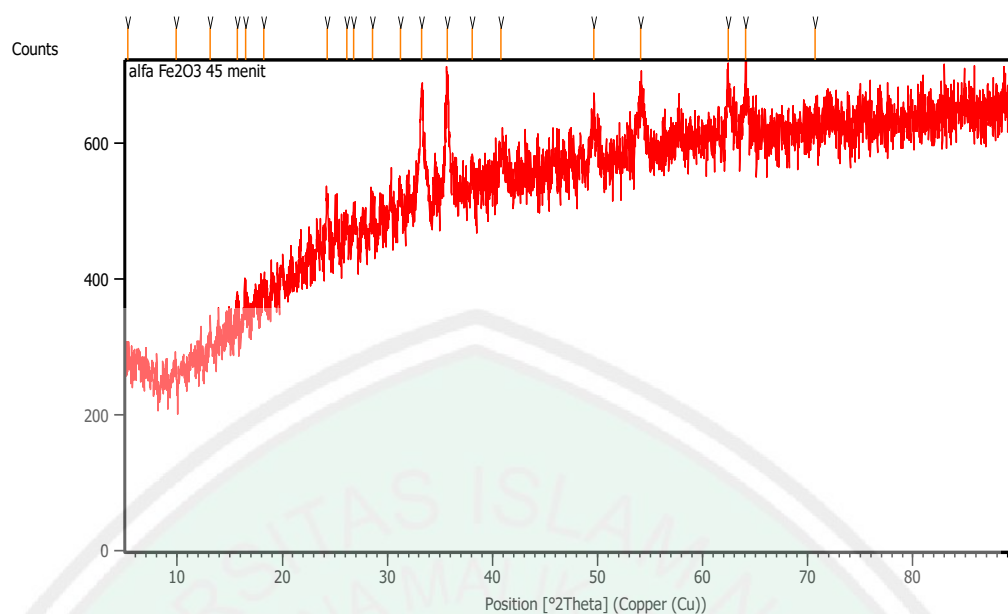
Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name

alfa Fe₂O₃ 45 menit

File name E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
 2019\Juli\Miftahul J\Variasi waktu sonifikasi\alfa Fe₂O₃ 45 menit\alfa Fe₂O₃ 45
 menit.rd
 Comment Configuration=Reflection-Transmission Sp
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
 Measurement Date / Time 7/8/2019 11:21:00 AM
 Raw Data Origin PHILIPS-binary (scan) (.RD)
 Scan Axis Gonio
 Start Position [°2Th.] 5.0084
 End Position [°2Th.] 89.9744
 Step Size [°2Th.] 0.0170
 Scan Step Time [s] 10.1500
 Scan Type Continuous
 Offset [°2Th.] 0.0000
 Divergence Slit Type Fixed
 Divergence Slit Size [°] 0.2500
 Specimen Length [mm] 10.00
 Receiving Slit Size [mm] 12.7500
 Measurement Temperature [°C] -273.15
 Anode Material Cu
 K-Alpha1 [Å] 1.54060
 K-Alpha2 [Å] 1.54443
 K-Beta [Å] 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000
 Generator Settings 30 mA, 40 kV
 Diffractometer Type XPert MPD
 Diffractometer Number 1
 Goniometer Radius [mm] 200.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 91.00
 Incident Beam Monochromator No
 Spinning Yes

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

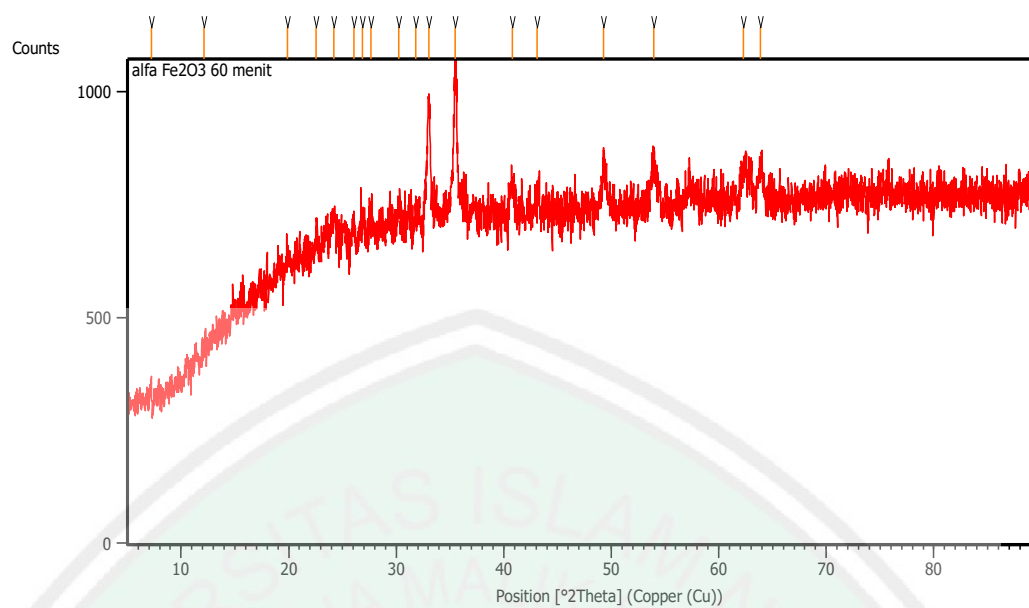
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2858	13.39	0.4015	16.71919	7.27
9.8677	18.63	0.3346	8.96385	10.12
13.1117	34.98	0.2007	6.75243	18.99
15.7054	32.67	0.3346	5.64265	17.74
16.4886	33.00	0.3346	5.37635	17.91
18.2607	27.25	0.4015	4.85840	14.79
24.2592	78.09	0.2676	3.66897	42.39
26.1050	32.52	0.4015	3.41359	17.66
26.7972	31.53	0.3346	3.32696	17.12
28.6170	53.65	0.2676	3.11940	29.12
31.2266	45.30	0.2676	2.86441	24.59
33.2500	184.22	0.3011	2.69458	100.00
35.7201	172.19	0.2007	2.51371	93.47
38.0414	46.73	0.3346	2.36549	25.37
40.8144	55.80	0.5353	2.21095	30.29
49.6350	80.98	0.4684	1.83675	43.96
54.1277	86.22	0.4015	1.69443	46.80
62.4257	83.81	0.2676	1.48767	45.50
64.0592	73.62	0.3346	1.45362	39.96
70.7099	22.30	0.5353	1.33232	12.10

4.3.3 Hematit 60 menit

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	alfa Fe ₂ O ₃ 60 menit
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian 2019\Juli\Miftahul J\Variasi waktu sonifikasi\alfa Fe ₂ O ₃ 60 menit\alfa Fe ₂ O ₃ 60 menit.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	7/8/2019 11:12:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)

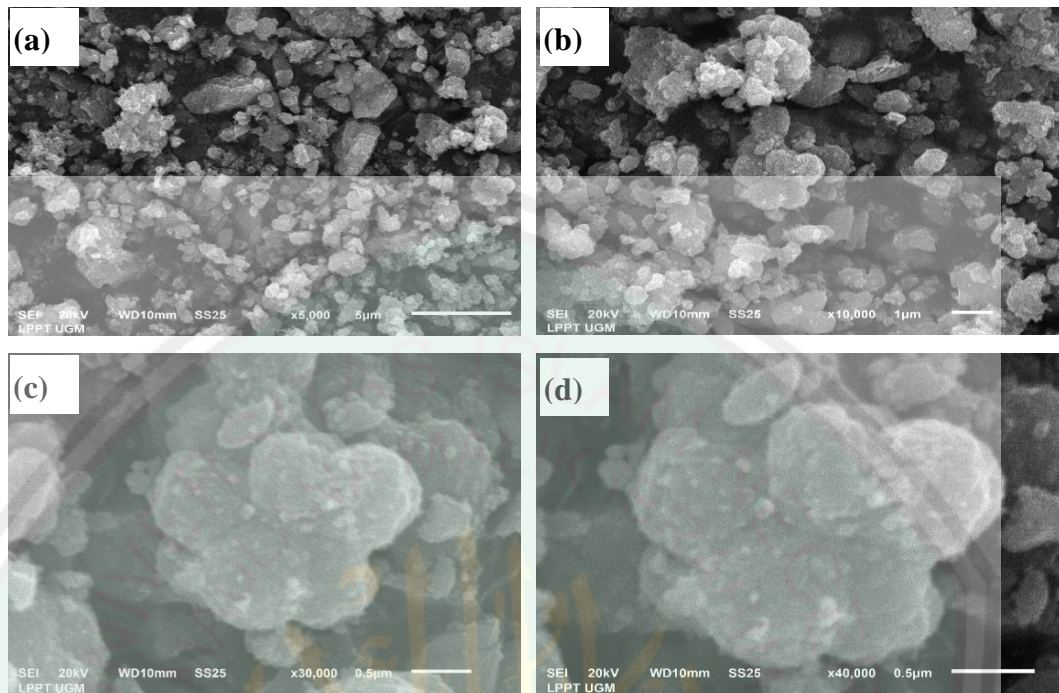


Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
7.2053	38.97	0.1673	12.26888	12.26
12.1447	13.62	0.4015	7.28785	4.29
19.8572	56.56	0.4015	4.47124	17.80
22.5701	83.41	0.2007	3.93959	26.24
24.1898	89.72	0.4015	3.67933	28.23
26.0635	68.76	0.2676	3.41893	21.63
26.8263	54.82	0.4015	3.32342	17.25
27.6215	56.25	0.4015	3.22952	17.70
30.2510	64.01	0.4015	2.95452	20.14
31.8305	45.09	0.1171	2.81143	14.19
33.0040	279.75	0.2007	2.71410	88.01
35.4767	317.84	0.1673	2.53040	100.00
40.8301	71.99	0.4684	2.21014	22.65
43.1119	34.91	0.4015	2.09830	10.98
49.2954	116.21	0.3346	1.84860	36.56
53.9668	115.62	0.3346	1.69910	36.38
62.2829	71.24	0.5353	1.49073	22.42
63.9033	76.93	0.4015	1.45679	24.20

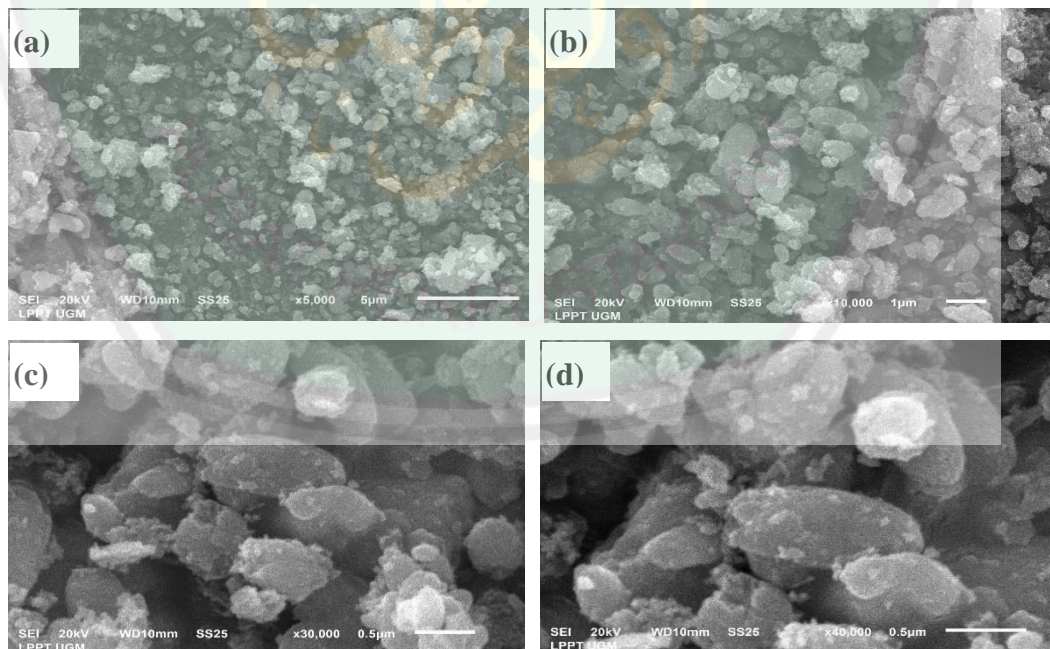
4.4 Karakterisasi SEM-EDX

4.4.1 Karakterisasi SEM Hematit 30 menit



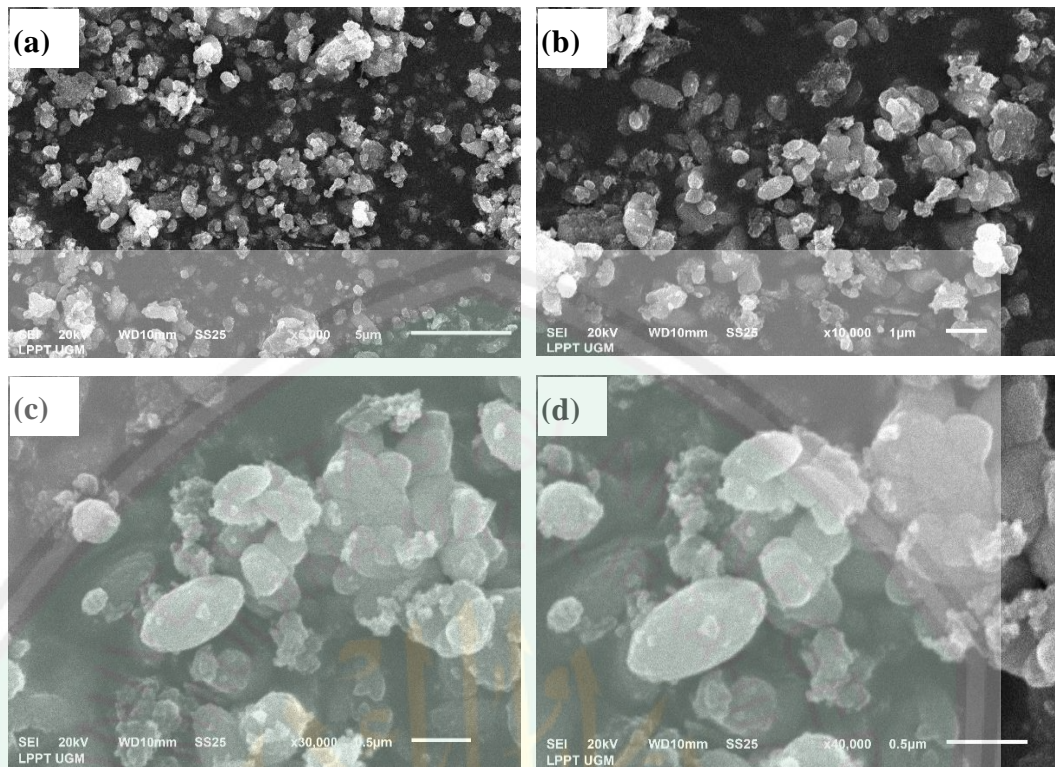
Gambar L4.1 Hasil SEM hematit 30 menit dengan perbesaran: (a) 5000, (b) 10000, (c) 30000, dan (d) 40000 kali

4.4.2 Karakterisasi SEM Hematit 45 menit



Gambar L4.2 Hasil SEM hematit 45 menit dengan perbesaran: (a) 5000, (b) 10000, (c) 30000, dan (d) 40000 kali

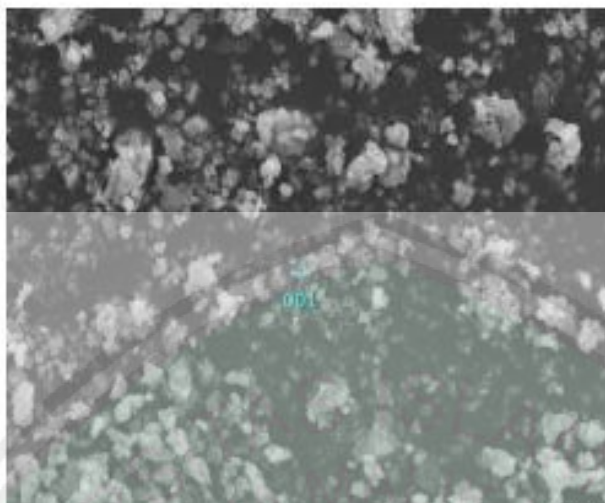
4.4.4 Karakterisasi SEM-EDX Hematit 60 menit



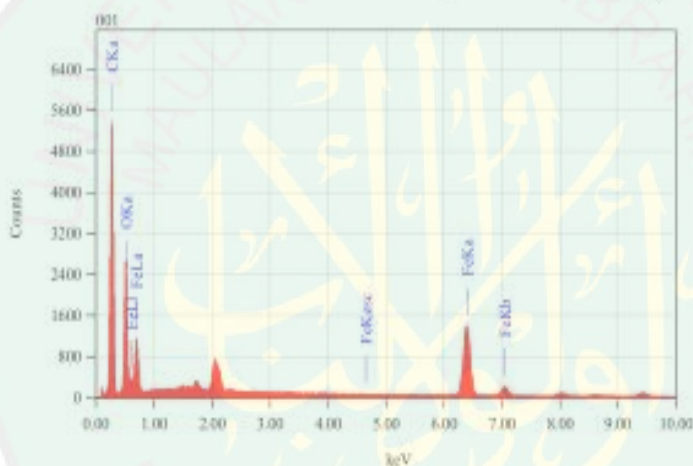
Gambar L4.3 Hasil SEM hematit 60 menit dengan perbesaran: (a) 5000, (b) 10000, (c) 30000, dan (d) 40000

60mm

JEOL 1/1



Title	: IMG1
Instrument	: 4318(LA)
Volt	: 20.00 kV
Mag.	: x 1,000
Date	: 2015/09/18
Pixel	: 1024 x 768



Acquisition Parameter

Instrument	: 4318(LA)
Acc. Voltage	: 20.00 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
EXA mode	: 03
Real Time	: 51.72 sec
Live Time	: 50.00 sec
Dead Time	: 1 %
Counting Rate	: 3720 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

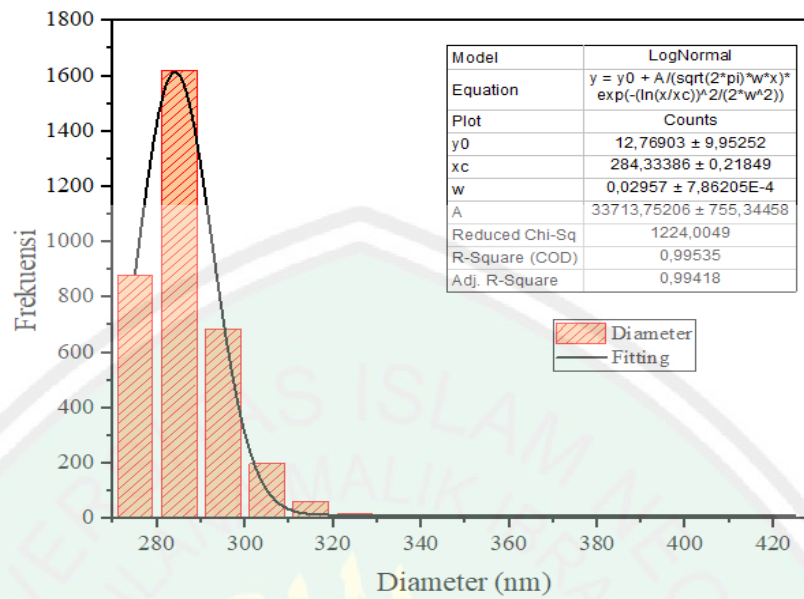
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

FITTING Coefficient : 0.9892

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	Z
C K	0.277	51.99	0.14	63.65				44.0027
O K	0.525	38.05	0.28	33.16				37.0030
Fe L	6.394	11.96	0.10	3.35				18.9943
Total		101.00		101.00				

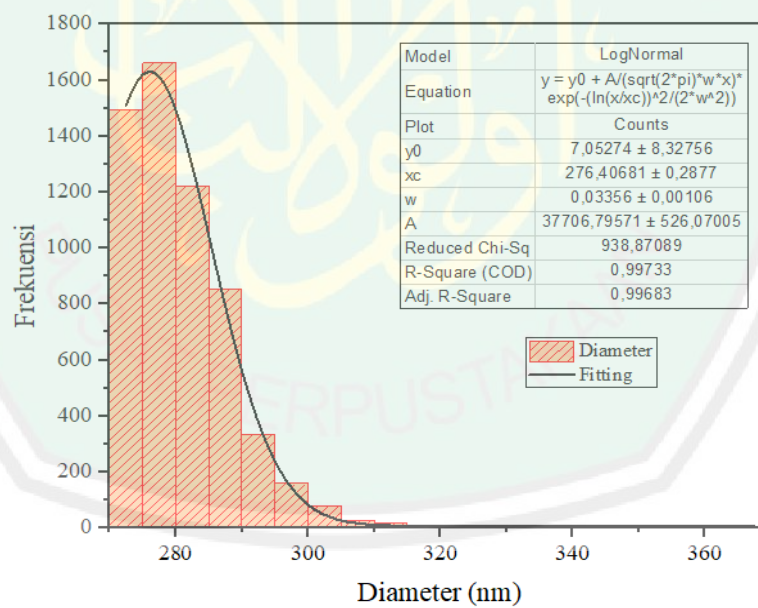
4.4.5 Hasil Pengukuran Ukuran Partikel dengan Aplikasi *ImageJ*

1. Hematit 30 menit



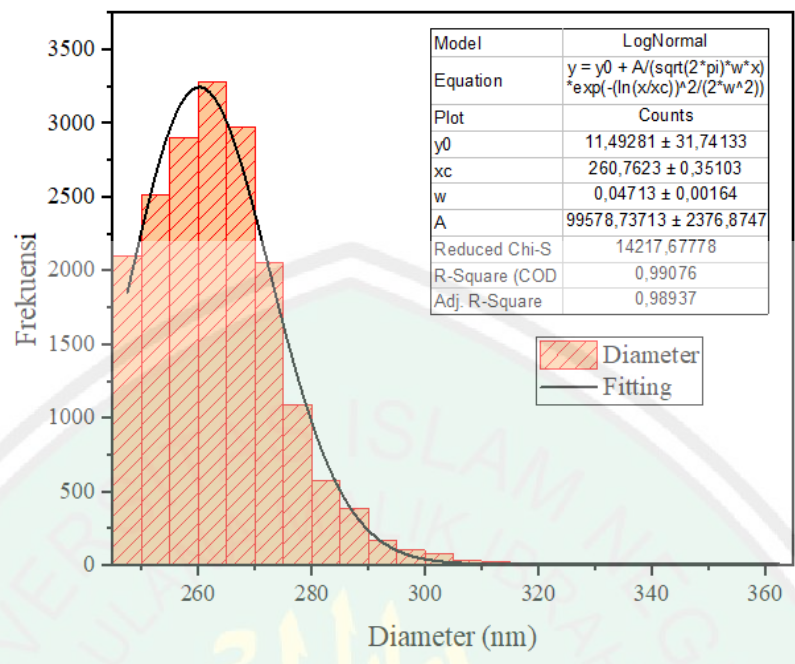
Gambar L4.4 Hasil ukuran partikel rata-rata hematit 30 menit

2. Hematit 45 menit



Gambar L4.5 Hasil ukuran partikel rata-rata hematit 45 menit

3. Hematit 60 menit



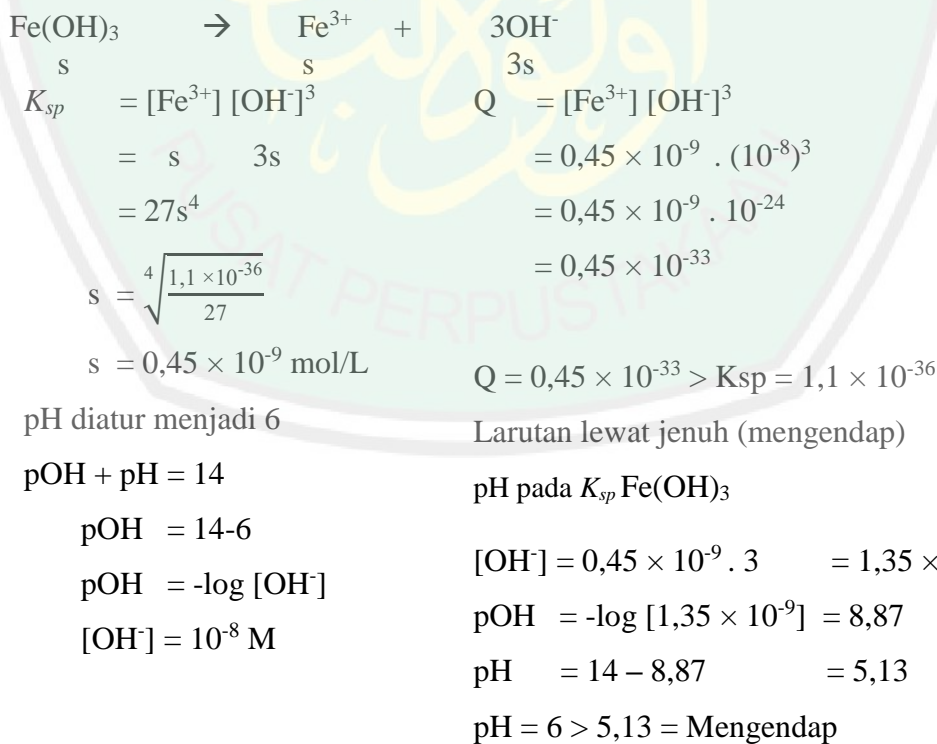
Gambar L4.6 Hasil ukuran partikel rata-rata hematit 60 menit

Lampiran 5. Perhitungan Nilai Q_c Proses Presipitasi

Penelitian ini menggunakan senyawa logam yang apabila bereaksi dengan OH^- akan membentuk senyawa hidroksida. Unsur-unsur yang teridentifikasi pada hasil XRF prekursor berupa logam besi dan beberapa logam lain yang mana standar nilai K_{sp} $\text{Fe}(\text{OH})_3$ lebih kecil dari pada standar nilai K_{sp} unsur logam lainnya, sehingga logam lain tidak akan ikut mengendap saat proses presipitasi. Daftar nilai standar K_{sp} unsur-unsur tersebut dalam bentuk hidroksidanya ditampilkan pada Tabel L.3 (Chang, 2003).

Tabel L5.1 Nilai standar unsur logam hidroksida

Rumus Kimia	K_{sp}
$\text{Fe}(\text{OH})_3$	$1,1 \times 10^{-36}$
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	8×10^{-6}
$\text{Cr}(\text{OH})_3$	3×10^{-29}
$\text{Mn}(\text{OH})_2$	2×10^{-13}
$\text{Cu}(\text{OH})_2$	$2,2 \times 10^{-20}$
$\text{Eu}(\text{OH})_3$	2×10^{-16}
LaOH	Sangat Besar



Lampiran 6. Perhitungan dan Data *Crystallite Size* Hematit

Crystallite size hematit dapat diketahui menggunakan perhitungan dengan persamaan Debye-Scherrer (persamaan 3.1). Salah satu contoh perhitungan *crystallite size* hematit menggunakan data salah satu puncak difraktogram pada sampel hematit dengan waktu sonikasi 30, 45 dan 60 menit adalah:

1. Hematit 30 menit

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

$$(\text{FWHM}) : 0,2676^\circ \longrightarrow \frac{0,2676}{180} \times 3,14 = 0,004668$$

$$2\theta : 33,3339 \longrightarrow \frac{33,3339}{2} = 16,667$$

$$\cos \theta : 0,9579$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= \frac{(0,89)(1,540690)}{(0,0046886)(0,9579)} \\ &= 30,655 \text{ nm} \end{aligned}$$

2. Hematit 45 menit

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

$$(\text{FWHM}) : 0,3011^\circ \longrightarrow \frac{0,3011}{180} \times 3,14 = 0,005252$$

$$2\theta : 33,2500 \longrightarrow \frac{33,2500}{2} = 16,625$$

$$\cos \theta : 0,9582$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= \frac{(0,89)(1,540690)}{(0,005252)(0,9582)} \\ &= 27,238 \text{ nm} \end{aligned}$$

3. Hematit 60 menit

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

$$(\text{FWHM}) : 0,2007^\circ \longrightarrow \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,003501$$

$$2\theta : 33,0040 \longrightarrow \frac{33,0040}{2} = 16,502$$

$$\cos \theta : 0,9588$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= \frac{(0,89)(1,540690)}{(0,003501)(0,9588)} \\ &= 40,828 \text{ nm} \end{aligned}$$

Perhitungan *crystallite size* hematit untuk beberapa posisi 2 theta pada variasi waktu sonikasi ditunjukkan pada Tabel L.4.

Tabel L6.1 Ukuran kristal senyawa hematit dengan variasi waktu sonikasi

Variasi waktu sonikasi	2 θ ($^\circ$)	Ukuran kristal (nm)
30 menit	33,3339	30,6
	35,7026	30,8
	54,1647	26,4
45 menit	33,2500	27,3
	35,7201	41,1
	54,1277	21,9
60 menit	33,0040	40,8
	35,4767	49,3
	53,9668	26,3

Lampiran 7. Aplikasi Hasil Sintesis pada Kayu

Aplikasi pigmen hasil sintesis pada kayu menggunakan 30 biji kayu yang mana terdiri dari kayu kontrol (tanpa pelapisan pigmen), kayu terlapis serlak, dan kayu terlapis pigmen hasil sintesis 3 variasi (30, 45, dan 60 menit) yang diduplo. Perhitungan volume kayu dilakukan sebelum perendaman dan setelah perendaman selama seminggu dengan interval 2, 3 dan 7 hari.

7.1 Perhitungan Volume Kayu

1. Data Volume Kayu

Tabel L7.1 Hasil pengukuran volume kayu (mm)

No kayu	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume kayu	No Kayu	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume kayu
Sebelum Perendaman					Hari ke 2				
1	11,14	11,00	5,18	634,76	1	11,89	11,08	5,33	702,18
2	11,35	10,95	5,21	647,51	2	11,87	11,14	5,25	694,22
3	11,35	10,59	5,39	647,86	3	11,83	10,54	5,44	678,30
4	11,05	10,96	5,51	667,30	4	11,44	10,99	5,55	697,78
5	12,06	11,00	4,87	646,05	5	12,37	10,96	5,03	681,94
6	10,77	10,52	5,34	605,02	6	11,39	10,77	5,47	671,01
7	11,88	10,89	5,21	674,03	7	12,35	10,9	5,37	722,88
8	11,06	10,42	4,92	567,01	8	11,36	10,48	5,13	610,74
9	12,03	10,55	5,38	682,81	9	12,31	10,61	5,6	731,41
10	11,57	11,32	5,57	729,52	10	12,09	11,39	5,58	768,39
11	11,21	9,72	4,83	526,28	Hari ke 4				
12	11,88	10,45	5,08	630,66	11	11,66	10,03	4,94	577,73
13	11,18	11,05	5,06	625,11	12	12,16	10,66	5,21	675,35
14	12,02	10,06	5,02	607,02	13	11,37	10,83	5,11	629,23
15	11,41	11,38	5,35	694,67	14	12,09	10,51	5,03	639,14





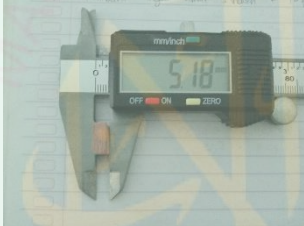


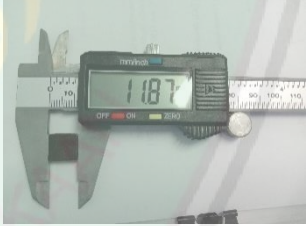




16	10,65	10,37	4,96	547,78	15	11,57	11,38	5,6	737,33
17	11,5	10,72	5,24	645,99	16	11,05	10,52	5,07	589,37
18	11,18	10,91	4,83	589,13	17	11,67	10,83	5,63	711,55
19	11,69	11,29	5,52	728,53	18	11,36	11,05	4,83	606,30
20	11,75	10,92	5,47	701,85	19	11,84	11,49	5,6	761,83
21	11,22	10,26	5,02	577,89	20	11,76	11,12	5,53	723,16
22	11,06	10,18	4,87	548,32	Hari ke 7				
23	11,9	10,69	5,39	685,67	21	11,97	10,62	5,45	692,81
24	11,44	10,78	5,42	668,41	22	11,49	10,62	4,98	607,68
25	11,59	10,77	5,07	632,86	23	11,93	10,81	5,39	695,11
26	11,12	9,93	4,62	510,15	24	11,63	10,78	5,53	693,30
27	11,09	10,58	4,79	562,02	25	11,59	10,78	5,46	682,17
28	11,29	10,88	5,03	617,86	26	11,53	10,13	4,89	571,15
29	10,92	10,55	5,46	629,02	27	11,41	10,8	4,89	602,58
30	10,81	10,69	5,17	597,44	28	11,46	10,88	5,06	630,91
					29	11,09	10,68	5,49	650,24
					30	11,05	10,77	5,17	615,27







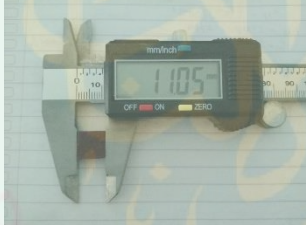





Ket: p = panjang kayu.







l = lebar kayu.

t = tinggi kayu.

Dokumentasi pengukuran kayu

No kayu	Sebelum	Sesudah
1	<p data-bbox="582 347 686 380">Panjang</p> 	
	<p data-bbox="598 642 670 676">Lebar</p> 	
	<p data-bbox="590 938 678 972">Tinggi</p> 	
2	<p data-bbox="582 1202 686 1236">Panjang</p> 	
	<p data-bbox="598 1498 670 1532">Lebar</p> 	
	<p data-bbox="590 1762 678 1796">Tinggi</p> 	

3	<p>Panjang</p> 	
	<p>Lebar</p> 	
	<p>Tinggi</p> 	
4	<p>Panjang</p> 	
	<p>Lebar</p> 	
	<p>Tinggi</p> 	

5	Panjang		
	Lebar		
	Tinggi		

Tabel L7.2 Rata-rata Volume kayu (cm)

Variasi kayu	Volume rata-rata kayu					
	Sebelum Perendaman	Hari ke 2	Sebelum Perendaman	Hari ke 4	Sebelum Perendaman	Hari ke 7
Kontrol	61,99	68,66	52,07	58,35	54,40	63,19
Terlapisi serlak	66,08	70,85	63,83	69,34	55,52	60,51
Pigmen 30 menit	60,74	64,45	59,30	61,78	64,32	66,31
Pigmen 45 menit	67,51	71,46	66,78	70,05	64,87	67,18
Pigmen 60 menit	68,78	72,52	69,83	73,02	61,51	64,87

7.2 Perhitungan % Daya Swelling Kayu Hari ke 2

Kayu kontrol

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(68,66 - 61,99)}{61,99} \times 100\% \\ &= 10,76 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi larutan serlak

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(70,85 - 66,08)}{66,08} \times 100\% \\ &= 7,23 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 30 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(64,45 - 60,74)}{60,74} \times 100\% \\ &= 6,11 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 45 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(71,46 - 67,51)}{67,51} \times 100\% \\ &= 5,86 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 60 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(72,52 - 68,78)}{68,78} \times 100\% \\ &= 5,43 \end{aligned}$$

7.3 Perhitungan % Daya Swelling Kayu Hari ke 4

Kayu kontrol

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(58,35 - 52,07)}{52,07} \times 100\% \\ &= 12,07 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi larutan serlak

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(69,34 - 63,83)}{63,83} \times 100\% \\ &= 8,64 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 30 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(61,78 - 59,30)}{59,30} \times 100\% \\ &= 4,18 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 45 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(70,05 - 66,78)}{66,78} \times 100\% \\ &= 4,89 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 60 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(73,02 - 69,83)}{69,83} \times 100\% \\ &= 4,58 \end{aligned}$$

7.4 Perhitungan % Daya Swelling Kayu Hari ke 7

Kayu kontrol

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(63,19 - 54,40)}{54,40} \times 100\% \\ &= 16,17 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi larutan serlak

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(60,51 - 55,52)}{55,52} \times 100\% \\ &= 8,99 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 30 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(66,31 - 64,32)}{64,32} \times 100\% \\ &= 3,07 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 45 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(67,18 - 64,87)}{64,87} \times 100\% \\ &= 3,55 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 60 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ Daya Swelling} &= \frac{(64,87 - 61,51)}{61,51} \times 100\% \\ &= 5,46 \end{aligned}$$

7.5 Perhitungan % *Anti Swelling Efficiency* (ASE) Kayu Hari ke 2

Kayu terlapisi larutan serlak

$$\begin{aligned} \% \text{ ASE} &= \frac{(10,76 - 7,23)}{10,76} \times 100\% \\ &= 32,81 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 30 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ ASE} &= \frac{(10,76 - 6,11)}{10,76} \times 100\% \\ &= 43,25 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 45 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ ASE} &= \frac{(10,76 - 5,86)}{10,76} \times 100\% \\ &= 45,57 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 60 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ ASE} &= \frac{(10,76 - 5,43)}{10,76} \times 100\% \\ &= 49,49 \end{aligned}$$

7.6 Perhitungan % *Anti Swelling Efficiency* (ASE) Kayu Hari ke 4

Kayu terlapisi larutan serlak

$$\begin{aligned} \% \text{ ASE} &= \frac{(12,07 - 8,64)}{12,07} \times 100\% \\ &= 28,46 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 30 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ ASE} &= \frac{(12,07 - 4,18)}{12,07} \times 100\% \\ &= 65,37 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 45 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ ASE} &= \frac{(12,07 - 4,89)}{12,07} \times 100\% \\ &= 59,42 \end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 60 menit

$$\begin{aligned} \% \text{ ASE} &= \frac{(12,07 - 4,58)}{12,07} \times 100\% \\ &= 62,06 \end{aligned}$$

7.7 Perhitungan % Anti Swelling Efficiency (ASE) Kayu Hari ke 7

Kayu terlapisi larutan serlak

$$\begin{aligned}\% \text{ ASE} &= \frac{(16,17 - 8,99)}{16,17} \times 100\% \\ &= 44,34\end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 30 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ ASE} &= \frac{(16,17 - 3,07)}{16,17} \times 100\% \\ &= 80,99\end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 45 menit

$$\begin{aligned}\% \text{ ASE} &= \frac{(16,17 - 3,55)}{16,17} \times 100\% \\ &= 78,02\end{aligned}$$

Kayu terlapisi pigmen variasi 60 menit

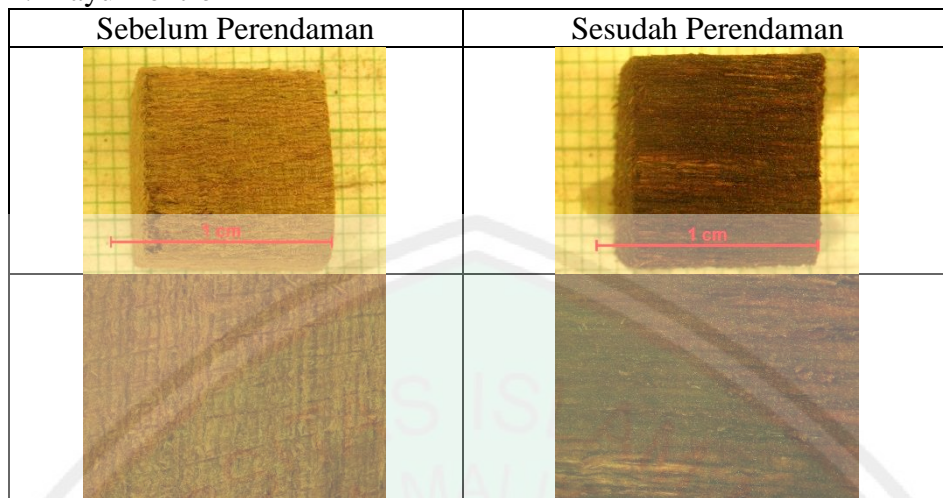
$$\begin{aligned}\% \text{ ASE} &= \frac{(16,17 - 5,46)}{16,17} \times 100\% \\ &= 66,24\end{aligned}$$

Tabel L7.3 Daya *swelling* kayu hasil percobaan.

Variasi Kayu	2 Hari		4 Hari		7 Hari	
	% <i>Swelling</i>	% ASE	% <i>Swelling</i>	% ASE	% <i>Swelling</i>	% ASE
Pigmen 30 menit	6,11	43,25	4,18	65,37	3,07	80,99
Pigmen 45 menit	5,86	45,57	4,89	59,42	3,55	78,02
Pigmen 60 menit	5,43	49,49	4,58	62,06	5,46	66,24
Terlapisi Serlak	7,23	32,81	8,64	28,46	8,99	44,34
Kontrol	10,76		12,07		16,17	

7.8 Hasil Mikroskop Optik Hari ke 2

1. Kayu Kontrol

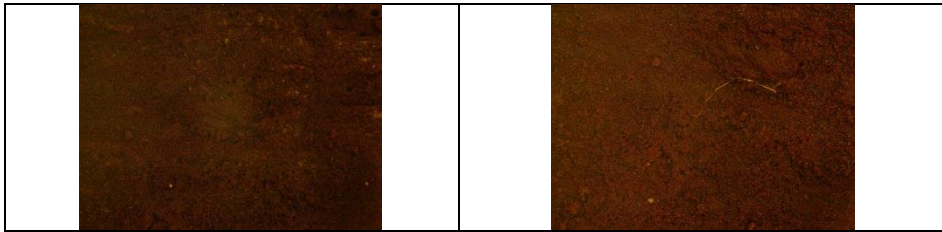


2. Kayu Terlapisi Larutan Serlak

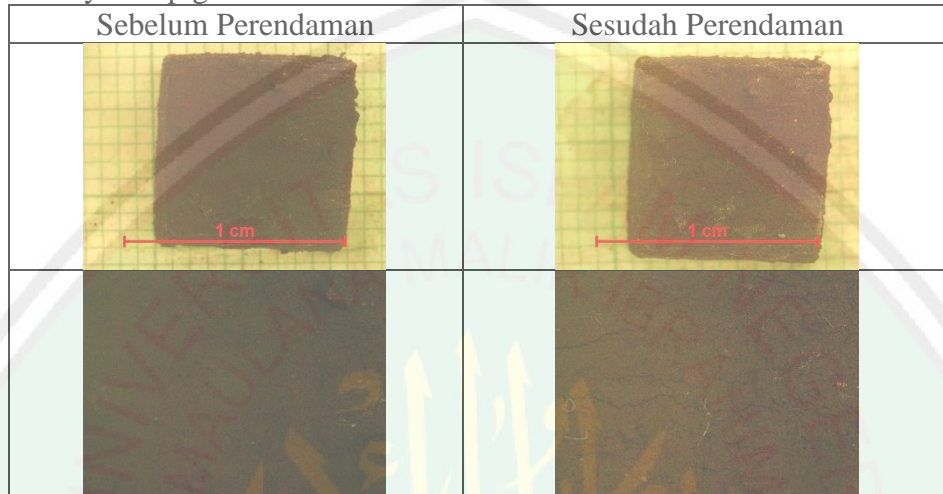


3. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 30 menit

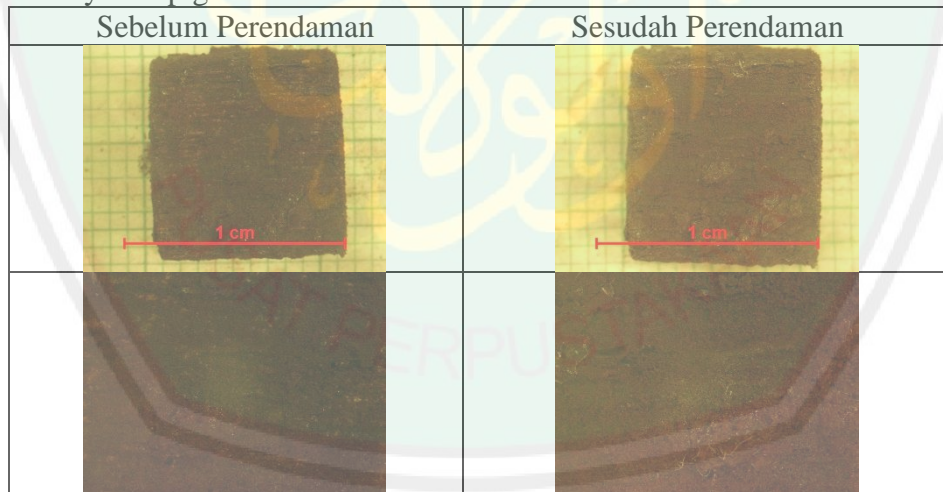




4. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 45 menit

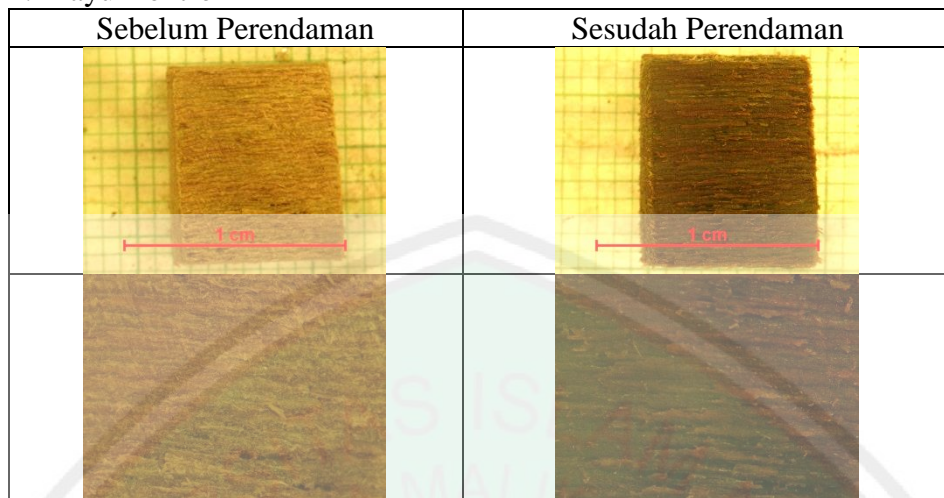


5. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 60 menit

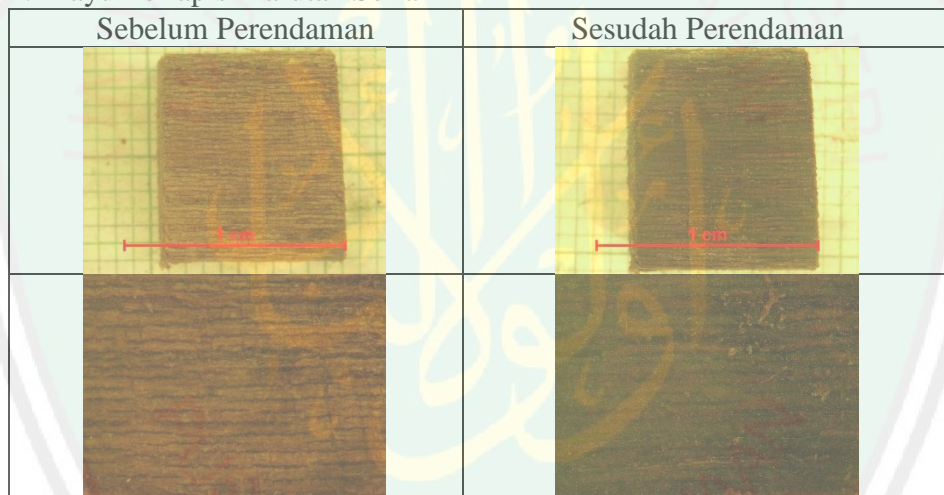


7.9 Hasil Mikroskop Optik Hari ke 4

1. Kayu Kontrol



2. Kayu Terlapis Larutan Serlak

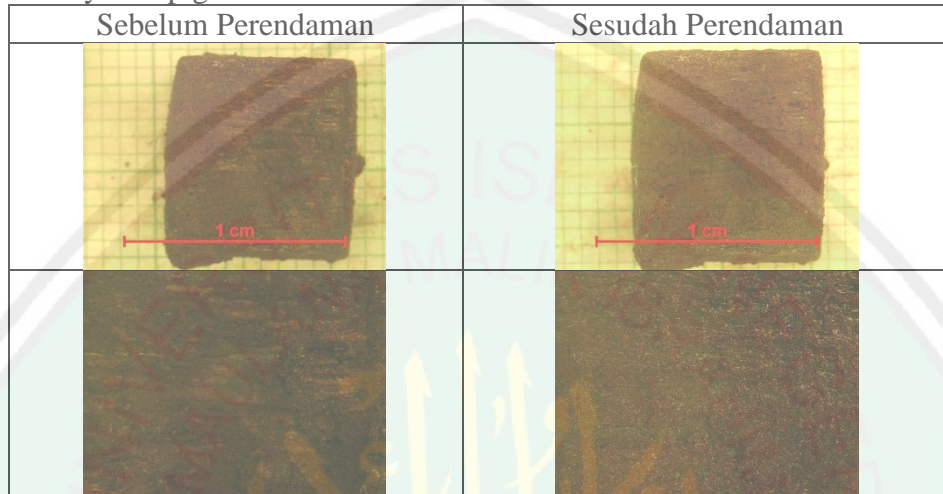


3. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 30 menit

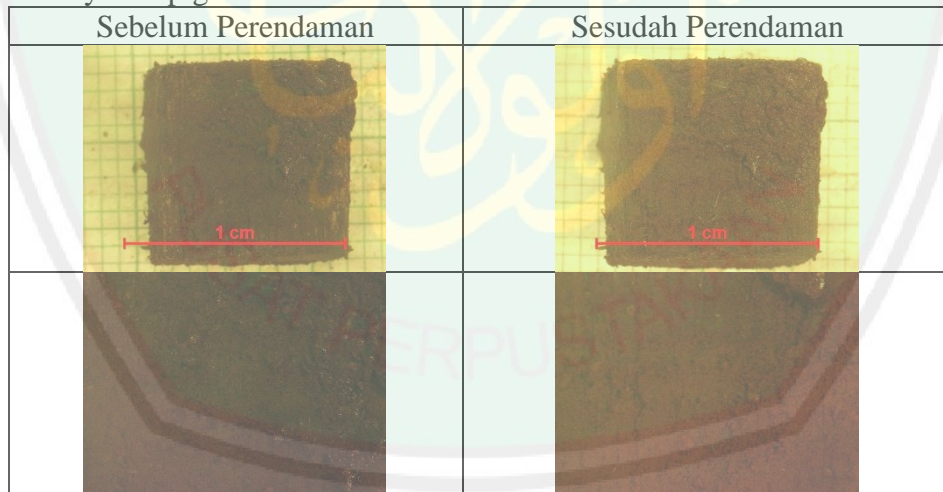




4. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 45 menit

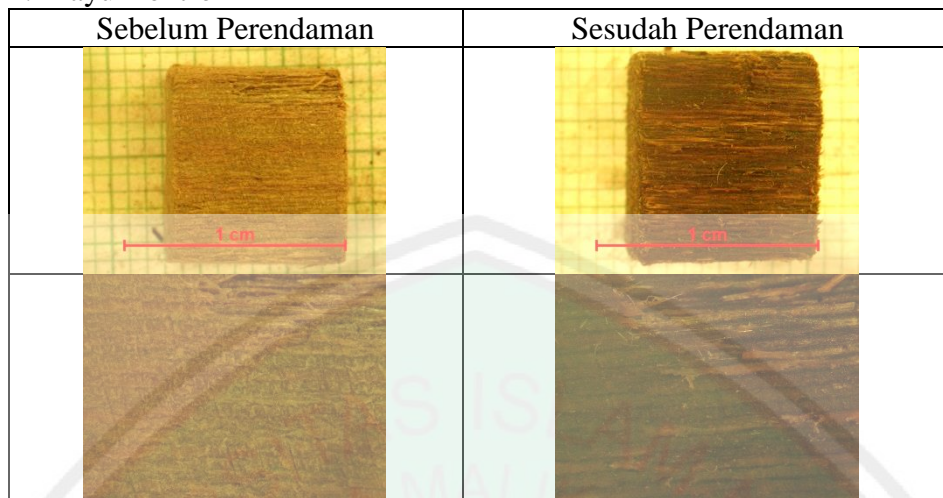


5. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 60 menit

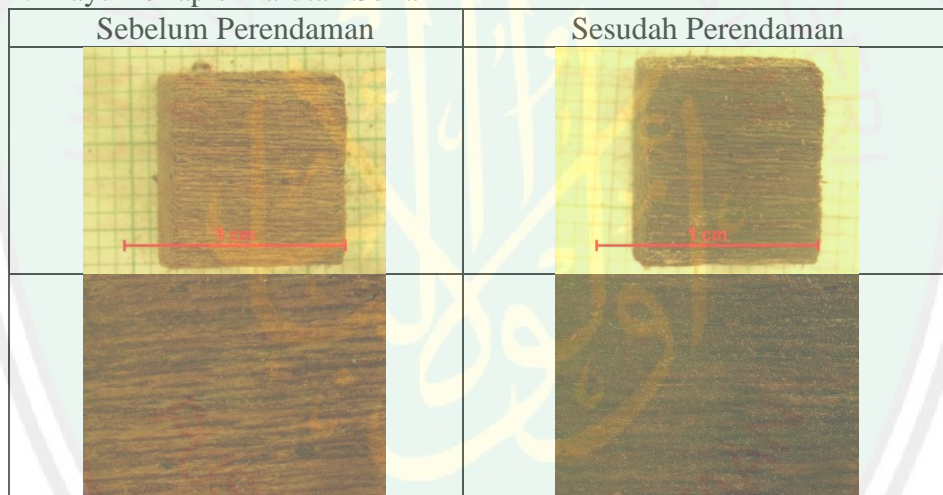


7.10 Hasil Mikroskop Optik Hari ke 7

1. Kayu Kontrol

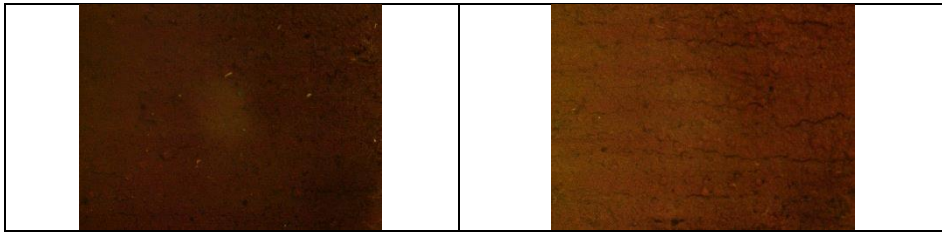


2. Kayu Terlapis Larutan Serlak

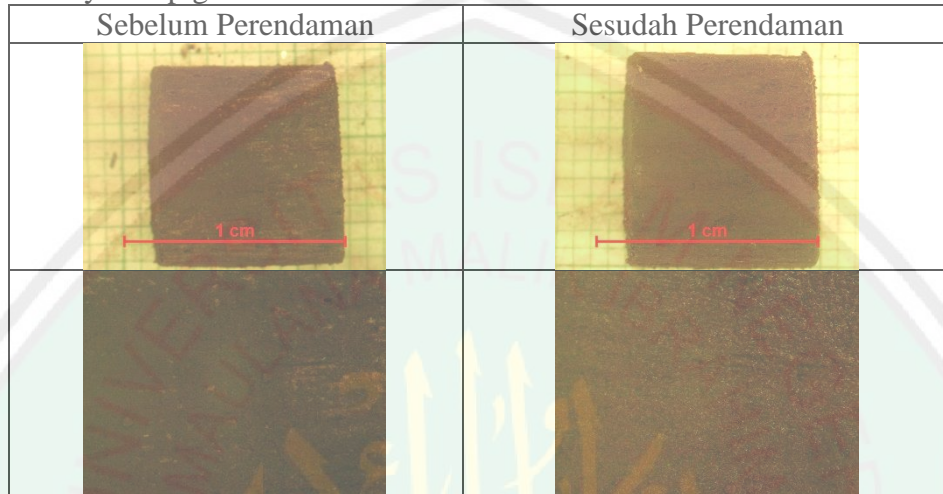


3. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 30 menit

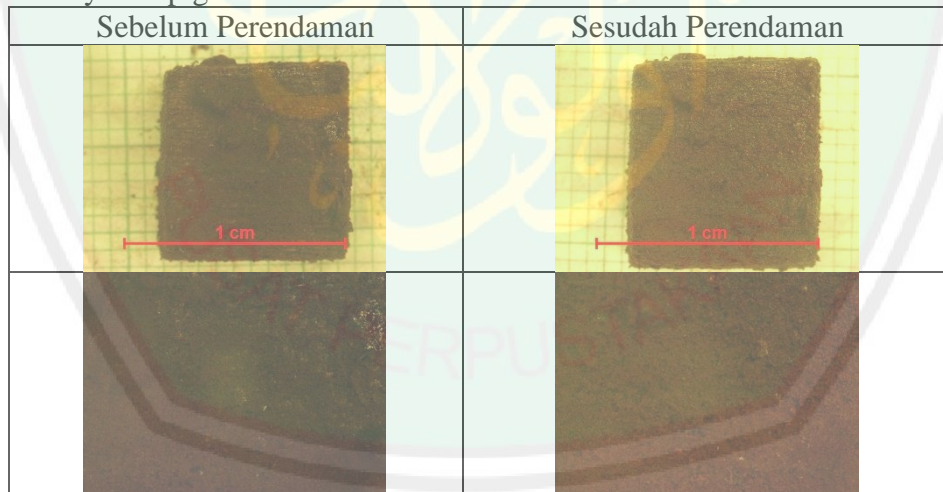




4. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 45 menit

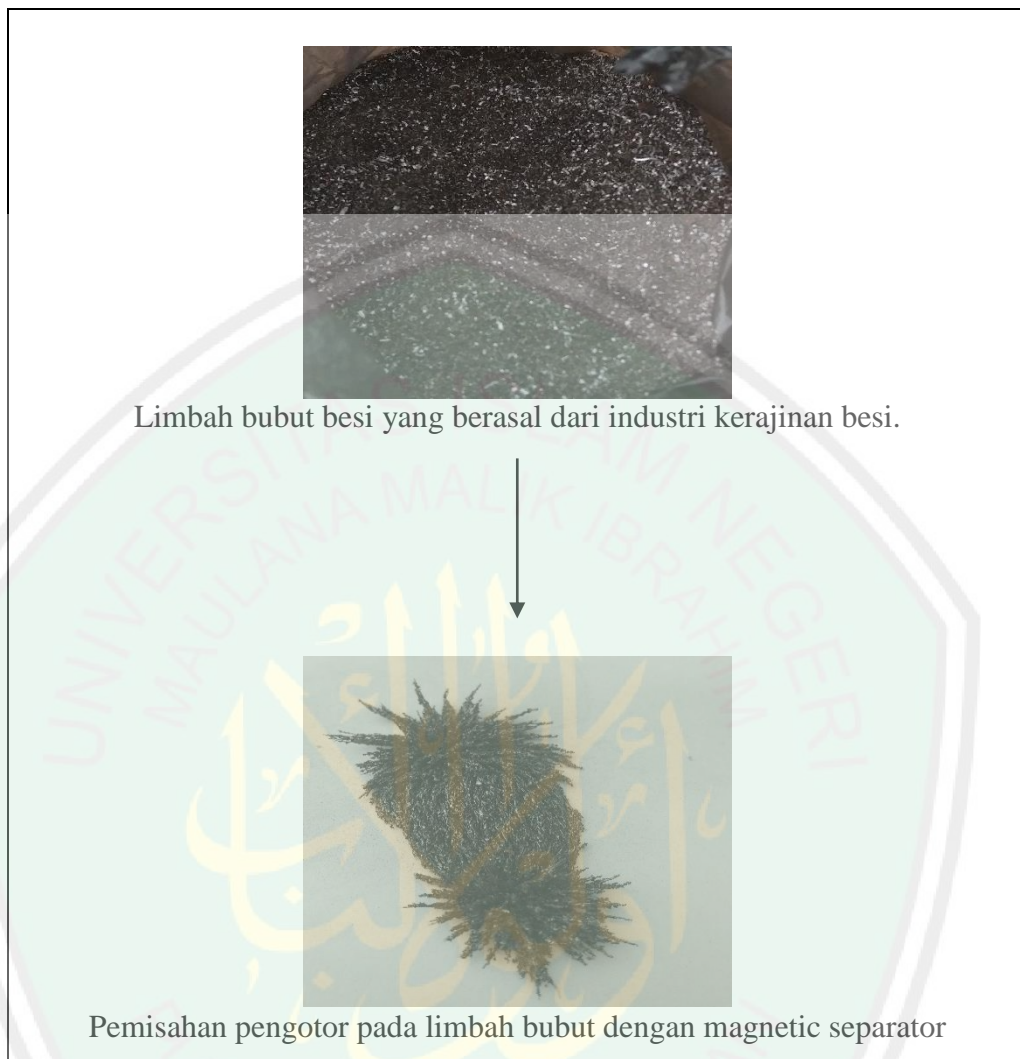


5. Kayu Terpigmentasi Hematit Variasi 60 menit



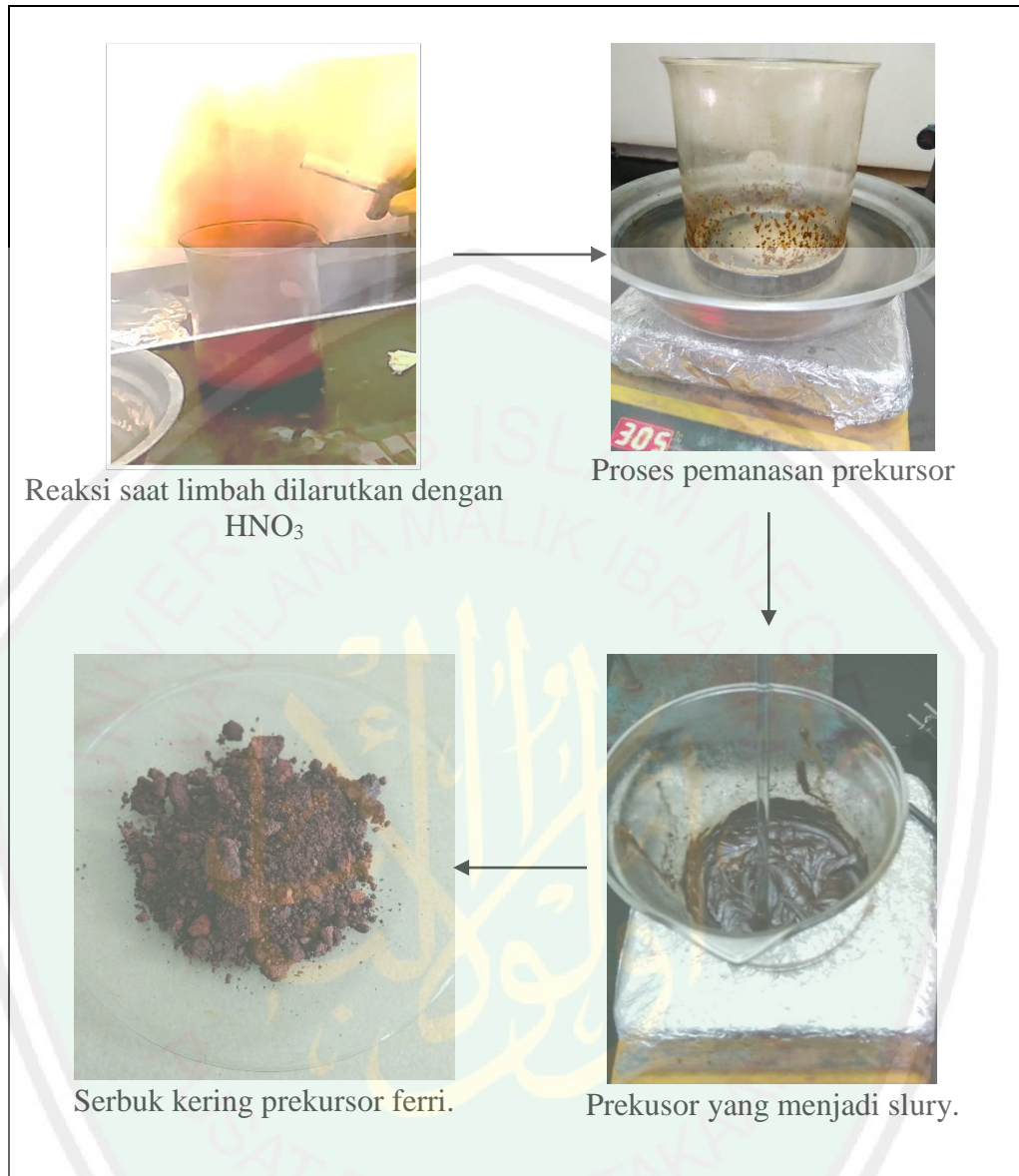
Lampiran 8. Dokumentasi Penelitian

8.1 Preparasi Sampel



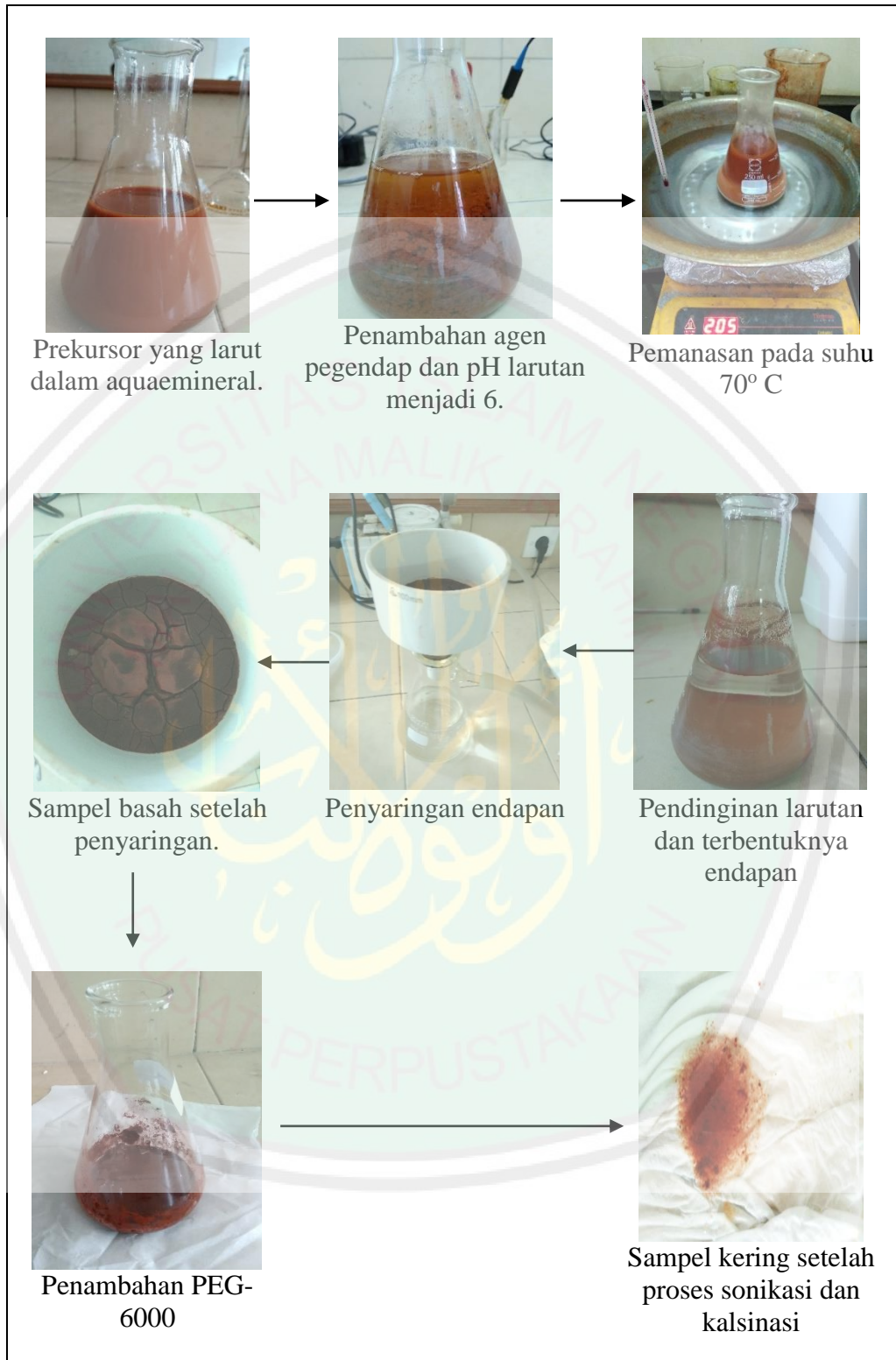
Gambar L8.1 Proses preparasi sampel

8.2 Pembuatan Prekursor Ferri

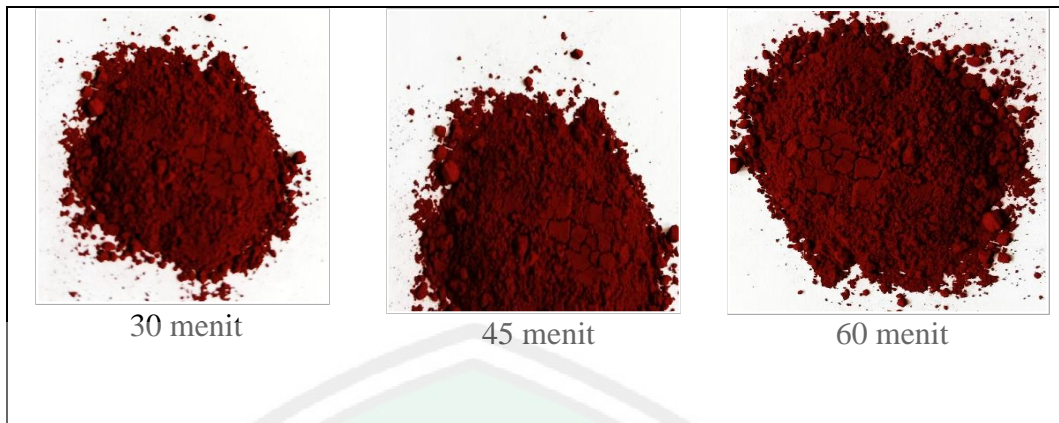


Gambar L8.2 Proses pembuatan prekursor

8.3 Sintesis Hematit



Gambar L8.3 Proses sintesis hematit



Gambar L8.4 Hasil sintesis dengan variasi waktu sonikasi

