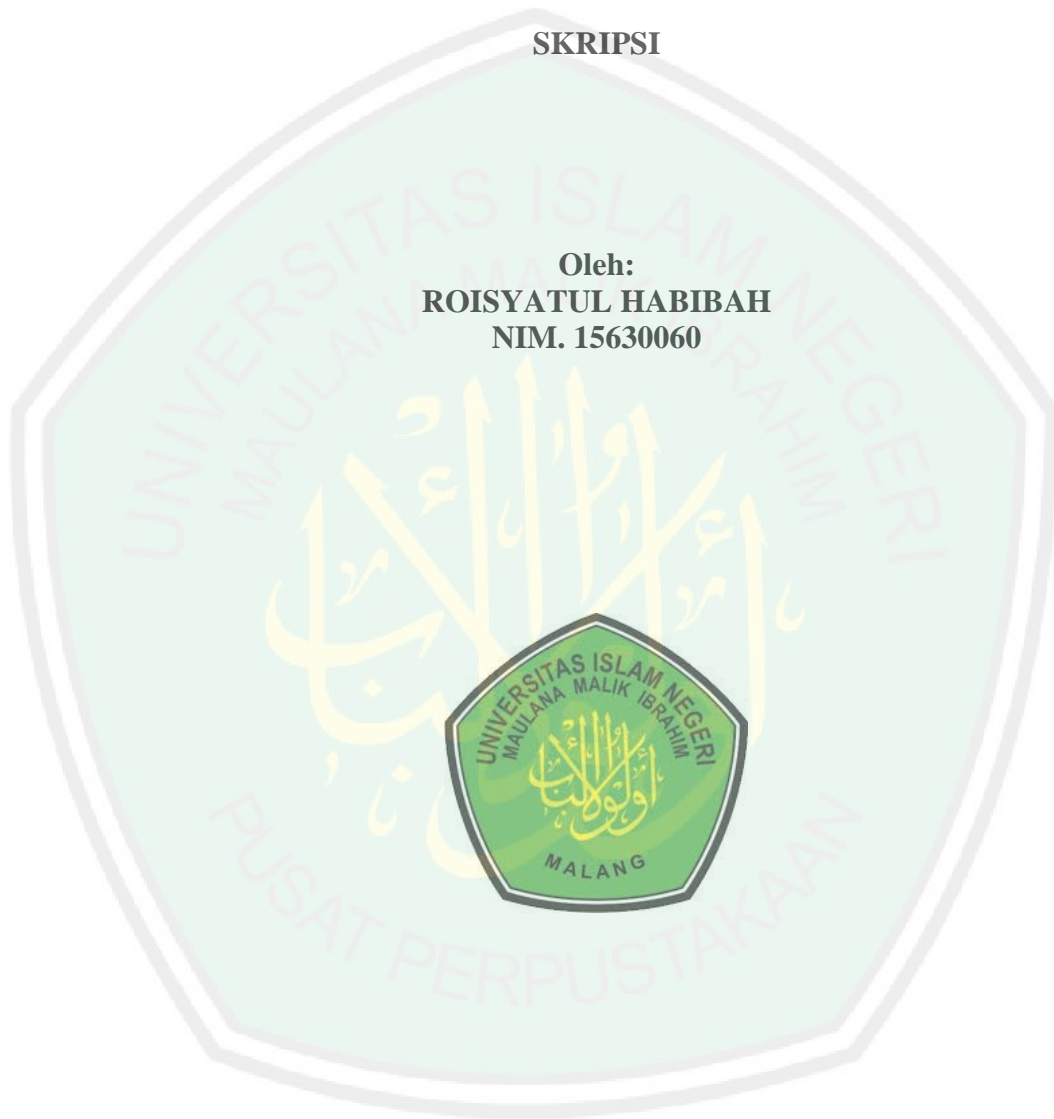


**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP UREA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ROISYATUL HABIBAH**  
NIM. 15630060



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

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP UREA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ROISYATUL HABIBAH**  
NIM. 15630060

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 ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP UREA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ROISYATUL HABIBAH**  
NIM. 15630060

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 28 November 2019

Pembimbing I

  
**Rachmawati Ningsih, M.Si**  
NIP. 19810811 200301 2 010

Pembimbing II

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

Mengesahkan,  
**Ketua Jurusan Kimia**



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

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP UREA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ROISYATUL HABIBAH**  
NIM. 15630060

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 2 Desember 2019

<b>Penguji Utama</b>	<b>: Dr. Anton Prasetyo, M.Si</b> NIP. 19770925 200604 1 003	
<b>Ketua penguji</b>	<b>: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc</b> LB. 68004	
<b>Sekretaris Penguji</b>	<b>: Rachmawati Ningsih, M.Si</b> NIP. 19810811 200801 2 010	
<b>Anggota Penguji</b>	<b>: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P</b> NIP. 19750410 200501 2 009	

**Mengesahkan,**  
**Ketua Jurusan Kimia**



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

## HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Roisyatul Habibah  
NIM : 15630060  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea

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

Malang, 2 Desember 2019

Yang membuat pernyataan,



Roisyatul Habibah

NIM. 15630060

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadirat Allah SWT karena dengan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul “**Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea**”. Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

1. Bapak dan Ibu tercinta yang tak terhingga kontribusinya dalam hidup penulis, semoga Allah melimpahkan barokahnya kepada beliau berdua.
2. Kementerian Agama RI melalui program beasiswa Bidikmisi UIN Malang atas bantuan dana pendidikan hingga penulis dapat menyelesaikan perkuliahan dengan lancar.
3. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si yang sudah seperti ibu kedua dalam hidup penulis. Beliau telah memberikan bimbingan mengenai materi besi oksida, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini.
5. Ibu Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P selaku pembimbing agama yang selalu memberikan bimbingan dan nasehat selama penyusunan skripsi ini.
6. Ibu Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc selaku konsultan yang telah memberikan bimbingan dan bantuan dalam penyusunan skripsi ini.
7. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku penguji utama, atas segala saran dan pertanyaan selama proses penyusunan dan ujian hingga penyusun dapat menjadi pribadi yang lebih baik.
8. Bapak-ibu dosen Jurusan Kimia UIN Malang yang telah banyak memberikan ilmu serta berbagi pengalaman.
9. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2015, khususnya kelompok riset besi oksida 2018.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kesalahan dan khilaf pada proses penulisan skripsi ini. Oleh karena itu kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan. Dengan penuh rasa syukur kehadirat Allah SWT, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Tulisan ini dipersembahkan kepada Bapak dan Ibu tercinta yang selalu memberikan kasih sayang serta dukungan-dukungannya baik moral maupun material selama menempuh pendidikan *Tarbiyatul Athfal* sampai selesainya studi S-1 ini. Selain itu, tulisan ini dipersembahkan kepada:

1. Mbah kung Sanali, mbah uti Djasmini, alm. mbah kung Sa'i dan mbah uti Tukah yang selalu memberikan nasehat untuk terus belajar.
2. *Asatid dan Asatidah* di YPP. Alhayatul Islamiyah, terutama ustadzah Yesi Arinta, S.Si yang selalu memberikan dorongan dan pendidikan sehingga penulis dapat menjadi pribadi yang lebih baik.
3. Adikku tercinta Muhammad Aqilul Muttaqin yang turut serta memberikan semangat untuk terus bahagia.
4. Teman-teman setim riset oksida besi, Nikmah H. Ulya, Miftahul J. Fakhruddin, Asmaul Dwi Ayu S., Dewi Elok Rahmawati, yang selalu membantu dan mendukung selama proses penelitian hingga ujian akhir skripsi.
5. Seluruh teman-teman Kimia B angkatan 2015, khususnya Iim, Ricul, Eni, Yolanda, Maghfiroh, Miftah, Wida, Vina, Vivin, Lala, Abit, Kacong, Ridho yang selalu memberikan dukungan dan bantuan selama proses perkuliahan.
6. Kakak-kakak tingkat terutama mbak chaca, mbak mala dan mbak ais yang telah banyak membantu dalam proses penulisan skripsi ini.
7. Sahabat-sahabatku tercinta alm. Sholihah, Fatimah, Ika, Yuni, Mar'atus Zuhria, Ainur Rosikin.
8. Teman-teman kimia angkatan 2015 yang telah banyak memberikan bantuan, dukungan, hiburan dan pengalaman.

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xiv</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xvi</b>
<b>المخلص.....</b>	<b>xvii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>6</b>
2.1 Limbah Bubut Besi sebagai Prekursor Oksida Besi .....	6
2.2 Nanopartikel Oksida Besi Hematit.....	8
2.3 Hematit sebagai Pigmen.....	9
2.4 Sintesis Pigmen Hematit .....	11
2.4.1 Presipitasi-Sonikasi sebagai Metode Sintesis Hematit .....	12
2.4.2 Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> sebagai Prekursor pada Sintesis Hematit .....	13
2.4.3 Variasi Konsentrasi Urea sebagai Agen Pengendap .....	15
2.5 Daya <i>Swelling</i> Kayu.....	19
2.6 Pemanfaatan Oksida Besi Hematit Berdasarkan Perspektif Islam.....	23
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>25</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	25
3.2 Alat dan Bahan.....	25
3.2.1 Alat.....	25
3.2.2 Bahan .....	25
3.3 Cara Kerja Penelitian .....	26
3.3.1 Preparasi Bahan.....	26
3.3.2 Pembuatan Prekursor Fe <sup>3+</sup> .....	26
3.3.3 Sintesis Hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ).....	26
3.3.4 Aplikasi Hasil Sintesis pada Serbuk Kayu.....	27
3.4 Karakterisasi Hasil Penelitian .....	28
3.4.1 XRF.....	28
3.4.2 XRD .....	28
3.4.3 <i>Color Reader</i> .....	29

3.4.4	SEM-EDX.....	29
3.4.5	Uji Daya <i>Swelling</i> Kayu Terpigmentasi Hematit.....	29
3.5	Analisis Hasil Penelitian .....	30
3.5.1	Analisis Hasil XRD.....	30
3.5.2	Analisis Hasil <i>Color Reader</i> .....	30
3.5.3	Analisis Hasil SEM-EDX .....	31
3.5.4	Analisis Daya <i>Swelling</i> Kayu Terpigmenkan Hematit.....	31
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>33</b>
4.1	Pembuatan Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ .....	33
4.2	Sintesis Hematit dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea .....	36
4.3	Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD) .....	40
4.3.1	Sampel Sebelum Kalsinasi.....	40
4.3.2	Hasil Sintesis Hematit dengan Variasi Konsentrasi Urea sebagai Agen Pengendap.....	41
4.4	Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i> .....	45
4.5	Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM dan SEM-EDX .....	49
4.6	Uji Daya <i>Swelling</i> Kayu yang telah Terpigmentasi Hematit .....	52
4.7	Kajian Hasil Penelitian Berdasarkan Perspektif Islam.....	58
<b>BAB V PENUTUP.....</b>		<b>61</b>
5.1	Kesimpulan .....	61
5.2	Saran.....	61
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>		<b>62</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>68</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian.....	68
Lampiran 2	Diagram Alir .....	69
Lampiran 3	Perhitungan .....	72
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dari Limbah Bubut Besi .....	73
Lampiran 5	Standar Hematit, Maghemit dan Bernalit.....	74
Lampiran 6	Hasil Karakterisasi XRD .....	75
Lampiran 7	Perhitungan Ukuran Kristal Pigmen Hematit Hasil Sintesis .....	81
Lampiran 8	Hasil Karakterisasi <i>Color Reader</i> .....	82
Lampiran 9	Hasil Karakterisasi SEM dan SEM-EDX serta Pengukuran Ukuran Partikel Menggunakan <i>Software Image-J</i> .....	83
Lampiran 10	Hasil Uji Daya <i>Swelling</i> Kayu Terpigmentasi Hematit .....	87
Lampiran 11	Dokumentasi .....	92



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal pada (a) hematit; (b) ferihidrit .....	8
Gambar 2.2	Variasi warna pigmen dan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan dari perbedaan konsentrasi hematit komersil Bayferrox (a) 110 M dengan ukuran partikel 0,09 $\mu\text{m}$ , (b) 140 M dengan ukuran partikel 0,3 $\mu\text{m}$ , dan (c) 180 M dengan ukuran partikel 0,7 $\mu\text{m}$ .....	10
Gambar 2.3	Mikrograf dari (a) kayu, (b) kayu yang tidak terpigmentasi hematit setelah di radiasi 2000, dan (c) kayu yang terpigmentasi hematit setelah di radiasi 2000 .....	11
Gambar 2.4	Difraktogram hematit dengan metode sonikasi .....	13
Gambar 2.5	Mikrograf SEM hematit hasil sintesis dengan metode sonikasi .....	13
Gambar 2.6	Difraktogram hematit yang disintesis menggunakan urea sebagai agen pengendap urea pada 90 $^{\circ}\text{C}$ .....	15
Gambar 2.7	Mikrograf (a) SEM, (b) HR-SEM, (c) HR-SEM yang dilihat dari arah panah pada gambar b, dan (d) morfologi bentuk prisma heksagonal hematit yang disintesis menggunakan agen pengendap urea pada 90 $^{\circ}\text{C}$ .....	16
Gambar 2.8	Difraktogram hematit hasil sintesis menggunakan perbandingan urea/ $\text{Fe}^{3+}$ (a) 5:1, (b) 10:1, (c) 20:1, (d) 30:1, (e) 40:1, dan (f) 50:1 .....	18
Gambar 2.9	Hematit terstabilkan polietilen glikol (PEG) .....	19
Gambar 2.10	Struktur selulosa (a) unit pengulangan rantai tunggal yang dihubungkan oleh ikatan glikosidik serta ikatan hidrogen antar rantai yang dilambangkan dengan garis putus-putus, dan (b) mikrofibril yang menunjukkan daerah kristalin dan amorf .....	20
Gambar 2.11	Skema pembentukan radikal bebas dan pengikatan dengan air pada lignin .....	21
Gambar 2.12	Interaksi antara logam dengan gugus-gugus fungsi pada polimer kayu, (a) ikatan hidrogen, (b) interaksi asam basa ....	22
Gambar 2.13	Interaksi selulosa dengan Fe dari hematit .....	22
Gambar 4.1	Proses pembuatan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , (a) limbah bubuk besi yang telah dipisahkan menggunakan magnetit separator, (b) hasil pencampuran limbah bubuk dengan $\text{HNO}_3$ , dan (c) hasil pemanasan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ hingga terbentuk lumpur/slurry .....	34
Gambar 4.2	Endapan merah yang dihasilkan dari uji kualitatif adanya ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dalam prekursor .....	35
Gambar 4.3	Tahap proses presipitasi (a) prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , (b) Pelarutan prekursor dengan aquades, (c) penambahan urea pada prekursor, (d) endapan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , dan (e) endapan hasil penyaringan .....	38
Gambar 4.4	Serbuk sebelum dikalsinasi menggunakan variasi konsentrasi urea (a) 1 M, (b) 1,5 M, dan (c) 4,5 M .....	39
Gambar 4.5	Tahap proses sonikasi-kalsinasi (a) PEG-6000 yang sudah	39

	dilelehkan, (b) campuran endapan dengan PEG-6000, (c) campuran sesudah sonikasi, (d) campuran sesudah sonikasi yang telah dihaluskan, dan (e) cerbuk hematit hasil sintesis sesudah kalsinasi.....	
Gambar 4.6	Pola difraksi sinar-X sampel sebelum kalsinasi .....	40
Gambar 4.7	Pola difraksi sinar-X sampel hematit variasi konsentrasi urea sebagai agen pengendap.....	42
Gambar 4.8	Pigmen hematit hasil sintesis dengan variasi konsentrasi urea sebagai agen pengendap (a) 1 M, (b) 1,5 M, dan (c) 4,5 M urea .....	45
Gambar 4.9	Nilai kecerahan (L) sampel hematit yang disintesis dengan variasi konsentrasi urea.....	46
Gambar 4.10	Nilai chroma C* (intensitas kemurnian) dan nilai hue H° (corak warna) hematit yang disintesis dengan variasi konsentrasi urea .....	47
Gambar 4.11	Nilai a* dan b* sampel hematit yang telah disintesis menggunakan variasi konsentrasi urea .....	48
Gambar 4.12	Hasil uji SEM pada sampel hematit yang disintesis dengan variasi konsentrasi urea (a) 1 M, (b) 1,5 M, dan (c) 4,5 M.....	50
Gambar 4.13	Campuran pigmen dan larutan serlak (a) larutan serlak, (b) hematit 1 M dalam larutan serlak, (c) hematit 1,5 M dalam larutan serlak, dan (d) hematit 4,5 M dalam larutan serlak ....	53
Gambar 4.14	Kayu yang telah terpigmentasi hematit (a) 1 M, (b) 1,5 M, (c) 4,5 M, (d) larutan serlak, dan (e) kayu saja.....	54
Gambar 4.15	Hasil uji <i>swelling</i> kayu terpigmentasi hematit dan nilai <i>anti swelling efficiency</i> (ASE) pigmen hematit untuk mengurangi kayu.....	55
Gambar 4.16	Hasil pengamatan (a) kayu tanpa pemberian pigmen hematit, (b) kayu terpigmentasi hematit sebelum uji <i>swelling</i> , (c) kayu terpigmentasi hematit sesudah uji <i>swelling</i> 1 minggu, (d) kayu terpigmentasi hematit sesudah uji <i>swelling</i> 2 minggu, dan (e) kayu terpigmentasi hematit sesudah uji <i>swelling</i> 3 minggu .....	57
Gambar L.4.1	Unsur kimia yang terkandung dalam prekursor Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .....	73
Gambar L.5.1	Difraktogram standar hematit, maghemit, ferihidrit dan bernalit .....	74
Gambar L.6.1	Difraktogram besi oksida hasil sintesis sebelum kalsinasi .....	76
Gambar L.6.2	Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi urea 1 M sesudah kalsinasi.....	77
Gambar L.6.3	Difraktogram hematit variasi urea 1,5 M sesudah kalsinasi ...	79
Gambar L.6.4	Difraktogram hematit variasi urea 4,5 M sesudah kalsinasi...	80
Gambar L.9.1	Mikrograf SEM hematit 1 M pada berbagai perbesaran.....	83
Gambar L.9.2	Mikrograf SEM hematit 1,5 M pada berbagai perbesaran.....	84
Gambar L.9.3	Mikrograf SEM hematit 4,5 M pada berbagai perbesaran.....	84
Gambar L.9.4	Distribusi ukuran partikel sampel hematit 1 M .....	85
Gambar L.9.5	Distribusi ukuran partikel sampel hematit 1,5 M .....	85
Gambar L.9.6	Distribusi ukuran partikel sampel hematit 4,5 M .....	86
Gambar L.11.1	Limbah bubut besi sebelum preparasi .....	92

Gambar L.11.2	Limbah bubut besi sesudah preparasi .....	92
Gambar L.11.3	Destruksi limbah dengan 100 mL HNO <sub>3</sub> 7 M .....	92
Gambar L.11.4	Pemanasan prekursor hingga <i>slurry</i> .....	92
Gambar L.11.5	Prekursor yang telah berbentuk lumpur.....	92
Gambar L.11.6	Endapan merah yang terbentuk pada uji keberadaan Fe <sup>3+</sup> .....	92
Gambar L.11.7	Penimbangan prekursor .....	93
Gambar L.11.8	Larutan prekursor dalam 100 mL aquademin.....	93
Gambar L.11.9	Campuran larutan prekursor dengan 150 mL urea 1 M.....	93
Gambar L.11.10	Larutan prekursor dan urea 1 M yang menghasilkan pH 1.....	93
Gambar L.11.11	Larutan prekursor dan urea 1 M setelah didiamkan 24 jam ...	93
Gambar L.11.12	Larutan yang telah dinetralkan dengan aquademin yang menghasilkan pH 7 .....	93
Gambar L.11.13	Penyaringan campuran yang telah netral.....	94
Gambar L.11.14	PEG-6000 yang sudah mencair.....	94
Gambar L.11.15	Campuran PEG-6000 dengan besi oksida sebelum sonikasi...	94
Gambar L.11.16	Campuran PEG-6000 dengan besi oksida sesudah sonikasi...	94
Gambar L.11.17	Campuran PEG-6000 dengan besi oksida sesudah sonikasi yang telah dihaluskan.....	94
Gambar L.11.18	Hematit variasi urea 1 M sesudah kalsinasi.....	94
Gambar L.11.19	Serlak .....	95
Gambar L.11.20	Larutan serlak dan metanol.....	95
Gambar L.11.21	Kayu terpigmentasi hematit .....	95
Gambar L.11.22	Pengukuran panjang kayu dengan jangka sorong.....	95
Gambar L.11.23	Pengukuran lebar kayu dengan jangka sorong .....	95
Gambar L.11.24	Pengukuran tebal kayu dengan jangka sorong.....	95
Gambar L.11.25	Proses perendaman sampel kayu .....	96
Gambar L.11.26	Kayu Akasia.....	96
Gambar L.11.27	Kayu terpigmentasi hematit 1 M .....	96
Gambar L.11.28	Kayu terpigmentasi hematit 1,5 M .....	96
Gambar L.11.29	Kayu terpigmentasi hematit 4,5 M .....	96
Gambar L.11.30	Kayu terpigmentasi hematit 1 M setelah uji <i>swelling</i> 1 minggu .....	97
Gambar L.11.31	Kayu terpigmentasi hematit 1,5 M setelah uji <i>swelling</i> 1 minggu .....	97
Gambar L.11.32	Kayu terpigmentasi hematit 4,5 M setelah uji <i>swelling</i> 1 minggu .....	97
Gambar L.11.33	Kayu pengolesan serlak setelah uji <i>swelling</i> 1 minggu .....	97
Gambar L.11.34	Kayu sebagai kontrol setelah uji <i>swelling</i> 1 minggu .....	97
Gambar L.11.35	Kayu terpigmentasi hematit 1 M setelah uji <i>swelling</i> 2 minggu .....	98
Gambar L.11.36	Kayu terpigmentasi hematit 1,5 M setelah uji <i>swelling</i> 2 minggu .....	98
Gambar L.11.37	Kayu terpigmentasi hematit 4,5 M setelah uji <i>swelling</i> 2 minggu .....	98
Gambar L.11.38	Kayu pengolesan serlak setelah uji <i>swelling</i> 2 minggu .....	98
Gambar L.11.39	Kayu sebagai kontrol setelah uji <i>swelling</i> 2 minggu .....	98
Gambar L.11.40	Kayu terpigmentasi hematit 1 M setelah uji <i>swelling</i> 3 minggu .....	99

Gambar L.11.41	Kayu terpigmentasi hematit 1,5 M setelah uji <i>swelling</i> 3 minggu .....	99
Gambar L.11.42	Kayu terpigmentasi hematit 4,5 M setelah uji <i>swelling</i> 3 minggu .....	99
Gambar L.11.43	Kayu pengolesan serlak setelah uji <i>swelling</i> 3 minggu .....	99
Gambar L.11.44	Kayu sebagai kontrol setelah uji <i>swelling</i> 3 minggu .....	99



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Berbagai macam fasa oksida besi .....	7
Tabel 2.2	Data kristalografi hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ).....	9
Tabel 2.3	Komposisi kimia kayu .....	20
Tabel 4.1	Kadar unsur yang ada didalam prekursor Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .....	35
Tabel 4.2	Data FWHM serta ukuran kristal pada puncak difraksi bidang (103).....	44
Tabel 4.3	Komposisi unsur sampel hematit variasi urea 1,5 M.....	52
Tabel L.6.1	Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis sebelum kalsinasi .....	76
Tabel L.6.2	Difraktogram hematit variasi urea 1 M sesudah kalsinasi .....	77
Tabel L.6.3	Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi urea 1,5 M sesudah kalsinasi .....	79
Tabel L.6.4	Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi urea 4,5 M sesudah kalsinasi .....	80
Tabel L.7.1	Ukuran kristal sampel hematit variasi konsentrasi urea.....	81
Tabel L.8.1	Data hasil uji warna pigmen hematit.....	82
Tabel L.8.2	Nilai warna pigmen hematit variasi konsentrasi agen pengendap urea.....	82
Tabel L.9.1	Komposisi unsur hematit variasi urea 1,5 M berdasarkan hasil SEM-EDX.....	86
Tabel L.10.1	Perubahan dimensi ( <i>swelling</i> ) kayu terpigmentasi hematit selama 1 minggu .....	87
Tabel L.10.2	Perubahan dimensi ( <i>swelling</i> ) kayu terpigmentasi hematit selama 2 minggu .....	88
Tabel L.10.3	Perubahan dimensi ( <i>swelling</i> ) kayu terpigmentasi hematit selama 3 minggu .....	89
Tabel L.10.4	Daya <i>swelling</i> kayu terpigmentasi hematit .....	91

## ABSTRAK

Habibah, Roisyatul. 2019. **Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea.** Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Pembimbing II: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P, Konsultan: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc.

---

**Kata kunci** : Hematit, urea, pigmen, swelling kayu

Limbah bubut besi mengandung unsur besi yang sangat besar. Limbah tersebut berpotensi mencemari lingkungan sehingga diperlukan usaha untuk mengatasinya. Salah satu usaha pemanfaatan limbah tersebut adalah sebagai bahan baku sintesis pigmen hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Dalam penelitian ini, pigmen hematit disintesis dengan metode presipitasi-sonikasi variasi konsentrasi agen pengendap urea, yakni 1; 1,5 dan 4,5 M. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruhnya terhadap kristalinitas, ukuran kristal, distribusi warna, morfologi serta pengaruhnya terhadap swelling kayu. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), *color reader* dan SEM-EDX serta aplikasi untuk mengurangi *swelling* pada kayu. Hasil karakterisasi XRD pada semua sampel menunjukkan terbentuknya fasa hematit. Semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka kristalinitas, ukuran kristal serta kemurnian fasa hematit yang diperoleh meningkat. Hasil uji warna menunjukkan semua sampel masuk dalam rentang standar warna hematit. Hasil SEM menunjukkan bahwa morfologi sampel tidak merata, partikel didominasi bentuk bulat dan masih terjadi aglomerasi. Hematit variasi urea 4,5 M memiliki ukuran partikel paling seragam. Hasil uji *swelling* kayu menunjukkan bahwa hematit variasi urea 1 M menghasilkan efektivitas tertinggi untuk mengurangi *swelling* kayu, yakni 42,26-48,14 %.

## ABSTRACT

Habibah, Roisyatul. 2019. **Synthesis of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Pigment from Iron Lathe Waste Using Varied of Urea Concentration as Precipitating Agent.** Department of Chemistry, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Supervisor II: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P, Consultant: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc.

---

**Keywords** : *Hematit, urea, pigment, swelling of wood*

Iron lathe waste contains a very high iron element. The waste has the potential to become pollution, therefore it needs to be solved. One of the ways to utilize the waste is as a source for hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). In this study, hematite pigments were synthesized by precipitation-sonication method and the concentration of urea was varied using 1; 1.5 and 4.5 M. The aims of this study was to determine its effect on crystallinity, crystal size, color distribution, morphology and its effect on swelling of wood. The synthesis results were characterized using XRD, color reader and SEM-EDX. The samples were employed to reduce swelling of wood. The X-ray diffraction pattern showed that the hematite phase is formed in all samples. The higher concentration of urea cause the crystallinity, crystal size, and purity of the hematite phase increases. Color reader results showed all sample colors are in the standard range of colors hematite. SEM results showed that the morphology of the sample is uneven, particles are dominated by spherical shape and agglomeration still occurs. Hematite 4.5 M has the most uniform particle size. Based on the results of the wood swelling test, hematite 1 M produces the highest effectivity to reduce swelling of wood, which is 42.26-48.14 %.

## الملخص

حبيبة، رئيسة، ٢٠١٩. تخليق أصباغ الهيماتيت ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) من نفايات المخرطة الحديد مع تركيز التنوع عوامل تساقط اليوريا. أطروحة. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الحكومية الإسلامية مالانج. المشرفة ١: رحماتي نيغسيه، الماجستير، المشرفة ٢: أعين الجنة، الدكتوراه، المستشار: فيبي يوسنياتي، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: الهيماتيت، اليوريا، الصباغ، تورم الخشب

مخرطة الحديد النفايات تحتوي على عنصر الحديد العالية جدا. النفايات لديها القدرة على أن تصبح التلوث، وبالتالي فإنه يحتاج إلى حل. واحدة من الطرق لاستخدام النفايات كمصدر للهيماتيت. في هذه الدراسة تم تصنيع أصباغ الهيماتيت بواسطة طريقة التساقط بالموجات الصوتية وكان تركيز اليوريا متنوعاً باستخدام ١ و ١.٥ و ٤.٥ المولي. كان الغرض من هذه الدراسة هو تحديد تأثيرها على البلورة، وحجم البلورة، وتوزيع الألوان، والتشكل وأثره على تورم الخشب. تميزت النتائج التجميع باستخدام XRD وقارئ الألوان وSEM-EDX تم استخدام العينات للحد من تورم الخشب. أظهر نمط حيود الأشعة السينية أن طور الهيماتيت يتكون في جميع العينات. يؤدي تركيز اليوريا العالي إلى زيادة بلورة وحجم البلورة ونقاء الطور الهيماتيت. أظهرت نتائج قارئ الألوان أن جميع عينات الألوان موجودة في النطاق القياسي الألوان الهيماتيت. وأظهرت نتائج SEM أن مورفولوجيا العينة غير متساوية والجسيمات يهيمن عليهن شكل كروي ومازال يحدث التكتل. الهيماتيت ٤.٥ المولي لديه حجم الجسيمات الموحدات اتساقا. بناءً على نتائج اختبار تورم الخشب ينتج الهيماتيت ١ مولي أعلى فاعلية للحد من تورم الخشب والذي يبلغ ٤٢.٢٦ – ٤٨.١٤ %.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Limbah bubut besi (*iron lathe waste*) berpotensi sebagai sumber alternatif sintesis hematit karena limbah tersebut mengandung besi yang cukup tinggi yakni 97,11 % (Khoiroh, dkk., 2013). Besi di dalam bahan tersebut bersenyawa dengan karbon dan logam-logam lain membentuk alloy dan biasa digunakan sebagai bahan konstruksi hingga berbagai produk rumah tangga (Rahman, dkk., 2013; Dewi, dkk., 2006). Oksida besi terutama hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dapat terbentuk dari besi tersebut melalui suatu proses sintesis (Chabib, 2017).

Kadar besi yang sangat tinggi pada limbah bubut besi menyebabkan limbah tersebut sangat berbahaya apabila dibuang langsung ke lingkungan (Khoiroh, dkk., 2013). Limbah tersebut tergolong limbah B3 dengan ambang batas maksimum kadar besi yang diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan adalah sebesar 5 mg/L (SNI 06-6989.49, 2005). Untuk mencegah pencemaran lingkungan oleh limbah bubut besi, maka perlu dilakukan upaya pengolahan ulang menjadi produk baru yang lebih bermanfaat dan mempunyai nilai ekonomi. Salah satu upaya tersebut ialah dijadikan pigmen hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ).

Pencemaran lingkungan dan kerusakan alam dapat terjadi apabila limbah tersebut tidak dilakukan penanganan. Kerusakan tersebut dapat membahayakan tata kehidupan manusia. Allah melarang untuk berbuat kerusakan di bumi. Allah memerintahkan agar terus berdoa menjadi manusia yang baik (*mukhsinin*), karena rahmat Allah dekat dengan orang-orang yang berbuat kebaikan. Allah memerintahkan hal ini dalam al-Qur'an surat al-A'raf ayat 56.

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

Artinya: "Dan Janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah (diciptakan) dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang yang berbuat kebaikan."

Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) memiliki kestabilan yang tinggi, bersifat tahan korosi, ramah lingkungan, nontoksik, dan berwarna merah yang menarik sehingga banyak digunakan sebagai pigmen (Septityana, dkk., 2013; Tian, dkk., 2017). Keunggulan dari pigmen hematit, diantaranya lebih kuat dan bervariasi dalam pewarnaan, daya tutup (*hiding*) serta daya tahan yang baik (Sobirin, dkk., 2015; Opuchovic dan Kareiva 2015). Pigmen hematit ini dapat diaplikasikan sebagai pelapis kayu untuk mengurangi *swelling* kayu (Wang, dkk., 2011).

Banyak penelitian yang menjelaskan bahwa limbah bubuk besi dapat dijadikan sumber besi untuk sintesis hematit. Chabib (2017) dalam penelitiannya mensintesis pigmen hematit dari limbah bubuk besi. Hasil dari sintesis tersebut adalah pigmen merah yang cerah akan tetapi pada produk akhir masih ditemukan pengotor dan ukuran partikel beragam. Khoiroh (2013) dalam penelitiannya juga mensintesis pigmen hematit dari limbah bubuk besi. Pigmen yang dihasilkan memiliki kualitas warna yang sesuai dengan standar hematit.

Sintesis nanopartikel hematit dapat dilakukan dengan berbagai metode seperti presipitasi (Chabib, 2017; Sahoo, 2010), dan sonikasi (Hassanjani-Roshan, dkk., 2011; Khalil, dkk., 2017). Metode presipitasi merupakan metode yang paling mudah dilakukan dalam sintesis hematit dari bahan prekursor yang tidak murni seperti limbah bubuk besi (Chabib, 2017). Metode ini memiliki beberapa keunggulan diantaranya waktu persiapan singkat, biaya rendah, produk yang

dihasilkan banyak, akan tetapi ukuran partikelnya masih besar dan beragam. Khalil, dkk. (2017) menyebutkan bahwa metode sonikasi merupakan metode yang tepat agar produk akhir yang dihasilkan berukuran nanopartikel, morfologi seragam serta kristalinitas tinggi. Ukuran partikel hematit yang dihasilkan mencapai 13,7 nm. Berdasarkan kedua metode diatas, maka penelitian ini menggunakan metode presipitasi-sonikasi agar diperoleh hematit berukuran nanopartikel, morfologi seragam, kristalinitas serta kemurnian yang tinggi.

Jenis agen pengendap dalam proses presipitasi berpengaruh terhadap pembentukan morfologi dan pertumbuhan kristal hematit (Khalil, dkk., 2017). Hidrolisis urea akan menghasilkan  $\text{OH}^-$  dan  $\text{CO}_3^{2-}$  sebagai ion pengendap yang ketika bereaksi dengan besi menghasilkan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  dan ketika dikalsinasi akan membentuk hematit dengan kristalinitas yang tinggi. Bakardjieva, dkk. (2005) mensintesis hematit dengan kristalinitas yang tinggi serta kristal berukuran 40-45 nm menggunakan agen pengendap urea.

Konsentrasi urea mempengaruhi ukuran, kemurnian dan struktur dari hematit yang diperoleh. Su, dkk. (2016) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka kristalinitas hematit yang diperoleh semakin meningkat dan ukuran partikel yang semakin menurun. Semakin tinggi konsentrasi urea juga menyebabkan bentuk partikel semakin seragam serta partikel semakin mengarah pada bentuk rombohedral.

Penggumpalan dan ukuran partikel yang tidak seragam perlu dihindari karena akan mempengaruhi sifat dari hematit yang dihasilkan. Hal tersebut akan menyebabkan warna pigmen tidak merata dan menurunnya kestabilan pigmen terhadap sinar *ultra violet* (UV). Oleh karena itu, perlu adanya penambahan

polimer atau surfaktan tertentu sehingga ukuran, struktur dan morfologi nanopartikel hematit dapat dikontrol. Salah satu polimer yang dapat digunakan untuk mengontrol partikel tersebut adalah polietilen glikol (PEG) (Rahmawati, dkk., 2018). Junejo, dkk. (2013) menyebutkan bahwa polietilen glikol teradsorbsi di permukaan misel membentuk halangan sterik antar partikel hematit sehingga penggumpalan dan ukuran partikel hematit yang tidak merata dapat dicegah.

Sebagai salah satu upaya menanggulangi pencemaran lingkungan oleh limbah besi dan pemanfaatan kembali limbah tersebut, maka pada penelitian ini akan disintesis pigmen hematit dari limbah bubut besi untuk dijadikan anti *swelling* pada kayu. Metode yang digunakan adalah presipitasi-sonikasi dengan variasi konsentrasi urea sebagai agen pengendap yakni 1;1,5 dan 4,5 M. Prekursor yang telah dibuat dari limbah bubut besi akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *color reader* serta akan diuji daya *swelling* serbuk kayu yang telah terpigmentasi hematit. Hasil sintesis juga dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energi Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX) dan dilakukan karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) pada sampel sebelum kalsinasi untuk mengetahui fasa transisinya.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi agen pengendap urea terhadap derajat kristalinitas dan ukuran kristal produk hasil sintesis?
2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi agen pengendap urea terhadap warna produk hasil sintesis?
3. Bagaimana bentuk dan komposisi hematit hasil sintesis?

4. Bagaimana daya *swelling* kayu yang telah terpigmentasi hematit hasil sintesis?

### 1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi agen pengendap urea terhadap derajat kristalinitas dan ukuran kristal produk hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi agen pengendap urea terhadap warna produk hasil sintesis.
3. Untuk mengetahui bentuk dan komposisi hematit hasil sintesis.
4. Untuk mengetahui daya *swelling* kayu yang telah terpigmentasi hematit hasil sintesis.

### 1.4 Batasan Masalah

1. Limbah serbuk besi berasal dari industri kerajinan besi di Malang.
2. Pelarut yang digunakan untuk destruksi logam Fe adalah asam nitrat.
3. Suhu sonikasi yakni 30 °C selama 45 menit dan suhu kalsinasi yakni 750 °C selama 3 jam.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengurangi pencemaran lingkungan oleh limbah B3, khususnya limbah besi dari sisa pengolahan industri besi. Limbah bubut besi mengandung besi yang sangat tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber besi (Fe) untuk sintesis hematit. Penelitian ini juga bermanfaat untuk mengkaji metode dalam sintesis hematit, sehingga dapat dikembangkan untuk menghasilkan pigmen berkualitas dari bahan yang tidak murni (limbah bubut besi).

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Limbah Bubut Besi sebagai Prekursor Oksida Besi

Oksida besi selain dari senyawa murni juga dapat disintesis dari limbah besi. Khoiroh (2013) dan Chabib (2017) menyebutkan bahwa limbah bubut besi (*iron lathe waste*) berpotensi sebagai prekursor oksida besi karena mengandung besi yang cukup tinggi yakni 97,11 % dan 96,08 %. Produksi limbah bubut di Indonesia juga cukup besar, sekitar 800 ribu ton per tahun pada tahun 2010. Bentuk serbuk dari limbah tersebut tidak dimanfaatkan lagi sehingga dapat mencemari lingkungan.

Limbah besi termasuk limbah logam berat yang korosif, mengurangi kesuburan tanah serta termasuk dalam Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (Limbah B3). Pemerintah Indonesia mendorong pengelolaan limbah B3 untuk dijadikan sesuatu yang bermanfaat dan mempunyai nilai ekonomi. Untuk meningkatkan nilai ekonomi limbah besi tersebut perlu dilakukan sebuah upaya pengolahan alternatif. Pada penelitian ini limbah besi akan diolah menjadi produk baru yakni oksida besi hematit. Hematit yang dihasilkan berbentuk serbuk nanopartikel berwarna merah yang dapat digunakan dalam berbagai bidang seperti dalam bidang arsitektur yakni pigmen.

Sobirin dan Fitriawan (2015) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa berbagai macam oksida besi dapat disintesis dari limbah besi seperti hematit, magnetit, maghemit, dan goetit. Serbuk hasil sintesis limbah tersebut didominasi oleh hematit. Aji, dkk. (2007) juga menyebutkan bahwa serbuk hasil sintesis dengan menggunakan bahan lokal berupa *mill scale* dan pasir besi dengan metode

presipitasi didominasi oleh magnetik jamak (multidomain). Hasil oksidasi pada suhu 800 °C mengubah fasa magnetit dan maghemit menjadi hematit dengan perubahan struktur yakni heksagonal dan teridentifikasi melalui perubahan warna menjadi ungu.

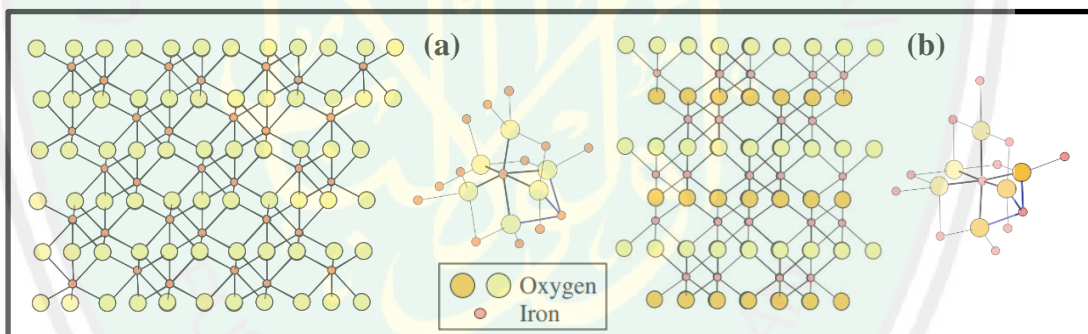
Oksida besi melimpah di alam dan tersebar luas di tanah, air, batuan hingga mikroorganisme (Guo dan Barnard, 2011). Oksida besi merupakan senyawa polimorf yang dapat terbentuk dalam dua atau lebih fasa dan memiliki struktur kristal serta warna berbeda yang dirangkum pada Tabel 2.1 (Tuček, dkk., 2015; Cornell dan Schwertmann, 2003).

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

Struktur	Lambang	Sistem Kristalografi	Warna
<b>Oksi hidroksida</b>			
Geothit	$\alpha$ -FeOOH	Ortorombik	Kuning-Coklat
Lepidokrokit	$\gamma$ -FeOOH	Ortorombik	Oranye
Akagenit	$\beta$ -FeOOH	Monoklinik	Kuning-Coklat
Schwertmanit	$\text{Fe}_{16}\text{O}_{16}(\text{OH})_y(\text{SO}_4)_z \cdot n\text{H}_2\text{O}$	Tetragonal	Oranye-Coklat
Feroxyhyt	$\delta'$ -FeOOH	Heksagonal	Merah-Coklat
$\delta$ -FeOOH	-	Heksagonal	-
FeOOH tekanan tinggi	-	Ortorombik	-
Ferrihidrit	$5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	Heksagonal	Merah-Coklat
<b>Hidroksida</b>			
Bernalit	$\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	Ortorombik	Hijau tua
$\text{Fe}(\text{OH})_2$	-	Heksagonal	-
Green rusts	-	-	-
<b>Oksida</b>			
Hematit	$\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$	Heksagonal	Merah
Magnetit	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	Kubik	Hitam
Maghemit	$\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$	Kubik/Tetragonal	Coklat-Merah
Wustite	FeO	Kubik	Hitam
$\epsilon$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$	-	Ortorombik	-

## 2.2 Nanopartikel Oksida Besi Hematit

Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) merupakan jenis oksida besi yang paling stabil secara termodinamika dengan sifat antiferomagnetik dan struktur kristal *hexagonal close packed* (hcp) atau rombohedral (Belkhedkar dan Ubale, 2014). Ferihidrit merupakan fasa transisi sebelum terbentuknya hematit yang memiliki struktur yang hampir sama dengan hematit. Ion  $\text{Fe}^{3+}$  pada struktur ferihidrit menempati selitan tetrahedral sedangkan pada struktur hematit menempati selitan oktahedral. Adapun ion  $\text{O}^{2-}$  pada struktur hematit maupun ferihidrit dan ion  $\text{OH}^-$  pada struktur ferihidrit sama-sama menempati situs *hexagonal close packed* (hcp) seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.1. Data kristalografi hematit ditunjukkan oleh Tabel 2.2 (Wang, dkk., 2008; Cornell dan Schwertmann 2003; Dzade, dkk., 2014)



Gambar 2.1 Struktur kristal pada (a) hematit; (b) ferihidrit (Cudenec dan Andre, 2006)

Nanopartikel hematit memiliki banyak keunggulan daripada hematit berukuran lain. Nanopartikel ini memiliki luas permukaan yang besar, tingkat reaktifitas yang tinggi, dan reaksi yang ramah lingkungan sehingga hematit yang memiliki ukuran partikel semakin kecil maka kestabilannya juga akan semakin meningkat (Fouda, dkk., 2012). Nanopartikel hematit bersifat *biocompatible*, tidak beracun, magnetik, daya tutup yang tinggi dan sifat kimia aktif pada

permukaannya sehingga nanopartikel lebih berpotensi di berbagai bidang seperti pigmen (Nidhin, dkk., 2015).

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

Karakteristik	Hematit
Densitas (g/cm <sup>3</sup> )	5,26
Titik leleh (°C)	1350
Kemagnetan	Feromagnetik yang lemah atau antiferomagnetik
Sistem Kristal	Rombohedral, heksagonal
Grup ruang	R-3cH
Kelas (H-M)	3m (3 2/m)-Heksagonal Scalenohedral
Parameter kisi (nm)	$a = 0,50346$ , $c = 1,3752$ (heksagonal) $a_{Rh} = 0,5427$ , $\alpha = 55,3^\circ$ (rombohedral)
Rasio $a:c$	1:2,734
Z	6

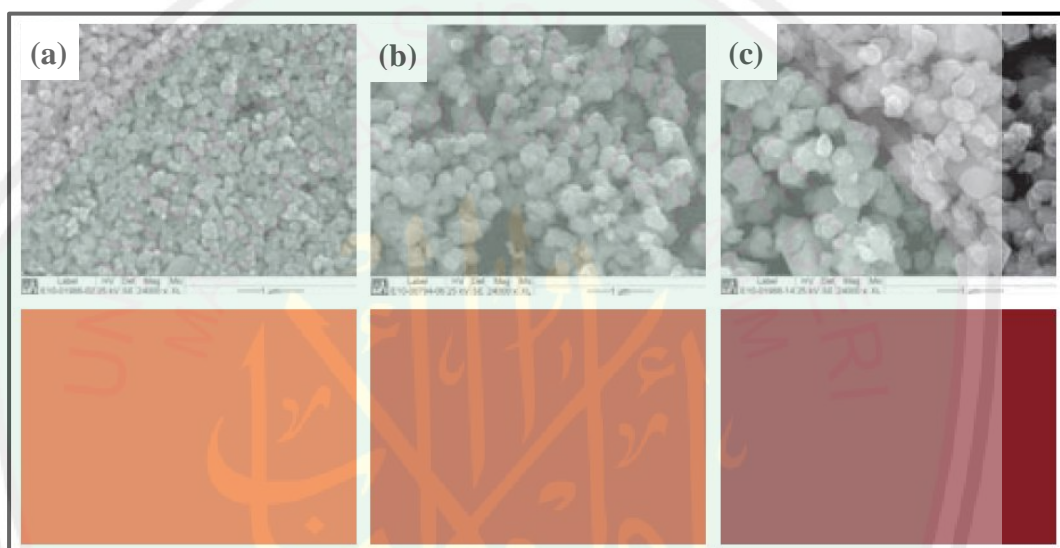
Hematit merupakan oksida besi berwarna merah dengan ukuran berbeda maka tingkat pewarnaan merah juga berbeda. Krefeld (2010) menjelaskan bahwa pada ukuran 2-15 nm suatu pigmen akan bersifat transparan. Pigmen transparan ini semakin diminati, hal ini terlihat dari permintaan pasar dunia terhadap pigmen transparan yakni sekitar 2000 ton/tahun (Krefeld, 2006).

### 2.3 Hematit sebagai Pigmen

Industri cat merupakan industri yang memanfaatkan pigmen sebagai salah satu komponen dasar. Fungsi pigmen dalam pembuatan cat adalah sebagai pewarna dan daya tutup (*hiding power*) pada cat (Septityana, dkk., 2013). Beberapa keunggulan dari pigmen hematit antara lain lebih ramah lingkungan, *nontoxicity*, stabilitas kimia, kuat dalam pewarnaan, daya tutup dan daya tahan yang baik sehingga mempunyai karakteristik pigmen yang unggul (Sobirin, dkk., 2015). Standar nilai warna hematit  $L^*$  berkisar 25-45,  $C^*$  berkisar 9-42 dan  $H^\circ$

berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell dan Schwertmann, 2003).

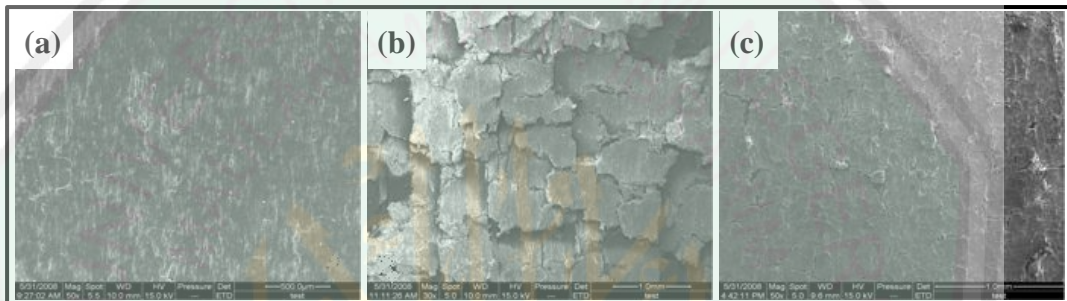
Variasi warna pigmen hematit dipengaruhi oleh distribusi ukuran partikelnya. Semakin kecil ukuran partikel hematit maka warna yang dihasilkan akan semakin terang. Warna pigmen yang dihasilkan dengan perbedaan ukuran partikel hematit komersil yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Variasi warna pigmen dan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan dari perbedaan konsentrasi hematit komersil Bayferrox (a) 110 M dengan ukuran partikel  $0,09 \mu\text{m}$ , (b) 140 M dengan ukuran partikel  $0,3 \mu\text{m}$ , dan (c) 180 M dengan ukuran partikel  $0,7 \mu\text{m}$  (Lanxess Energizing Chemistry, 2015)

Wang, dkk. (2011) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa pigmen hematit mampu mempertahankan permukaan kayu agar tetap halus, memudar lebih lambat dan tahan terhadap pelapukan oleh air dan sinar UV. Hal ini sesuai dengan Sivrikaya dan Can (2016) bahwa pigmen hematit mampu mempertahankan daya *swelling* kayu mulai dari 4-16 %. Schirp, dkk. (2015) juga menyebutkan bahwa kayu yang dilapisi dengan campuran pigmen organik-anorganik akan lebih cepat membengkak (*swelling*) daripada kayu yang dilapisi

dengan pigmen anorganik (oksida besi) saja. Zhang, dkk. (2010) juga menyebutkan bahwa semua sampel *wood product* yang telah diwarnai dengan pigmen besi oksida menghasilkan morfologi permukaan yang halus ketika diamati menggunakan SEM. Sampel yang tidak diwarnai dengan pigmen hematit mengalami retakan yang signifikan serta banyak serpihan kecil terkelupas dari permukaannya setelah diuji dengan radiasi UV dan embunisasi dipercepat selama 2000 jam. Pengamatan dengan SEM didapatkan hasil Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Mikrograf dari (a) kayu, (b) kayu yang tidak terpigmentasi hematit setelah di radiasi 2000, dan (c) kayu yang terpigmentasi hematit setelah di radiasi 2000 (Zhang, dkk., 2010)

#### 2.4 Sintesis Pigmen Hematit

Sintesis pigmen nanopartikel hematit dipengaruhi oleh beberapa hal, diantaranya metode yang digunakan, jenis prekursor, dan jenis agen pengendap. Faktor-faktor tersebut akan mempengaruhi kristalinitas, ukuran, bentuk dan distribusi tiap partikelnya (Pramanik, dkk., 2005). Semakin kecil ukuran partikel hematit maka warna dari pigmen yang dihasilkan akan semakin cerah (Lanxess Energizing Chemistry, 2015).

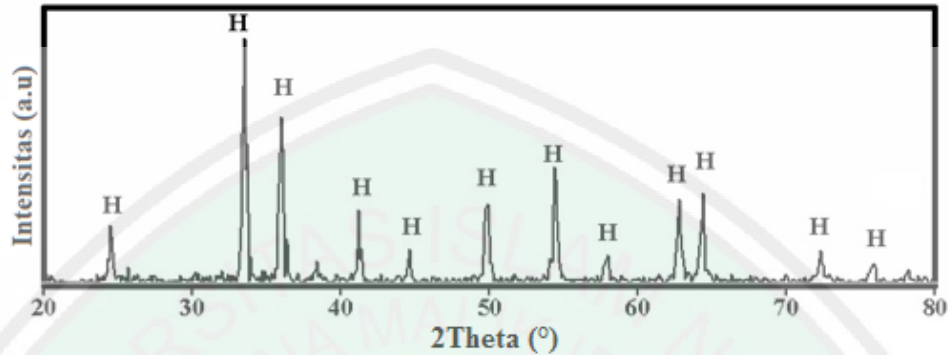
#### 2.4.1 Presipitasi-Sonikasi sebagai Metode Sintesis Hematit

Sintesis nanopartikel hematit dapat dilakukan dengan berbagai metode seperti presipitasi (Chabib, 2017; Sahoo, 2010), dan sonikasi (Hassanjani-Roshan, dkk., 2011). Chabib (2017) menyebutkan bahwa metode presipitasi merupakan metode yang paling mudah dilakukan dalam sintesis hematit dari bahan prekursor yang tidak murni seperti limbah bubuk. Metode ini memiliki beberapa keunggulan diantaranya waktu persiapan singkat, biaya rendah, produk yang dihasilkan banyak, akan tetapi ukuran partikelnya masih besar dan beragam.

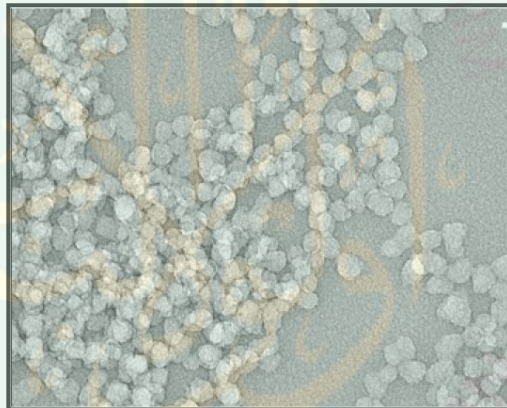
Chabib (2017) dalam penelitiannya juga menyebutkan bahwa dengan metode presipitasi saja morfologi hematit yang didapatkan masih beragam, dan terdapat unsur lain berupa C dan Na. Sahoo (2010) dalam penelitiannya juga menyebutkan bahwa dengan metode presipitasi didapatkan hematit dengan kemurnian yang tinggi akan tetapi ukuran partikel yang didapatkan masih terlalu besar, yakni sekitar 50-60 nm dan masih terjadi penggumpalan.

Kontrol ukuran partikel menjadi nanopartikel, morfologi serta kristalinitas yang tinggi dapat dilakukan dengan metode sonikasi (Ningsih, 2016). Prinsip metode ini adalah memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi sangat tinggi yang diradiasikan ke dalam larutan sehingga terjadi tumbukan antar partikel penyusun larutan. Adanya tumbukan tersebut menyebabkan pecahnya partikel hematit menjadi berukuran lebih kecil (Bang dan Suslick, 2007). Khalil, dkk. (2017) mensintesis hematit dengan metode sonikasi menghasilkan partikel berukuran 13,7 nm, sedangkan sintesis hematit dengan prekursor dan agen pengendap yang sama akan tetapi dengan metode hidrotermal menghasilkan partikel berukuran  $\pm 100$  nm. Difraktogram hematit dengan metode sonikasi yang

menandakan kristalinitas yang tinggi ditampilkan pada Gambar 2.4. Adapun morfologi partikel hematit hasil sintesis dengan metode sonikasi ditampilkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.4 Difraktogram hematit dengan metode sonikasi (Khalil, dkk., 2017)



Gambar 2.5 Mikrograf SEM hematit hasil sintesis dengan metode sonikasi (Khalil, dkk., 2017)

#### 2.4.2 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sebagai Prekursor pada Sintesis Hematit

Müller, dkk. (2015) dalam penelitiannya menyatakan bahwa dengan menggunakan Prekursor  $\text{FeCl}_3$  dan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  menghasilkan hematit dengan kemurnian berbeda. Prekursor  $\text{FeCl}_3$  menghasilkan fasa akagenit ( $\beta\text{-FeOOH}$ ) dan semakin tinggi suhunya (90-110 °C) mulai terbentuk fasa hematit dengan kristalinitas yang rendah. Adapun prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  menghasilkan fasa goetit

( $\alpha$ -FeOOH) dan semakin tinggi suhunya mulai terbentuk fasa hematit dengan derajat kristalinitas yang lebih tinggi. Vogel (1990), menyebutkan bahwa material yang mengandung besi ditambahkan dengan asam nitrat pekat maka akan menghasilkan ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ). Ion ferri ini selanjutnya akan diubah menjadi fasa geotit dan ketika dikalsinasi membentuk fasa hematit yang lebih murni.

Jika material yang mengandung besi ditambahkan dengan asam nitrat pekat maka akan menghasilkan gas nitrogen oksida dan ion ferri sesuai dengan reaksi berikut.



Reaksi diatas menghasilkan gas NO yang tidak berwarna, dan saat gas tersebut keluar maka akan segera bereaksi dengan oksigen yang ada di udara membentuk gas nitrogen dioksida ( $\text{NO}_2$ ) yang berwarna coklat kemerahan (Vogel, 1990).

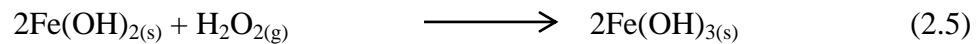
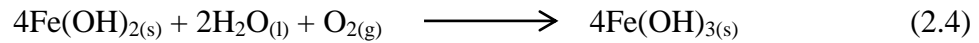
Keberadaan ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dalam suatu larutan dapat diketahui dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan ketika direaksikan dengan NaOH sesuai dengan reaksi berikut.



Adapun keberadaan ion ferro ( $\text{Fe}^{2+}$ ) dalam suatu larutan dapat diketahui dengan terbentuknya endapan hijau ketika direaksikan dengan NaOH sesuai dengan reaksi berikut.

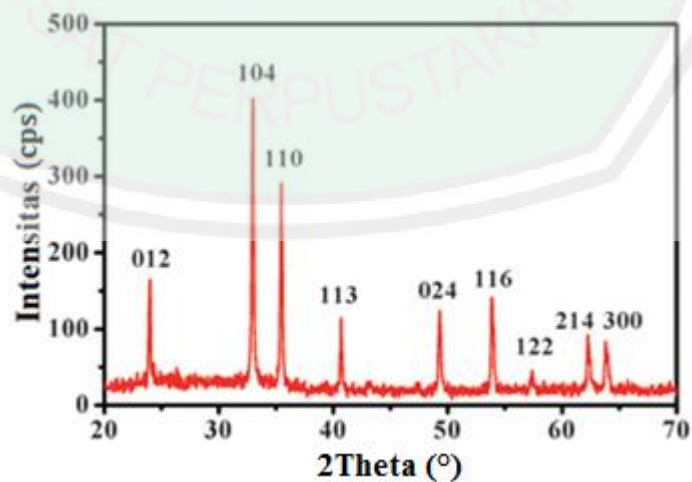


Besi (II) hidroksida ini apabila bereaksi dengan udara berlebih serta hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) akan menghasilkan endapan merah kecoklatan yang menandakan terbentuknya besi (III) hidroksida sesuai dengan reaksi berikut.

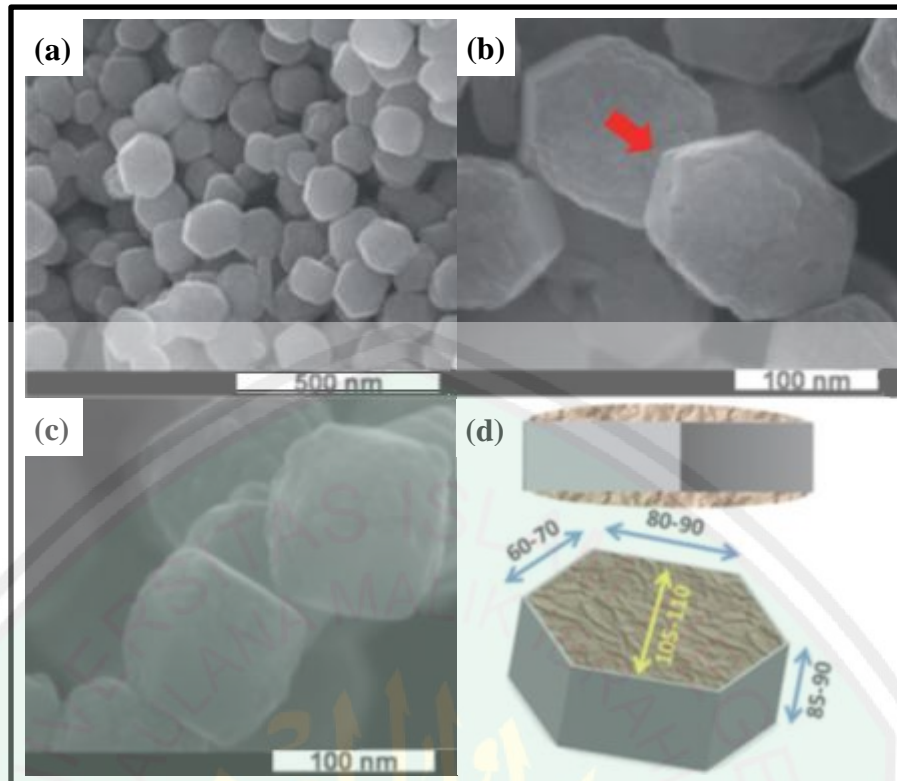


### 2.4.3 Variasi Konsentrasi Urea sebagai Agen Pengendap Sintesis Hematit

Jenis agen pengendap berpengaruh terhadap morfologi hematit. Lv, dkk. (2009) menyebutkan bahwa urea merupakan presipitator yang efektif untuk membentuk fasa hematit karena urea dapat bereaksi dengan besi membentuk suasana basa dan terdekomposisi pada suhu tinggi membentuk  $\text{NH}_3$ . Urea tidak dapat mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ , sehingga pembentukan hematit pada akhir reaksi menjadi optimum (Hikmah, 2015). Urea ketika dihidrolisis maka akan meningkatkan pH larutan sehingga ion  $\text{Fe}^{3+}$  secara bertahap berubah menjadi  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  yang selanjutnya menjadi fasa hematit (Song, dkk., 2009). Chaudhari, dkk. (2009) dapat mensintesis hematit dengan struktur kristal heksagonal yang seragam dan berukuran 80-90 nm menggunakan agen pengendap urea. Difraktogram dan morfologi dari hematit yang telah disintesis tersebut ditampilkan pada Gambar 2.6 dan 2.7.

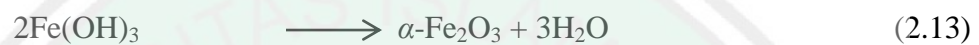
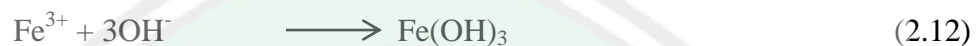
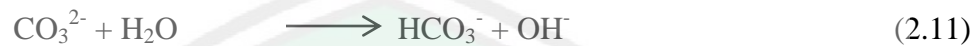
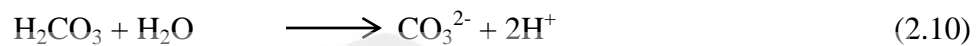
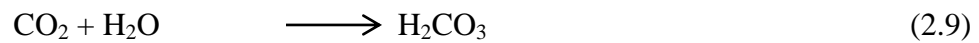
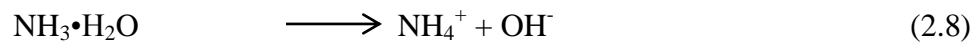
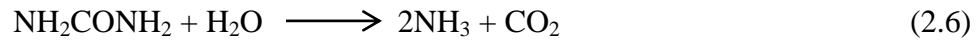


Gambar 2.6 Difraktogram hematit yang disintesis menggunakan urea sebagai agen pengendap urea pada 90 °C (Chaudhari, dkk., 2009)

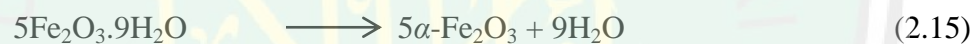
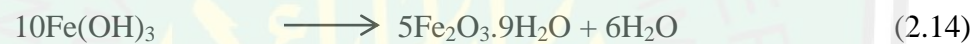


Gambar 2.7 Mikrograf (a) SEM, (b) HR-SEM, (c) HR-SEM yang dilihat dari arah panah pada gambar b, dan (d) morfologi bentuk prisma heksagonal hematit yang disintesis menggunakan agen pengendap urea pada 90 °C (Chaudhari, dkk., 2009)

Su, dkk. (2016) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa urea bereaksi dengan air dan terdekomposisi membentuk  $\text{CO}_2$  dan  $\text{NH}_3$ .  $\text{NH}_3$  berikatan air membentuk  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  yang dapat terionisasi dalam air menghasilkan ion hidroksida ( $\text{OH}^-$ ).  $\text{CO}_2$  dapat terlarut dalam air membentuk  $\text{H}_2\text{CO}_3$  yang kemudian terionisasi menghasilkan ion  $\text{CO}_3^{2-}$  dan  $\text{H}^+$ . Hidrolisis ion  $\text{CO}_3^{2-}$  juga dapat menghasilkan  $\text{OH}^-$ . Ion-ion  $\text{OH}^-$  yang terbentuk dari dekomposisi urea dalam air tersebut menyebabkan pH sistem dalam sintesis hematit menjadi basa. Proses dekomposisi urea, pembentukan fasa transisi bernalit ( $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ) serta pembentukan hematit setelah dikalsinasi ditampilkan oleh reaksi berikut (Liu, dkk., 2006; Chaudhari, dkk., 2009; Kim, dkk., 2011; Su, dkk., 2016).



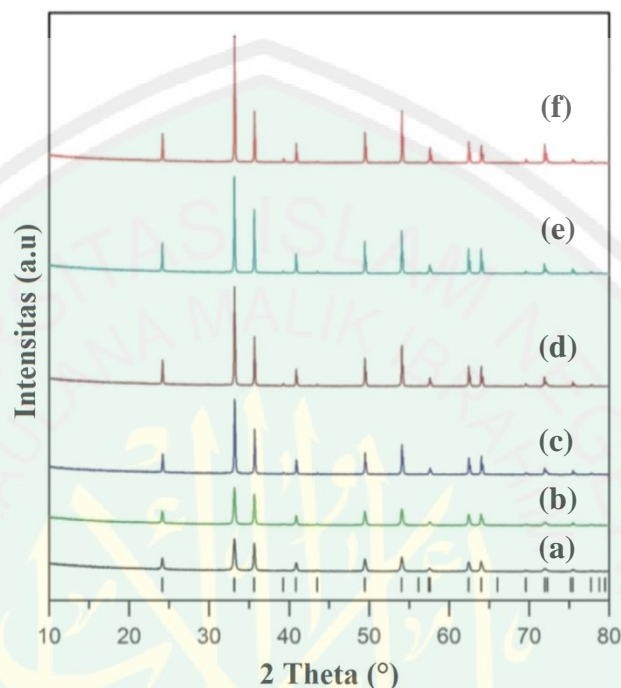
Reaksi terbentuknya fasa transisi ferihidrit ( $5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) dan ketika dikalsinasi adalah sebagai berikut (Cudennec dan Andre, 2006).



Konsentrasi urea yang digunakan untuk mengendapkan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , berpengaruh pada pembentukan ukuran, kemurnian dan struktur partikel hematit. Dar, dkk. (2007) mensintesis nanopartikel hematit dengan urea sebagai agen pengendap dan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  sebagai prekursor dan diperoleh hematit berukuran 10 nm dengan partikel yang seragam serta semakin rendah konsentrasi urea yang digunakan maka semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan. Fasa yang dihasilkan sebelum dikalsinasi ketika konsentrasi urea yang digunakan besar adalah  $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$  akan tetapi ketika konsentrasi urea yang digunakan kecil adalah  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (hematit). Keduanya akan berubah fasa menjadi hematit ketika dikalsinasi pada suhu 500 °C.

Su, dkk. (2016) dalam penelitiannya juga mensintesis hematit menggunakan urea sebagai agen pengendap. Semakin tinggi konsentrasi urea

yang digunakan maka kristalinitas hematit yang diperoleh semakin meningkat dan ukuran partikel yang semakin menurun. Difraktogram hematit hasil sintesis menggunakan variasi konsentrasi urea tersebut ditampilkan pada Gambar 2.8.

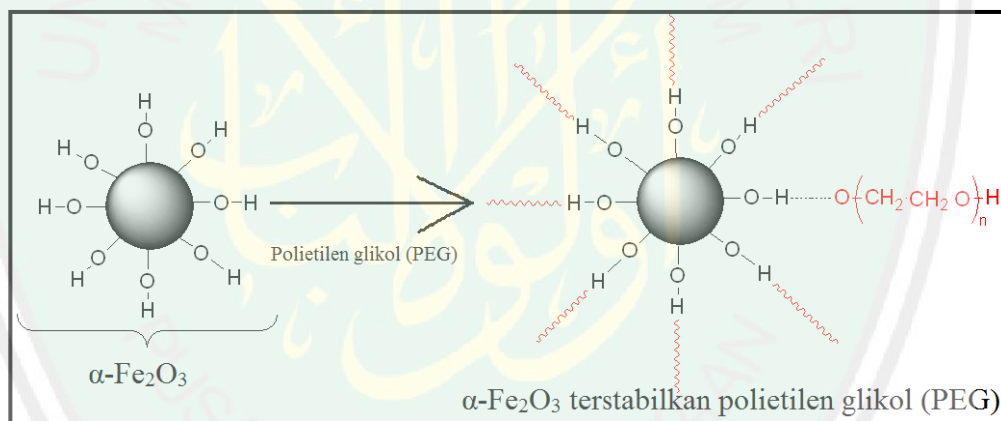


Gambar 2.8 Difraktogram hematit hasil sintesis menggunakan perbandingan urea/ $\text{Fe}^{3+}$  (a) 5:1, (b) 10:1, (c) 20:1, (d) 30:1, (e) 40:1, dan (f) 50:1 (Su, dkk., 2016)

Proses sonikasi dapat menyebabkan penggumpalan pada partikel hematit. Oleh karena itu, perlu adanya penambahan polimer atau surfaktan tertentu sehingga ukuran, struktur dan morfologi nanopartikel dapat dikontrol. Salah satu polimer yang dapat digunakan untuk mengontrol partikel tersebut adalah polietilen glikol (PEG) (Rahmawati, dkk., 2018). Polietilen glikol (PEG) dalam hal ini berfungsi sebagai *stabilizer* atau *template* yang dapat mencegah penggumpalan serta menghambat pertumbuhan nanopartikel hematit pada proses sonikasi (Rosanti dan Puryanti, 2015). Polietilen glikol (PEG) dipilih karena

sifatnya yang stabil, tidak mudah bercampur dengan komponen lain, tidak beracun dan tidak iritatif (Delmifiana, 2013).

Berat molekul polietilen glikol (PEG) yang digunakan semakin besar maka penggumpalan partikel hematit semakin berkurang dan ukurannya juga semakin nanopartikel (Guru, dkk., 2016). Junejo, dkk. (2013) menyebutkan bahwa polietilen glikol (PEG) bekerja dengan cara membentuk halangan sterik antar partikel hematit. Polietilen glikol (PEG) teradsorpsi di permukaan misel membentuk misel komposit. Berikut ini interaksi yang terjadi antara hematit dengan elektron-elektron bebas dari atom oksigen dalam polietilen glikol (PEG) yang ditampilkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.9 Hematit terstabilkan polietilen glikol (PEG) (Junejo, dkk., 2013)

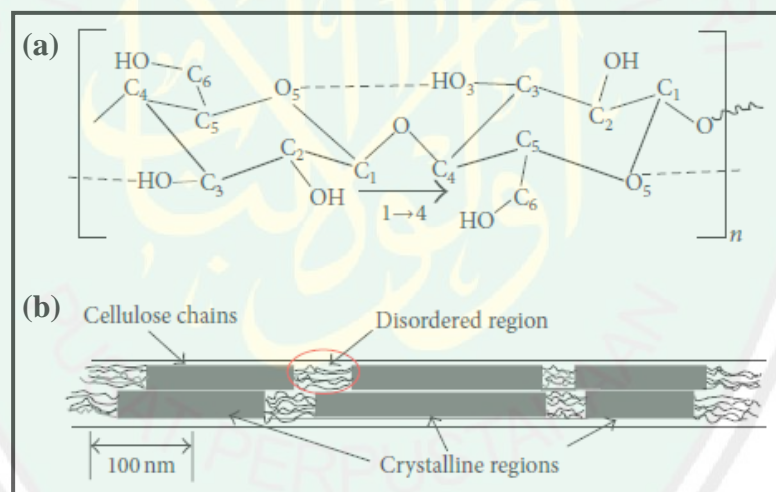
## 2.5 Daya Swelling Kayu

Kayu merupakan produk alam yang dapat dimanfaatkan untuk bermacam-macam aplikasi seperti perabotan rumah tangga dan bahan anel seperti kayu lapis, papan partikel serta papan serat. Kandungan kimia kayu berpengaruh terhadap sifat kayu seperti daya *swelling* atau daya pembengkakannya. Kandungan kimia yang ada pada kayu ditampilkan oleh Tabel 2.3 (Pasaribu, dkk., 2015).

Tabel 2.3 Komposisi kimia kayu (Pasaribu, dkk., 2015)

No.	Komposisi Kimia	Jumlah (%)
1.	Selulosa	40
2.	Hemiselulosa	23
3.	Lignin	33
5.	Ekstraktif	3,5
6.	Abu	0,5

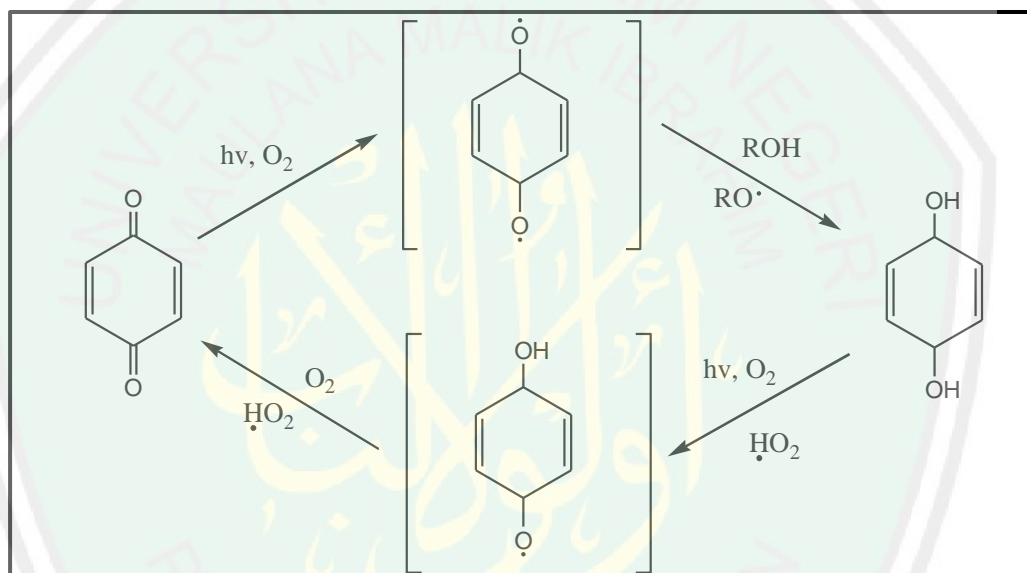
Selulosa merupakan kandungan kimiawi yang paling dominan pada kayu. Selulosa terdiri dari daerah kristalin dan daerah amorf yang membentuk suatu struktur dengan kekuatan tegangan tinggi. Berbeda dengan daerah kristalin, daerah amorf mudah berinteraksi dengan air sehingga daerah ini menyebabkan terjadinya pembengkakan/*swelling* pada kayu (Bulychev, 2010). Struktur dari selulosa ditampilkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Struktur selulosa (a) unit pengulangan rantai tunggal yang dihubungkan oleh ikatan glikosidik serta ikatan hidrogen antar rantai yang dilambangkan dengan garis putus-putus, dan (b) mikrofibril yang menunjukkan daerah kristalin dan amorf (Moon, dkk., 2011)

Lignin membentuk matriks yang mengelilingi selulosa dan hemiselulosa sebagai penyedia kekuatan pohon. Lignin sangat resisten terhadap degradasi, baik biologi, enzimatik, maupun kimia. Morrell, dkk. (2006) menyebutkan bahwa

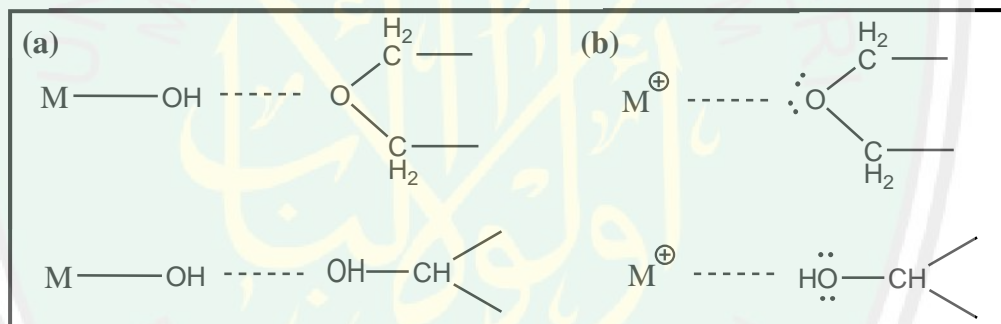
lignin menyerap 80-95 % sinar UV yang menimpa kayu sehingga lignin sangat mudah mengalami fotodegradasi. Terikatnya air pada lignin hingga terjadi *swelling* pada kayu menyebar melalui reaksi degradasi. Reaksi degradasi tersebut dapat menyebabkan oksidasi rantai polimer. Hal ini menyebabkan kualitas permukaan kayu menurun, sifat mekanik yang rendah serta mudah terjadi *swelling* (Huang, dkk., 2010). Mekanisme dari pembentukan radikal bebas oleh sinar UV dan terikatnya air pada lignin di tampilan pada Gambar 2.11.



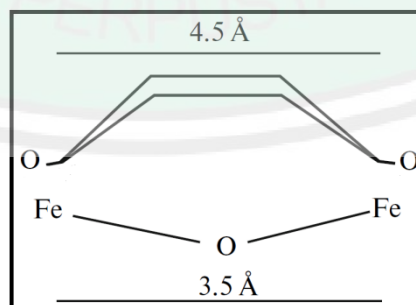
Gambar 2.11 Skema pembentukan radikal bebas dan pengikatan dengan air pada lignin (Morrell, dkk., 2006)

Hemiselulosa mirip dengan selulosa yang merupakan polimer gula. Hemiselulosa tersusun dari bermacam-macam jenis gula seperti gula berkarbon 5 (C-5) dan berkarbon 6 (C-6) dengan derajat polimerisasi yang lebih rendah daripada selulosa. Berbagai rantai cabang yang tidak seragam pada struktur hemiselulosa menyebabkan senyawa ini secara parsial larut dalam air sehingga memudahkan terjadinya pembengkakan/*swelling* kayu (Pasaribu, dkk., 2015).

Pencegahan terhadap *swelling* pada struktur kayu dapat dilakukan dengan dilapisi pigmen hematit. Pigmen hematit ini mampu mencegah *swelling* kayu dengan cara *cross link* antara polimer selulosa, lignin dan hemiselulosa dengan Fe pada hematit. Interaksi antara polimer selulosa, lignin dan hemiselulosa dengan hematit menyebabkan struktur dari kayu menjadi kaku dan atom O pada polimer tersebut menjadi kurang aktif dalam berinteraksi dengan air. Hal ini menyebabkan absorpsi air oleh selulosa dapat dicegah (Stevens, 2007). Interaksi antara logam dengan gugus-gugus fungsi pada polimer selulosa, lignin dan hemiselulosa adalah ikatan hidrogen dan interaksi asam basa sesuai dengan Gambar 2.12. Adapun interaksi dari hematit dengan selulosa ditampilkan pada Gambar 2.13.



Gambar 2.12 Interaksi antara logam dengan gugus-gugus fungsi pada polimer kayu, (a) ikatan hidrogen, (b) interaksi asam basa (Bulychev, 2010)



Gambar 2.13 Interaksi selulosa dengan Fe dari hematit (Bulychev, 2010)

## 2.6 Pemanfaatan Oksida Besi Hematit Berdasarkan Perspektif Islam

Limbah bubuk besi dengan kandungan besi yang sangat tinggi dapat menjadi bahan baku untuk sintesis oksida besi hematit. Besi merupakan unsur yang mengandung keistimewaan dan kekuatan hebat bagi umat manusia. Besi dapat diolah dan dimodifikasi sehingga bermanfaat dalam kehidupan sehari-hari, misalnya bahan baku pembuatan senjata, alat-alat rumah tangga, pigmen merah oksida besi hingga pembentuk sel darah merah dalam sistem metabolisme tubuh manusia (Dewi, dkk., 2006). Proses pemanfaatan besi terutama besi oksida hematit merupakan suatu kegiatan berfikir dan memahami sifat dan karakteristik besi. Beberapa keistimewaan besi telah Allah gambarkan di dalam surat al-Hadid ayat ke-25.

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

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

Allah menerangkan karakter dan fungsi besi melalui kalimat yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia. Ibnu Katsir menafsirkan kalimat tersebut dengan pengertian bahwa Allah menjadikan besi sebagai sarana untuk menekan orang yang membangkang terhadap perkara yang *haq* dan memerintahkan untuk memerangi kaum musyrik dengan memakai

senjata yang terbuat dari besi. Potensi lain yang dapat dimanfaatkan dari senyawa besi adalah penggunaan oksida besi hematit sebagai pigmen. Untuk itu, dalam penelitian ini besi oksida hematit akan disintesis untuk dijadikan sebagai pigmen.

Proses sintesis hematit dapat dilakukan dengan berbagai metode, seperti presipitasi-sonikasi-kalsinasi. Metode tersebut dilakukan untuk merubah bentuknya dari limbah bubuk besi yang berukuran makro dan bersifat keras, hingga terbentuk pigmen oksida besi hematit yang berukuran nano dan bersifat *easy to handle*. Dalam proses tersebut besi mengalami suatu pelunakan yakni dengan cara pelarutan dilanjut pengendapan (presipitasi) dan perubahan fasa melalui perlakuan panas (kalsinasi). Hal ini menjelaskan bahwa sifat dari besi adalah lunak dan mudah dikendalikan. Sifat tersebut telah Allah jelaskan dalam al-Qur'an surat Saba' ayat 10.

وَلَقَدْ ءَاتَيْنَا دَاوُدَ مِنَّا فَضْلًا صَلَّىٰ يَجِبَالُ أَوَّي مَعَهُ وَالطَّيْرَ وَالنَّالَةَ الْحَدِيدَ ﴿١٠﴾

Artinya: "Dan sesungguhnya telah Kami berikan kepada Daud karunia dari kami. (Kami berfirman): "Hai gunung-gunung dan burung-burung, bertasbihlah berulang-ulang bersama Daud", dan Kami telah melunakkan besi untuknya."

Dalam tafsir Ibnu Katsir dijelaskan bahwa makna *Kami telah melunakkan besi untuknya* pada ayat tersebut ialah Allah menganugerahkan mukjizat kepada nabi Daud berupa kemampuan tangannya untuk melunakkan besi. Mukjizat tersebut bertujuan untuk merubah besi menjadi baju besi sebagai pakaian untuk berperang di jalan Allah. Dalam penelitian ini, limbah bubuk besi dilunakkan melalui serangkaian metode salah satunya pemanasan untuk membentuk pigmen oksida besi hematit. Pigmen tersebut dapat dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari, salah satunya untuk mencegah *swelling* pada kayu.

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari-Juni 2019 di Laboratorium Riset Kimia Fisik Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi *color reader* dilakukan di Laboratorium Pengujian Mutu dan Keamanan Pangan, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Brawijaya (UB). Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan, Institut Teknologi Sepuluh November (ITS). Karakterisasi XRF dan SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju, Universitas Negeri Malang (UM). Adapun pengamatan menggunakan mikroskop optik pada kayu terpigmentasi hematit dilakukan di Laboratorium Biologi, UIN Malang.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

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

##### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya limbah bubuk besi, aquademin, NaOH, HNO<sub>3</sub>, urea, PEG-6000, kayu berukuran ± 1,2 x 1 x 0,4 cm, serlak, dan metanol.

### 3.3 Cara Kerja Penelitian

#### 3.3.1 Preparasi Bahan

Bahan dasar yang digunakan berupa limbah bubut besi (*iron lathe waste*) yang berbentuk serbuk dari industri kerajinan besi di kota Malang, Jawa Timur. Limbah yang didapatkan kemudian dipisahkan dengan menggunakan *magnetic separator*. Sampel besi yang telah terpisah kemudian diambil dan digunakan sebagai bahan prekursor.

#### 3.3.2 Pembuatan Prekursor Fe<sup>3+</sup>

Sebanyak 10 g sampel besi dimasukkan ke dalam beaker glass, kemudian ditambahkan HNO<sub>3</sub> 7 M sebanyak 100 mL (Vogel, 1990). Campuran tersebut dibiarkan selama 3 x 24 jam agar terlarut sempurna. Untuk memaksimalkan pelarutan maka campuran dipanaskan hingga berbentuk lumpur/*slurry* (Khoiroh, 2013). Campuran ini kemudian diulangi 3 kali hingga menghasilkan prekursor untuk variasi konsentrasi urea yang berbeda.

Untuk menentukan adanya Fe<sup>3+</sup> dalam padatan homogen tersebut maka dilarutkan sedikit padatan tersebut dengan aquades. Larutan ini kemudian ditetesi NaOH. Jika terbentuk endapan merah maka dalam campuran tersebut terbentuk Fe<sup>3+</sup>. Jika terbentuk endapan hijau maka dalam campuran tersebut terbentuk Fe<sup>2+</sup>. Sebagian prekursor yang telah terbentuk endapan merah ini dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan unsur-unsur serta komposisi yang ada di dalamnya.

#### 3.3.3 Sintesis Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Prekursor Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dilarutkan dalam 150 mL aquademin. Sebanyak 100 mL urea 1 M dicampurkan kedalam larutan prekursor. Campuran ini kemudian

dipanaskan pada suhu 70 °C selama 1 jam kemudian didinginkan pada suhu ruang selama 24 jam (Legodi dan De Waal, 2007). Campuran didekantasi dan padatan dicuci dengan aquademin sampai pH 7. Padatan yang didapat kemudian disaring menggunakan corong buchner dan pompa vakum lalu ditambahkan lelehan PEG-6000 dengan perbandingan massa endapan dan PEG-6000 sebanyak 1:5 (Nursa, dkk., 2016). Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirer* dan selanjutnya disonikasi menggunakan *ultrasonic bath* selama 45 menit pada suhu 30 °C (Khalil, dkk., 2017). Campuran hasil sonikasi didiamkan pada suhu ruang kemudian dihaluskan. Serbuk tersebut kemudian dikalsinasi di dalam tanur pada suhu 750 °C selama 3 jam (Chabib, 2017).

Dengan langkah yang sama, dilakukan proses sintesis hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) menggunakan urea 1,5 dan 4,5 M sebanyak 100 mL (Dar, dkk., 2007). Ketiga produk yang dihasilkan dianalisis menggunakan *color reader* sehingga diperoleh hasil distribusi warna. Ketiga produk tersebut juga dianalisis menggunakan XRD sehingga diperoleh fasa dan ukuran kristal serta SEM untuk mengetahui morfologi permukaan sampel. Salah satu sampel sebelum kalsinasi akan dilakukan analisis XRD untuk mengetahui fasa transisi dan SEM-EDX untuk produk hasil sintesis setelah kalsinasi agar diperoleh morfologi, analisis komposisi, distribusi ukuran partikel dari hematit yang telah disintesis.

#### **3.3.4 Aplikasi Hasil Sintesis pada Serbuk Kayu**

Sebanyak 10 g serlak dilarutkan dengan 50 mL metanol kemudian didiamkan selama 24 jam. Sebanyak 5 mL dari larutan tersebut dicampurkan dengan 1 mg serbuk hasil sintesis (Basri dan Balfas, 2015). Pigmen yang telah

dibuat tersebut kemudian dioleskan pada kayu Akasia (*Acacia mangium*) dengan ukuran 1,2 x 1 x 0,4 cm secara merata dan dikeringkan pada terik matahari.

### **3.4 Karakterisasi Hasil Penelitian**

#### **3.4.1 XRF**

Prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dari limbah bubut besi dianalisis menggunakan teknik XRF. 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. Karakterisasi menggunakan instrumentasi XRF ini dilakukan dengan cara meletakkan sampel dalam *sample holder*. Sampel tersebut disinari dengan sinar-X kemudian di peroleh data berupa persen unsur yang terkandung dalam sampel.

#### **3.4.2 XRD**

Hematit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD untuk mengetahui fasa, ukuran dan struktur kristal hematit yang didapat. Sumber radiasi yang digunakan adalah  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$ ) dengan daya sebesar 30 kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang  $2\theta$  ( $^\circ$ ): 10-90.

#### **3.4.3 Color Reader**

Hematit hasil sintesis disiapkan kemudian dinyalakan colorimeter menggunakan sistem Lab. setelah menyala, dikalibrasi dengan memilih warna putih pada alat dan hasil kalibrasi disimpan. Ujung reseptor ditempelkan pada sampel hingga 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.

#### 3.4.4 SEM-EDX

Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan SEM dan produk terbaik dari hasil pola difraksi sinar-X serta *color reader* dikarakterisasi menggunakan EDX. Karakterisasi ini bertujuan untuk menganalisis morfologi permukaan, ukuran partikel dan komposisi unsurnya. Karakterisasi menggunakan instrumentasi ini dilakukan dengan cara produk hasil sintesis ditempatkan pada mesin pelapis emas dengan tebal sekitar 8 nm. Sampel yang sudah dilapisi emas tersebut ditempatkan pada tempat sampel lalu ditembakkan berkas elektron berenergi tinggi dan akan dipantulkan hingga objek secara umum dapat terlihat. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 20.000-200.000 x.

#### 3.4.5 Uji Daya *Swelling* Kayu Terpigmentasi Hematit

Kayu yang telah terpigmentasi hematit direndam kedalam 50 mL air. Kayu tersebut didiamkan selama interval waktu 1, 2 dan 3 minggu. Selama interval waktu tersebut diukur pertambahan volume dari kayu menggunakan jangka sorong. Sebagai kontrol, maka dilakukan hal yang sama terhadap kayu tanpa pemberian pigmen. Adapun untuk mengetahui pengaruh penambahan serlak terhadap uji *swelling* kayu, maka dilakukan juga uji terhadap kayu yang telah diolesi serlak.

### 3.5 Analisis Hasil Penelitian

#### 3.5.1 Analisis Hasil XRD

Analisis kualitatif hasil XRD dilakukan dengan cara membandingkan pola difraksi hasil XRD sampel dengan referensi. Referensi yang digunakan adalah *data base* ICSD hematit no. 66756 dan *data base* ICSD maghemit no. 44517. Adapun sampel sebelum kalsinasi dilakukan perbandingan dengan *data base* JCPDS PEG-6000 no. 50-2158, standar *data base* ICSD bernalit no. 73441 dan standar *data base* ICSD ferihidrit no. 97586.

Analisis kuantitatif hasil XRD dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal yang diperoleh. Ukuran kristal dapat ditentukan menggunakan persamaan *Deybe-Scherrer* sebagai berikut:

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.1)$$

Dengan  $D$  adalah ukuran kristal (nm),  $k$  adalah konstanta (0,8-1),  $\lambda$  adalah panjang gelombang radiasi (nm),  $\beta$  adalah *full width at half maximum* (FWHM) dan  $\theta$  adalah sudut datang.

#### 3.5.2 Analisis Hasil Color Reader

Berdasarkan nilai  $L^*$ ,  $a^*$ , dan  $b^*$  dari pengukuran *color reader*, maka dapat ditentukan nilai *chroma* ( $C^*$ ) dan *hue* ( $H^\circ$ ) dengan persamaan 3.2 dan 3.3.

$$C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} \quad (3.2)$$

$$H^\circ = \tan^{-1} (b^*/a^*) \quad (3.3)$$

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

### 3.5.3 Analisis Hasil SEM-EDX

Penentuan ukuran partikel dari gambar digital SEM dilakukan dalam beberapa tahap. Tahap pertama dilakukan pengkalibrasian ukuran gambar dengan ukuran acuan. Kalibrasi dilakukan dengan cara membuka gambar yang akan dianalisis kemudian menggambar garis lurus sepanjang ukuran acuan dengan memilih *Icon* garis pada *Tool Bar*, kemudian set skala yang dipilih dengan klik *Analyze > Set Scale*. Sesuaikan keterangan yang diperlukan dengan mengisi kolom-kolom sesuai ukuran yang acuan yang diinginkan. Pilih cek list global untuk menggunakan pengaturan kalibrasi yang dibuat sampai Image-J ditutup (Kurniawan, dkk., 2011).

Analisis ukuran partikel dapat dilakukan dengan cara menggambar garis lurus pada partikel yang tergambar dalam gambar digital SEM kemudian klik “ctrl+M”. Nilai yang didapat merupakan diameter partikel sebagai nilai ukuran partikel yang dianalisis. Pola distribusi ukuran partikel sampel yang dianalisis disajikan dalam bentuk histogram menggunakan *software* Origin.

### 3.5.4 Analisis Daya Swelling Kayu Terpigmenkan Hematit

Uji ini dilakukan untuk mengetahui daya pigmen hematit untuk mencegah *swelling*/perubahan dimensi pada kayu. Daya *swelling* serbuk kayu terpigmenkan hematit ini dapat diamati melalui pengukuran menggunakan jangka sorong dan mikroskop optik. Pertambahan volume sebagai *swelling* kayu dihitung dengan persamaan 3.4.

$$\% \text{ Daya Swelling} = \frac{\text{volume akhir} - \text{volume awal}}{\text{volume awal}} \times 100\% \quad (3.4)$$

Efektifitas pigmen hematit untuk menstabilkan dimensi/volume kayu ditentukan melalui % *anti swelling efficiency* (ASE) (Basri dan Balfas, 2015) sesuai persamaan 3.5.

$$ASE = \frac{(S_c - S_t)}{S_c} \times 100\% \quad (3.5)$$

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



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

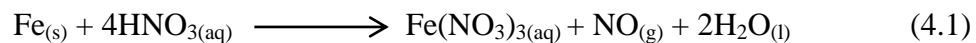
Pigmen hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dalam penelitian ini disintesis menggunakan bahan baku dari limbah bubut besi dengan metode presipitasi-sonikasi. Sintesis ini dilakukan dengan variasi konsentrasi agen pengendap urea, yakni 1; 1,5; dan 4,5 M untuk mengetahui pengaruhnya terhadap struktur, ukuran, bentuk, dan warna dari pigmen hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) serta pengaruhnya terhadap *swelling* kayu. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen (a) XRD untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk, (b) *Color reader* untuk mengidentifikasi warna secara kuantitatif, dan (c) SEM dan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur.

Limbah bubut besi yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari bengkel limbah bubut besi di Jalan Simpang Gajayana Kota Malang. Limbah bubut besi tersebut berbentuk serbuk dan berwarna abu-abu. Preparasi limbah bubut besi dilakukan dengan memisahkan antara unsur besi dengan logam menggunakan *magnetic separator*. Sampel limbah yang menempel pada *magnetic separator* merupakan unsur besi dan digunakan sebagai bahan baku prekursor. Limbah bubut besi yang digunakan ditampilkan pada Gambar 4.1.

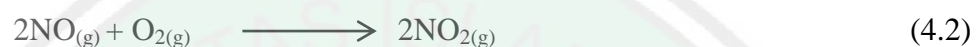
#### 4.1 Pembuatan Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Proses pembuatan prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dilakukan dengan metode destruksi basah menggunakan asam nitrat pekat dan didiamkan untuk memaksimalkan pelarutan. Destruksi ini bertujuan untuk memutus ikatan logam besi dalam sampel sehingga dapat terpisah dengan unsur-unsur lainnya. Asam nitrat yang digunakan

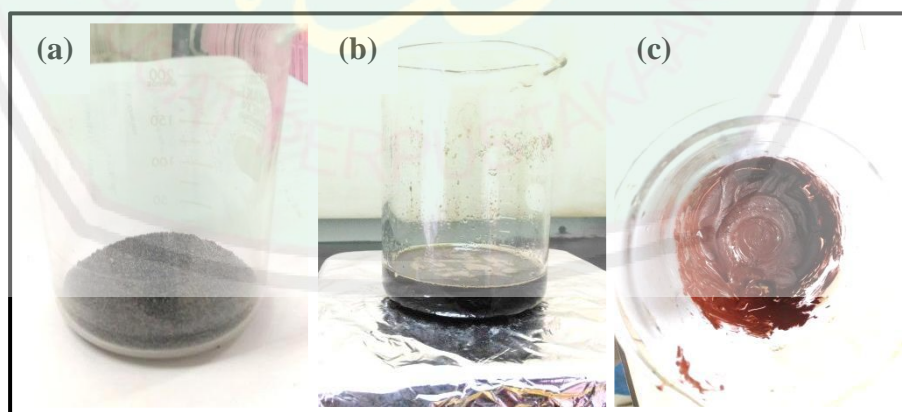
dapat melarutkan logam besi menjadi ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dalam bentuk garam  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  sesuai dengan Reaksi 4.1.



Proses pelarutan besi dengan asam nitrat menunjukkan adanya gas warna merah kecoklatan yang merupakan gas  $\text{NO}_2$ . Gas  $\text{NO}_2$  berasal dari gas  $\text{NO}$  yang bereaksi dengan oksigen di udara sesuai dengan Reaksi 4.2 (Vogel, 1990).

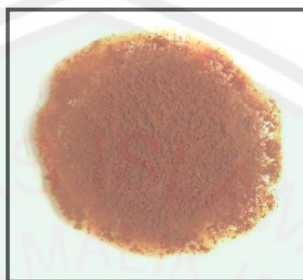


Reaksi destruksi sampel menggunakan asam nitrat menunjukkan bahwa asam nitrat berperan sebagai oksidator kuat. Asam nitrat dapat mengoksidasi Fe dari bilangan oksidasi 0 menjadi  $\text{Fe}^{3+}$  dengan bilangan oksidasi 3+. Pembentukan ion  $\text{Fe}^{3+}$  lebih dipilih daripada ion  $\text{Fe}^{2+}$ , hal ini dikarenakan hematit merupakan besi oksida yang terbentuk dari ion  $\text{Fe}^{3+}$  (Faivre, 2016). Larutan prekursor kemudian dipanaskan hingga membentuk lumpur/*slurry*. Proses pembuatan prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Proses pembuatan prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , (a) limbah bubuk besi yang telah dipisahkan menggunakan *magnetit separator*, (b) hasil pencampuran limbah bubuk dengan  $\text{HNO}_3$ , dan (c) hasil pemanasan prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  hingga terbentuk lumpur/*slurry*

Adanya ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dalam prekursor yang sudah berbentuk lumpur dapat diketahui dengan uji kualitatif menggunakan reagen NaOH. Uji positif dari reaksi ini akan menghasilkan endapan merah sesuai Persamaan 2.2 (Vogel, 1999). Adapun terbentuknya endapan merah dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Endapan merah yang dihasilkan dari uji kualitatif adanya ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dalam prekursor

Prekursor yang telah dibuat selanjutnya dilakukan karakterisasi XRF. Kandungan unsur-unsur yang ada di dalam prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  ditampilkan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kadar unsur yang ada didalam prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

No.	Unsur	Nama Kimia	Kadar %
1.	Fe	Besi	96,58
2.	Eu	Europium	0,76
3.	Mn	Mangan	0,54
4.	Br	Brom	0,51
5.	Si	Silikon	0,49
6.	Os	Osmium	0,25
7.	Cr	Krom	0,24
8.	Cu	Tembaga	0,22
9.	P	Fosfor	0,21
10.	Ca	Kalsium	0,12
11.	La	Lantanum	0,06

Hasil karakterisasi XRF menunjukkan bahwa besi (Fe) merupakan unsur dengan kadar tertinggi yang ada pada prekursor yakni sebesar 96,58 %. Beberapa unsur logam lain juga terkandung dalam prekursor dengan kadar relatif kecil. Hal

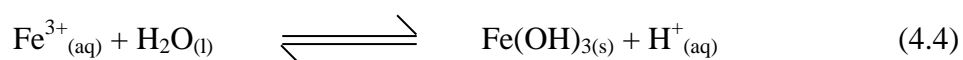
ini disebabkan karena jenis sampel yang digunakan adalah limbah dari bengkel bubut besi, sehingga didalamnya tidak hanya mengandung besi saja. Kadar besi pada prekursor ini sama dengan kadar besi hasil karakterisasi XRF pada sampel limbah bubut besi yang dilakukan oleh Chabib (2017) yakni sebesar 96,08 % dan Khoiroh (2013) yakni sebesar 97,11 %.

#### 4.2 Sintesis Hematit dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea

Proses sintesis hematit dilakukan dengan metode presipitasi-sonikasi. Tahap awal presipitasi adalah melarutkan prekursor besi nitrat dalam aquademin. Pelarutan ini berperan sebagai nukleasi dimana  $\text{Fe}^{3+}$  yang terdapat dalam prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  mulai berinteraksi dengan oksigen dan hidroksida sebagai unit pembangun berbagai macam fasa besi oksida (Schwertmann dan Cornell, 2000). Prekursor besi nitrat dapat terurai menjadi ion-ionnya sesuai dengan Reaksi 4.3.



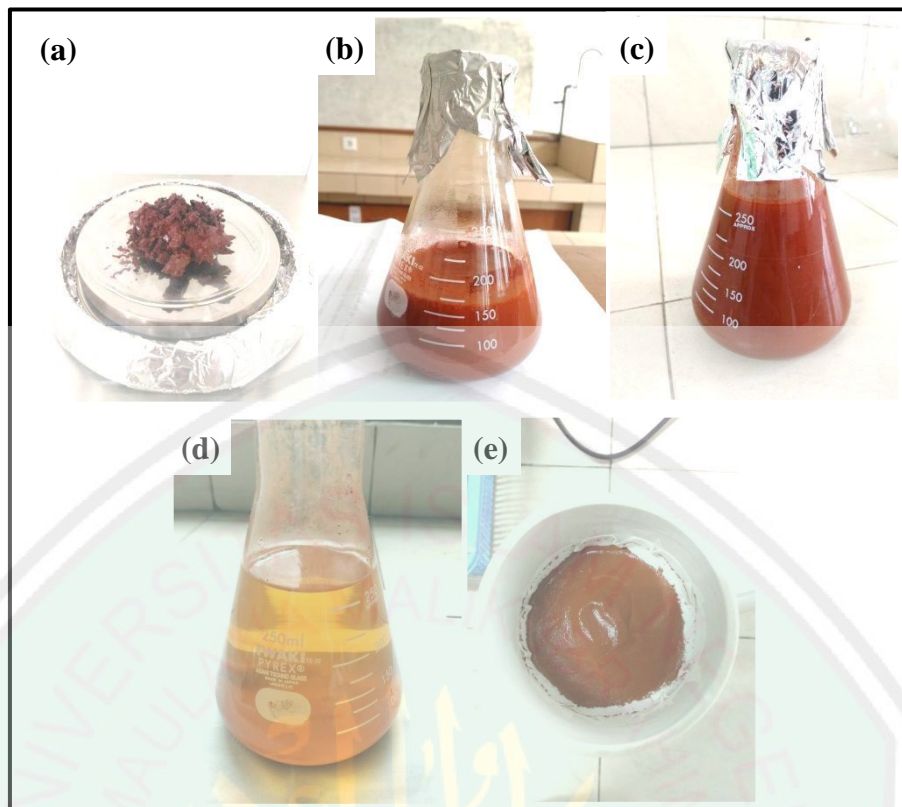
Besi nitrat dapat membentuk koloid dalam aquademin sesuai dengan Gambar 4.2. Prinsip pembentukan koloid ini adalah dengan cara hidrolisis yakni reaksi antara ion  $\text{Fe}^{3+}$  dengan air. Ion  $\text{Fe}^{3+}$  merupakan asam konjugasi dari basa lemah  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  dan dapat memberikan proton pada air, sehingga ion  $\text{Fe}^{3+}$  dapat mengalami hidrolisis. Adapun ion  $\text{NO}_3^-$  merupakan basa konjugasi dari asam kuat  $\text{HNO}_3$  yang tidak mengalami hidrolisis karena tidak memiliki kemampuan untuk menarik proton dari molekul air sesuai Reaksi 4.4 dan 4.5.



Adanya ion  $H^+$  yang dihasilkan dari reaksi kesetimbangan tersebut menyebabkan konsentrasi ion  $H^+$  di dalam air lebih banyak daripada konsentrasi ion  $OH^-$ , sehingga larutan akan bersifat asam. Hal tersebut dibuktikan dari pH larutan yang telah dibuat, yakni pH 2. Aquademin digunakan sebagai pelarut karena kandungan mineral didalamnya relatif kecil sehingga diharapkan dapat memperkecil adanya gangguan pengotor selama proses sintesis.

Pada metode presipitasi, selanjutnya dilakukan dengan menambahkan zat pengendap berupa urea  $((NH_2)_2CO)$  dengan variasi konsentrasi 1 M; 1,5 M dan 4,5 M masing-masing sebanyak 100 mL. Penambahan urea  $((NH_2)_2CO)$  sebagai agen pengendap berfungsi untuk memperkecil kelarutan  $Fe(OH)_3$  melalui penambahan ion sejenis, yakni  $OH^-$ . Jika ion tersebut ditambahkan maka kesetimbangan akan bergeser ke arah zat yang mengendap sehingga kelarutan zat berkurang. Penambahan urea tidak mengubah pH campuran secara drastis. Hal ini sesuai dengan pH sampel variasi urea 1; 1,5; dan 4,5 M masing-masing mengalami perubahan pH menjadi 2; 2,5; dan 3.

Campuran yang telah ditambahkan agen pengendap urea kemudian dipanaskan dalam *water bath* dan selanjutnya didiamkan sesuai Gambar 4.2. Pemanasan ini bertujuan untuk inisiasi pembentukan fasa transisi sebelum fasa hematit terbentuk. Adapun penggunaan *water bath* berfungsi untuk meratakan pemanasan, sedangkan didiamkan berfungsi sebagai penuaan/*aging*. Penuaan/*aging* merupakan proses pertumbuhan kristal besi oksida fasa transisi sebelum terbentuknya fasa hematit (Schwertmann dan Cornell, 2000). Tahap proses presipitasi ditunjukkan pada Gambar 4.3.

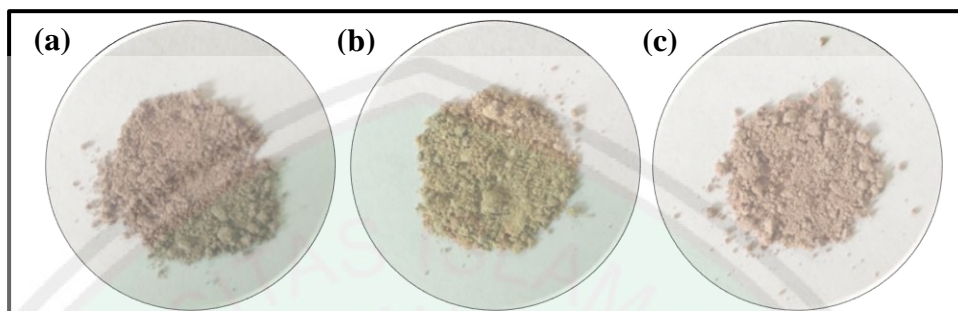


Gambar 4.3 Tahap proses presipitasi (a) prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , (b) pelarutan prekursor dengan aquades, (c) penambahan urea pada prekursor, (d) endapan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , dan (e) endapan hasil penyaringan

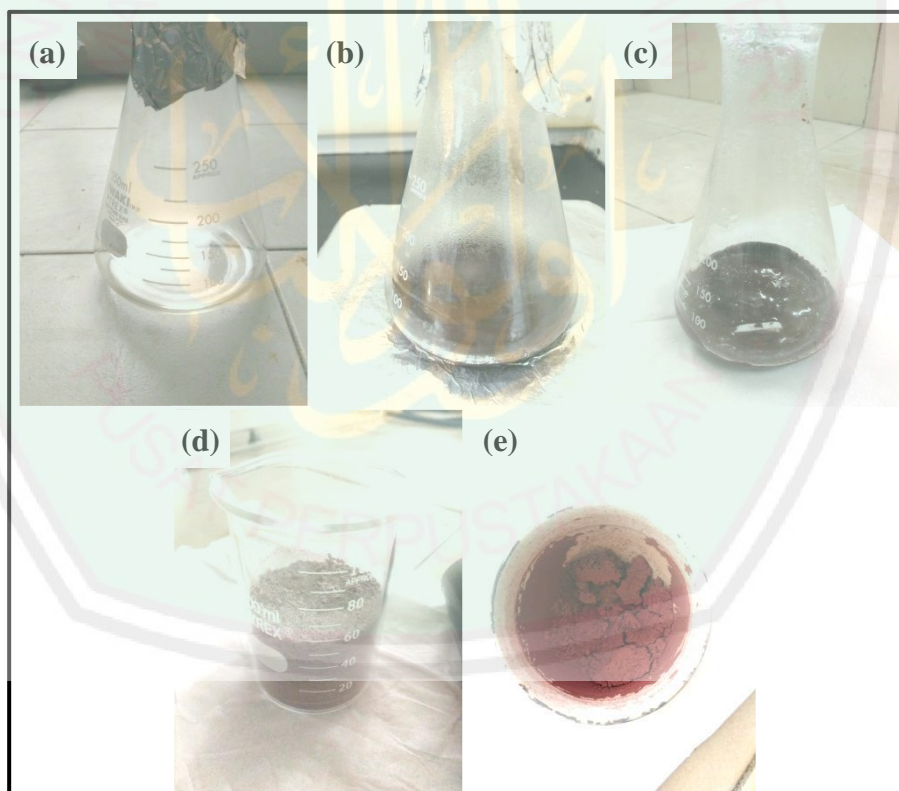
Tahapan selanjutnya adalah proses sonikasi. Proses ini diawali dengan pencampuran endapan dengan PEG-6000 yang sudah dilelehkan. Campuran tersebut kemudian disonikasi dengan tujuan untuk memperkecil ukuran partikel sehingga ketika dikalsinasi partikel hematit yang dihasilkan berukuran nanometer. Adapun tujuan penambahan PEG-6000 adalah untuk menstabilkan ukuran partikel besi oksida fasa transisi sehingga ketika dikenai gelombang kavitasi oleh sonikator, partikel yang sudah berukuran nanopartikel tidak mudah mengumpal. Hasil dari proses sonikasi adalah padatan dengan warna coklat seperti Gambar 4.4.

Padatan yang sudah didapatkan kemudian dikalsinasi pada suhu  $750\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Tujuan kalsinasi yang dilakukan adalah untuk mengubah fasa dari

fasa transisi menjadi  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (hematit) melalui proses *thermal transformation* sesuai Reaksi 2.13 dan 2.15 (Faivre, 2016). Tahap proses sonikasi dilanjutkan kalsinasi ditampilkan pada Gambar 4.5



Gambar 4.4 Serbuk sebelum dikalsinasi menggunakan variasi konsentrasi urea (a) 1 M, (b) 1,5 M, dan (c) 4,5 M

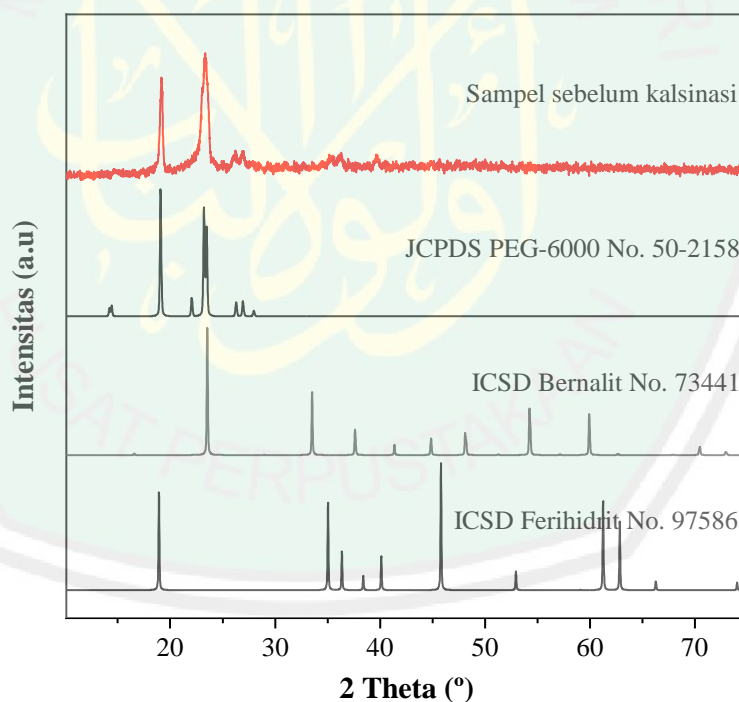


Gambar 4.5 Tahap proses sonikasi-kalsinasi (a) PEG-6000 yang sudah dilelehkan, (b) campuran endapan dengan PEG-6000, (c) campuran sesudah sonikasi, (d) campuran sesudah sonikasi yang telah dihaluskan, dan (e) serbuk hematit hasil sintesis sesudah kalsinasi

### 4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

#### 4.3.1 Sampel Sebelum Kalsinasi

Karakterisasi sampel sebelum kalsinasi dilakukan terhadap sampel hasil metode presipitasi-sonikasi menggunakan urea 1,5 M sebagai agen pengendap. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui fasa transisi sebelum terbentuknya hematit. Sampel tersebut menghasilkan puncak difraksi yang sesuai dengan standar bernalit, ferihidrit dan PEG-6000. Intensitas tertinggi yang diperoleh pada puncak  $2\theta$ :  $23,2766^\circ$  merupakan puncak yang sesuai dengan standar bernalit ( $\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) dan PEG-6000. Adapun puncak pada  $2\theta$ :  $19,1711^\circ$  merupakan puncak yang sesuai dengan standar ferihidrit ( $5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) dan PEG-6000. Hal ini ditunjukkan oleh difraktogram pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X sampel sebelum kalsinasi

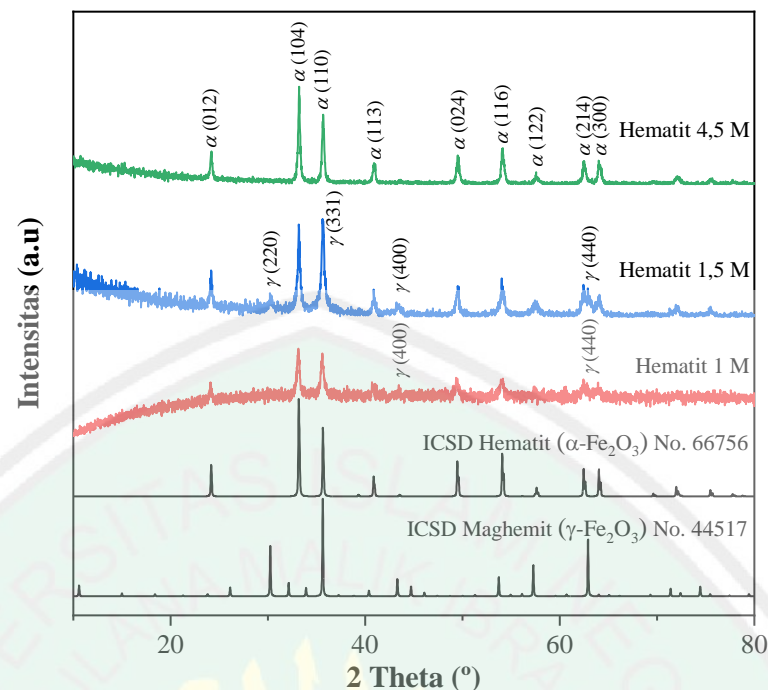
Munculnya puncak difraksi yang sesuai dengan standar PEG-6000 mengindikasikan bahwa PEG-6000 yang ditambahkan pada proses sonikasi telah

berhasil mengenkapsulasi bernalit dan ferihidrit yang mekanismenya ditampilkan pada Gambar 2.9. Mukhopadhyay, dkk. (2012) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa PEG akan terdekomposisi pada suhu 150-350 °C sehingga ketika dikalsinasi pada suhu 750 °C puncak difraksi PEG sudah tidak dapat ditemukan. Bernalit dan ferihidrit mengalami tahap dehidrasi atau pelepasan molekul H<sub>2</sub>O dan OH pada proses kalsinasi hingga terbentuk fasa hematit sesuai Reaksi 2.13 dan 2.15.

Intensitas puncak difraksi yang tinggi menandakan bahwa bernalit dan ferihidrit yang terenkapsulasi PEG memiliki kristalinitas yang tinggi. Ukuran kristal yang dihasilkan dari perhitungan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* (Persamaan 3.3) masing-masing 48,1585 nm dan 80,8973 nm sesuai dengan Lampiran 7. Ukuran kristal yang mencapai nanometer tersebut juga menandakan bahwa proses sonikasi merupakan proses yang efektif untuk menghasilkan material berukuran nanometer.

#### **4.3.2 Hasil Sintesis Hematit dengan Variasi Konsentrasi Urea sebagai Agen Pengendap**

Pola difraksi sinar-X sampel hasil sintesis menggunakan variasi konsentrasi urea menunjukkan bahwa puncak-puncak yang terdeteksi sesuai dengan standar hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang dilambangkan dengan simbol  $\alpha$ . Adapun beberapa puncak yang muncul juga sesuai dengan standar maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang dilambangkan dengan simbol  $\gamma$ . Difraktogram sampel hematit hasil sintesis tersebut ditampilkan oleh Gambar 4.7.



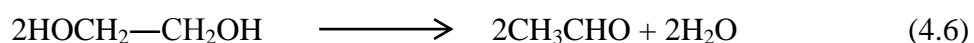
Gambar 4.7 Pola difraksi sinar-X sampel hematit variasi konsentrasi urea yakni (a) 1 M, (b) 1,5 M, dan (c) 4,5 M

Difraktogram sampel hematit 1 M berbentuk gundukan yang khas dimiliki material amorf serta puncak difraksi yang dihasilkan memiliki intensitas yang rendah. Pada sampel hematit 1,5 M, gundukan sudah tidak dihasilkan serta puncak difraksi memiliki intensitas yang tinggi dan menandakan sampel sudah mulai berbentuk kristalin. Adapun pada sampel hematit 4,5 M, puncak difraksi memiliki intensitas yang tinggi dan tajam yang menandakan bahwa sampel memiliki derajat kristalinitas yang tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa urea berperan pada proses pertumbuhan kristal hematit yang ditandai dengan naiknya intensitas puncak hematit seiring dengan bertambahnya konsentrasi urea yang digunakan. Fenomena ini juga ditemukan oleh Su, dkk. (2016) pada sintesis hematit dan magnetit menggunakan metode hidrotermal bahwa urea berperan memfasilitasi

proses pertumbuhan kristal hematit untuk meningkatkan derajat kristalinitas dan mendorong pertumbuhan *crystallite* hematit.

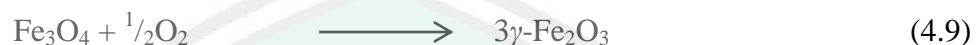
Su, dkk. (2016) dalam penelitiannya juga menjelaskan bahwa dekomposisi urea dalam air menghasilkan ion  $\text{OH}^-$  yang akan menyebabkan pH larutan semakin basa. Semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka ion  $\text{OH}^-$  akan meningkat yang menyebabkan pH sistem semakin mengarah pada pH netral. Konsentrasi urea yang tinggi mempercepat proses netralisasi sehingga dapat membentuk produk yang kristalin. Adapun konsentrasi urea yang rendah akan memperlambat proses netralisasi sehingga menghasilkan produk yang kurang kristalin.

Fasa tunggal hematit hanya terbentuk pada sampel hematit 4,5 M. Adapun pada sampel hematit 1 dan 1,5 M, puncak maghemit muncul sebagai pengotor pada bidang (220), (400) dan (440). Adanya fasa maghemit pada sampel hematit 1,5 M tersebut juga menyebabkan menurunnya intensitas difraksi pada bidang (104) yang khas dimiliki hematit serta meningkatnya intensitas difraksi pada bidang (311) yang khas dimiliki maghemit. Su, dkk. (2016) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa maghemit dapat terbentuk oleh reduksi ion  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi ion  $\text{Fe}^{2+}$  oleh spesies organik seperti polietilen glikol. Polietilen glikol memiliki gugus alkohol primer yang dapat dioksidasi menjadi aldehyd sedangkan ion  $\text{Fe}^{3+}$  direduksi menjadi ion  $\text{Fe}^{2+}$  dari bilangan oksidasi +3 menjadi +2. Proses oksidasi etilen glikol sesuai dengan Reaksi 4.6 berikut.



Ion  $\text{Fe}^{2+}$  bersama dengan ion  $\text{Fe}^{3+}$  terendap oleh ion  $\text{OH}^-$  membentuk  $\text{Fe}^{\text{II}}\text{Fe}_2^{\text{III}}(\text{OH})_8$ . Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) terbentuk pada suhu kalsinasi rendah. Adapun

pada suhu kalsinasi yang lebih tinggi yakni 750 °C, magnetit mengalami tahap dehidrasi dan membentuk fasa maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) seperti yang ditunjukkan pada reaksi berikut (Su, dkk., 2016).



Hasil pola difraksi sinar-X hematit juga menunjukkan bahwa puncak difraksi pada bidang (104) semakin tajam dan menyempit seiring dengan bertambahnya konsentrasi urea yang digunakan. Penyempitan puncak difraksi ini ditandai dengan semakin kecil nilai *full width at half maximum* (FWHM) yang diperoleh. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka kristalinitas hematit yang diperoleh semakin meningkat. Adapun berdasarkan hasil perhitungan ukuran kristal pada bidang tersebut, semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka ukuran kristal semakin besar. Pelebaran puncak difraksi dan ukuran kristal hematit ditampilkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data FWHM serta ukuran kristal pada puncak difraksi bidang (103)

Sampel	2 $\theta$ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)
Hematit 1 M	33,0867	0,2342	35,4037
Hematit 1,5 M	33,1786	0,1968	42,1419
Hematit 4,5 M	33,2112	0,0984	84,2910

Peran urea dalam pertumbuhan *crystallite* hematit adalah dalam hal koordinasi urea dengan ion ferri. Cheng, dkk., 2012 menjelaskan bahwa ion ferri akan berikatan dengan OH<sup>-</sup> pada urea menghasilkan Fe(OH)<sub>3</sub> dan mengarah pada pembentukan kristal Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang lebih besar. Kekuatan koordinasi kompleks yang terbentuk mempengaruhi konsentrasi ion ferri bebas dalam larutan. Semakin

banyak urea yang ditambahkan maka semakin rendah konsentrasi ion ferri bebas dalam larutan sehingga laju nukleasi diperlambat dan meningkatkan pertumbuhan kristal. Oleh sebab itu semakin meningkatnya konsentrasi urea maka *crystallite* hematit yang dihasilkan semakin besar.

#### 4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader*

Sampel hematit 1 M menunjukkan warna merah. Hematit 1,5 M menunjukkan warna *orange-kemerahan*. Adapun hematit 4,5 M menunjukkan warna merah gelap sebagaimana yang ditampilkan pada Gambar 4.8. Rentang nilai  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  standar hematit dan hasil analisis warna sampel hematit hasil sintesis dirangkum dalam Lampiran 8.

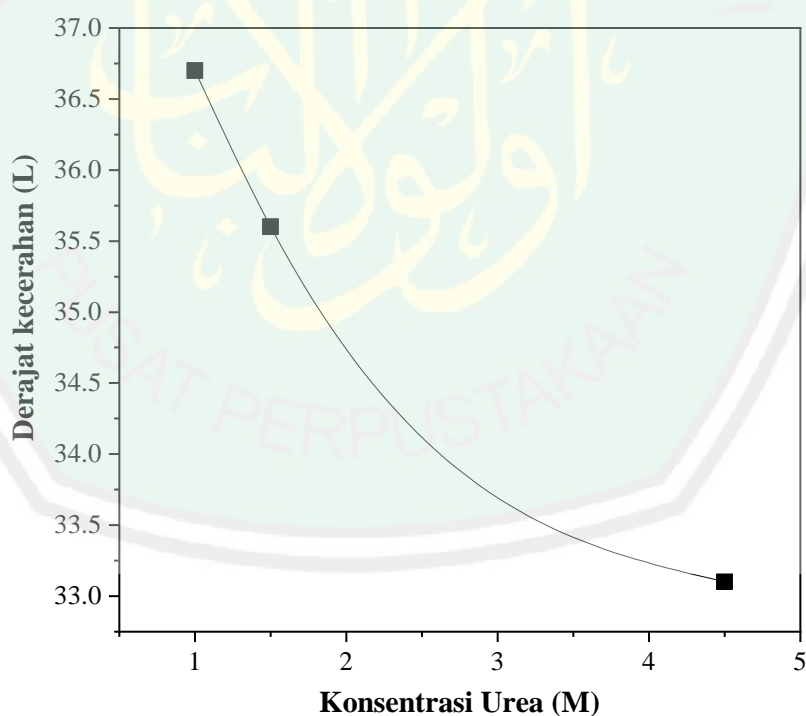


Gambar 4.8 Pigmen hematit hasil sintesis dengan variasi konsentrasi urea sebagai agen pengendap (a) 1 M, (b) 1,5 M, dan (c) 4,5 M urea

Pailhe, dkk. (2008) menjelaskan bahwa warna merah yang terbentuk pada hematit disebabkan oleh penyerapan sinar pada daerah tampak dengan energi tinggi (*high-energy region of the visible spectrum*) yakni pada 400-550 nm dan merefleksikan sinar pada daerah tampak dengan energi rendah (*low-energy region of the visible spectrum*) yakni pada 550-800 nm. Dalam penelitian tersebut dijelaskan bahwa terdapat dua pita absorpsi yang dapat membentuk warna merah pada pigmen hematit yakni dua transisi anion-kation yang mungkin terjadi dari orbital  $2p$  anion  $O^{2-}$  kepada orbital  $3d$  kation  $Fe^{3+}$  simetri  $C_{3v}$  hematit. Dua pita

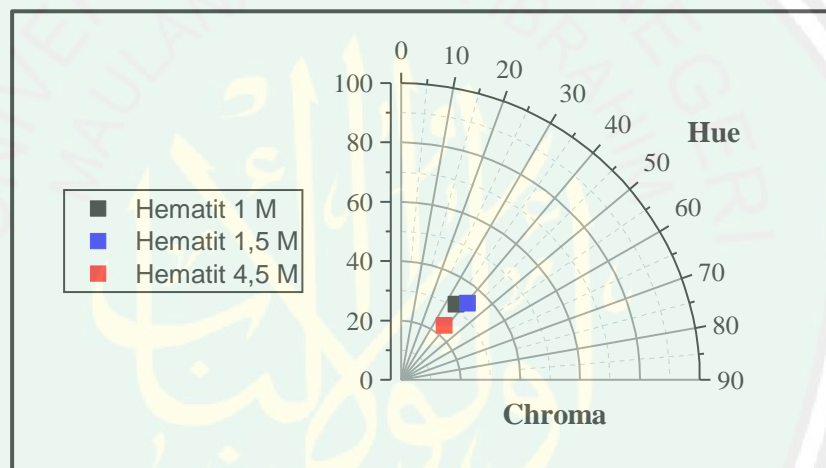
absorpsi tersebut juga akan menghasilkan perbedaan energi ( $\Delta E$ ) yang melambangkan jarak  $\text{Fe}^{3+}$  terhadap  $\text{O}^{2-}$  dan akan menyebabkan perbedaan intensitas warna merah yang terbentuk pada pigmen hematit.

Nilai warna  $L^*$ ,  $C^*$ , dan  $H^\circ$  hematit hasil sintesis menunjukkan bahwa semuanya masuk dalam rentang standar warna pigmen hematit. Semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka menghasilkan ukuran kristal yang semakin besar dan menyebabkan derajat kecerahan hematit yang diperoleh semakin rendah. Hal ini sesuai dengan Schwertmann dan Cornell (2000) bahwa semakin kecil ukuran kristal hematit maka menghasilkan pigmen hematit yang semakin cerah. Nilai derajat kecerahan sampel hematit yang telah disintesis menggunakan variasi konsentrasi urea ditampilkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Nilai kecerahan ( $L$ ) sampel hematit yang disintesis dengan variasi konsentrasi urea

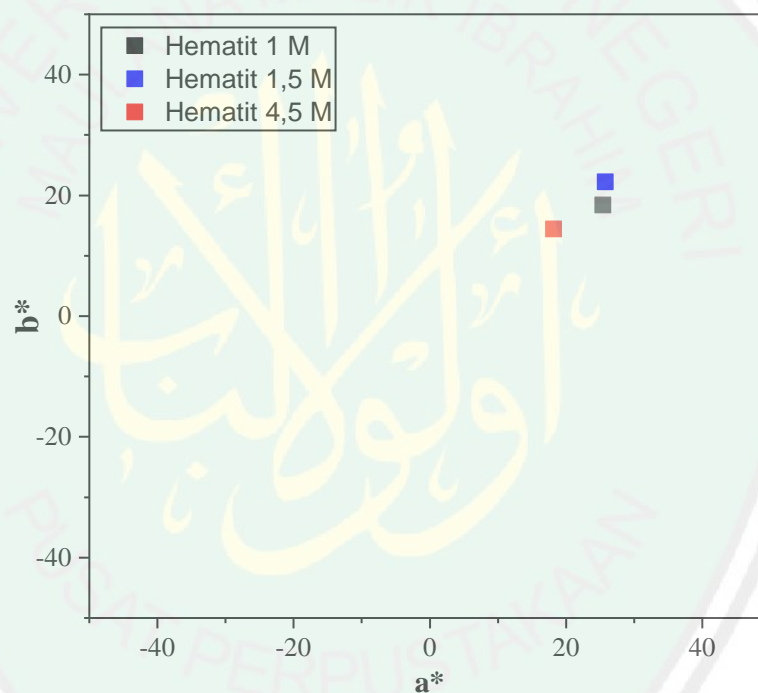
Nilai *chroma*  $C^*$  (intensitas kemurnian) dan nilai *hue*  $H^\circ$  (corak warna) menunjukkan nilai terendah terdapat pada hematit 4,5 M. Pada hematit 1 dan 1,5 M, terdapat pengotor berupa maghemit yang memiliki nilai *chroma*  $C^*$  dan *hue*  $H^\circ$  lebih tinggi daripada hematit seperti pada Lampiran 8. Adanya maghemit pada sampel tersebut dapat mempengaruhi warna yang diperoleh sehingga nilai *chroma*  $C^*$  dan *hue*  $H^\circ$  sampel hematit 1 dan 1,5 M lebih besar daripada hematit 4,5 M. Nilai *chroma*  $C^*$  (intensitas kemurnian) dan nilai *hue*  $H^\circ$  (corak warna) hematit yang disintesis dengan variasi konsentrasi urea ditampilkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.10 Nilai *chroma*  $C^*$  (intensitas kemurnian) dan nilai *hue*  $H^\circ$  (corak warna) hematit yang disintesis dengan variasi konsentrasi urea

*Hue*  $H^\circ$  (corak warna) merupakan karakter warna berdasarkan cahaya yang dipantulkan. Nilai *hue*  $H^\circ$  sampel yang diperoleh berkisar antara 35,92-40,71 yang merupakan nilai *hue*  $H^\circ$  untuk warna merah. Adapun nilai *chroma*  $C^*$  (intensitas kemurnian) merupakan tingkatan warna berdasarkan ketajamannya. Nilai *chroma*  $C^*$  sampel yang diperoleh berkisar antara 23,21-34,04 yang menandakan sampel memiliki ketajaman yang rendah sehingga terlihat lembut dan tidak mencolok.

Derajat kemerahan ( $a^*$ ) dan derajat kekuningan ( $b^*$ ) menunjukkan nilai terendah terdapat pada hematit 4,5 M. Nilai derajat kemerahan dan kekuningan yang lebih tinggi pada sampel hematit 1 dan 1,5 M dimungkinkan berasal dari pengotor (maghemit) yang terdapat pada sampel. Nilai *hue*  $H^\circ$  maghemit berada pada kisaran warna kuning dan merah yang lebih tinggi daripada hematit sehingga sampel yang didalamnya terdapat pengotor (maghemit), nilai derajat kekuningan dan derajat kemerahannya menjadi lebih tinggi. Derajat kemerahan ( $a^*$ ) dan derajat kekuningan ( $b^*$ ) hematit hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.11 Nilai  $a^*$  dan  $b^*$  sampel hematit yang telah disintesis menggunakan variasi konsentrasi urea

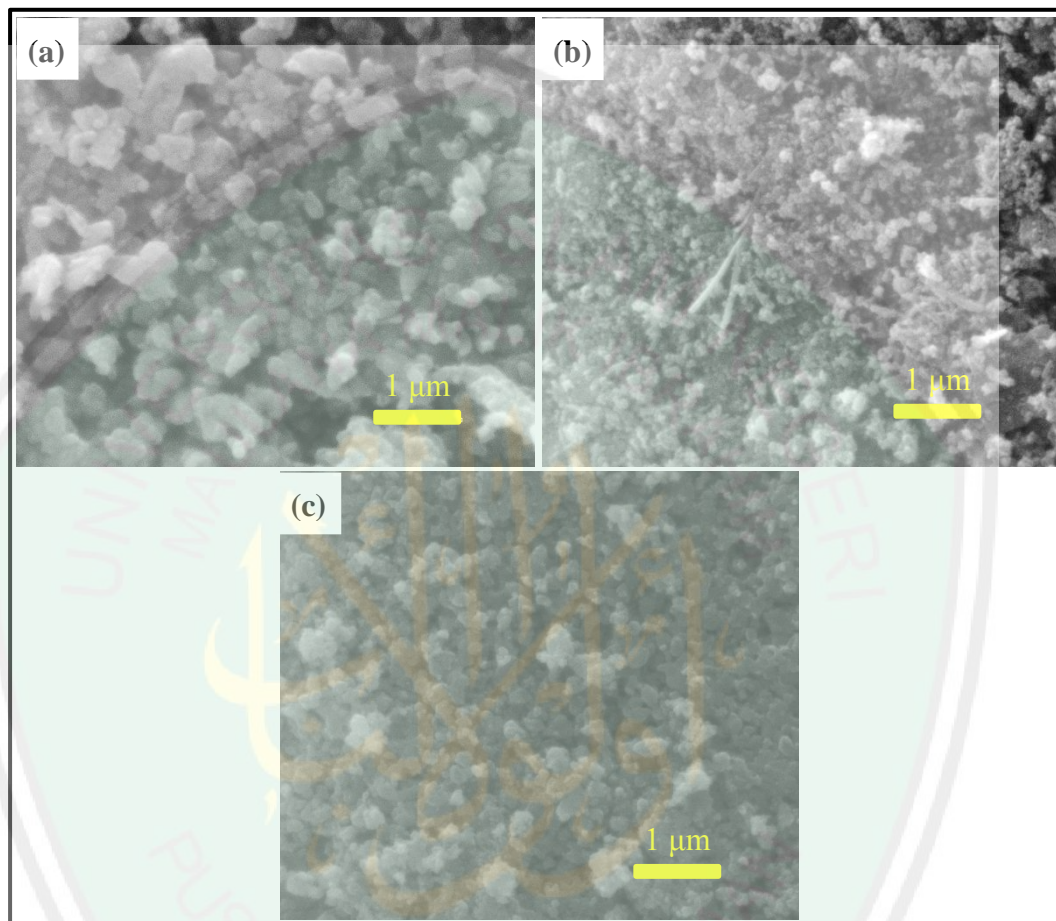
Selain disebabkan oleh adanya pengotor, perbedaan nilai warna merah juga disebabkan oleh perubahan struktur hematit. Pailhe, dkk. (2008) menjelaskan bahwa berdasarkan diagram Tanabe-Sugano kompleks oktahedral dengan ion pusat  $d^5$ , terdapat dua pita absorpsi yang mungkin terjadi pada hematit. Pita

absorpsi pada panjang gelombang sekitar 860 nm yang merupakan transisi *d-d* intra-atomik  ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$ , dan pita absorpsi pada panjang gelombang sekitar 640 nm yang merupakan transisi *d-d* intra-atomik  ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{2g}$ . Keduanya akan menghasilkan perbedaan energi berupa 10 Dq. Ligan  $O^{2-}$  dapat digantikan oleh pengotor berupa  $OH^-$  yang dapat memperkecil harga 10 Dq akibat bergesernya transisi *d-d* intra-atomik  ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$  yang ditandai dengan bergesernya pita absorpsi ke panjang gelombang yang lebih kecil. Pergeseran tersebut menyebabkan intensitas warna merah menjadi berkurang. Adapun transisi *d-d* intra-atomik  ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{2g}$  akan mengalami *splitting* sesuai dengan harga 10 Dq yang mengakibatkan distorsi 3d kation  $Fe^{3+}$  dari simetri  $O_h$  ke simetri  $C_{3v}$  dan  $D_{3d}$ . Distorsi tersebut akan mengakibatkan perbedaan energi ( $\Delta E$ ) meningkat sehingga menyebabkan terjadinya perbedaan nilai warna merah yang terbentuk pada pigmen hematit.

#### 4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM dan SEM-EDX

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM yang dilakukan pada berbagai sampel hematit dapat diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka ukuran partikel cenderung semakin menurun, morfologi sampel semakin merata dan bentuk partikel semakin bulat dan teratur. Hematit 1 M menunjukkan bentuk partikel didominasi bentuk bulat namun tidak teratur. Gambar partikel pada sampel tersebut terlihat seperti gabungan beberapa partikel yang membentuk partikel lebih besar. Hematit 1,5 M juga menunjukkan bentuk partikel tidak teratur, partikel didominasi bentuk bulat dan beberapa partikel berbentuk jarum. Batas-batas butir yang menunjukkan terpisahnya antar partikel terlihat mulai terbentuk. Hematit 4,5 M menunjukkan bentuk partikel didominasi bentuk bulat,

lebih teratur dan seragam. Batas-batas butir yang menunjukkan terpisahnya antar partikel sudah terlihat jelas. Hasil uji SEM pada perbesaran 50.000 kali ditampilkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Hasil uji SEM sampel hematit yang disintesis dengan variasi konsentrasi urea (a) 1 M, (b) 1,5 M, dan (c) 4,5 M

Su, dkk. (2016) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa selain ion  $\text{OH}^-$ , dekomposisi urea juga menghasilkan  $\text{NH}_3$ . Ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dapat membentuk senyawa kompleks dengan anion  $\text{OH}^-$  atau ligan  $\text{NH}_3$ . Kecenderungan untuk membentuk kompleks serta kekuatan ikatan  $\text{Fe}^{3+}$  dengan anion  $\text{OH}^-$  lebih besar daripada dengan ligan  $\text{NH}_3$  sehingga dalam proses presipitasi terbentuk endapan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ . Endapan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  tersebut ketika dikalsinasi membentuk hematit yang

lebih homogen sehingga partikel didominasi oleh bentuk bulat. Adapun beberapa dari ion  $\text{Fe}^{3+}$  dapat berikatan dengan ligan  $\text{NH}_3$  maupun dengan urea membentuk  $[\text{Fe}(\text{CON}_2\text{H}_4)_6](\text{NO}_3)_3$  sehingga ketika dikalsinasi, hematit yang dihasilkan terdapat bentuk partikel yang bermacam-macam.

Berdasarkan mikrograf sampel hematit tersebut, aglomerasi masih terjadi pada masing-masing sampel. Hal ini dikarenakan produk hasil sonikasi telah berukuran nanometer sehingga mudah teraglomerasi ketika dikenai panas/energi berlebih pada proses kalsinasi. Dar, dkk. (2007) menjelaskan bahwa dengan menurunnya ukuran partikel maka ikatan antar atom akan meningkat dan menyebabkan kemudahan untuk teraglomerasi pada nanopartikel juga meningkat.

Semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka aglomerasi pada hematit hasil sintesis semakin berkurang. Su, dkk. (2016) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa aglomerasi yang terjadi pada besi oksida yang disintesis menggunakan urea dan polietilen glikol disebabkan oleh peningkatan hidrofobisitas. Semakin tinggi konsentrasi urea yang digunakan maka semakin banyak gugus hidroksil yang terikat pada partikel hematit sehingga menyebabkan hidrofobisitas menurun. Menurunnya sifat hidrofobik tersebut menyebabkan aglomerasi pada partikel hematit berkurang.

Karakterisasi sampel hematit menggunakan EDX bertujuan untuk mengetahui komposisi unsur penyusunnya. Karakterisasi ini dilakukan pada sampel hematit variasi urea 1,5 M. Hasil karakterisasi EDX dirangkum pada Tabel 4.3. Hasil analisis tersebut menunjukkan bahwa hematit hasil sintesis mempunyai komposisi terbesar berupa Fe (besi) dan O (oksigen), serta unsur lain sebagai pengotor yakni C (karbon) dan Si (Silikon) dengan jumlah sedikit.

Adanya unsur-unsur tersebut dimungkinkan berasal dari *raw material* limbah bubut besi yang digunakan sebagai bahan baku prekursor. Dewi, dkk. (2006) menjelaskan bahwa dalam pemanfaatannya, besi dicampur dengan berbagai macam unsur lain seperti karbon, silikon dan mangan untuk menghasilkan besi yang bersifat kuat dan keras. Setelah tidak dimanfaatkan lagi, besi-besi tersebut dilakukan proses pembubutan dan serbuk-serbuk hasil pembubutan yang diperoleh digunakan sebagai *raw material* pada penelitian ini.

Tabel 4.3 Komposisi unsur sampel hematit variasi urea 1,5 M

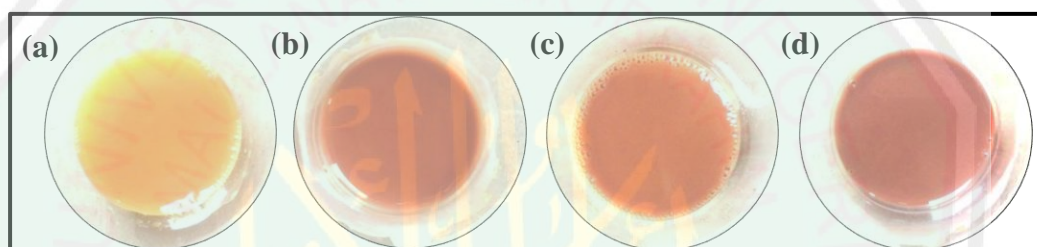
Atom (%)				Total (%)
Fe (%)	O (%)	C (%)	Si (%)	
73,59	19,95	3,63	2,83	100

Keberadaan unsur karbon ini tidak dapat dideteksi oleh detektor XRF, akan tetapi unsur silikon terdeteksi pada saat analisis XRF sampel prekursor. Suhu kalsinasi yang dilakukan dalam penelitian ini termasuk dalam suhu tinggi yaitu 750 °C. suhu tersebut tidak dapat menghilangkan unsur karbon dan silikon karena karbon memiliki titik leleh 3.652 °C dan silikon memiliki titik leleh 1.414 °C (CAS#1333-86-4). Kadar Si pada prekursor dapat diketahui pada Tabel 4.1.

#### 4.6 Uji Daya Swelling Kayu yang telah Terpigmentasi Hematit

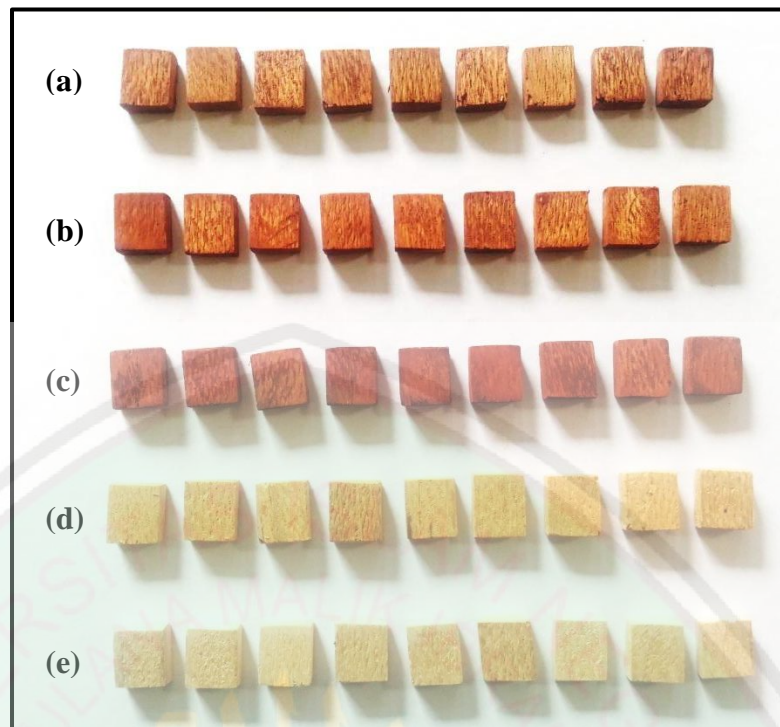
Uji perubahan dimensi atau daya *swelling* dilakukan terhadap kayu Akasia (*Acacia mangium*). Kayu jenis tersebut merupakan kayu yang populer digunakan sebagai bahan baku *furniture*. Kayu Akasia cukup tahan pada kondisi cuaca normal, akan tetapi mudah lapuk dan membengkak pada kondisi *outdoor* yang basah (biochem, 2019). *Treatment* pencegahan terhadap pelapukan yang terjadi pada kayu tersebut dilakukan dengan pengolesan pigmen hematit.

Agar dapat diaplikasikan ke kayu, pigmen hematit ditambahkan ke dalam larutan serlak. Larutan serlak diperoleh dari proses perendaman serpihan serlak dengan metanol. Campuran larutan serlak dengan pigmen hematit dioleskan secara merata terhadap kayu kemudian dikeringkan. Kayu-kayu tersebut direndam ke dalam air untuk mengetahui perubahan dimensi (*swelling*) akibat berikatan dengan air. Untuk mengetahui persen *anti swelling efficiency* (ASE) pigmen hematit, maka juga dilakukan uji pada kayu tanpa pemberian pigmen (kontrol). Campuran pigmen dan larutan serlak ditampilkan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Campuran pigmen dan larutan serlak (a) larutan serlak, (b) hematit 1 M dalam larutan serlak, (c) hematit 1,5 M dalam larutan serlak, dan (d) hematit 4,5 M dalam larutan serlak

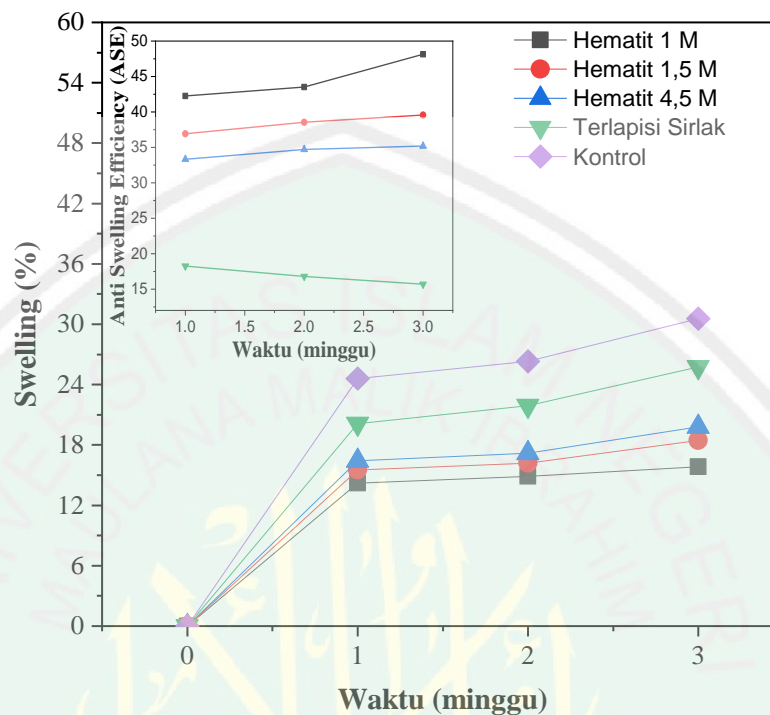
Kandungan serlak adalah asam aleuretik (Mujiono, dkk., 2010). Dalam proses pengaplikasian pigmen pada kayu ini, serlak berfungsi sebagai resin perekat pigmen hematit dengan kayu. Metanol berfungsi sebagai pelarut serlak dan akan menguap setelah kayu dikeringkan. Adapun fungsi dari hematit adalah sebagai pewarna (pigmen) sekaligus bereaksi dengan polimer kayu untuk menutupi sebagian besar gugus hidroksil pada polimer kayu. Hal tersebut akan mengurangi sifat hidrofilik polimer kayu sehingga kayu tidak mudah menyerap air atau mengembang pada saat digunakan di lingkungan lembab dan basah (Basri dan Balfas, 2015). Kayu yang telah terpigmentasi hematit ditampilkan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Kayu yang telah terpigmentasi hematit (a) 1 M, (b) 1,5 M, (c) 4,5 M, (d) larutan serlak, dan (e) kayu saja

Uji *swelling* dengan cara perendaman dalam air menghasilkan pertambahan dimensi panjang, lebar dan tinggi kayu sesuai Lampiran 11. Efektifitas pigmen hematit untuk mengurangi *swelling* pada kayu dihitung menggunakan persamaan *anti swelling efficiency* (ASE). Semakin besar nilai ASE yang diperoleh maka efektifitas pigmen hematit dalam mengurangi *swelling* pada kayu semakin baik. Berdasarkan hasil uji yang telah dilakukan selama interval waktu 1; 2; dan 3 minggu, pigmen hematit 1 M menghasilkan efektifitas tertinggi untuk mengurangi *swelling* pada kayu. Efisiensi pigmen hematit 1 M dalam mencegah *swelling* pada kayu adalah sebesar 42,26-48,14 %. Hasil uji *swelling* pada penelitian ini sesuai dengan efisiensi pigmen besi oksida yang dilakukan oleh Sivrikaya dan Can (2016) untuk mencegah *swelling* pada kayu pinus yakni sebesar 43,91-53,35 %. Daya *swelling* kayu terpigmentasi hematit beserta nilai

*anti swelling efficiency* (ASE) pigmen hematit untuk mengurangi *swelling* kayu ditampilkan oleh Gambar 4.15.



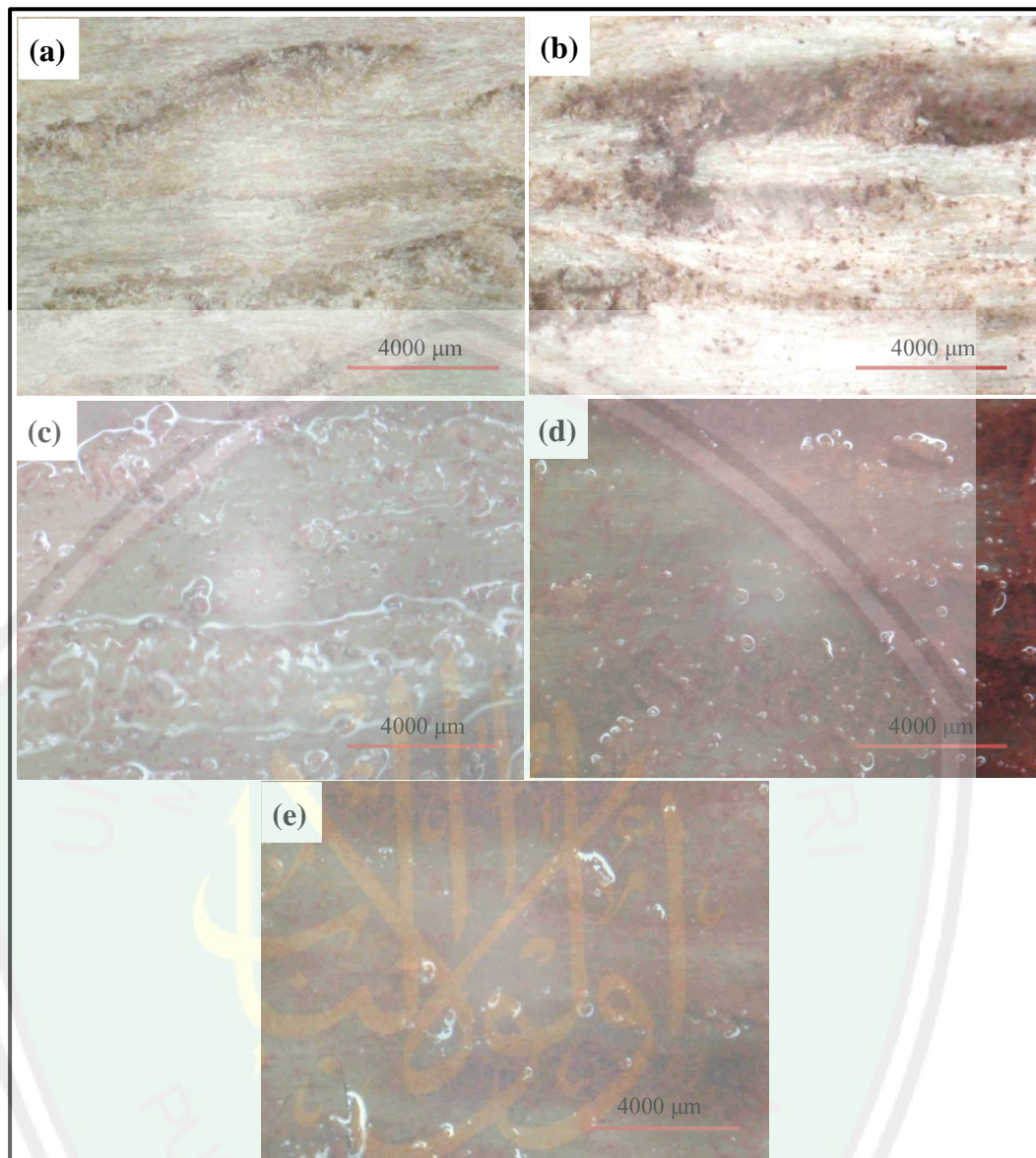
Gambar 4.15 Hasil uji *swelling* kayu terpigmentasi hematit dan nilai *anti swelling efficiency* (ASE) pigmen hematit untuk mengurangi *swelling* kayu

Penambahan serlak kurang berpengaruh pada uji *swelling* karena kayu yang diolesi serlak saja kurang mampu mempertahankan stabilitas dimensi kayu. Hal ini dapat terlihat dari besarnya hasil % *swelling* kayu yang telah diolesi serlak, yakni 20,12-25,75 %. Hal ini juga berpengaruh terhadap menurunnya efisiensi serlak untuk menjaga stabilitas dimensi kayu saat diuji *swelling*, yakni sebesar 18,26-15,7 %. Menurunnya efisiensi serlak tersebut membuktikan bahwa larutan serlak saja kurang efektif untuk mengurangi *swelling* pada kayu. Hal ini disebabkan karena serlak kurang mampu untuk mengurangi sifat hidrofilik dari gugus-gugus fungsi polimer kayu.

Daerah amorf pada selulosa serta polimer kayu lain seperti hemiselulosa dan lignin akan berinteraksi dengan Fe pada hematit melalui proses *cross link*/ikat silang. Proses tersebut menyebabkan struktur dari kayu menjadi kaku dan atom O pada polimer tersebut menjadi kurang aktif untuk berinteraksi dengan air. Proses tersebut juga menyebabkan kristalinitas polimer kayu meningkat sehingga daya ikat dengan air akan menurun (Schirp, dkk., 2015). Interaksi antara besi dengan gugus-gugus fungsi pada polimer tersebut adalah ikatan hidrogen dan interaksi asam basa seperti Gambar 2.12. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian bahwa kayu yang terpigmentasi hematit mengalami penurunan % *swelling* daripada kayu yang tidak terpigmentasi hematit.

Semakin rendah variasi konsentrasi urea yang digunakan, maka akan menghasilkan hematit dengan ukuran kristal semakin kecil. Semakin kecil ukuran kristal hematit maka % *swelling* kayu akan semakin menurun. Hal ini menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran kristal hematit maka jarak antar atom akan semakin dekat sehingga kekuatan interaksi besi dengan gugus-gugus fungsi pada polimer semakin kuat. Dengan meningkatnya interaksi tersebut menyebabkan interaksi gugus-gugus fungsi dengan air akan semakin sulit terjadi. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian bahwa semakin kecil ukuran kristal hematit maka % *swelling* kayu juga semakin menurun.

Pengamatan morfologi permukaan kayu terpigmentasi hematit dilakukan menggunakan mikroskop optik pada perbesaran 50x sesuai Gambar 4.16. Berdasarkan hasil gambar pengamatan tersebut dapat diketahui bahwa serat dari kayu Akasia terlihat jelas sesuai Gambar 4.16 (a).



Gambar 4.16 Hasil pengamatan (a) kayu tanpa pemberian pigmen hematit, (b) kayu terpigmentasi hematit sebelum uji *swelling*, (c) kayu terpigmentasi hematit sesudah uji *swelling* 1 minggu, (d) kayu terpigmentasi hematit sesudah uji *swelling* 2 minggu, dan (e) kayu terpigmentasi hematit sesudah uji *swelling* 3 minggu

Partikel hematit tersebar dipermukaan kayu yang telah terpigmentasi sebelum uji *swelling*, namun kurang merata sesuai Gambar 4.16 (b). Partikel hematit tersebut banyak mengisi serat-serat pada permukaan kayu. Adapun pada kayu terpigmentasi hematit sesudah uji *swelling* yang ditampilkan oleh Gambar 4.16 (c-e), partikel hematit terlihat sudah terdistribusi merata pada permukaan

kayu. Hal ini mengindikasikan bahwa, hematit sudah berikatan dengan gugus-gugus fungsi pada polimer kayu untuk mencegah ikatan gugus-gugus tersebut dengan air yang akan menyebabkan pembengkakan/*swelling*.

#### 4.7 Kajian Hasil Penelitian Berdasarkan Perspektif Islam

Pigmen oksida besi hematit yang telah berhasil disintesis pada penelitian ini dilakukan karakterisasi uji warna, XRD hingga SEM-EDX. Karakterisasi tersebut menghasilkan warna, ukuran kristal hingga morfologi yang berbeda-beda pada masing-masing sampel. Hal tersebut merupakan suatu pertanda bahwa Allah menciptakan segala sesuatu sesuai dengan kadar atau ukurannya masing-masing. Allah menjelaskan hal ini dalam al-Qur'an surat al-Furqan ayat 2.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَّ لَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيْكٌ فِى الْمُلْكِ وَاَخْلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيْرًا ﴿٢﴾

Artinya: "Yang memiliki kerajaan langit dan bumi, tidak mempunyai anak, tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(-Nya), dan Dia menciptakan segala sesuatu, lalu menetapkan ukuran-ukurannya dengan tepat."

Kalimat *ukuran* pada ayat diatas menunjukkan bahwa ukuran dari sesuatu yang ada di alam ini dapat dinyatakan dengan dua peran. Yang pertama sebagai bilangan dengan sifat dan ketelitian yang terkandung di dalamnya. Yang kedua adalah sebagai hukum atau aturan. Dalam hal ini, *ukuran* merupakan bilangan dengan sifat dan ketelitian yang terkandung dalam pigmen hematit hasil sintesis. Bilangan dengan sifat dan ketelitian tersebut didapatkan melalui pengujian warna, karakterisasi XRD dan SEM-EDX.

Besi oksida hematit yang telah berhasil disintesis ini berwarna merah dan tingkat pewarnaannya sangat kuat. Oleh sebab itu, besi oksida hematit ini cocok

diaplikasikan sebagai pigmen. Pigmen hematit yang telah berhasil disintesis memiliki warna yang beragam pada setiap variasi yang dilakukan. Hal ini menjelaskan bahwa Allah menciptakan segala sesuatu dengan berlainan warna dan macamnya. Allah menjelaskan hal tersebut di dalam surat an-Nahl ayat 13.

وَمَا ذَرَأَكُمْ فِي الْأَرْضِ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهُ ۗ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَذَّكَّرُونَ ﴿١٣﴾

Artinya: "Dan Dia (menundukkan pula) apa yang Dia ciptakan untuk kamu di bumi ini dengan berlain-lainan warnanya (macamnya). Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang mengambil pelajaran."

Tafsir Ibnu Katsir menyebutkan bahwa kalimat *kaum yang mengambil pelajaran* dalam ayat di atas merupakan kaum yang apabila mendapat anugerah dan nikmat dari Allah maka mereka mensyukurinya. Selain itu, *kaum yang mengambil pelajaran* juga merupakan orang-orang yang berakal (*uulul albaab*). Mengolah limbah, mengkaji sifat-sifat besi, hingga proses sintesis untuk menghasilkan sesuatu yang bermanfaat merupakan kegiatan berfikir tentang kekuasaan Allah oleh orang yang berakal (*uulul albaab*). Allah menjelaskan hal ini dalam Al-Qur'an surat Ali Imron ayat 190-191.

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

Artinya: "Sesungguhnya, dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang, terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka."

Ayat 190 pada surat tersebut menguraikan tentang sekelumit penciptaan-Nya serta memerintahkan untuk memikirkannya (menjadi *uulul albaab*). Adapun ayat 191 menjelaskan tentang sebagian ciri-ciri dari *uulul albaab*, yaitu orang-orang yang terus menerus mengingat Allah SWT dengan ucapan atau hati. Dalam kondisi dan situasi apapun kaum *uulul albaab* selalu memikirkan penciptaan alam raya ini. Setelah itu mereka berkesimpulan bahwa Allah SWT menciptakan alam raya ini dengan tidak sia-sia. Kaum *uulul albaab* pada ayat ini adalah orang-orang yang mengintegrasikan antara berpikir dan berdzikir, dan menjadikannya sebagai satu kesatuan yang tidak terpisahkan.



## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Semakin besar konsentrasi urea yang digunakan maka menghasilkan hematit dengan derajat kristalinitas semakin tinggi serta ukuran kristal semakin meningkat.
2. Nilai warna yang dihasilkan pada semua variasi konsentrasi urea yang digunakan sesuai dengan nilai standar pigmen hematit.
3. Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa morfologi dan ukuran partikel beragam, bentuk partikel didominasi bentuk bulat, teraglomerasi serta masih terdapat unsur pengotor seperti C dan Si.
4. Pigmen hematit 1 M menghasilkan efektifitas tertinggi untuk mencegah *swelling* pada kayu, yakni sebesar 42,26-48,14 %.

#### **5.2 Saran**

Perlu dikaji lebih lanjut dalam pengontrolan proses presipitasi seperti waktu untuk *aging*/penuaan serta pada proses sonikasi seperti suhu, jenis dan jumlah *stabilizer* yang digunakan. Dengan pengontrolan lebih lanjut tersebut diharapkan hematit yang dihasilkan memiliki ukuran partikel yang lebih kecil, bentuk partikel yg seragam dan tidak mengalami aglomerasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, W. R. W, M.H. Mamat, A. S. Zoolfakar, Z. Khusaimi, A. S. Ismail, S. A. Saidi, R. A. Kadir, M. Rusop. The Effect of Different Ratio (Stabilizer-Precursor) in Sonicated Immersion Method of Hematite Nanorods. *IEEE 15<sup>th</sup> Student Conference on Research and Development (SCORED)*. 978-1-5386-2126-4: 142-147.
- Aji, Mahardika Prasetya, Agus Yulianto, dan Satria Bijaksana. 2007. Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 1 (2): 106-108.
- Bakardjieva, S., V. Štengl, J. Šubrt, dan E. Večerníková. 2005. Characteristic of Hydrous Iron (III) Oxides Prepared by Homogeneous Precipitation of Iron (III) Sulphate with Urea. *Solid State Sciences*. 7 (4): 367-374.
- Bang, Jin Ho, dan Kenneth S. Suslick. 2007. Sonochemical Synthesis of Nanosized Hollow Hematite. *Journal of the American Chemical Society*. 129 (8): 2242-2243.
- Basri, Efrida dan Balfas Jamal. 2015. Stabilisasi Dimensi Kayu Jati Cepat Tumbuh dan Jabon dengan Perlakuan Pematatan secara Kimia. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 33 (4): 315-327.
- Belkhedkar, M.R., dan A.U. Ubale. 2014. Preparation and Characterization of Nanocrystalline  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Thin Films Grown by Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction Method. *International Journal of Materials and Chemistry*. 4 (5): 109-116.
- Bulychev, N. A. 2010. Conformational Changes in Polymers Adsorbed on Titanium and Iron Oxides. *Inorganic Materials*. 46 (4): 393-398.
- Chabib, Muhimmah Naela. 2017. Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. *Skripsi*, Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Chaudhari, Nitin Kaduba, Hyoung Chan Kim, Derac Son, dan Jong-Sung Yu. 2009. Easy Synthesis and Characterization of Single-Crystalline Hexagonal Prism-Shaped Hematite  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in Aqueous Media. *Crystal Engineering Communications* 11 (11): 2264-2267.
- Cheng, Be, Wenguang Wang, Lei Shi, Jun Zhang, Jingrun Ran, dan Huogen Yu. 2012. One-Pot Template-Free Hydrothermal Synthesis of Monoclinic BiVO<sub>4</sub> Hollow Microspheres and Their Enhanced Visible-Light Photocatalytic Activity. *International Journal of Photoenergy*. 2012 (1): 1-10.
- Cornell, R. M., dan Udo Schwertmann. 2003. *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences, and uses*. 2nd, completely rev. and extended ed ed. Weinheim: Wiley-VCH.

- Cudennec, Yannick dan Andre Lecerf. 2006. The Transformation of Ferrihydrite into Geotite or Hematite. *Journal of Solid State Chemistry*. 179 (3): 716-722.
- Dar, M. A., S. G. Ansari, Rizwan Wahab, Young Soon Kim, dan Hyung Shik Shin. 2007. The Synthesis of Maghemite and Hematite ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanospheres. *Materials Science Forum*. 534 (1): 157-160.
- Delmifiana, Betti. 2013. Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*. 2 (3): 186-189.
- Dzade, Nelson, Alberto Roldan, dan Nora de Leeuw. 2014. A Density Functional Theory Study of the Adsorption of Benzene on Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Surfaces. *Minerals*. 4 (1): 89-115.
- Faivre, Damien. 2016. *Iron Oxide From Nature to Applications*. Polsdam. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Fouda, M. F. R., M. B. El-Kholy, S. A. Moustafa, A. I. Hussien, M. A. Wahba, dan M. F. El-Shahat. 2012. Synthesis and Characterization of Nanosized Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Pigments. *International Journal of Inorganic Chemistry*. 2012 (1): 1-9.
- Guo, Haibo, dan Amanda S. Barnard. 2011. Modeling the Iron Oxides and Oxyhydroxides for the Prediction of Environmentally Sensitive Phase Transformations. *Physical Review B*. 83 (9): 11566-11577.
- Guru, Sapana, Deepti Mishra, Sudhir Sitaram Amritphale, dan Smita Joshi. 2016. Influence of Glycols in Microwave Assisted Synthesis of Ironoxide Nanoparticles. *Colloid and Polymer Science* 294 (1): 207-213.
- Hassanjani-Roshan, Amir, Mohammad Reza Vaezib, Ali Shokuhfar, dan Zohreh Rajabali. 2011. Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Via Sonochemical Method and Their Characterization. *Particuology*. 9 (1): 95-99.
- Hikmah, Anisa Nurul. 2015. Pengaruh Waktu dan Ukuran Reaktor pada Sintesis Nanomagnetit secara Hidrotermal dengan Belimbing Wuluh (*Averrhoa bilimbi*) sebagai Pereduksi. *Skripsi*, Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Huang, ChangLiang, HongYe Zhang, ZhenYu Sun, dan ZhiMin Liu. 2010. Chitosan-Mediated Synthesis of Mesoporous  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles and Their Applications in Catalyzing Selective Oxidation of Cyclohexane. *Science China Chemistry*. 53 (7): 1502-1508.
- Jing, Zhihong, dan Shihua Wu. 2004. Synthesis and Characterization of Monodisperse Hematite Nanoparticles Modified by Surfactants via Hydrothermal Approach. *Materials Letters* 58 (27): 3637-3640.
- Junejo, Yasmeen, Abdulhadi Baykal, dan Huseyin Sözeri. 2013. Simple Hydrothermal Synthesis of  $\alpha$ -Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-PEG Nanocomposite. *Central European Journal of Chemistry*. 11 (9): 1527-1532.
- Khalil, Munawar, Ning Liu, dan Robert Lee. 2017. Synthesis and Characterization of Hematite Nanoparticles using Ultrasonic Sonochemistry Method. *International Journal of Technology*. 2017 (4): 582-590.

- Khoiroh, Lilik Miftahul. 2013. Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Bubut Besi. *Jurnal kimia*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Kurniawan, Candra, A Bahtiar, A Maulana S Sebayang, dan Perdamean Sebayang. 2016. Efek Distribusi Partikel dan Perlakuan Panas pada Pengolahan Besi Oksida dari Limbah Industri Baja. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi*. ISSN : 2541-3546.
- Kurniawan, Candra, Thomas Budi Waluyo, Perdamean Sebayang. 2011. Analisis Ukuran Partikel Menggunakan *Free Software Image-J*. *Seminar Nasional Fisika*. ISSN : 2088-4176.
- Lanxess Energizing Chemistry. 2015. Inorganic Pigments using the Laux Process. *Majalah*. Bayferrox and Colortherm.
- Legodi, M. A., dan D. De Waal. 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality from Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*. 74 (1): 161-168.
- Liu, Lu, Hui-Zhong Kou, Wenling Mo, Huajie Liu, dan Yuqiu Wang. 2006. Surfactant-Assisted Synthesis of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanotubes and Nanorods with Shape-Dependent Magnetic Properties. *The Journal of Physical Chemistry B*. 110 (31): 15218-15223.
- Lv, Yingdi, Hui Wang, Xiaofang Wang, dan Jinbo Bai. 2009. Synthesis, Characterization and Growing Mechanism of Monodisperse Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Microspheres. *Journal of Crystal Growth*. 311 (13): 3445-3450.
- Moon, R.J., Ashlie Martini, John Nairn, John Simonsen dan Jeff Youngblood. 2011. Cellulose Nanomaterials Review: Structure, Properties, and Nanocomposite. *The Royal Society of Chemistry*. 40 (7): 3941-3994.
- Mujiono, Jamasri, Heru Santoso, dan Gentur Sutapa. 2010. Rekayasa Biokomposit dari Sekresi Kutu Lak dan Serat Rami. *Seminar Nasional Hasil-Hasil Penelitian Teknologi, MIPA dan Pendidikan Vokasi*. 4 (1): 421-434.
- Mukhopadhyay, Anindita, Nidhi Joshi, Krishnananda Chattopadhyay dan Goutam De. 2012. A Facile Synthesis of PEG-Coated Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Nanoparticles and Their Prevention of the Reduction of Cytochrome C. *Applied Material and Interfaces*. 4 (1): 142-149.
- Müller, Marcelo, Juan Carlo Villalba, Filipe Quadros Mariani, Mariane Dalpasquale, Milena Zvolinski Lemos, Manuel Fernando Gonzalez Huila, dan Fauze Jacó Anaissi. 2015. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments through the Method of The Forced Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dyes and Pigments*. 120 (1): 271-278.
- Najjar, Zaghlul. 2006. *Pembuktian Sains dalam Sunnah*. Judul Asli *Al-I'jaz Al-Ilmiy fi As-Sunnah An-Nabawiyah*, Penj, Zainal Abidin. Jakarta: Amzah.
- Nidhin, Marimuthu, Kalarical Janardhanan Sreeram, dan Balachandran Unni Nair. 2015. *Industrially Relevant Nanoparticles-Hematite: Its Synthesis*,

*Functionalization, and Applications*. Toronto-New Jersey: Apple Academic Press.

- Ningsih, Sherly Kusuma Warda. 2016. *Sintesis Anorganik*. Padang: UNP Press Padang.
- Nursa, Irfan, Dwi Puryanti, dan Arif Budiman. 2016. Pengaruh Polietilen Glikol (PEG) Terhadap Ukuran Partikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang Disintesis dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*. 5 (3): 209-213.
- Opuchovic, Olga, dan Aivaras Kareiva. 2015. Historical Hematite Pigment: Synthesis by an Aqueous Sol-Gel Method, Characterization and Application for The Coloration of Ceramic Glazes. *Ceramics International*. 41 (3): 4504-4513.
- Pailhe, N, A Wattiaux, M Gaudon, dan A Demourgues. 2008. Impact of Structural Features on Pigment Properties of  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  Haematite. *Journal of Solid State Chemistry*. 181 (2008): 2697-2704.
- Pasaribu, Gunawan, Bonifasius Sipayung, dan Gustan Pari. 2015. Analisis Komponen Kimia Empat Jenis Kayu Asal Sumatera Utara. *Jurnal Kimia*. 4 (1): 1-11.
- Pramanik, Nimai Chand, Tarequl Islam Bhuiyan, Makoto Nakanishi, Tatsuo Fujii, Jun Takada, dan Sang Il Seok. 2005. Synthesis and Characterization of Cerium Substituted Hematite by Sol-Gel Method. *Materials Letters* 59 (28): 3783-3787.
- Rahman, Tito Prastyo, Agus Sukarto, Nurul Taufiqu Rochman, dan Azwar Manaf. 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). *Jurnal Fisika*. 3 (1): 86-89.
- Rahmawati, Retno, Yusuf Valentino Kaneti, Ahmad Taufiq, Sunaryono, Brian Yulianto, Suyatman, Nugraha, Deddy Kurniadi, Md. Shahriar A. Hossain, dan Yusuke Yamauchi. 2018. Green Synthesis of Magnetite Nanostructures from Naturally Available Iron Sands via Sonochemical Method. *Bulletin of the Chemical Society of Japan*. 91 (2): 311-317.
- Rosanti, Santi Dewi, dan Dwi Puryanti. 2015. Pengaruh Temperatur Terhadap Ukuran Partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Dengan Template PEG-2000 Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Ilmu Fisika Universitas Andalas*. 7 (1): 39-44.
- Rowell, Roger M., Roger Pettersen, dan Mandla A. Tshabalala. 2013. *Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites*. Madison, WI: USDA, Forest Service, Forest Products Laboratory, and Department of Biological Systems Engineering, University of Wisconsin.
- Sahoo. 2010. Characterization of  $\gamma$ - and  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . *International Journal of Engineering, Science and Technology*. 2 (8): 118-126.
- Schirp, Arne, Burkhard Plinke, dan Danilo Napolow. 2015. Effectiveness of Organic and Inorganic Pigments for Mass Coloration of Thermo-

- Mechanical Pulp Used in Wood-Plastic Composites. *European Journal of Wood and Wood Products*. 73 (1): 5-16.
- Schwertmann, Udo dan R. M. Cornell. 2000. *Iron Oxides in the Laboratory Preparation and Characterization*. Poldsam. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Septityana, Kukuh Dwi, Priyono Priyono, Nurul Taufiqu Rochman, Yuswono Yuswono, Tito Prastyo Rahman, Dwi Wahyu Nugroho, Radium Ikono, Nofrizal Nofrizal, dan Nurwenda Novan Maulana. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bijih Besi Alam melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*. 2 (3): 95-100.
- Shriver dan Atkins. 2009. *Inorganic Chemistry*. New York. W. H Freeman and Company.
- Sivrikaya, Huseyin, dan Ahmet Can. 2016. Effect of Weathering on Wood Treated with Tall Oil Combined with Some Additives. *Maderas. Ciencia y Tecnología*, 18 (4): 723-732.
- Sobirin, Mohamad, Margi Fitriawan, Rofiatul Zannah, Yani Puspitarini, Fandi Musthofa Ananda Saputra, dan Andya Satya Purnomo Putro. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja (*Mill Scale*) dengan Metode laux. *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika*. ISBN 978-602-1034-07-1.
- Song, Fahui, Jianguo Guan, Xian Fan, dan Gongqin Yan. 2009. Single-Crystal Star-like Arrayed Particles of Hematite: Synthesis, Formation Mechanism and Magnetic Properties. *Journal of Alloys and Compounds*. 485 (1-2): 753-758.
- Stevens, Malcolm P. 2007. *Kimia Polimer*. 2 ed. Jakarta: Pradnya Paramita.
- Su, Minsua, Chun He, dan Kaimin Shih. 2016. Facile Synthesis of Morphology and Size-Controlled  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> And Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nano-and Microstructures by Hydrothermal/Solvothermal Process: The Roles of Reaction Medium and Urea Dose. *Ceramics International*. 42 (13): 14793-14804.
- Sumadiyasa, M dan I B. S. Manuaba. 2018. Penentuan Ukuran Kristal Menggunakan Formula Scherrer, Williamson-Hull Plot, dan Ukuran Partikel dengan SEM. *Buletin Fisika*. 19 (1): 28-35.
- Tian, Guangyan, Wenbo Wang, Dandan Wang, Qin Wang, dan Aiqin Wang. 2017. Novel Environment Friendly Inorganic Red Pigments Based on Attapulgite. *Powder Technology*. 315 (1): 60-67.
- Tuček, Jiří, Libor Machala, Shigeaki Ono, Asuka Namai, Marie Yoshikiyo, Kenta Imoto, Hiroko Tokoro, Shin-ichi Ohkoshi, dan Radek Zbořil. 2015. Zeta-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-A New Stable Polymorph in Iron (III) Oxide Family. *Scientific Reports* 5 (1): 1-11.
- Vogel, Arthur I. 1990. *Vogel's Textbook of Macro and semimicro qualitative inorganic analysis*. 5th ed. London; Longman.

- Wang, Wei Hong, Zheng Ming Zhang, Qing Wen Wang, dan Yong Zhi Cui. 2011. Application of Organic and Inorganic Dye to Wood Plastic Composite. *Advanced Materials Research*. 183 (4): 2293-2297.
- Wang, Wei, Jane Y. Howe, dan Baohua Gu. 2008. Structure and Morphology Evolution of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles in Forced Hydrolysis of Ferric Chloride. *The Journal of Physical Chemistry C*. 112 (25): 9203-9208.
- Zhang, Zheng-ming, Hua Du, Wei-hong Wang, dan Qing-wen Wang. 2010. Property Changes of Wood-Fiber/HDPE Composites Colored by Iron Oxide Pigments after Accelerated UV Weathering. *Journal of Forestry Research*. 21 (1): 59-62.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian



## Lampiran 2. Diagram Alir

### L.2.1 Preparasi Bahan

Limbah bubut besi

- dipilih limbah bubut besi yang berbentuk bubuk
- dipisahkan menggunakan *magnetit sparator*
- diambil sampel besi yang menempel pada *magnetit sparator*

Bahan prekursor

### L.2.2 Pembuatan Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

10 g bahan prekursor

- dimasukkan ke dalam beaker glass 500 mL
- ditambahkan  $\text{HNO}_3$  7 M 100 mL
- didiamkan selama 3 x 24 jam
- dipanaskan hingga terbentuk lumpur/*slurry*
- dilarutkan sedikit lumpur yang diperoleh dengan aquades
- diuji kualitatif adanya  $\text{Fe}^{3+}$  dengan cara ditetesi NaOH hingga terbentuk endapan merah
- dikarakterisasi menggunakan XRF
- dilakukan triplo

Prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

### L.2.3 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea

Prekursor Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>

- Ditimbang sebanyak 15 g
- dilarutkan dalam 150 mL aquademin
- dicampurkan larutan urea 1 M 100 mL dengan larutan prekursor
- distirer
- dipanaskan pada suhu 70 °C selama 1 jam menggunakan pengangas dan distirer
- didinginkan pada suhu ruang selama 24 jam
- 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 1:5
- diaduk menggunakan *magnetic stirer*
- disonikasi menggunakan *ultrasonic bath* pada suhu 30 °C selama 45 menit
- dihaluskan menggunakan mortal agate
- dikalsinasi serbuk hasil sintesis pada suhu 750 °C selama 3 jam
- dihaluskan menggunakan mortal agate kembali
- dilakukan proses sintesis hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) menggunakan variasi konsentrasi urea 1,5 M dan 4,5 M sebanyak 100 mL

Hasil

#### L.2.4 Karakterisasi Hasil Sintesis

Produk hasil sintesis

- dikarakterisasi menggunakan *color reader* dan XRD
- dikarakterisasi menggunakan XRD salah satu serbuk sebelum dikalsinasi
- dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX salah satu produk hasil sintesis
- dikarakterisasi menggunakan SEM produk hasil sintesis yang lain

Hasil

#### L.2.5 Aplikasi Hasil Sintesis pada Kayu

0.1 g produk hasil sintesis

- Dilarutkan 5 g serlak kedalam 50 mL metanol
- Dicampur 1 mg produk hasil sintesis dengan 5 mL larutan serlak
- dioleskan terhadap kayu
- dikeringkan pada suhu ruang
- direndam kedalam 50 mL air selama interval waktu 1, 2, dan 3 minggu
- dilakukan proses triplo
- diukur pertambahan volume dari kayu menggunakan jangka sorong
- dilakukan hal yang sama terhadap tanpa pemberian pigmen (resin saja) dan tanpa pemberian apapun (kayu saja) sebagai kontrol
- dihitung daya *swelling* serbuk kayu

Hasil

### Lampiran 3. Perhitungan

#### L.3.1 Larutan HNO<sub>3</sub> 7 M

$$\begin{aligned}
 \text{BJ HNO}_3 &= 1,4 \text{ g/mL} \\
 \text{Mr} &= 63 \text{ g/mol} \\
 \text{Molaritas} &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{v} \\
 &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{m/\rho} \\
 &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000 \rho}{m} \\
 &= \frac{\frac{65}{100} \times 1000 \times \rho}{\text{Mr}} \\
 &= \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ gram/mL}}{63 \text{ gram/mol}} \\
 &= 14,444 \text{ M} \\
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 14,444 \text{ M} \times V_1 &= 7 \text{ M} \times 100 \text{ mL} \\
 V_1 &= 48,463 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

#### L.3.2 Gram (g) Urea

$$\begin{aligned}
 \text{Diket} &= \text{Mr urea: } 60 \text{ g/mol} \\
 \text{Ditanya} &= \text{g urea tiap } 1; 1,5; \text{ dan } 4,5 \text{ M} \\
 \text{M} &= \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{v} \\
 1 \text{ M} &= \frac{g}{60 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,1 \text{ L}} = 6 \text{ g} \\
 1,5 \text{ M} &= \frac{g}{60 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,1 \text{ L}} = 9 \text{ g} \\
 4,5 \text{ M} &= \frac{g}{60 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,1 \text{ l}} = 27 \text{ g}
 \end{aligned}$$

## Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dari Limbah Bubut Besi

08-apr-2019 13:52:23

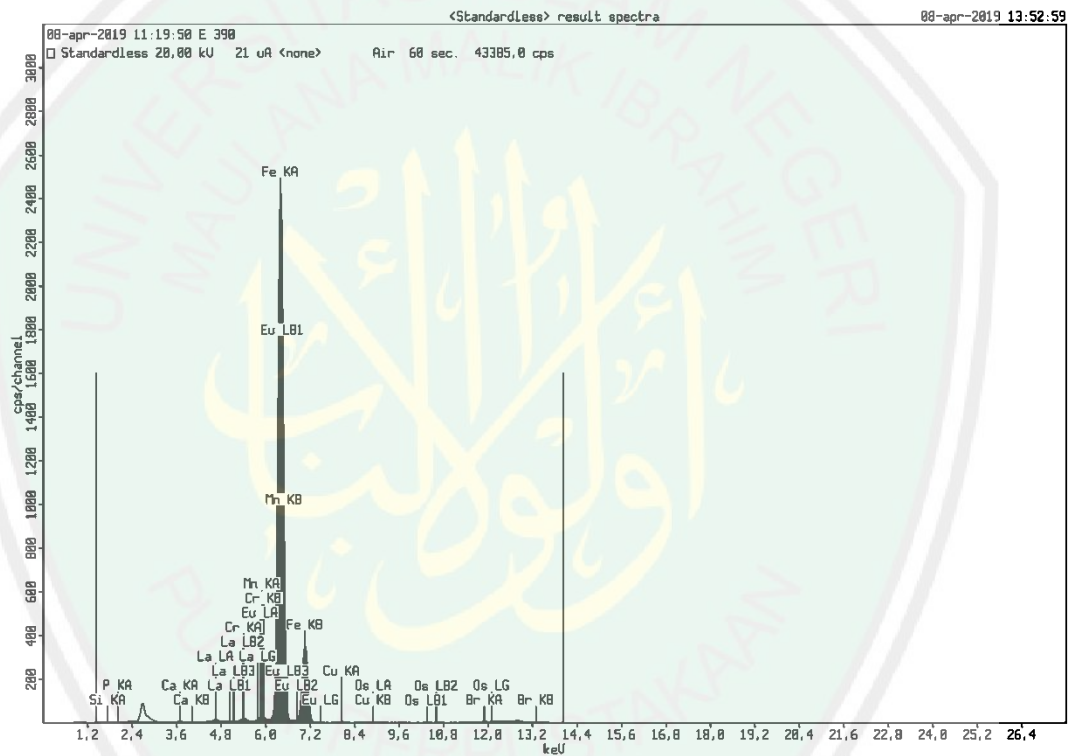
### Sample results

Page 1

Sample ident	
E	390

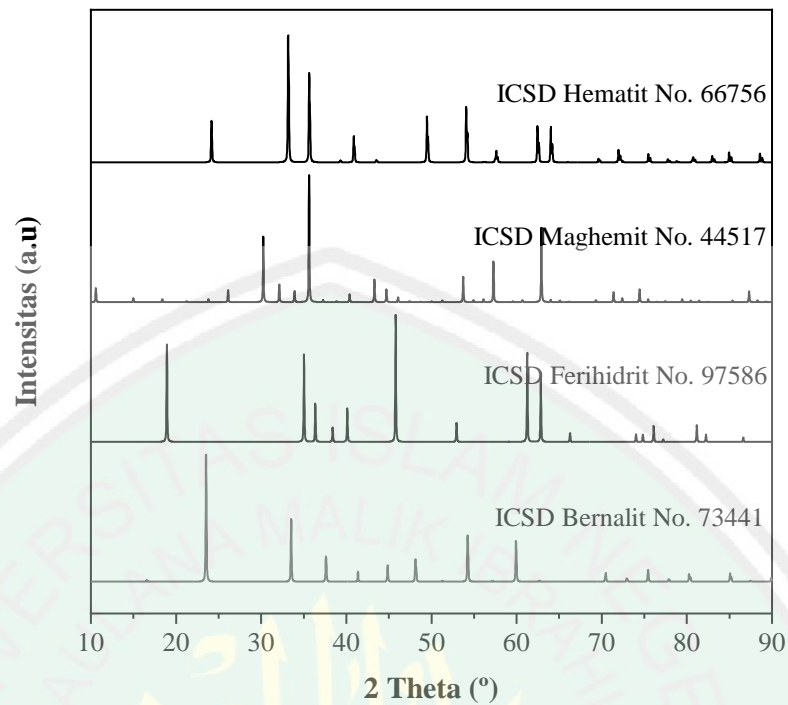
Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	08-apr-2019 11:19:50
Position	1

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	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%



Gambar L.4.1 Unsur kimia yang terkandung dalam prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

### Lampiran 5. Standar Hematit, Maghemit dan Bernalit



Gambar L.5.1 Difraktogram standar hematit, maghemit, ferihidrit dan bernalit

ICSD	:	66756	56287	56287	73441
Chemical Structure	:	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>5</sub> HO <sub>8</sub> .4H <sub>2</sub> O Atau 5Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .9.H <sub>2</sub> O	Fe(OH) <sub>3</sub>
Mineral Name	:	Hematite	Maghemit	Ferrihydrite	Bernalite
Unit Cell	:	a=5,0342 b=5,0342 c=13,746 $\alpha$ =90 $\beta$ =90 $\gamma$ =120	a=8,35 b=8,35 c=8,35 $\alpha$ =90 $\beta$ =90 $\gamma$ =90	a=2,955 b=2,955 c=9,37 $\alpha$ =90 $\beta$ =90 $\gamma$ =120	a=7,5675 b=7,5683 c=7,5714 $\alpha$ =90 $\beta$ =90 $\gamma$ =90
Cell Volume	:	301,7	582,18	70,86	431,05
Z	:	6	1	1	8
Space Group	:	R -3 c H	P -4 3 m	P -3 1 c	I m m m

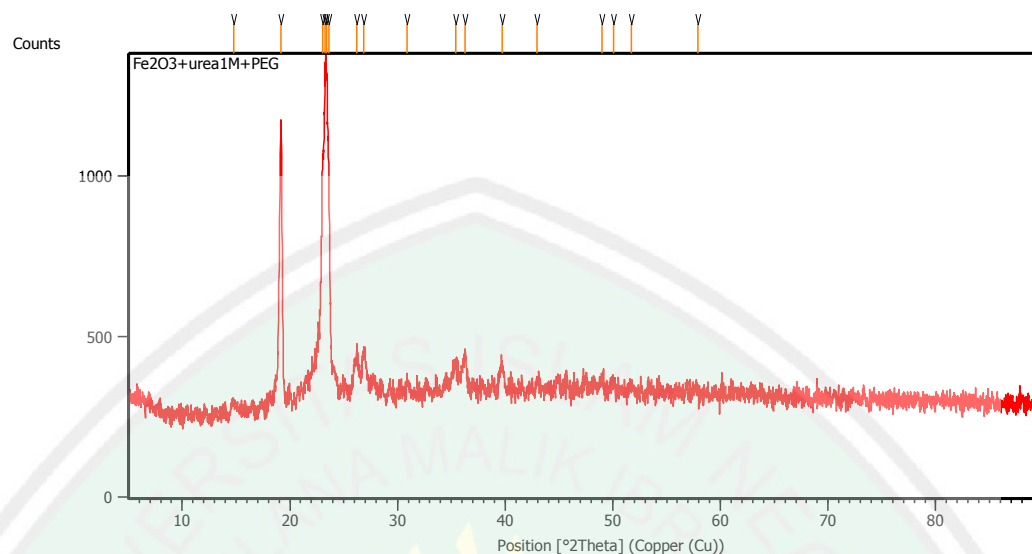
## Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD

### Basic Data Process

Raw Data Origin	: PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	: Gonio
Start Position [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 5,0084
End Position [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 89,9744
Step Size [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 0,0170
Scan Step Time [s]	: 10,1500
Scan Type	: Continuous
Offset [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 0,0000
Divergence Slit Type	: Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	: 0,2500
Specimen Length [mm]	: 10,00
Receiving Slit Size [mm]	: 12,7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ]	: -273,15
Anode Material	: Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	: 1,54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	: 1,54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	: 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

## 6.1 Pola Difraksi Sampel

### 6.1.1 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Urea 1,5 M Sebelum Kalsinasi

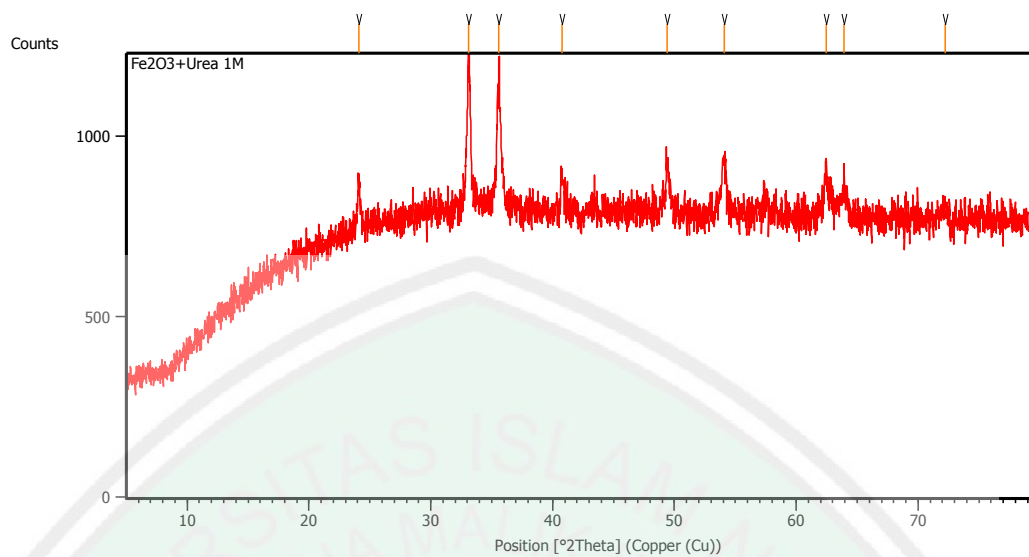


Gambar L.6.1 Difraktogram besi oksida hasil sintesis sebelum kalsinasi

Tabel L.6.1 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis sebelum kalsinasi

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
14,7497	33,38	0,4015	6,00604	3,42
19,1711	857,15	0,1673	4,62970	87,91
23,0325	685,46	0,1338	3,86151	70,30
23,2766	975,02	0,1004	3,82158	100,00
23,4012	973,44	0,1338	3,80151	99,84
23,6134	630,94	0,1338	3,76783	64,71
26,2471	118,39	0,4684	3,39543	12,14
26,8795	115,57	0,2676	3,31695	11,85
30,9166	44,15	0,2007	2,89242	4,53
35,4394	81,43	0,4684	2,53297	8,35
36,2986	116,81	0,3346	2,47496	11,98
39,7236	72,57	0,4015	2,26911	7,44
42,9926	31,13	0,3346	2,10385	3,19
48,9702	29,73	0,4015	1,86011	3,05
50,0420	26,00	0,4684	1,82276	2,67
51,7467	23,10	0,4015	1,76665	2,37
57,9284	19,66	0,1171	1,59198	2,02

### 6.1.2 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 1 M



Tabel L.6.2 Difraktogram hematit variasi urea 1 M sesudah kalsinasi

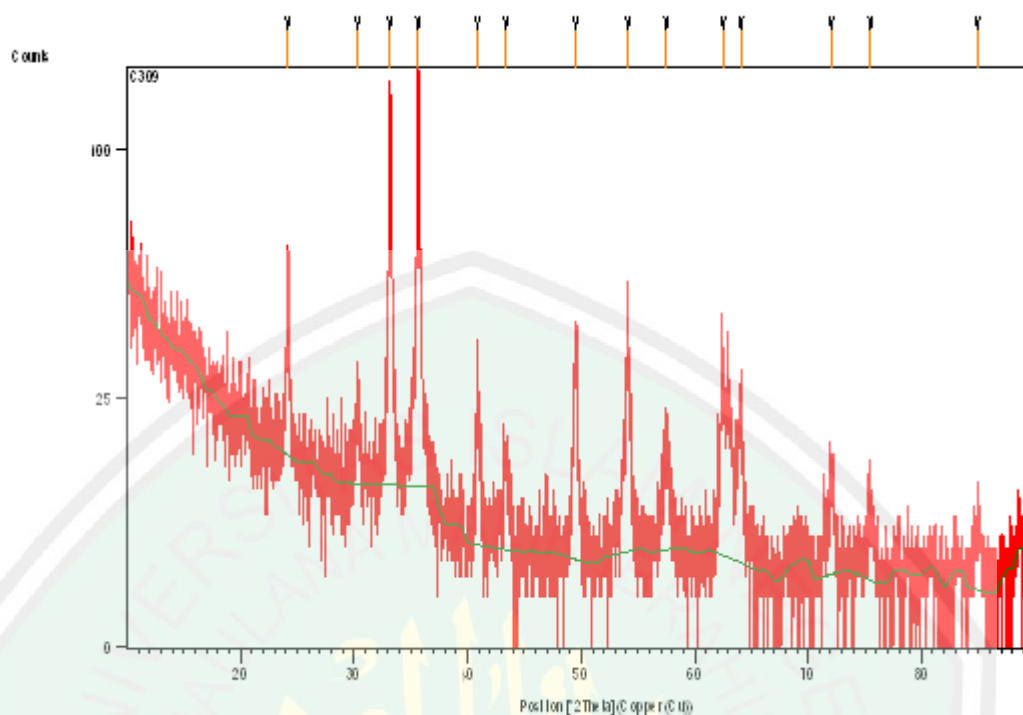
Gambar L.6.2 Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi urea 1 M sesudah kalsinasi

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
24,1032	134,80	0,2007	3,69237	32,02
33,0867	420,97	0,2342	2,70750	100,00
35,5819	386,81	0,2342	2,52316	91,88
40,7770	98,53	0,2676	2,21289	23,41
49,4145	134,28	0,2007	1,84443	31,90
54,0696	159,30	0,3346	1,69611	37,84
62,4469	144,39	0,2007	1,48721	34,30
63,9083	102,42	0,3346	1,45669	24,33
72,2062	38,91	0,6691	1,30836	9,24

## Basic Data Process

Raw Data Origin	: XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis	: Gonio
Start Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	: 10,0100
End Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	: 89,9900
Step Size [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	: 0,0200
Scan Step Time [s]	: 0,7000
Scan Type	: Continuous
Offset [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	: 0,0000
Divergence Slit Type	: Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	: 0,9570
Specimen Length [mm]	: 10,00
Receiving Slit Size [mm]	: 0,1000
Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ]	: 25,00
Anode Material	: Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	: 1,54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	: 1,54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	: 1,39225
K-A2 / K-A1 Ratio	: 0,50000
Generator Settings	: 30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	: 0000000011063758
Diffractometer Number	: 0
Goniometer Radius [mm]	: 240,00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	: 91,00
Incident Beam Monochromator	: No
Spinning	: No

### 6.1.3 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 1,5 M

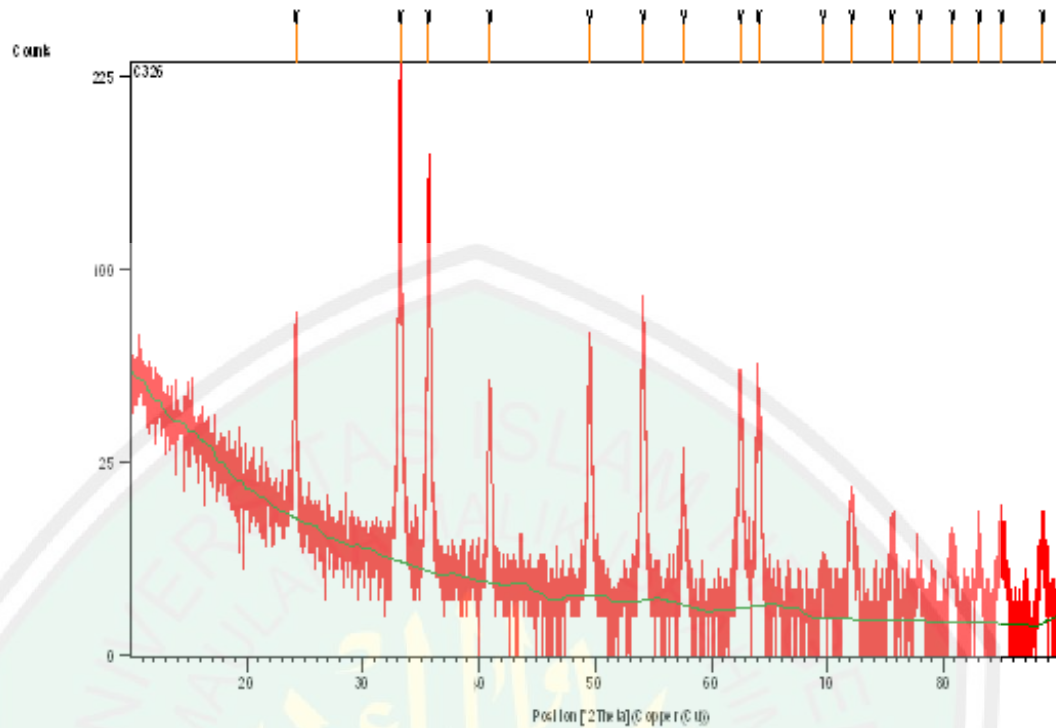


Gambar L.6.3 Difraktogram hematit variasi urea 1,5 M sesudah kalsinasi

Tabel L.6.3 Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi urea 1,5 M sesudah kalsinasi

Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
24,1680	45,30	0,1574	3,68260	37,30
30,2859	14,20	0,4723	2,95120	11,69
33,1786	113,62	0,1968	2,70021	93,57
35,6581	121,44	0,2362	2,51794	100,00
40,8828	23,54	0,3149	2,20741	19,38
43,3953	9,60	0,6298	2,08526	7,90
49,4899	31,25	0,3149	1,84179	25,73
54,1009	36,04	0,3936	1,69521	29,67
57,4739	12,34	0,6298	1,60348	10,16
62,5015	30,71	0,3149	1,48605	25,29
64,0557	24,69	0,3149	1,45369	20,33
72,0447	9,03	0,6298	1,31089	7,43
75,4743	7,23	0,4723	1,25962	5,95
84,9290	4,45	0,9600	1,14096	3,67

### 6.1.4 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 4,5 M



Gambar L.6.4 Difraktogram hematit variasi urea 4,5 M sesudah kalsinasi

Tabel L.6.4 Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi urea 4,5 M sesudah kalsinasi

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
24,1873	59,32	0,1968	3,67971	35,78
33,2112	165,79	0,0984	2,69764	100,00
35,6784	141,69	0,2755	2,51655	85,47
40,8969	45,93	0,1968	2,20668	27,70
49,5333	62,52	0,2755	1,84028	37,71
54,1203	78,35	0,2362	1,69464	47,26
57,6262	16,63	0,3149	1,59961	10,03
62,4781	46,10	0,3149	1,48655	27,81
64,0510	47,50	0,2362	1,45378	28,65
69,6226	3,67	0,6298	1,35045	2,21
72,1094	15,39	0,3936	1,30988	9,29
75,5600	7,53	0,4723	1,25840	4,54
77,8993	3,70	0,6298	1,22636	2,23
80,7893	5,50	0,4723	1,18963	3,31
83,0812	8,01	0,3936	1,16254	4,83
85,0369	9,24	0,6298	1,14073	5,57
88,5762	10,43	0,5760	1,10316	6,29

### Lampiran 7. Perhitungan Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis

Ukuran kristal pigmen hematit dapat diukur menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* (persamaan 3.3). Data-data untuk perhitungan ukuran kristal pigmen hematit pada salah satu puncak difraktogram hasil karakterisasi XRD hematit variasi urea 1 M adalah:

$$\begin{aligned}\lambda (K\alpha) &= 1,54060 \text{ (nm)} \\ \beta \text{ (FWHM)} &= 0,2342 \times 3,14 : 180:0,0041 \\ 2\theta &= 33,0867 \\ \theta &= 16,54335 \\ \cos \theta &= 0,9586\end{aligned}$$

Sehingga ukuran kristal pigmen hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0041 \times 0,9586} = 354,0372 \text{ \AA} = 35,4037 \text{ nm}$$

Perhitungan variasi lain dan posisi 2 Theta yang berbeda dilakukan dengan cara yang sama sehingga diperoleh hasil perhitungan berikut:

Tabel L.7.1 Ukuran kristal sampel hematit variasi konsentrasi urea

Sampel	2 Theta	Ukuran Kristal (nm)
Sampel sebelum kalsinasi	19,1711	48,1585
	23,2766	80,8973
Hematit 1 M	33,0867	35,4037
	35,5819	35,6427
	54,0696	26,6688
Hematit 1,5 M	33,1786	42,1419
	35,6581	35,3484
	54,1009	22,6743
Hematit 4,5 M	33,2112	84,2910
	35,6784	30,3077
	54,1203	37,7874

## Lampiran 8. Hasil Karakterisasi *Color Reader*

Tabel L.8.1 Data hasil uji warna pigmen hematit

Sampel	Warna		
	L	a*	b*
Hematit 1 M	36,7	25,4	18,4
Hematit 1,5 M	35,6	25,8	22,2
Hematit 4,5 M	33,1	18,2	14,4

Perhitungan untuk mencari nilai C\* dan H°

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

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

### 8.1 Hematit 1 M

$$C^* = [(25,4)^2 + (18,4)^2]^{1/2} \quad H^\circ = \tan^{-1} (18,4/25,4)$$

$$C^* = [645,16 + 338,56]^{1/2} \quad H^\circ = \tan^{-1} (0,724)$$

$$C^* = 31,35 \quad H^\circ = 35,92$$

### 8.2 Hematit 1,5 M

$$C^* = [(25,8)^2 + (22,2)^2]^{1/2} \quad H^\circ = \tan^{-1} (22,2/25,8)$$

$$C^* = [665,64 + 492,84]^{1/2} \quad H^\circ = \tan^{-1} (0,860)$$

$$C^* = 34,04 \quad H^\circ = 40,71$$

### 8.3 Hematit 4,5 M

$$C^* = [(18,2)^2 + (14,4)^2]^{1/2} \quad H^\circ = \tan^{-1} (14,4/18,2)$$

$$C^* = [331,24 + 207,36]^{1/2} \quad H^\circ = \tan^{-1} (0,791)$$

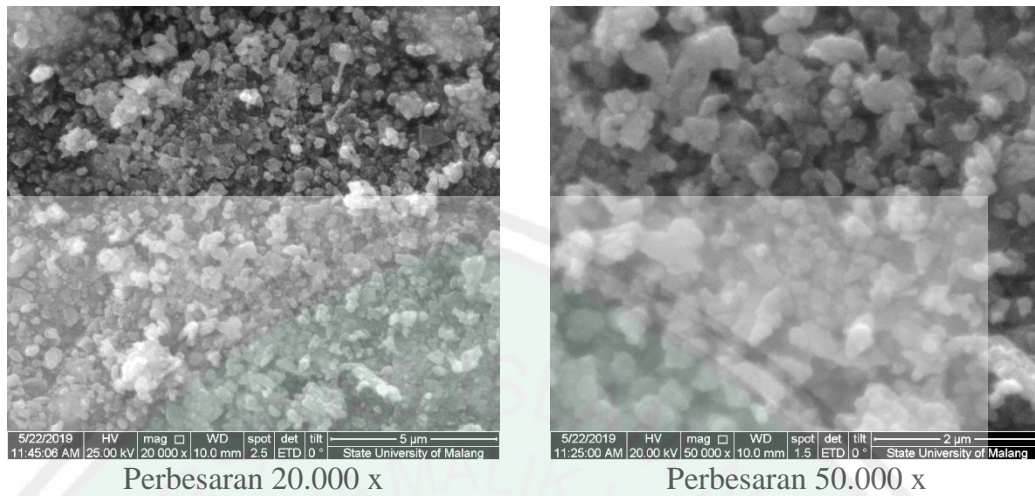
$$C^* = 23,21 \quad H^\circ = 38,35$$

Tabel L.8.2 Nilai warna pigmen hematit variasi konsentrasi agen pengendap urea

Uji warna	Standar Hematit	Standar Maghemit	Hematit 1 M	Hematit 1,5 M	Hematit 4,5 M
L*	25-45 (27)	24-37 (31)	36,7	35,6	33,1
a*			25,4	25,8	18,2
b*			18,4	22,2	14,4
C*	9-42 (29)	15-24 (20)	31,348	34,036	23,208
H°	21-57 (42)	61-72 (67)	35,92	40,71	38,35

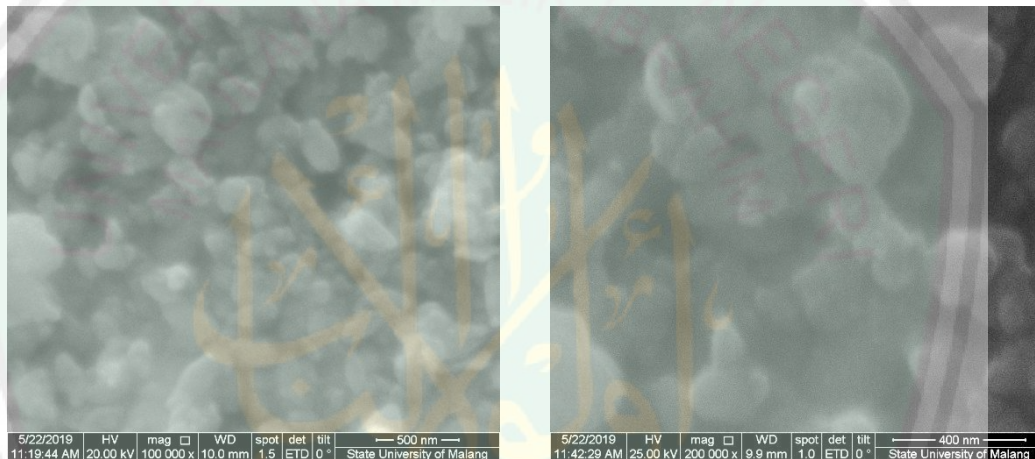
## Lampiran 9. Hasil Karakterisasi SEM dan SEM-EDX serta Pengukuran Ukuran Partikel Menggunakan *Software Image-J*

### 9.1 Hasil SEM sampel hematit 1 M



Perbesaran 20.000 x

Perbesaran 50.000 x

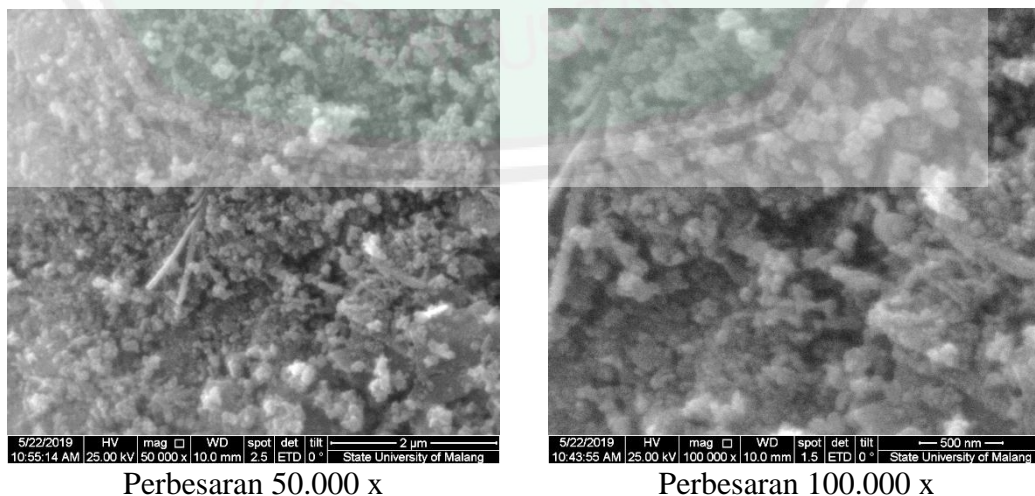


Perbesaran 100.000 x

Perbesaran 200.000 x

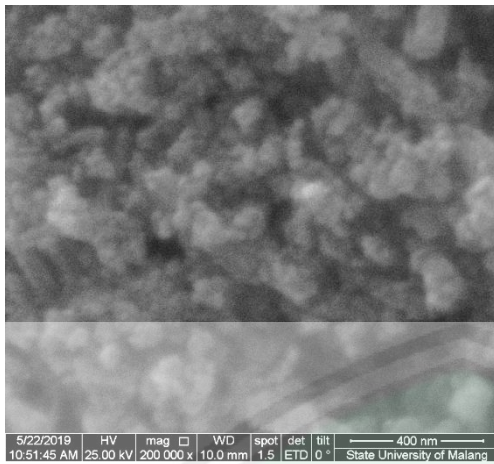
Gambar L.9.1 Mikrograf SEM hematit 1 M pada berbagai perbesaran

### 9.2 Hasil SEM-EDX sampel hematit 1,5 M



Perbesaran 50.000 x

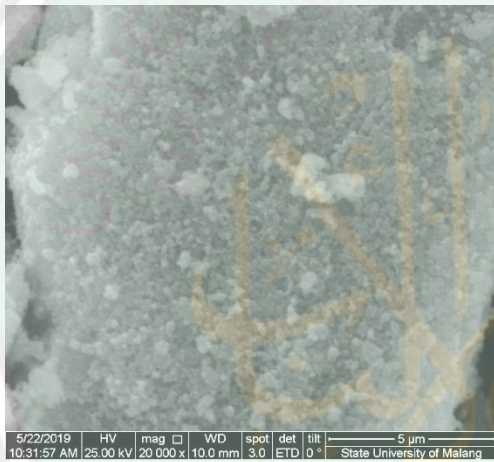
Perbesaran 100.000 x



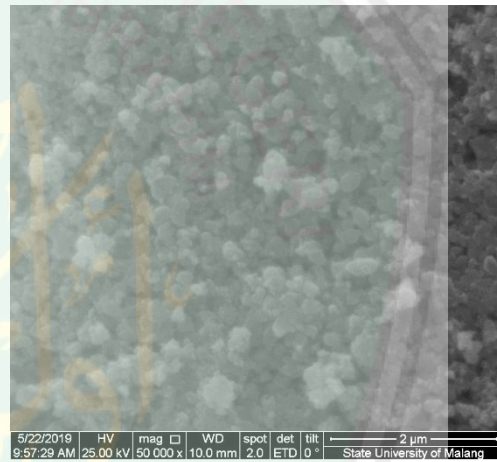
Perbesaran 200.000 x

Gambar L.9.2 Mikrograf SEM hematit 1,5 M pada berbagai perbesaran

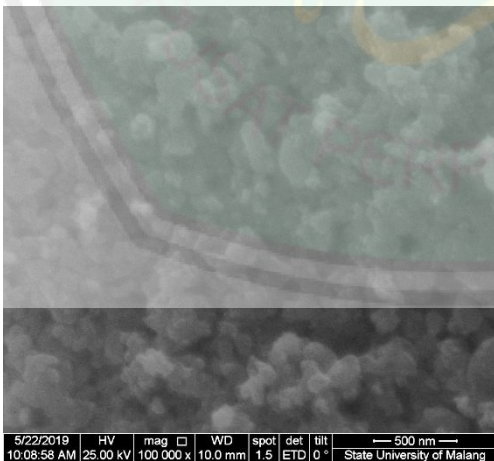
### 9.3 Hasil SEM Sampel Hematit 4,5 M



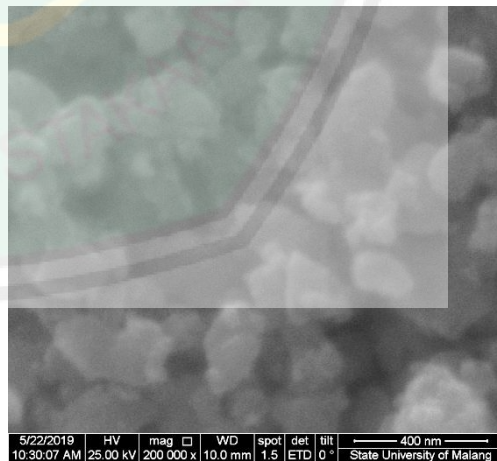
Perbesaran 20.000 x



Perbesaran 50.000 x



Perbesaran 100.000 x

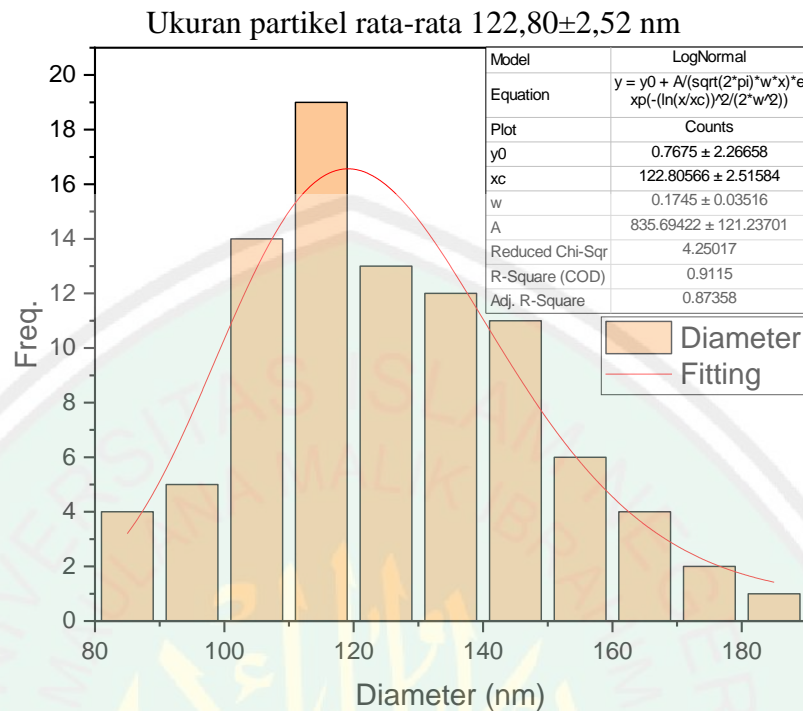


Perbesaran 200.000 x

Gambar L.9.3 Mikrograf SEM hematit 4,5 M pada berbagai perbesaran

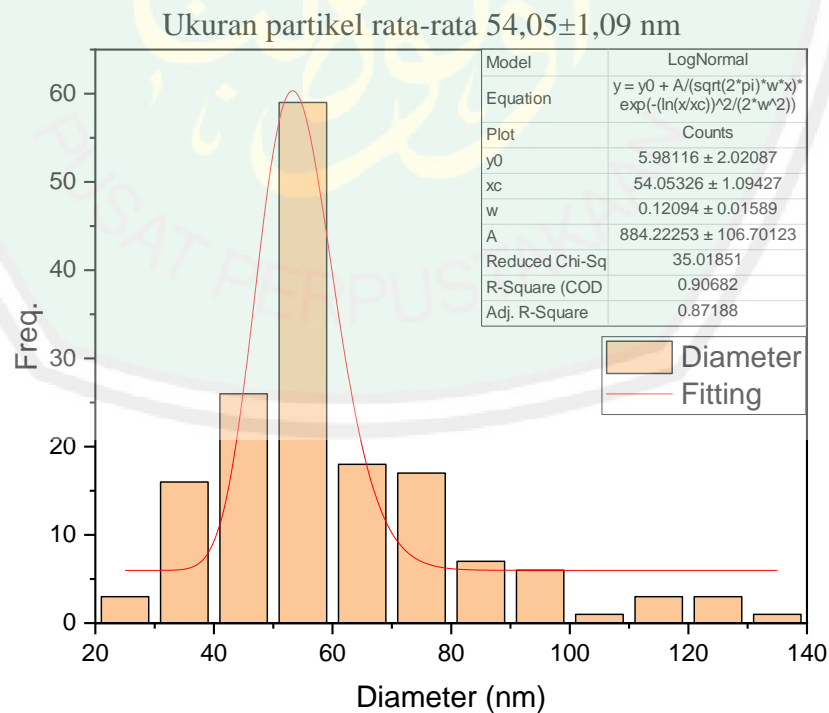
## 9.4 Hasil Pengukuran Distribusi Ukuran Partikel dengan Image-J pada perbesaran 50.000 x

### 9.4.1 Hematit 1 M



Gambar L.9.4 Distribusi ukuran partikel sampel hematit 1 M

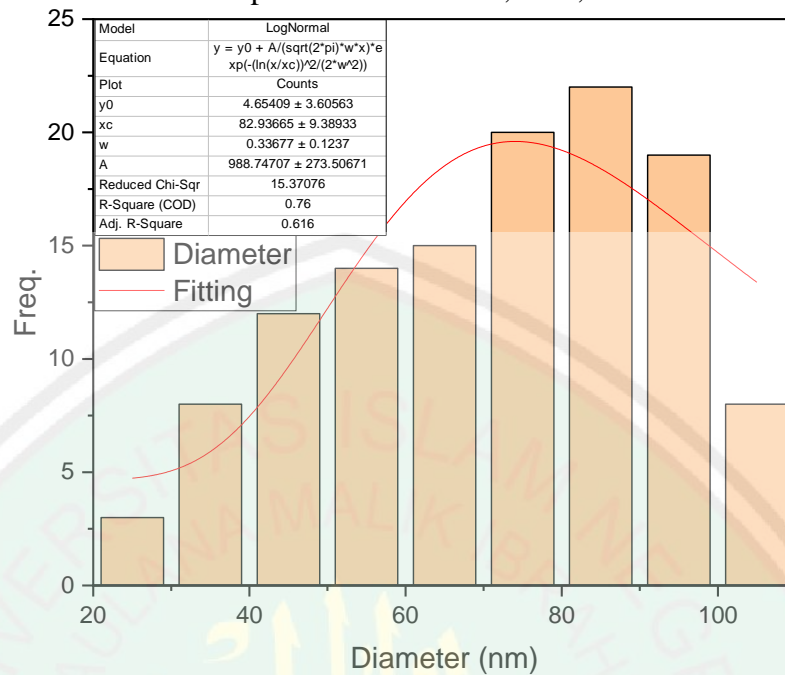
### 9.4.2 Hematit 1,5 M



Gambar L.9.5 Distribusi ukuran partikel sampel hematit 1,5 M

### 9.4.3 Hematit 4,5 M

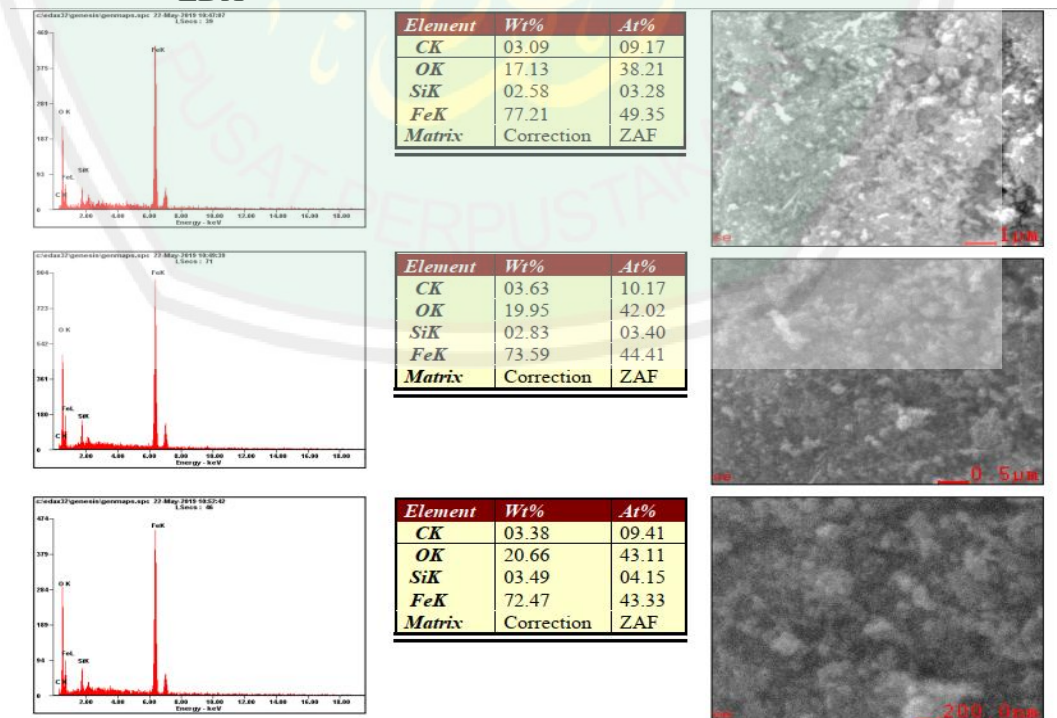
Ukuran partikel rata-rata  $82,94 \pm 9,39$  nm



Gambar L.9.6 Distribusi ukuran partikel sampel hematit 4,5 M

### 9.5 Hasil Pengukuran Komposisi Unsur pada Hematit 1,5 M dengan SEM-EDX

Tabel L.9.1 Komposisi unsur hematit variasi urea 1,5 M berdasarkan hasil SEM-EDX



**Lampiran 10. Hasil Uji Daya Swelling Kayu Terpigmentasi Hematit**  
**10.1 Hasil Perubahan Dimensi (Swelling) Kayu Terpigmentasi Hematit Selama 1 Minggu**

Tabel L.10.1 Perubahan dimensi (*swelling*) kayu terpigmentasi hematit selama 1 minggu

No. sampel	Perlakuan pada kayu	Ukuran sebelum <i>swelling</i>			Volume awal	Ukuran sesudah <i>swelling</i>			Volume akhir	Swelling (%)	Rata-rata
		Panjang	Lebar	Tinggi		Panjang	Lebar	Tinggi			
1.	Hematit (1 M)	11.33	9.8	4.8	532.9632	11.6	10.15	5.12	602.8288	13.1089	14.21442
2.		11.19	9.8	4.6	504.4452	11.79	10.4	4.7	576.2952	14.24337	
3.		11.58	9.65	4.54	507.3314	12.01	10.21	4.77	584.9074	15.291	
4.	Hematit (1,5 M)	11.18	9.9	4.72	522.419	11.7	10.28	5.01	602.5828	15.34472	15.52457
5.		11.73	9.79	3.74	429.4893	12.11	10.03	4.07	494.3556	15.10314	
6.		10.83	9.56	4.63	479.3661	11.28	9.87	5	556.668	16.12585	
7.	Hematit (4,5 M)	11.33	9.95	4.54	511.8101	11.67	10.33	5.01	603.961	18.00491	16.41523
8.		11.03	9.89	4.81	524.707	11.55	10.45	5.1	615.5573	17.31447	
9.		11.02	9.92	4.77	521.4488	11.41	10.31	5.05	594.0674	13.92631	
10.	Larutan serlak	11.13	9.62	4.61	493.5955	11.6	10.22	4.86	576.1627	16.72772	20.12281
11.		11.36	9.79	4.53	503.8012	11.9	10.4	4.9	606.424	20.36969	
12.		11.17	9.68	4.56	493.0527	11.71	10.36	5.01	607.7912	23.27102	
13.	Kontrol	10.95	9.79	4.73	507.0584	11.61	10.39	5.24	632.0902	24.65827	24.6166
14.		11.22	9.76	4.65	509.2085	11.84	10.55	5.11	638.3003	25.35147	
15.		11.55	9.88	4.8	547.7472	11.91	10.89	5.23	678.3305	23.84006	

## 10.2 Hasil Perubahan Dimensi (*Swelling*) Kayu Terpigmentasi Hematit Selama 2 Minggu

Tabel L.10.2 Perubahan dimensi (*swelling*) kayu terpigmentasi hematit selama 2 minggu

No. sampel	Perlakuan pada kayu	Ukuran sebelum <i>swelling</i>			Volume awal	Ukuran sesudah <i>swelling</i>			Volume akhir	<i>Swelling</i> (%)	Rata-rata
		Panjang	Lebar	Tinggi		Panjang	Lebar	Tinggi			
1.	Hematit (1 M)	11	9.53	4.44	465.4452	11.35	10.16	4.61	531.6068	14.21468	14.86805
2.		11.04	10	4.84	534.336	11.41	10.45	5.2	620.0194	16.03549	
3.		11.38	9.91	4.45	501.8523	11.61	10.15	4.87	573.8881	14.35398	
4.	Hematit (1,5 M)	11.37	9.82	4.64	518.0718	11.67	10.14	5.15	609.4191	17.63217	16.17661
5.		11.63	9.81	4.7	536.2244	11.45	10.46	5.11	612.0094	14.13307	
6.		11.25	9.9	4.74	527.9175	11.57	10.55	5.05	616.4207	16.76458	
7.	Hematit (4,5 M)	11.04	9.84	4.54	493.1965	11.5	10.31	4.92	583.3398	18.27735	17.18677
8.		11.16	9.88	4.79	528.1492	11.47	10.31	5.15	609.0169	15.31151	
9.		11	9.8	4.74	510.972	11.48	10.76	4.88	602.801	17.97144	
10.	Larutan serlak	11.54	10	4.84	558.536	11.98	10.61	5.26	668.587	19.70348	21.90131
11.		11.3	9.9	4.41	493.3467	11.67	10.25	5.08	607.6569	23.17036	
12.		12.02	9.86	4.12	488.2909	12.52	10.28	4.66	599.7681	22.83009	
13.	Kontrol	10.91	9.91	4.79	517.8857	11.25	10.52	5.52	653.292	26.14598	26.32442
14.		11.13	9.81	4.54	495.7013	11.57	10.3	5.31	632.798	27.65713	
15.		11.36	9.97	4.57	517.5945	11.6	10.42	5.36	647.8739	25.17016	

### 10.3 Hasil Perubahan Dimensi (*Swelling*) Kayu Terpigmentasi Hematit Selama 3 Minggu

Tabel L.10.3 Perubahan dimensi (*swelling*) kayu terpigmentasi hematit selama 3 minggu

No. sampel	Perlakuan pada kayu	Ukuran sebelum <i>swelling</i>			Volume awal	Ukuran sesudah <i>swelling</i>			Volume akhir	<i>Swelling</i> (%)	Rata-rata
		Panjang	Lebar	Tinggi		Panjang	Lebar	Tinggi			
1.	Hematit (1 M)	11.5	9.74	3.64	407.7164	11.78	10.16	3.99	477.5424	17.12611	15.83872
2.		10.99	9.86	4.59	497.3788	11.59	10.28	4.82	574.2799	15.46126	
3.		10.95	9.83	4.5	484.3733	11.11	10.31	4.86	556.6843	14.92879	
4.	Hematit (1,5 M)	10.9	10.09	4.63	509.212	11.39	10.54	5.04	605.055	18.82182	18.45759
5.		11.23	9.84	4.81	531.5204	11.63	10.24	5.25	625.2288	17.63026	
6.		11.07	9.89	4.46	488.2911	11.48	10.26	4.93	580.6791	18.92068	
7.	Hematit (4,5 M)	11.15	9.83	4.66	510.757	11.43	10.37	5.11	605.6837	18.5855	19.79432
8.		11.28	9.64	4.77	518.686	11.71	10.21	5.25	627.6853	21.0145	
9.		11.17	9.86	4.32	475.7884	11.47	10.33	4.81	569.9133	19.78294	
10.	Larutan serlak	11.22	9.84	4.74	523.3188	11.79	10.47	5.34	659.1765	25.96081	25.74854
11.		10.91	9.98	4.75	517.1886	11.34	10.64	5.38	649.1379	25.51281	
12.		11.16	9.95	4.78	530.7808	11.59	10.53	5.47	667.5736	25.772	
13.	Kontrol	11.6	9.86	4.05	463.2228	12.51	10.38	4.56	592.1333	27.82906	30.54293
14.		11.1	9.96	4.83	533.9855	11.91	10.48	5.49	685.2442	28.32638	
15.		10.84	9.84	4.17	444.7956	11.66	10.59	4.88	602.5795	35.47336	

#### 10.4 Perhitungan % *Anti Swelling Efficiency* (ASE) 1 Minggu

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 1 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(24.6166-14.21442)}{24.6166} \times 100\% \\ &= 42.26 \end{aligned}$$

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 1,5 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(24.6166-15.52457)}{24.6166} \times 100\% \\ &= 36.93 \end{aligned}$$

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 4,5 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(24.6166-16.41523)}{24.6166} \times 100\% \\ &= 33.32 \end{aligned}$$

Kayu pemberian larutan serlak

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(24.6166-19.24763)}{24.6166} \times 100\% \\ &= 21.81 \end{aligned}$$

#### 10.5 Perhitungan % *Anti Swelling Efficiency* (ASE) 2 Minggu

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 1 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(26.3244-14.86805)}{26.3244} \times 100\% \\ &= 43.52 \end{aligned}$$

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 1,5 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(26.3244-16.17661)}{26.3244} \times 100\% \\ &= 38.55 \end{aligned}$$

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 4,5 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(26.3244-17.18677)}{26.3244} \times 100\% \\ &= 34.71 \end{aligned}$$

Kayu pemberian larutan serlak

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(26.3244-21.90131)}{26.3244} \times 100\% \\ &= 16.80 \end{aligned}$$

### 10.6 Perhitungan % Anti Swelling Efficiency (ASE) 3 Minggu

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 1 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(30.54293-15.8387)}{30.54293} \times 100\% \\ &= 48.14 \end{aligned}$$

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 1,5 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(30.54293-18.4576)}{30.54293} \times 100\% \\ &= 39.57 \end{aligned}$$

Kayu terpigmentasi hematit variasi urea 4,5 M

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(30.54293-19.7943)}{30.54293} \times 100\% \\ &= 35.19 \end{aligned}$$

Kayu pemberian larutan serlak

$$\begin{aligned} \text{ASE} &= \frac{(30.54293-25.74854)}{30.54293} \times 100\% \\ &= 15.70 \end{aligned}$$

Tabel L.10.4 Daya *swelling* kayu terpigmentasi hematit

Perlakuan kayu terpigmentasi	1 minggu		2 minggu		3 minggu	
	% <i>Swelling</i>	% ASE	% <i>Swelling</i>	% ASE	% <i>Swelling</i>	% ASE
Hematit 1 M	14,21	42,26	14,87	43,52	15,84	48,14
Hematit 1,5 M	15,52	36,93	16,18	38,55	18,46	39,57
Hematit 4,5 M	16,42	33,32	17,19	34,71	19,79	35,19
larutan serlak	20,12	21,81	21,90	16,80	25,75	15,70
Kontrol	24,62		26,32		30,54	

## Lampiran 11. Dokumentasi

### 11.1 Preparasi Sampel



Gambar L.11.1 Limbah bubuk besi sebelum preparasi



Gambar L.11.2 Limbah bubuk besi sesudah preparasi

### 11.2 Pembuatan Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$



Gambar L.11.3 Destruksi limbah dengan 100 mL  $\text{HNO}_3$  7 M



Gambar L.11.4 Pemanasan prekursor hingga *slurry*

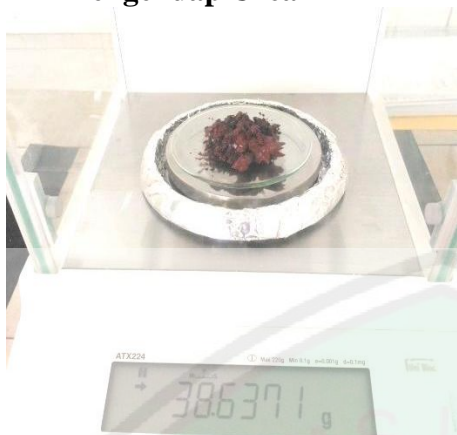


Gambar L.11.5 Prekursor yang telah berbentuk lumpur

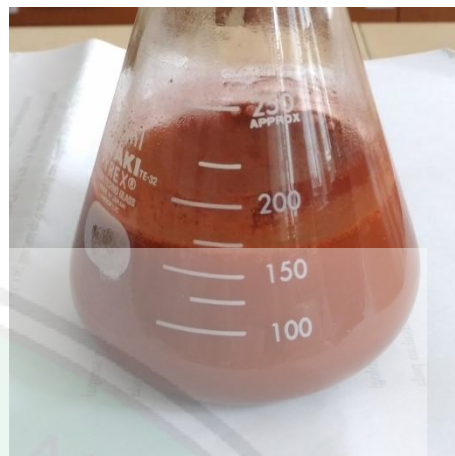


Gambar L.11.6 Endapan merah yang terbentuk pada uji keberadaan  $\text{Fe}^{3+}$

### 11.3 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea



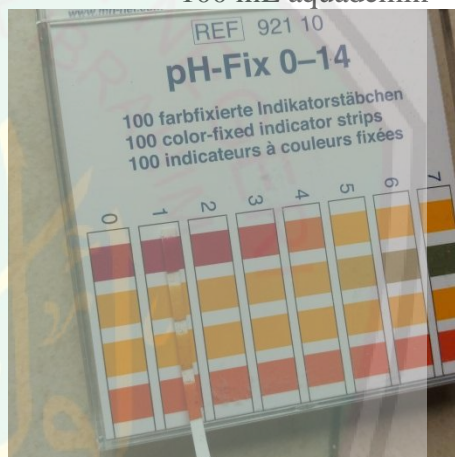
Gambar L.11.7 Penimbangan prekursor



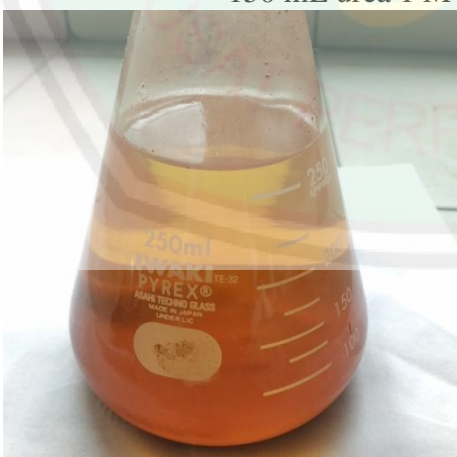
Gambar L.11.8 Larutan prekursor dalam 100 mL aquademin



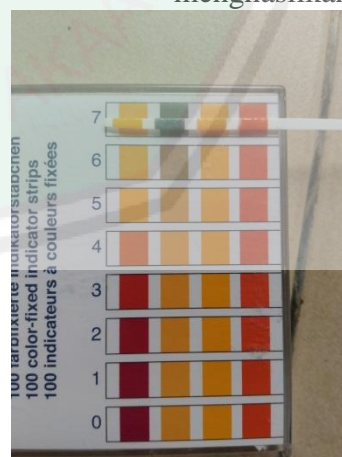
Gambar L.11.9 Campuran larutan prekursor dengan 150 mL urea 1 M



Gambar L.11.10 Larutan prekursor dan urea 1 M yang menghasilkan pH 1



Gambar L.11.11 Larutan prekursor dan urea 1 M setelah didiamkan 24 jam



Gambar L.11.12 Larutan yang telah dinetralkan dengan aquademin yang menghasilkan pH 7



Gambar L.11.13 Penyaringan campuran yang telah netral



Gambar L.11.14 PEG-6000 yang sudah mencair



Gambar L.11.15 Campuran PEG-6000 dengan besi oksida sebelum sonikasi



Gambar L.11.16 Campuran PEG-6000 dengan besi oksida sesudah sonikasi



Gambar L.11.17 Campuran PEG-6000 dengan besi oksida sesudah sonikasi yang telah dihaluskan



Gambar L.11.18 Hematit variasi urea 1 M sesudah kalsinasi

## 11.4 Aplikasi Hasil Sintesis Pada Kayu



Gambar L.11.19 Serlak



Gambar L.11.20 Larutan serlak dan metanol



Gambar L.11.21 Kayu terpigmentasi hematit



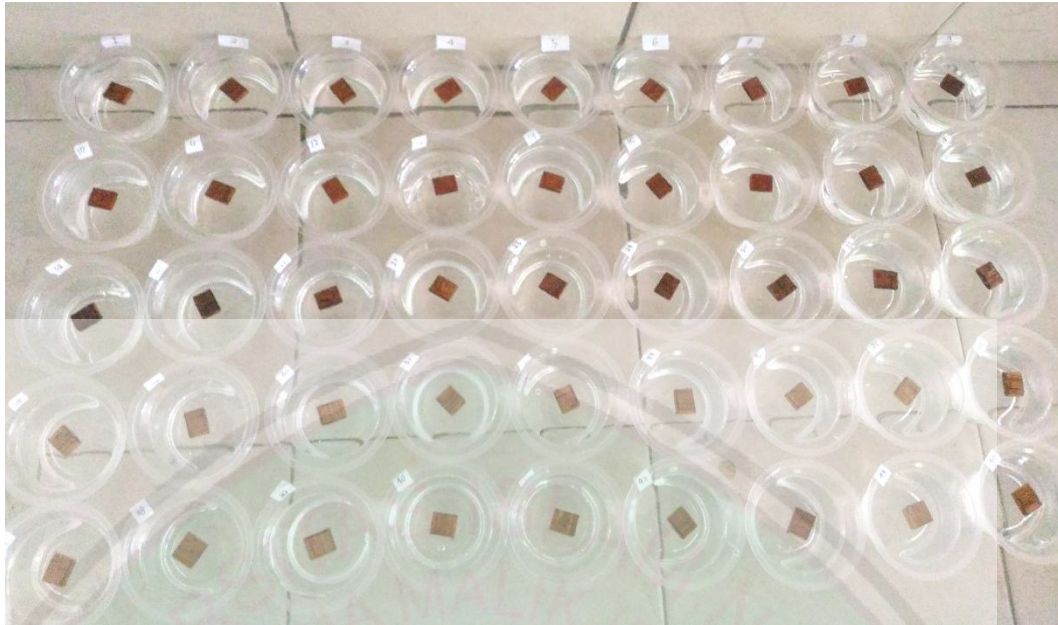
Gambar L.11.22 Pengukuran panjang kayu dengan jangka sorong



Gambar L.11.23 Pengukuran lebar kayu dengan jangka sorong



Gambar L.11.24 Pengukuran tebal kayu dengan jangka sorong

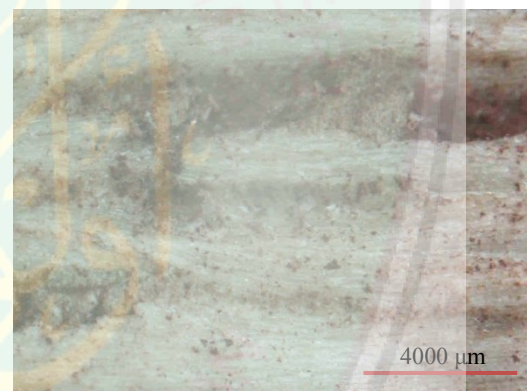


Gambar L.11.25 Proses perendaman sampel kayu

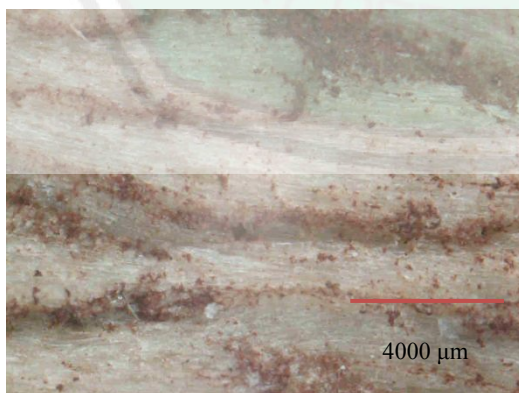
**11.4.1 Pengamatan menggunakan mikroskop optik pada kayu sebelum uji swelling**



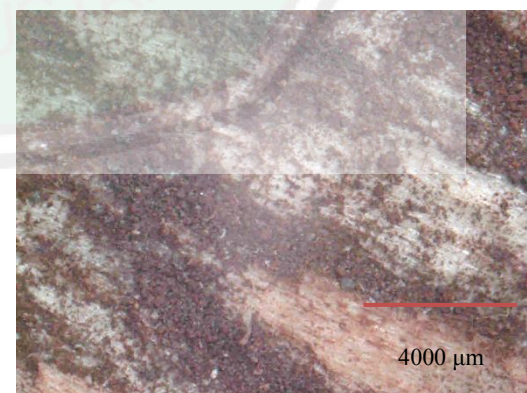
Gambar L.11.26 Kayu Akasia



Gambar L.11.27 Kayu terpigmentasi hematit 1 M

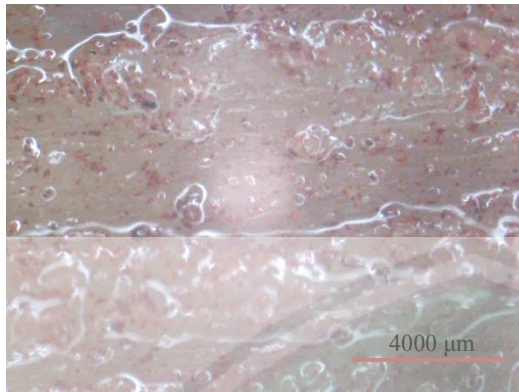


Gambar L.11.28 Kayu terpigmentasi hematit 1,5 M

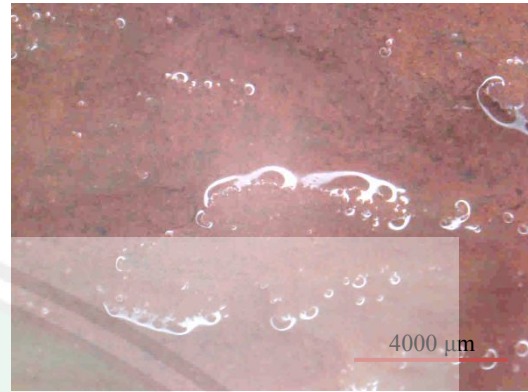


Gambar L.11.29 Kayu terpigmentasi hematit 4,5 M

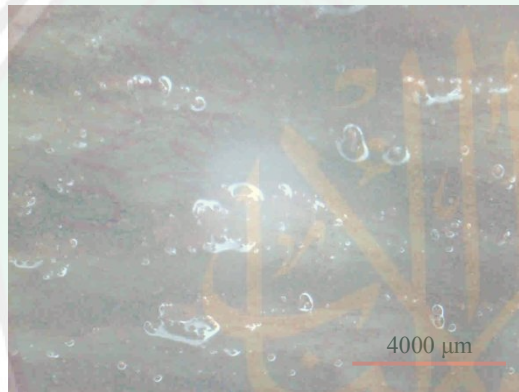
#### 11.4.2 Pengamatan menggunakan mikroskop optik pada kayu sesudah uji *swelling* 1 minggu



Gambar L.11.30 Kayu terpigmentasi hematit 1 M setelah uji *swelling* 1 minggu



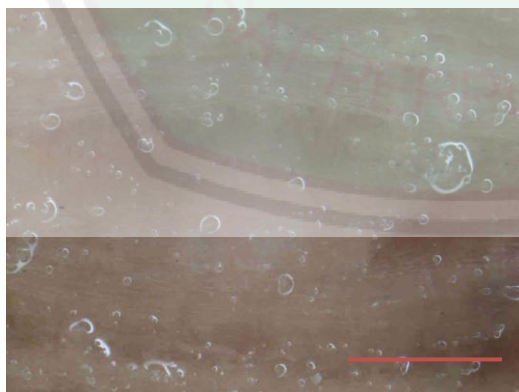
Gambar L.11.31 Kayu terpigmentasi hematit 1,5 M setelah uji *swelling* 1 minggu



Gambar L.11.32 Kayu terpigmentasi hematit 4,5 M setelah uji *swelling* 1 minggu

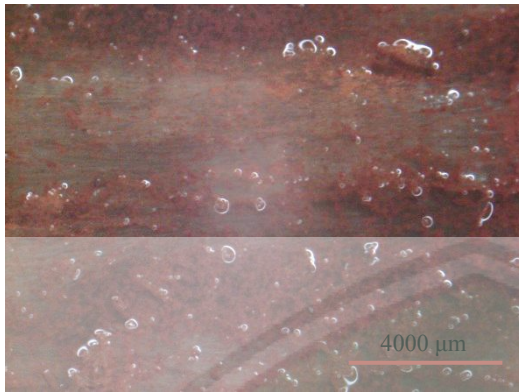


Gambar L.11.33 Kayu pengolesan serlak setelah uji *swelling* 1 minggu

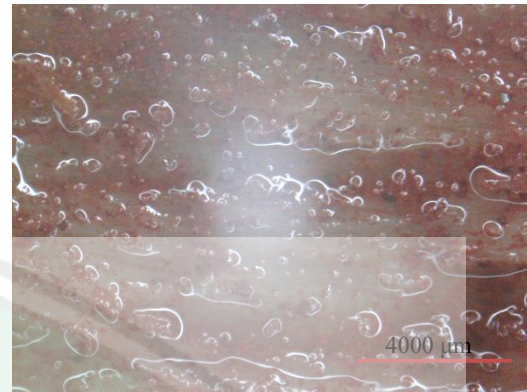


Gambar L.11.34 Kayu sebagai kontrol setelah uji *swelling* 1 minggu

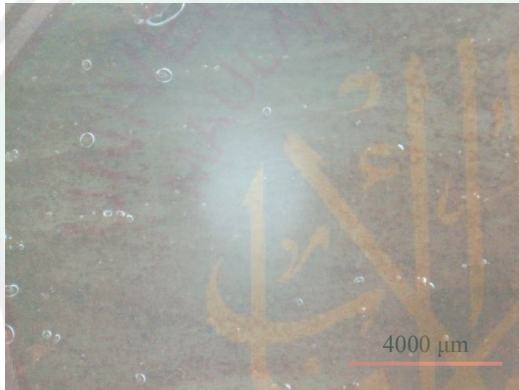
### 11.4.3 Pengamatan menggunakan mikroskop optik pada kayu sesudah uji *swelling* 2 minggu



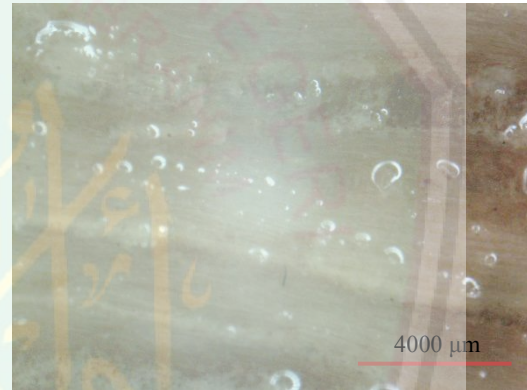
Gambar L.11.35 Kayu terpigmentasi hematit 1 M setelah uji *swelling* 2 minggu



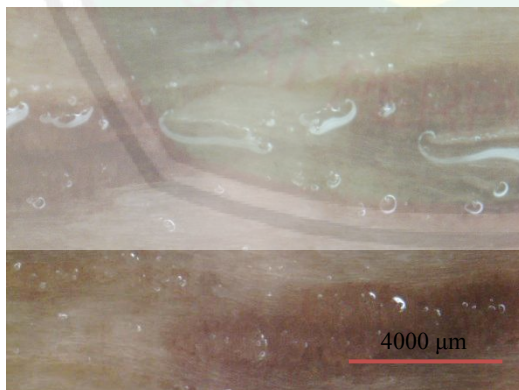
Gambar L.11.36 Kayu terpigmentasi hematit 1,5 M setelah uji *swelling* 2 minggu



Gambar L.11.37 Kayu terpigmentasi hematit 4,5 M setelah uji *swelling* 2 minggu

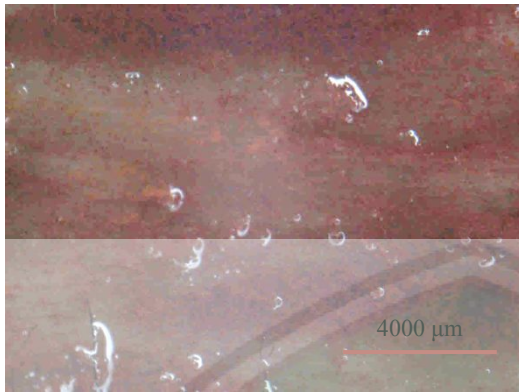


Gambar L.11.38 Kayu pengolesan serlak setelah uji *swelling* 2 minggu

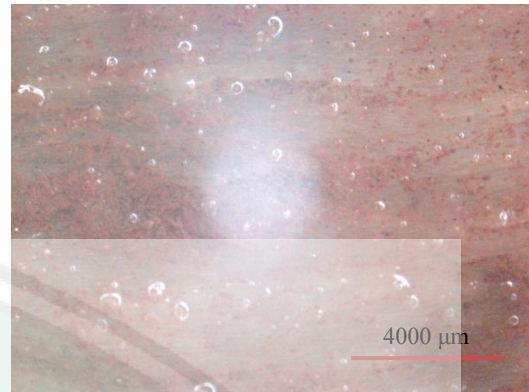


Gambar L.11.39 Kayu sebagai kontrol setelah uji *swelling* 2 minggu

#### 11.4.4 Pengamatan menggunakan mikroskop optik pada kayu sebelum uji *swelling* 3 minggu



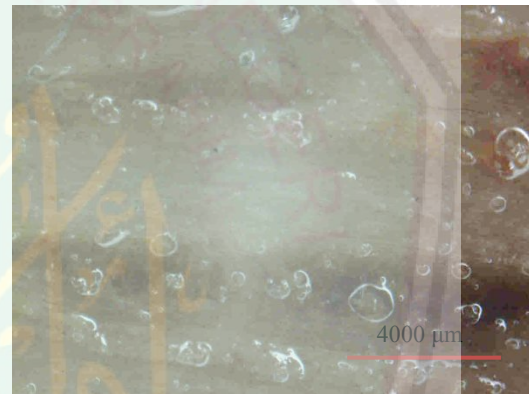
Gambar L.11.40 Kayu terpigmentasi hematit 1 M setelah uji *swelling* 3 minggu



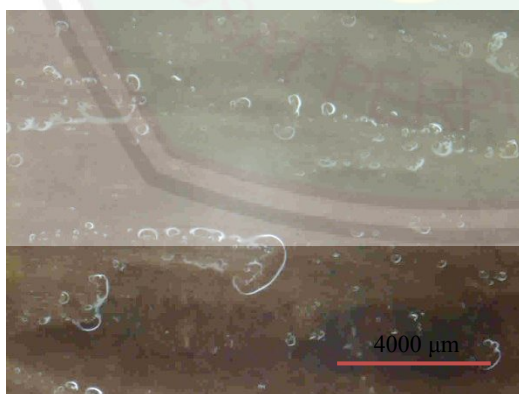
Gambar L.11.41 Kayu terpigmentasi hematit 1,5 M setelah uji *swelling* 3 minggu



Gambar L.11.42 Kayu terpigmentasi hematit 4,5 M setelah uji *swelling* 3 minggu



Gambar L.11.43 Kayu pengolesan serlak setelah uji *swelling* 3 minggu



Gambar L.11.44 Kayu sebagai kontrol setelah uji *swelling* 3 minggu