

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI KONSENTRASI Na₂CO₃ MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

**Oleh:
ASMAUL DWI AYU SHOLEKAH
NIM. 15630044**



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

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI KONSENTRASI Na₂CO₃ MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:

**ASMAUL DWI AYU SHOLEKAH
NIM. 15630044**

Diajukan Kepada:

Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam

Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM

MALANG

2019

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI KONSENTRASI Na₂CO₃ MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:

ASMAUL DWI AYU SHOLEKAH
NIM. 15630044

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 27 November 2019

Pembimbing I


Eny Yulianti, M.Si
NIP. 19760611 200501 2 006

Pembimbing II


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

Mengetahui,
Ketua Jurusan



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

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
DENGAN VARIASI KONSENTRASI Na₂CO₃ MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
ASMAUL DWI AYU SHOLEKAH
NIM. 15630044

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Pengaji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 27 November 2019

Pengaji Utama	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003
Ketua Pengaji	: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc LB. 68004
Sekretaris Pengaji	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006
Anggota Pengaji	: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P NIP. 19750410 200501 2 009



(.....)
(.....)
(.....)



PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Asmaul Dwi Ayu Sholekah
NIM : 15630044
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : "Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Na₂CO₃ Menggunakan Metode Sonikasi."

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

Malang, 27 November 2019



Asmaul Dwi Ayu Sholekah
NIM. 15630044

MOTTO

“Do the best and pray. God will take care of the rest”

Lakukan Hal Yang Terbaik Lalu Berdoa
Tuhan Yang Akan Mengurus Sisanya



HALAMAN PERSEMBAHAN

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Puji syukur kehadirat Allah SWT, karena dengan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul "**Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Na_2CO_3 Menggunakan Metode Sonikasi**". Sholawat dan salam tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang telah menunjukkan jalan kebenaran bagi seluruh umat islam. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

1. Kedua orang tua tercinta Bapak Mashudi dan Ibu Endang Kiswatin yang telah memberikan banyak dukungan, perhatian, kasih sayang, nasihat, dan doa.
2. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku ibu pendamping yang telah memberikan dukungan, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
3. Eny Yulianti, M.Si selaku pembimbing yang telah memberikan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
4. Semua dosen kimia UIN Malang, ustaz-ustadzah PPRJ yang telah menyalurkan ilmu baik dunia maupun akhirat kepada penulis.
5. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2015, khususnya kelompok riset besi oksida 2018 yaitu Miftahul Jannah Fakhrudin, Nikmah H. Ulya, Roisyatul Habibah. Elok Dewi Rachmawati yang selalu memberi bantuan.
6. Sahabat Pondok Pesantren Raudhatul Jannah, khususnya santri PPRJ angkatan 2015 dan Sahabat-sahabat D.E.A.R (Dwiki Nur Inayah, Elliza, Asmaul Dwi Ayu S., Riris Medawati) yang telah mensupport dan memberikan motivasi selama penyusunan skripsi ini.
7. Seluruh staf laboran jurusan kimia UIN Malang yang selalu memberikan bantuan dalam proses penelitian.
8. Semua pihak yang turut membantu dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

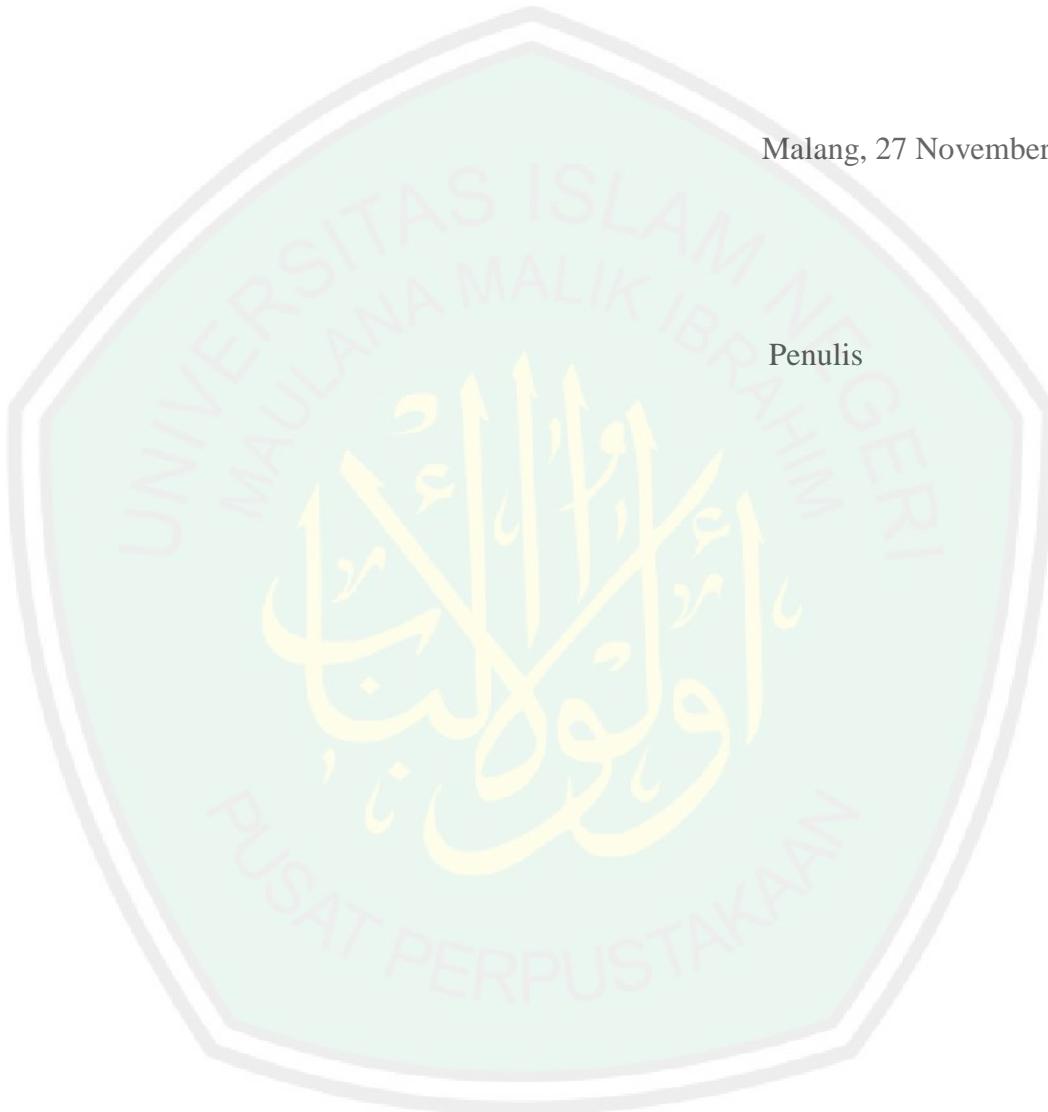
Puji syukur kehadirat Allah SWT, karena dengan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Na₂CO₃ Menggunakan Metode Sonikasi**”. Sholawat dan salam tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang telah menunjukkan jalan kebenaran bagi seluruh umat islam. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

9. Kedua orang tua tercinta Bapak Mashudi dan Ibu Endang Kiswatin yang telah memberikan banyak dukungan, perhatian, kasih sayang, nasihat, dan doa.
10. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
11. Ibu Eny Yulianti, M.Si selaku pembimbing yang telah memberikan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
12. Semua dosen kimia UIN Malang, ustaz-zustadzah PPRJ yang telah menyalurkan ilmunya baik ilmu dunia maupun akhirat kepada penulis.
13. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2015, khususnya kelompok riset besi oksida 2018 yaitu Miftahul Jannah Fakhrudin, Nikmah H. Ulya, Roisyatul Habibah, dan Elok Dewi Rachmawati yang selalu memberi bantuan.
14. Semua pihak yang turut membantu dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

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

Malang, 27 November 2019

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN.....	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR PERSAMAAN.....	xv
DAFTAR REAKSI.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
ABSTRAK	xviii
ABSTRACT	xix
الملخص	xx
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Potensi Limbah Bubut Besi Sebagai Besi Oksida	8
2.2 Potensi Besi Oksida Hematit Sebagai Pigmen	9
2.3 Metode Sintesis Hematit	12
2.4 Nanopartikel Hematit	15
2.5 Karakterisasi Pigmen Hematit (α -Fe ₂ O ₃)	15
2.5.1 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan X-Ray Diffraction (XRD)	15
2.5.2 Karakterisasi Warna Pigmen Nanopartikel Hematit (α -Fe ₂ O ₃)	16
2.5.3 Daya Swelling Kayu Terpigmentasi	18
2.5.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)	19
BAB III METODE PENELITIAN	20
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan	20
3.2.1 Alat.....	20
3.2.2 Bahan	20
3.3 Rancangan Penelitian	20
3.4 Tahapan Penelitian	21
3.5 Prosedur Penelitian.....	21
3.5.1 Preparasi Sampel	21
3.5.2 Pembuatan Prekursor Fe ³⁺	21
3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe ₂ O ₃) dengan Variasi	21

Konsentrasi Agen Pengendap	22
3.5.4 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis	23
3.5.4.1 Kolorimeter (<i>Color Reader</i>) Minolta CR-10	23
3.5.4.2 Difraksi Sinar-X (XRD)	23
3.5.4.3 SEM.....	23
3.5.5 Aplikasi Hasil Pigmen pada Balok Kayu.....	23
3.5.6 Analisis Data Penelitian	24
3.5.6.1 Distribusi Warna Pigmen	24
3.5.6.2 Analisis Hasil XRD	24
3.5.6.3 Analisis Daya <i>Swelling</i>	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	26
4.1 Preparasi Sampel Limbah Bubut Besi	26
4.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})	26
4.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap	28
4.4 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis	30
4.4.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	30
4.4.2 Kolorimeter (<i>Color Reader</i>) Minolta CR-10	34
4.4.3 Karakterisasi Pigmen Hematit dengan SEM.....	37
4.5 Aplikasi Daya <i>Swelling</i> Pigmen Hematit pada Balok Kayu	39
4.6 Keistimewaan dan Pemanfaatan Limbah Besi Sebagai Pigmen Hematit dalam Prespektif Islam.....	41
BAB V PENUTUP	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran.....	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	50

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Data kristalografi hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)	11
Tabel 4.1	Kandungan sampel limbah bubut besi	27
Tabel 4.2	Rata-rata ukuran kristal senyawa hasil sintesis	33
Tabel 4.3	Ukuran partikel hematit 0,5; 1; dan 2 M	38
Tabel L.3	Nilai standar K_{sp} senyawa hidroksida	55
Tabel L.5	Data <i>crystallite size</i> hematit 2 puncak tertinggi	66
Tabel L.6	Hasil analisa warna pigmen hematit dengan variasi konsentrasi agen pengendap Na_2CO_3	67
Tabel L.7.1	Hasil pengukuran balok kayu sebelum <i>swelling</i> hari ke-2	69
Tabel L.7.2	Hasil pengukuran balok kayu setelah <i>swelling</i> hari ke-2	69
Tabel L.7.3	Hasil pengukuran balok kayu sebelum <i>swelling</i> hari ke-4	70
Tabel L.7.4	Hasil pengukuran balok kayu setelah <i>swelling</i> hari ke-4	70
Tabel L.7.5	Hasil pengukuran balok kayu sebelum <i>swelling</i> hari ke-6	70
Tabel L.7.6	Hasil pengukuran balok kayu setelah <i>swelling</i> hari ke-6	71
Tabel L.7.7	Volume rata-rata balok kayu sebelum dan setelah <i>swelling</i> hari ke-2	71
Tabel L.7.8	Volume rata-rata balok kayu sebelum dan setelah <i>swelling</i> hari ke-4	71
Tabel L.7.9	Volume rata-rata balok kayu sebelum dan setelah <i>swelling</i> hari ke-6	71
Tabel L.7.10	Hasil perhitungan % daya <i>swelling</i>	72

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Warna pigmen oksida besi	9
Gambar 2.2	Struktur hematit.....	10
Gambar 2.3	Pola difraksi sinar-X senyawa hematit.....	15
Gambar 2.4	Pengukuran <i>color reader</i>	16
Gambar 2.5	Hasil karakterisasi SEM hematit pada 750 °C	18
Gambar 4.1	Hasil reaksi penambahan NaOH pada prekursor ferri	27
Gambar 4.2	Reaksi prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dengan aquademineral	28
Gambar 4.3	Penambahan Na_2CO_3 pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	29
Gambar 4.4	Pola difraksi XRD sampel sebelum kalsinasi	31
Gambar 4.5	Pola difraksi XRD senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi konsentrasi agen pengendap	32
Gambar 4.6	Perbesaran intensitas puncak difraksi XRD senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi konsentrasi agen pengendap	33
Gambar 4.7	Pigmen hematit dengan variasi konsentrasi agen pengendap	34
Gambar 4.8	Grafik hubungan nilai L^* dan konsentrasi agen pengendap	35
Gambar 4.9	Grafik hubungan nilai a^* dan b^* hasil kalsinasi	35
Gambar 4.10	Diagram warna kroma dan <i>hue</i>	36
Gambar 4.11	Hasil analisa SEM senyawa hematit (a) 0,5 M perbesaran 100.000× (b) 1 M perbesaran 100.000× (c) 2 M perbesaran 100.000×	38
Gambar 4.12	Uji daya <i>swelling</i> kayu terpigmentasi	39
Gambar 4.13	Permukaan hasil uji daya <i>swelling</i> pada balok kayu (a) hematit 0,5 M (b) hematit 1 M (c) hematit 2 M (d) sirlak + metanol (e) tanpa penambahan	40
Gambar L.8.1	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 0,5 M hari ke-2.....	73
Gambar L.8.2	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 1 M hari ke-2.....	73
Gambar L.8.3	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 2 M hari ke-2.....	73
Gambar L.8.4	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan sirlak + metanol hari ke-2.....	73
Gambar L.8.5	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 0,5 M hari ke-2.....	73
Gambar L.8.6	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 1 M hari ke-2.....	73
Gambar L.8.7	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 2 M hari ke-2.....	73
Gambar L.8.8	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan sirlak + metanol hari ke-2.....	73
Gambar L.8.9	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> tanpa penambahan hari ke-2.....	74

Gambar L.8.10	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 0,5 M hari ke-4.....	74
Gambar L.8.11	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 1 M hari ke-4.....	74
Gambar L.8.12	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 2 M hari ke-4.....	74
Gambar L.8.13	Balok kayu setelah <i>swelling</i> tanpa penambahan hari ke-2.....	74
Gambar L.8.14	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 0,5 M hari ke-4.....	74
Gambar L.8.15	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 1 M hari ke-4.....	74
Gambar L.8.16	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 2 M hari ke-4.....	74
Gambar L.8.17	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan sirlak + metanol hari ke-4.....	75
Gambar L.8.18	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> tanpa penambahan hari ke-6.....	75
Gambar L.8.19	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 0,5 M hari ke-6.....	75
Gambar L.8.20	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 1 M hari ke-6.....	75
Gambar L.8.21	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan sirlak + metanol hari ke-4.....	75
Gambar L.8.22	Balok kayu setelah <i>swelling</i> tanpa penambahan hari ke-4.....	75
Gambar L.8.23	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 0,5 M hari ke-6.....	75
Gambar L.8.24	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 1 M hari ke-6.....	75
Gambar L.8.25	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan hematit 2 M hari ke-6.....	76
Gambar L.8.26	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> dengan sirlak + metanol hari ke-6.....	76
Gambar L.8.27	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> tanpa penambahan hari ke-6.....	76
Gambar L.8.28	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan hematit 2 M hari ke-6.....	76
Gambar L.8.29	Balok kayu setelah <i>swelling</i> dengan sirlak + metanol hari ke-6.....	76
Gambar L.8.30	Balok kayu sebelum <i>swelling</i> tanpa penambahan hari ke-6.....	76
Gambar L.9.1	Reaksi limbah bubut besi dengan asam nitrat	77
Gambar L.9.2	Prekursor yang sudah dilakukan pemanasan.....	77
Gambar L.9.3	Penambahan aquademineral pada prekursor ferri	77
Gambar L.9.4	Penambahan agen pengendap (Na_2CO_3)	77
Gambar L.9.5	Pengaturan pH	77
Gambar L.9.6	Sintesis pada suhu 70 °C selama 1 jam	77

Gambar L.9.7	Proses penyaringan.....	78
Gambar L.9.8	Sampel basah setelah penyaringan	78
Gambar L.9.9	Proses sonikasi	78
Gambar L.9.10	Penggerusan sampel kering	78
Gambar L.9.11	Hematit 0,5 M	78
Gambar L.9.12	Hematit 1 M	78
Gambar L.9.13	Hematit 2 M	79
Gambar L.9.14	Pengukuran panjang balok kayu (p)	79
Gambar L.9.15	Pengukuran lebar balok kayu (l)	79
Gambar L.9.16	Pengukuran tinggi balok kayu (t)	79



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Nilai kroma (C^*)	24
Persamaan 3.2 Nilai $hue (H^\circ)$	24
Persamaan 3.3 Deybe-Scherrer	24
Persamaan 3.4 % Daya swelling	25



DAFTAR REAKSI

Reaksi 2.1 Besi dengan asam nitrat	14
Reaksi 2.2 Ion ferri dengan NaOH	14
Reaksi 2.3 Besi nitrat dengan natrium karbonat	14
Reaksi 2.4 Pembentukan fasa FeOOH	14
Reaksi 2.5 Pembentukan fasa α -Fe ₂ O ₃	14
Reaksi 4.1 Reaksi prekursor Fe(NO ₃) ₃ dengan aquademineral.....	28
Reaksi 4.2 Besi nitrat dengan natrium karbonat	29
Reaksi 4.3 Pembentukan fasa FeOOH	29
Reaksi 4.4 Pembentukan fasa α -Fe ₂ O ₃	30



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan percobaan	50
Lampiran 2. Diagram alir.....	51
Lampiran 3. Perhitungan.....	54
Lampiran 4. Hasil karakterisasi.....	56
Lampiran 5. Perhitungan dan data ukuran kristal hematit	66
Lampiran 6. Data hasil uji warna dan perhitungan nilai C^* dan H^*	67
Lampiran 7. Hasil pengukuran uji daya <i>swelling</i>	69
Lampiran 8. Hasil pengamatan menggunakan mikroskop optik.....	73
Lampiran 9. Dokumen penelitian.....	77

ABSTRAK

Sholekah, Asmaul D.A. 2019. **Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Na₂CO₃ Menggunakan Metode Sonikasi. Skripsi.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si, Pembimbing II: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P., Konsultan: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc.

Kata kunci: α -Fe₂O₃, limbah bubut, Na₂CO₃, sonikasi

Hematit merupakan oksida besi merah yang banyak digunakan sebagai pigmen karena memiliki stabilitas dan daya *hiding* yang tinggi. Hematit selain disintesis menggunakan garam besi dapat disintesis dari limbah. Limbah bubut merupakan bahan yang mengandung kadar besi sebesar 97%, sehingga berpotensi untuk disintesis menjadi pigmen hematit (α -Fe₂O₃). Penelitian ini, bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi Na₂CO₃ terhadap struktur, warna, dan morfologi hasil sintesis. Sintesis besi oksida menggunakan metode sonikasi dengan variasi Na₂CO₃: 0,5; 1; dan 2 M. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, dan *color reader*. Pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa fasa bernalit (Fe(OH)₃), goetit (α -FeOOH), magnetit (Fe₃O₄) terbentuk setelah sonikasi dan berubah menjadi fasa hematit setelah tahap kalsinasi pada semua konsentrasi. Derajat kristanilitas tertinggi dari senyawa hematit pada konsentrasi 0,5 M. Morfologi hematit seperti bola, *bar-shape* dan agregrat namun distribusi partikelnya tidak seragam dan masih aglomerasi. Hasil *color reader* menunjukkan derajat kecerahan tertinggi pada 1 M. Daya *swelling* pada balok kayu menunjukkan bahwa balok kayu yang tidak terpigmentasi hematit mengalami peningkatan ukuran kayu dan daya *swelling* kayu yang rendah pada konsentrasi pigmen hematit 1 M.

ABSTRACT

Sholekah, Asmaul D.A. 2019. **Synthesis of Hematit Pigment (α -Fe₂O₃) from Iron Lathe Waste Using Precipitation Agent of Na₂CO₃ by Sonication Methods. Skripsi.** Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Supervisor I: Eny Yulianti, M.Sc., Supervisor II: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P., Consultant: Febi Yusniyanti, S.Si. M.Sc.

Kata kunci: α -Fe₂O₃, lathe waste, Na₂CO₃, sonication

Hematite is a red iron oxide that widely used as a pigment because it has high stability and hiding power. Hematite beside being synthesized using iron salt can be synthesized from waste. Lathe waste is material that contain 97% of iron, therefore it has the potential to turn into hematite (α -Fe₂O₃) pigment. Aims of this study, to determine the effect of varying concentration Na₂CO₃ on the structure, color, and morphology on synthesized product. Hematite was synthesized using iron oxide through sonication method. The concentration of Na₂CO₃ was varied 0.5; 1; and 2 M. The synthesis results were characterized using XRD, SEM, and color reader. The X-ray diffraction pattern of samples shows that bernalit (Fe(OH)₃), goetit (α -FeOOH), magnetit (Fe₃O₄) phases obtained during sonication stage. Bernalit, goetit, magnetit phases transform into a hematite phase after calcination in all samples. The highest crystallinity degree of hematite is achieved at 0.5 M of Na₂CO₃. Hematite has a particle shape spherical, bar-shaped and aggregate. The distribution of particles isn't uniform and the agglomeration is found in the morphology of hematite. The color reader shows that α -Fe₂O₃ with 1 M of Na₂CO₃ has a highest lightness degree. The application of hematite pigment on wood can decrease the swelling power of wood and the lowest swelling power of hematite pigment shows from 1 M of Na₂CO₃.

المستخلص

الصالحة، أسماء د.أ. 2019. اصطناع صباغ هيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) من مخزط النفايات الحديدية بنوعية التزام Na_2CO_3 باستخدام منهجة الصوتة والتكتلisis للمسار. بحث جامعي. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة 1: أيني بولياني، الماجستير؛ المشرفة 2: الدكتورة أعين الجنة، الماجستير؛ المستشار: فيبي يوسنيتي، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, مخزط النفايات, Na_2CO_3 , صوتة

هيماتيت هو أوكسيدا الحديد الأحمر المستخدم كالصباغ لاستقراره وارتفاع الإلتحاف. بجانب اصطناعه باستخدام ملح الحديد يمكن الاصطناع أيضاً بالنفايات. مخزط النفايات هي المركبات التي تحتوي على نسبة الحديد بعدد 97 %، حتى تحتمل لحدوث الاصطناع إلى صباغ هيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). وفي هذا البحث، يهدف لمعرفة تأثير بنوعية التزام Na_2CO_3 نحو الهيكل، اللون، مرغولوجيا نتائج التوليف. يتم اصطناع صباغ هيماتيت باستخدام منهجة الصوتة والتكتلisis بنوعية التزام Na_2CO_3 : 5,0; 1,5,0. ويتم وصف نتائج الاصطناع باستخدام طريقة انعراج الأشعة السينية، ونذرجة المعادلة الهيكيلية، وقارئ الألوان. ويبدل نمط انعراج الأشعة السينية على تشكيل مرحلة فيريهيدريت بعد عملية الصوتة وتغيير نحو مرحلة هيماتيت بعد مرحلة التكتلisis في جميع الالتزامات. فأسى درجة تبلورية من هيماتيت تكون في 5,0 م. مرغولوجية هيماتيت مثل الكرة، شكل الشريط والفرق الدرجة لكن توزع المركبات مختلفة وما زالت متكدسة. فنتائج قارئ الألوان تدل على درجة الضياء السامي في 1 م. ويبدل تطبيق التورم على أن الخشبة لم تصبغ هيماتيتا بشكل سريع إلى زيادة حجم الخشبة وقوّة التورم للخشبة المنخفضة في التزام هيماتيت 1 م.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bengkel bubut menghasilkan limbah besi dalam proses produksinya. Limbah besi bengkel bubut kelimpahannya sangat tinggi, berdasarkan Wijayanti (2010) industri pelapisan logam rata-rata menghasilkan limbah logam sebesar 3-5 kg/bulan sedangkan limbah bengkel bubut sebesar 10-20 kg/bulan. Limbah besi merupakan limbah logam berat yang bersifat korosif dan limbah besi dapat mengurangi kesuburan tanah. Berdasarkan Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999, limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) bersumber dari limbah sisa produksi suatu industri atau bengkel bubut besi dan pengampelasan. Limbah bengkel bubut biasanya tidak dimanfaatkan dan dibuang ke lingkungan oleh masyarakat. Pembuangan limbah bubut besi yang tidak semestinya akan memberikan dampak negatif bagi lingkungan. Oleh karena itu, perlu upaya untuk mengurangi pencemaran ini dengan mengolah limbah bubut menjadi besi oksida (Septityana, dkk., 2013).

Khoiroh (2013) menyatakan bahwa kadar Fe yang terdapat pada limbah bubut besi sebesar 97%. Kandungan Fe yang sangat tinggi memiliki potensi untuk dijadikan sebagai besi oksida. Besi oksida dapat disintesis dari senyawa murni maupun dari limbah. Berdasarkan penelitian Sobirin, dkk. (2015) bahwa hematit dapat disintesis dari limbah baja (*mill scale*) dengan struktur orthorombik. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surah al-Kahfi ayat 96 :

أَتُوْنِي زِيرْ احْدِيدْ قَلَى حَتَى إِذَا سَاوَى بَيْنَ الصَّدْفِين قَالَ انْفَخُوا قَلَى حَتَى إِذَا جَعَلَهُ نَارًا لَّ قال
أَتُوْنِي أَفْرَغْ عَلَيْهِ قَطْرَانِي

Artinya: "Berilah aku potongan-potongan besi". Hingga apabila besi itu telah sama rata dengan kedua (puncak) gunung itu, berkatalah Dzulkarnain: "Tiuplah (api itu)". Hingga apabila besi itu sudah menjadi (merah seperti) api, diapun berkata; "Berilah aku tembaga (yang mendidih) agar aku kutungkan ke atas besi panas itu". (QS.18:96)

Ayat tersebut menjelaskan bahwa besi membawa manfaat dan kemashalahatan bagi manusia. Besi dan logam yang lain adalah ciptaan Allah yang jika dipanaskan akan mencair dan apabila didinginkan akan membeku, sehingga besi dapat diperoleh manfaatnya dalam berbagai bentuk sesuai apa yang diinginkan oleh manusia. Berdasarkan uraian diatas, dalam penelitian ini besi diubah menjadi bentuk lain, dari besi oksida menjadi hematit. Hematit akan diaplikasikan sebagai pigmen (Dražić, dkk., 2017).

Secara termodinamika, dari keempat fasa besi oksida (III) yang mempunyai kestabilan paling tinggi dibawah kondisi sekitar yaitu hematit (α -Fe₂O₃) (Belin, dkk., 2007; Tuček, dkk., 2015). Menurut Septityana, dkk. (2013) selain memiliki kestabilan yang tinggi hematit juga bersifat tahan korosi, biaya pembuatan relatif murah dan ramah lingkungan. Nanopartikel hematit bersifat *biocompatible*, tidak beracun, magnetik, daya *hiding* yang tinggi dan sifat kimia aktif pada permukaannya (Nidhin, dkk., 2015). Untuk itu dalam penelitian ini akan mensintesis hematit dari limbah bubut besi.

Hematit dapat dijadikan sebagai pigmen karena memiliki warna merah. Kegunaan hematit sebagai pigmen merupakan terbesar kedua setelah pigmen titanium oksida. Pigmen hematit digunakan sebagai salah satu bahan dasar dalam proses pembuatan cat yang memiliki fungsi sebagai pewarna dan daya *hiding*.

Produksi pigmen semakin meningkat sejalan dengan semakin besarnya penggunaan pigmen dalam industri cat (Septityana, dkk., 2013) sehingga dalam penelitian ini akan mensintesis nanopartikel hematit sebagai pigmen. Pigmen diaplikasikan pada balok kayu guna menurunkan daya *swellingnya*. Menurut Tian, dkk. (2017) pigmen hematit memiliki ketahanan terhadap pemudaran oleh sinar UV daripada pigmen organik dan mampu mempertahankan permukaan kayu agar tetap halus.

Sintesis hematit nanopartikel besi oksida telah dilakukan menggunakan beberapa metode diantaranya seperti rute presipitasi-kalsinasi (Aji, dkk., 2007; al Chabib, 2017; Khoiroh, 2013), hidrotermal (He, dkk., 2016; Khalil, dkk., 2014) sol-gel (Dar, dkk., 2007), dan sonokimia ultrasonik (Hassanjani-Roshan, dkk., 2011). Metode presipitasi-kalsinasi memiliki beberapa keuntungan yaitu prosesnya yang sederhana, mudah dan murah (Septityana, dkk., 2013). Metode rute presipitasi-kalsinasi juga telah banyak digunakan untuk sintesis pigmen besi oksida dengan bahan prekursor yang tidak murni. Berdasarkan penelitian Septityana, dkk. (2013) telah dilakukan sintesis pigmen hematit besi oksida menggunakan metode presipitasi-kalsinasi dari bijih besi alam diperoleh pigmen hematit berstruktur rhombohedral fasa tunggal dengan ukuran kristalit 40 dan 41 nm, namun metode presipitasi-kalsinasi masih terjadi aglomerasi sehingga diperlukan metode sonifikasi agar dapat memisahkan penggumpalan partikel dan memperkecil ukuran kristal.

Metode sonifikasi merupakan metode yang paling mudah dan efektif untuk produksi skala besar dengan kontrol ukuran yang tepat, morfologi dan kristalinitas yang tinggi (Khalil, dkk., 2017). Menurut Firnando (2015) dibuktikan bahwa

gelombang ultrasonik pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan suatu partikel (*agglomeration*) dan karena pengaruh sonikasi (ultrasonik) dapat menghasilkan ukuran kristal nano. Menurut Khalil, dkk. (2017) dalam penelitiannya menggunakan metode sonokimia ultrasonik diperoleh nanopartikel hematit monodispersa polihedron dengan bentuk seragam, ukuran partikel sekitar 14 nm pada suhu 500 °C. Oleh karena itu penelitian ini menggunakan metode rute presipitasi-sonikasi-kalsinasi.

Ukuran dan bentuk partikel yang seragam dapat dikontrol dengan penambahan polietilen glikol (PEG). Material tersebut dapat berfungsi sebagai template yang menghambat pertumbuhan ukuran parikel dan pembungkus partikel besi agar tidak terbentuk agregat sehingga dapat diperoleh ukuran partikel dengan bentuk bulatan yang seragam (Ikhsan, dkk., 2017). Menurut Firnando (2015) dalam penelitiannya telah mensintesis dan karakterisasi nanopartikel magnetit dengan PEG-6000 menggunakan metode kopresipitasi-sonikasi pada suhu sonikasi 50, 60, dan 65 °C masing-masing menghasilkan ukuran partikel 110, 130, dan 93 nm. Morfologi partikel berbentuk bulat (*spherical*) dan ukurannya seragam. Berdasarkan penelitian Ikhsan, dkk. (2017) dalam penelitiannya telah dilakukan sintesis maghemit metode kopresipitasi dengan melihat pengaruh penambahan PEG 6000 diperoleh ukuran kristal 60,75 nm. PEG 6000 memiliki beberapa keunggulan yaitu memiliki sifat yang stabil, non-iritatif, mudah bercampur dengan komponen lain dan tidak beracun (Firnando, 2015).

Berdasarkan penelitian Blanco-Andujar, dkk. (2012) terlihat bahwa natrium karbonat merupakan agen pengendap yang sesuai untuk sintesis nanopartikel besi oksida yang stabil. Ukuran partikel yang diperoleh rata-rata

sekitar 10 nm per unit pH 8, 9, dan 10 masing-masing adalah $6,9 \pm 0,4$; 18 ± 3 ; dan 28 ± 5 nm, bentuk partikelnya kubik dan seragam. He, dkk. (2016) telah mensintesis hematit menggunakan agen pengendap KOH diperoleh ukuran nanopartikel, bentuknya seragam namun ukuran partikelnya lebih besar dibandingkan dengan agen pengendap natrium karbonat dan masih terdapat fasa lain yaitu geotit.

Dalam hal ini variasi konsentrasi agen pengendap juga berpengaruh terhadap ukuran kristal dalam sintesis nanopartikel hematit. Menurut He, dkk. (2016) dalam penelitiannya terlihat bahwa ukuran kristal hematit dipengaruhi oleh variasi konsentrasi KOH. Ukuran kristal yang diperoleh dengan konsentrasi KOH 0,04 dan 0,08 M masing-masing adalah 39 dan 42 nm dan ukuran kristal tanpa penambahan KOH yaitu 44 nm. Bentuk partikelnya heksahedral akan tetapi ukuran partikel konsentrasi KOH 0,04 M lebih besar dari KOH 0,08 M. He, dkk. (2016) dalam penelitiannya menggunakan agen pengendap KOH dengan variasi konsentrasi menghasilkan ukuran kristal dan partikel yang tidak sama. Untuk itu berdasarkan hasil variasi agen pengendap KOH maka dalam penelitian ini akan menggunakan agen pengendap natrium karbonat yang divariasikan konsentrasinya.

Berdasarkan uraian di atas maka, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa pigmen hematit dari limbah bubut besi dengan metode yang digunakan yaitu rute sonikasi-kalsinasi menggunakan HNO_3 sebagai pelarutnya dan zat pengendap yakni Na_2CO_3 yang akan divariasi konsentrasi. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, *color reader*, SEM dan uji daya *swelling* terhadap balok kayu. Hasil sintesis terbaik yakni hematit yang memiliki sifat

seperti standar pigmen hematit. Standar pigmen hematit memiliki ukuran partikel nanometer dengan distribusi ukuran partikel seragam (Buxbaum, 2005) dan standar nilai warna hematit L^* berkisar 25-45, C^* berkisar 9-42 dan H^o berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata L^*, C^*, H^o berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell dan Schwertmann, 2003).

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi Na_2CO_3 terhadap struktur hasil sintesis ?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi Na_2CO_3 terhadap warna hasil sintesis ?
3. Bagaimana morfologi hasil sintesis ?
4. Bagaimana daya *swelling* balok kayu hasil interaksi pigmen hematit ?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi Na_2CO_3 terhadap struktur hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi Na_2CO_3 terhadap warna hasil sintesis.
3. Untuk mengetahui morfologi hasil sintesis.
4. Untuk mengetahui daya *swelling* balok kayu hasil interaksi pigmen hematit.

1.4 Batasan Masalah

1. Limbah besi berasal dari bengkel bubut besi di Malang.
2. Pelarut yang digunakan untuk destruksi logam Fe adalah asam nitrat (HNO_3).
3. Suhu kalsinasi yaitu 750°C selama 3 jam dan waktu sonikasi selama 45 menit.
4. Hasil sintesis berdasarkan struktur dan warna mendekati standar.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengurangi dampak pencemaran lingkungan oleh limbah B3, khususnya limbah bubut besi dari sisa pembentukan barang logam. Limbah bubut besi dimanfaatkan sebagai sumber besi (Fe) untuk sintesis nanopartikel hematit. Penelitian ini juga bermanfaat untuk mengkaji metode dalam sintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), sehingga dapat dikembangkan untuk memperoleh hasil terbaik berdasarkan standart pigmen berkualitas dari bahan yang tidak murni (limbah besi).



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Potensi Limbah Bubut Besi Sebagai Besi Oksida

Limbah hasil bengkel bubut dengan kandungan utama unsur besi (Fe) yang merupakan logam berat yang dapat berpotensi mencemari lingkungan. Berdasarkan Peraturan Pemerintah No. 101/2014 tentang pengolahan limbah B3 menjelaskan bahwa limbah bengkel bubut tergolong dalam limbah B3. Ambang batas maksimum kadar Fe yang diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan adalah sebesar 5 mg/L (SNI 06-6989.49-2005). Limbah bengkel bubut yang tidak dimanfaatkan kembali oleh masyarakat, biasanya akan dibuang ke lingkungan tanpa memperhatikan ambang batas kadar Fe yang telah ditetapkan. Pembuangan limbah besi yang berlebihan dapat menyebabkan kerusakan lingkungan dan menimbulkan dampak negatif bagi masyarakat. Perbuatan yang dilakukan manusia seringkali menjadi penyebab kerusakan di muka bumi. Sebagaimana yang telah disebutkan dalam firman Allah dalam surah al-Baqarah ayat 11-12 :

وَإِذَا قِيلَ لَهُمْ لَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ قَالُوا إِنَّا نَحْنُ مُصْلِحُونَ ﴿١٢﴾ أَلَا إِنَّهُمْ هُمُ الْمُفْسِدُونَ
وَلَكِنْ لَا يَشْعُرُونَ ﴿١٣﴾

Artinya: “Janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi” Mereka menjawab, “Sesungguhnya kami orang-orang yang mengadakan perbaikan” Ingatlah, sesungguhnya mereka itulah orang-orang yang membuat kerusakan, tetapi mereka tidak sadar (QS.2:11-12).

Kerusakan alam yang sering terjadi banyak disebabkan oleh ulah tangan manusia. Syaikh Abdurrahman as-Sa’di berkata, “Melakukan maksiat di muka bumi merupakan bentuk kerusakan yang menyebabkan rusaknya apa yang ada di

bumi, seperti biji-bijian, buah-buahan, perpohonan, dan tumbuh-tumbuhan, sehingga terjangkit penyakit yang disebabkan perbuatan maksiat. Upaya untuk mengurangi dampak pencemaran lingkungan, maka limbah bubut besi diolah menjadi sesuatu yang dapat meningkatkan nilai ekonomi. Salah satu cara mengolah limbah tersebut adalah dengan mensintesis menjadi besi oksida.

Rahman, dkk. (2013) menyatakan bahwa limbah bengkel bubut dapat digunakan sebagai bahan baku sintesis pigmen besi oksida. Kandungan limbah bengkel bubut berupa material besi dapat disintesis menjadi fasa magnetik, hematit, dan wusthit. Menurut Aji, dkk. (2007) dalam penelitiannya telah mensintesis nanopartikel magnetit, maghemit, dan hematit dari produk sisa pembuatan industri baja. Hasil penelitian tersebut menunjukkan adanya endapan berupa magnetik dengan bulir-bulir magnetik berdomain tunggal (berukuran orde nano). Maghemit dan hematit masing-masing diperoleh melalui oksidasi pada suhu 300 dan 800 °C. Menurut Faivre (2016) bahwa terdapat 16 fasa murni nanopartikel besi oksida yang telah disintesis seperti oksida, hidroksida dan oksihidroksida. Bentuk-bentuknya adalah geotit (α -FeOOH), lepidocrit (γ -FeOOH), akagenit (β -FeOOH), schwertmanit ($Fe_{16}O_{16}(OH)_y(SO_4)_z.nH_2O$), δ -FeOOH, seroxyhyt (δ' -FeOOH), FeOOH tekanan tinggi, ferrihydrite ($Fe_5HO_8 \cdot 4H_2O$), bernalit ($Fe(OH)_3$), $Fe(OH)_2$, green rusts ($Fe_x^{III}Fe_y^{II}(OH)_{3x+2y-z}$:A= Cl;1/2 SO_4^{2-}), hematit (α -Fe₂O₃), magnetit (Fe₃O₄), maghemit (γ -Fe₂O₃), β -Fe₂O₃, ε -Fe₂O₃ dan wustit (FeO).

2.2 Potensi Besi Oksida Hematit Sebagai Pigmen

Besi oksida dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi (Frankel dan Cornell, 2016), seperti bahan pewarna (pigmen) (Dražić, dkk., 2017), adsorben (Dhal,

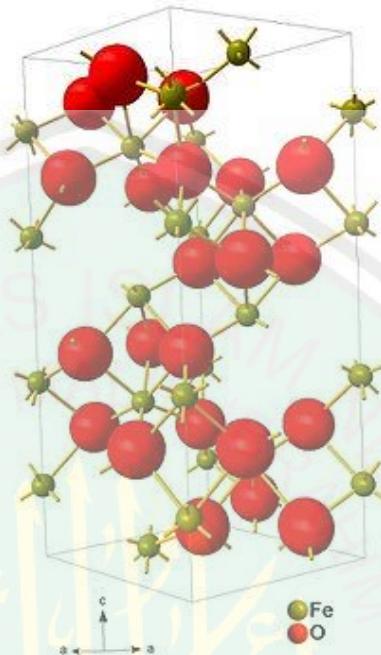
dkk., 2015), katalis (Huang, dkk., 2010), sensor gas (Mohapatra dan Anand, 2010) dan bahan pembuatan magnet (Wang, dkk., 2008). Penggunaan pigmen meningkat pesat beberapa dekade terakhir ini (Sobirin dan Fitriawan, 2015) selain harganya yang murah, pigmen hematit mempunyai sifat yang baik diantaranya memiliki kekuatan menyerap sinar ultraviolet, kemampuan pelapisan yang baik, dan dapat diaplikasikan dalam berbagai variasi komersial (Raymond Will, 2001). Menurut Buxbaum (2005) pigmen hematit sifatnya ramah lingkungan, daya pewarnaan kuat, bersifat stabil dan daya tahan baik. Produksi pigmen oksida besi menghasilkan beberapa variasi warna yang ditampilkan pada Gambar 2.1 (Cornell dan Schwertmann, 2003).



Gambar 2.1 Warna pigmen oksida besi (Cornell dan Schwertmann, 2003).

Hematit merupakan jenis besi oksida yang paling stabil secara termodinamika dengan struktur kristal *hexagonal close packed* (hcp) (Belkhedkar dan Ubale, 2014). Hematit memiliki struktur korundum dengan ion-ion oksigen yang tersusun dalam bentuk heksagonal, grup ruang $R\bar{3}c$ (simetri rombohedral) dan parameter kisinya berbentuk unit heksagonal yaitu $a=b=0,50346$ nm,

$c=1,3752$ nm (Schwertmann dan Cornell, 2003). Struktur hematit ditampilkan pada Gambar 2.2 dan data kristal hematit dirangkum dalam Tabel 2.1.



Gambar 2.2 Struktur hematit (Schwertmann dan Cornell, 2003)

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Karakteristik	Hematit
Sistem Kristal	Rhombohedral
Parameter kisi (nm)	$a=b=0,50346$ $c=1,3752$
Grup ruang	$\text{R}\bar{3}c$

Sumber : (Cornell and Schwetmann, 2003)

Standar nilai warna hematit L^* berkisar 25-45, C^* berkisar 9-42 dan H^o berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata L^*, C^*, H^o berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell dan Schwertmann, 2003). Standar pigmen hematit memiliki ukuran partikel nanometer dengan distribusi ukuran partikel yang seragam (Buxbaum, 2005). Nilai warna yang diukur meliputi *value* (L^*) yang menunjukkan derajat

kecerahan, *chroma* (C^*) merupakan intensitas kemurnian dan *hue* (H°) adalah corak warna.

Schirp, dkk. (2015) menjelaskan bahwa kayu yang dilapisi dengan campuran pigmen organik-anorganik akan lebih cepat membengkak (*swelling*) daripada kayu yang dilapisi dengan pigmen anorganik (besi oksida). Menurut Zhang, dkk. (2010) 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 besi oksida mengalami retakan yang signifikan pada permukaan serta banyak serpihan kecil terkelupas dari permukaannya setelah diuji dengan radiasi UV. Pigmen hematit mampu memperlambat proses pemudaran dan mempertahankan permukaan kayu agar tetap halus (Wang, dkk., 2011).

2.3 Metode Sintesis Hematit

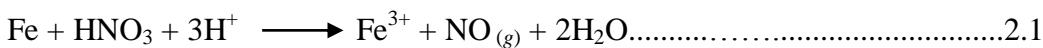
Metode yang digunakan untuk sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) yaitu metode presipitasi-kalsinasi (Aji, dkk., 2007; al Chabib, 2017; Khoiroh, 2013) dan sonokimia ultrasonik (Hassanjani-Roshan, dkk., 2011). Metode presipitasi yang dilanjutkan kalsinasi merupakan metode yang sering digunakan untuk sintesis besi oksida oleh beberapa peneliti. Metode presipitasi-kalsinasi prosesnya sederhana, mudah, murah dan suhu yang digunakan relatif rendah (Abdulkadir dan Aliyu, 2013). Metode sonifikasi merupakan metode yang paling mudah dan efektif untuk produksi skala besar dengan kontrol ukuran yang tepat, morfologi dan kristalinitas yang tinggi (Khalil, dkk., 2017). Menurut Khalil, dkk. (2017) dalam penelitiannya menggunakan metode sonokimia ultrasonik diperoleh nanopartikel hematit monodispersa polihedron dengan bentuk seragam, ukuran partikel sekitar 14 nm

pada suhu 500 °C. Gelombang kejut pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan suatu partikel (*agglomeration*) dan karena pengaruh sonikasi (ultrasonik) dapat menghasilkan ukuran kristal nano (Firnando, 2015).

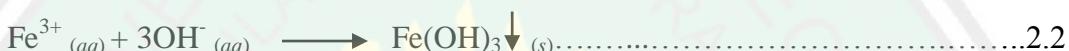
Proses sintesis pigmen hematit nanopartikel dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya pH, jenis prekursor, dan konsentrasi agen pengendap. Faktor-faktor tersebut akan mempengaruhi kristalinitas, ukuran partikel, bentuk dan distribusi tiap partikelnya yang ditandai dengan adanya perbedaan warna hematit (Pramanik, dkk., 2005). Berdasarkan penelitian Blanco-Andujar, dkk. (2012) terlihat bahwa natrium karbonat merupakan agen pengendap yang sesuai untuk sintesis nanopartikel besi oksida yang stabil. Ukuran nanopartikel magnetit yang diperoleh menunjukkan peningkatan ukuran partikel rata-rata sekitar 10 nm per unit pH 8, 9, dan 10 masing-masing adalah $6,9 \pm 0,4$ nm berbentuk kubik agregat, 18 ± 3 nm berbentuk bulat, dan 28 ± 5 nm berbentuk kubik. Dalam hal ini variasi konsentrasi agen pengendap berpengaruh terhadap ukuran partikel dalam sintesis nanopartikel hematit.

Pembuatan prekursor ferri (Fe^{3+}) dapat dilakukan dengan pelarut HNO_3 . Menurut Müller, dkk. (2015) bahwa dengan menggunakan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, menghasilkan fasa geotit dan semakin tinggi suhunya mulai terbentuk fasa hematit dengan derajat kristalinitas yang lebih tinggi, diperoleh fasa hematit dengan ukuran partikel 262 nm (90 °C) dan 261 nm (110 °C). Berdasarkan penelitian Pour, dkk. (2014) telah disintesis nanopartikel hematit menggunakan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ diperoleh kristal hematit berbentuk fasa kubik dengan ukuran partikelnya 14 nm. Vogel (1990) menyebutkan bahwa material yang mengandung

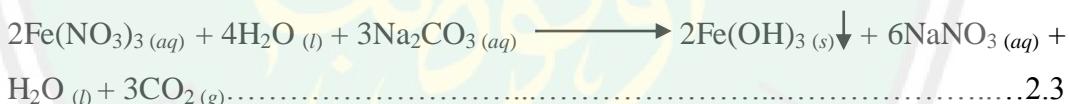
besi ditambahkan dengan asam nitrat pekat maka akan menghasilkan gas nitrogen oksida dan ion ferri dengan reaksi 2.1.



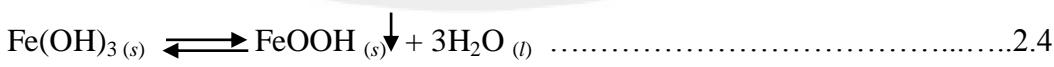
Gas NO tidak berwarna dan saat gas tersebut keluar maka akan segera bereaksi dengan oksigen yang ada di udara membentuk gas nitrogen dioksida (NO_2) yang berwarna coklat kemerahan. Identifikasi terbentuknya adanya ion ferri maka prekursor direaksikan dengan NaOH. Persamaan reaksinya disebutkan pada reaksi 2.2 (Vogel, 1990).



Ion ferri ini ditambahkan zat pengendap berupa natrium karbonat, Persamaan reaksinya disebutkan pada reaksi 2.3. Selanjutnya disintesis dengan metode sonikasi.



Endapan yang terbentuk dari metode sonikasi selanjutnya akan diubah menjadi fasa geotit, sesuai dengan reaksi 2.4 dan ketika dikalsinasi membentuk fasa hematit, dengan reaksi 2.5.



Ukuran dan bentuk partikel yang lebih seragam dapat dikontrol dengan adanya penambahan PEG (Ikhsan, dkk., 2017) karena material ini dapat berfungsi sebagai pembungkus partikel besi agar tidak terbentuk agregat sehingga dapat

diperoleh ukuran partikel dengan bentuk bulatan yang seragam. PEG 6000 sifatnya stabil, non-iritatif, mudah bercampur dengan komponen lain dan tidak beracun (Firnando, 2015). Berdasarkan penelitian Ikhsan, dkk. (2017) telah dilakukan sintesis maghemit metode kopresipitasi dengan melihat pengaruh penambahan PEG 6000 diperoleh ukuran kristal 60,75 nm.

2.4 Nanopartikel Hematit

Menurut Cornell dan Schwertmann (2003) kristal nano besi oksida berukuran 1-100 nm dan menghasilkan area permukaan spesifik tinggi mulai 100-700m²/g. Nanopartikel hematit mempunyai daya *hiding* yang tinggi (Nidhin, dkk., 2015). Semakin berkurang ukuran partikelnya maka semakin bertambah luas permukaan spesifiknya sehingga hematit yang dijadikan pigmen daya *hidingnya* semakin kuat dan lebih merata pada lapisannya.

Hematit yang berukuran nanopartikel memiliki warna pigmen yang cerah dan mempunyai karakteristik pigmen yang unggul (Sobirin, dkk., 2015). Nanopartikel hematit bersifat transparan, pigmen hematit yang bersifat transparan lebih diminati karena memiliki kestabilan yang tinggi (Ammar dan Ahmed, 2012) sehingga lebih tahan terhadap pelapukan oleh sinar UV.

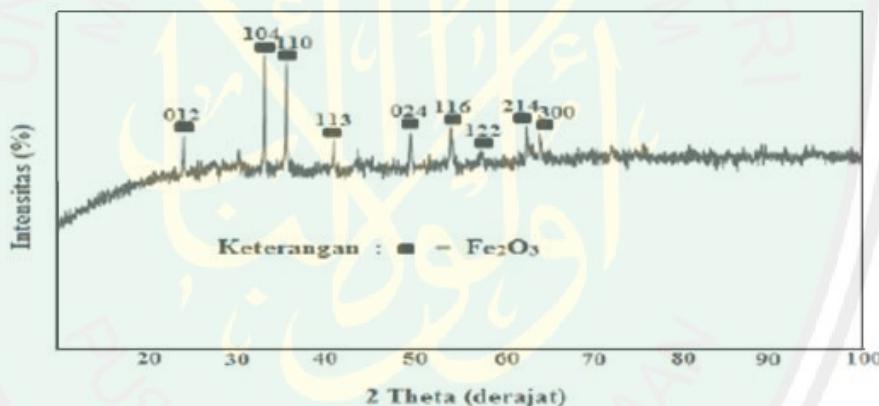
2.5 Karakterisasi Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

2.5.1 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

Menurut West (2014) analisa kualitatif dan kuantitatif hematit menggunakan instrumentasi XRD dapat digunakan untuk mengetahui kemurnian hasil sintesis, instrumen tersebut dapat mengetahui pengotor yang terdapat pada hasil sintesis dan untuk mengidentifikasi derajat kristalinilitas hematit yang disintesis. Berdasarkan penelitian Rosanti dan Puryanti (2015) telah mensintesis

hematit pada suhu 600 °C dengan metode koepresipitasi diperoleh pola difraksi sinar-X senyawa hematit ditampilkan dalam Gambar 2.3.

Karakteristik dari puncak-puncak difraksi sinar-X senyawa hematit berada pada posisi 2θ (°): 24,180; 33,159; 35,660; 40,861; 49,440; 54,020; 57,500; 62,382; 63,981. Adapun nilai hkl sudut 2θ (°) dari terkecil berturut-turut adalah (012), (104), (110), (113), (024), (116), (018), (214), (300) dan intensitas puncak difraksi tertinggi berada pada sudut 2θ (°): 33,159 dengan hkl (104). Berdasarkan Persamaan 3.3 (Persamaan Debye-Scherrer) dapat dihitung rata-rata ukuran kristal dari puncak tersebut. Hasil yang diperoleh yaitu mempunyai ukuran kristal 54,39 nm (Rosanti, 2015).

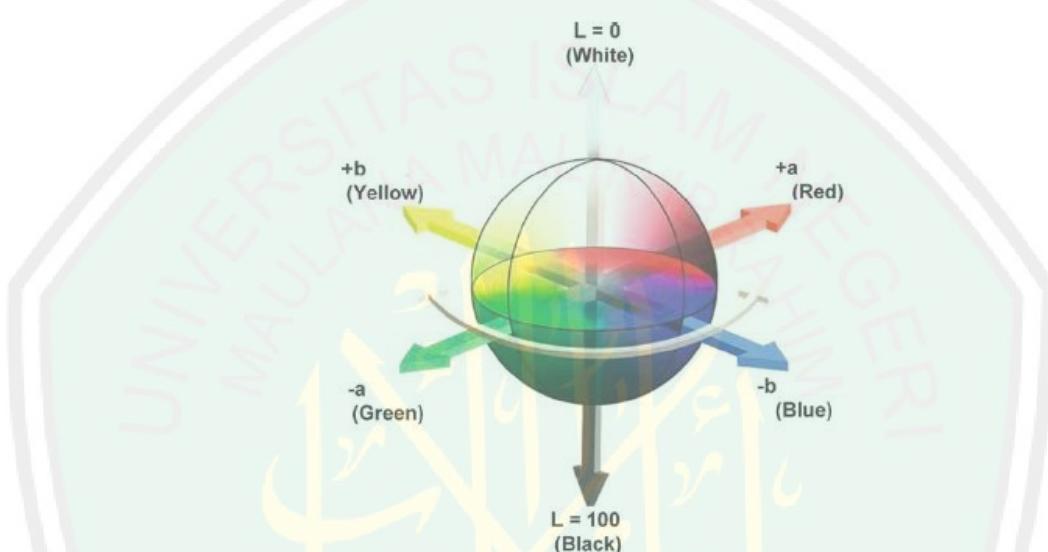


Gambar 2.3 Pola difraksi sinar-X senyawa hematit (Rosanti dan Puryanti, 2015)

2.5.2 Karakterisasi Warna Pigmen Nanopartikel Hematit (α -Fe₂O₃)

Warna suatu sampel dapat diukur menggunakan *color reader*. Prinsip kerja *color reader* yaitu pengukuran perbedaan warna yang dihantarkan melalui pantulan cahaya ke permukaan sampel. Pengukuran warna ini dilakukan dengan meletakkan lampu pada bidang datar permukaan sampel. Sinar yang akan dipantulkan tidak boleh keluar dari permukaan bahan (Rahman, dkk., 2013).

Cara pengukuran warna yang lebih teliti dilakukan dengan mengukur komponen warna dalam besaran *value*, *hue*, dan *chroma*. Nilai *value* menunjukkan gelap terangnya warna. Nilai *hue* mewakili panjang gelombang yang dominan yang akan menentukan apakah warna tersebut merah, hijau, atau kuning, sedangkan *chroma* menunjukkan kemurnian warna (Schwertmann dan Cornell, 2003). Pengukuran *color reader* ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Pengukuran *color reader* (Singh, dkk., 2015)

Pengukuran alat ini dinyatakan dengan nilai kecerahan (L^*), kemerahan (a^*), dan kekuningan atau kebiruan (b^*) yang ditunjukkan pada Gambar 2.4. Notasi L menunjukkan tingkat terangnya suatu warna skala 0–100. 100 menunjukkan warna putih dan minimum L adalah 0 yang berwarna hitam. Notasi positif a^* ($+a^*$) menunjukkan warna merah, negatif a^* ($-a^*$) adalah warna hijau. Notasi positif b^* ($+b^*$) adalah kuning dan negatif b^* ($-b^*$) menunjukkan warna biru (Rahman, dkk., 2013).

2.5.3 Daya *Swelling* Kayu Terpigmentasi

Daya *swelling* adalah daya pembengkakan terhadap kayu akibat kelembapan udara. Apabila kelembapan udara meningkat, kayu akan mengalami peningkatan ukuran dan mengakibatkan permukaan kayu mudah lapuk (Mantanis, dkk., 1994). Kayu merupakan bahan higroskopik yang mampu menyerap air dalam jumlah banyak 200%, semakin tinggi penyerapannya maka akan menyebabkan daya *swellingnya* meningkat (Sugiman, dkk., 2014).

Komponen kimia kayu terdiri dari selulosa, hemiselulosa, holoselulosa dan lignin (Karlinasari, 2010). Kayu sebagai struktur yang berserat dan ikatan-ikatan hidrogen yang kuat mempunyai kekuatan tarik yang tinggi. Pada cuaca dingin kelembapan udara akan meningkat maka komponen kimia kayu akan berikatan dengan molekul air membentuk ikatan-ikatan hidrogen intra dan intermolekul. Komponen kimia kayu yang berikatan dengan molekul air menyebabkan kayu mengalami peningkatan ukuran (*swelling*).

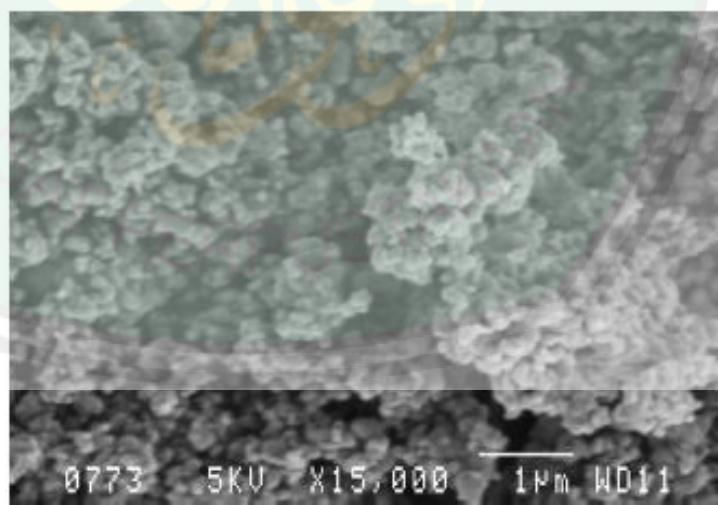
Berdasarkan penelitian Schirp, dkk. (2015) telah dilakukan uji daya *swelling* pigmen terhadap serat kayu dengan perendaman air selama 28 hari. Hasil yang diperoleh menunjukkan serat kayu yang terlapisi pigmen dan *masterbatch* daya serap airnya berbeda jauh dengan serat kayu yang tidak dilapisi pigmen. Serat kayu yang dilapisi pigmen konsentrasi 4% menyerap air sebesar 3,5%. Serat kayu yang tidak terpigmentasi memiliki daya serap air sebesar 5,6% dan daya *swellingnya* lebih tinggi dibandingkan serat kayu yang dilapisi pigmen dan *masterbatch*.

Menurut Schirp, dkk. (2015) bahwa besi oksida berwarna coklat yang diaplikasikan pada komposit kayu-plastik dapat menurunkan daya *swelling* sekitar

44% dibandingkan dengan pewarna lain. Kayu yang dilapisi dengan campuran pigmen organik lebih cepat membengkak (*swelling*) daripada kayu yang dilapisi dengan pigmen anorganik (besi oksida) saja.

2.5.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Blanco-Andujar, dkk. (2012) telah mensintesis nanopartikel besi oksida menggunakan metode presipitasi dengan agen pengendap natrium karbonat. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikelnya relatif seragam. Pada pH 10 terbentuk fasa magnetit dan geotit yang memiliki bentuk partikel kubik. Menurut Legodi dan Dewaal (2007) dalam penelitiannya mensintesis besi oksida menggunakan metode presipitasi dengan agen pengendap natrium bikarbonat. Hasil yang diperoleh menunjukkan ukuran partikelnya sangat kecil dan bentuk partikelnya *pseudocubic*. Morfologi permukaan yang diperoleh dari hasil SEM ditampilkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Hasil karakterisasi SEM hematit pada 750 °C
(Legodi dan Dewaal, 2007)

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari-Juli di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, karakterisasi XRD di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh November (ITS), dan karakterisasi *color reader* di Laboratorium Pengujian Mutu dan Keamanan Pangan Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Brawijaya (UB). Uji daya *swelling* pigmen hasil sintesis terhadap kayu di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

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

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu limbah bubut besi, aquademineral, HNO_3 , Na_2CO_3 , NaOH , PEG 6000 dan balok kayu.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah mensintesis senyawa hematit menggunakan metode sonikasi dengan penambahan PEG 6000 dilanjutkan

kalsinasi pada 750 °C selama 3 jam. Penelitian ini menggunakan HNO₃ sebagai pelarut serta Na₂CO₃ sebagai agen pengendap. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD, *color reader* dan produk hasil terbaik hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan SEM dan diuji daya *swelling* terhadap balok kayu.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian pada percobaan ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi sampel
2. Pembuatan prekursor ferri (Fe³⁺)
3. Sintesis senyawa pigmen hematit (α -Fe₂O₃) pada suhu 750 °C selama 3 jam
4. Karakterisasi yang digunakan meliputi: (a) XRD, (b) *color reader*, (c) SEM
5. Aplikasi hasil pigmen pada balok kayu
6. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Bahan dasar yang digunakan berupa limbah serbuk bubut besi yang diperoleh dari bengkel bubut di kota Malang Jawa Timur. Limbah serbuk bubut besi yang didapatkan lalu dipisahkan dengan menggunakan *magnetit separator*. Sampel besi yang telah terpisah dengan pengotor kemudian diambil dan digunakan sebagai bahan prekursor.

3.5.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe³⁺)

Sebanyak 30 gram sampel limbah bubut besi yang telah dihaluskan menjadi serbuk dimasukkan dalam gelas kimia 500 mL dan ditambahkan 100 mL asam nitrat 7 M. Campuran didiamkan selama 24 jam didalam lemari asam, dan

dipanaskan pada suhu 100 °C sampai diperoleh rendemen *slurry* (Legodi dan Waal, 2007). Prekursor dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan unsur-unsur serta komposisi yang ada di dalamnya. Untuk identifikasi terbentuknya adanya ion ferri maka diambil prekusor sebanyak 1 sendok spatula dan direaksikan dengan NaOH, jika terbentuk endapan coklat kemerah besi (III) hidroksida menunjukkan adanya ion Fe³⁺ ketika adanya ion Fe²⁺ maka akan terbentuk endapan putih besi (II) hidroksida (Vogel, 1990).

3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap

Sebanyak 10 gram prekursor ferri dimasukkan ke dalam 3 buah gelas kimia 500 mL, Lalu ditambahkan dengan aquademineral 250 mL. Selanjutnya masing-masing ditambahkan dengan variasi agen pengendap Na₂CO₃ 0,5; 1; dan 2 M kemudian pH campuran diatur sebesar 6. Sampel dipanaskan pada suhu 70 °C selama 1 jam. Larutan didinginkan pada suhu ruang kemudian larutan didekantasi. Padatan dicuci dengan aquademin sampai pH 7 dan disaring. Padatan hasil sintesis ditambahkan PEG 6000 yang sudah mencair dengan perbandingan 1:5. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan dilakukan proses sonikasi menggunakan *ultrasonic bath* selama 45 menit (Khalil, dkk., 2017). Sampel disaring dengan menggunakan pompa *vakum*, endapan yang terbentuk diangin keringkan pada suhu ruang sampai kering sehingga membentuk serbuk.

Serbuk yang dihasilkan dikalsinasi di dalam tanur pada suhu 750 °C selama 3 jam (Legodi, dkk., 2007). Ketiga produk hasil kalsinasi dianalisis menggunakan *color reader* (Minolta CR-10) sehingga diperoleh hasil distribusi warna dan dianalisis menggunakan XRD sehingga diperoleh hasil ukuran dan

struktur kristal. Produk terbaik sebelum kalsinasi juga dianalisis dengan XRD untuk mengetahui fase transisi. Produk hasil sintesis dianalisis menggunakan SEM untuk diperoleh morfologi, distribusi ukuran partikel dan selanjutnya di uji daya *swelling* terhadap balok kayu.

3.5.4 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis

3.5.4.1 Kolorimeter (*Color Reader*) Minolta CR-10

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

3.5.4.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

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

3.5.4.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Produk terbaik dari hasil difraksi sinar-X serbuk kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM untuk menganalisa morfologi permukaan, ukuran dan bentuk partikel. Pengukuran dilakukan pada perbesaran 20.000x – 200.000x.

3.5.5 Aplikasi Hasil Pigmen pada Balok Kayu

Sebanyak 1 mg pigmen hematit hasil sintesis dicampurkan ke dalam campuran metanol dan sirlak. Sampel balok kayu dilapisi dengan campuran

pigmen hematit tersebut. Sampel ini kemudian dikeringkan selama 24 jam pada suhu ruang. Selanjutnya didiamkan selama interval waktu 2, 4, dan 6 hari. Selama interval waktu tersebut diukur pertambahan volume dari balok kayu sebagai kontrol, maka dilakukan hal yang sama terhadap balok kayu akan tetapi tanpa pemberian pigmen.

3.5.6 Analisis Data Penelitian

3.5.6.1 Distribusi Warna Pigmen

Pigmen hematit yang telah dikarakterisasi menggunakan *color reader* (Minolta CR-10) akan menghasilkan nilai L^* , a^* , b^* yang nantinya akan dirubah menjadi nilai C^* dan H° untuk mengetahui distribusi warna yang dihasilkan. Cara mencari nilai C^* dan H° dapat dihitung menggunakan Persamaan 3.1 dan 3.2.

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

$$H^\circ = \tan^{-1} \left(\frac{b^*}{a^*} \right) \quad (3.2)$$

dengan C^* adalah *chroma* jika (+) cerah dan (-) kusam, a^* adalah perbedaan merah dan hijau, jika (+) merah dan (-) hijau, b^* adalah perbedaan kuning dan biru, jika (+) lebih kuning dan (-) biru, L^* adalah perbedaan putih dan hitam, jika (+) putih, (-) hitam.

3.5.6.2 Analisis Hasil XRD

Produk yang telah dikarakterisasi dengan menggunakan XRD akan menghasilkan difraktogram. Untuk mengetahui ukuran partikel dapat dihitung menggunakan Persamaan 3.3 (Persamaan Debye-Scherrer).

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.3)$$

dengan D adalah ukuran kristal (nm), λ adalah panjang gelombang sinar-X (nm), β adalah *full width at half maximum* (FWHM) (radian), θ adalah sudut sinar-X

3.5.6.3 Analisis Daya *Swelling*

Daya *swelling* dari balok kayu dapat dihitung menggunakan Persamaan 3.4.

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



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Limbah Bubut Besi

Sintesis pigmen hematit dilakukan dengan menggunakan limbah bubut besi sebagai prekursor. Limbah bubut besi yang digunakan pada sintesis ini diperoleh dari bengkel limbah bubut besi di Jalan Simpang Gajayana Kota Malang. Sebelum digunakan sebagai prekursor, limbah bubut besi dipisahkan dari limbah bubut lainnya dengan menggunakan *magnetit separator*.

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

Pembuatan prekursor ferri pada sintesis pigmen hematit diawali dengan mendestruksi sampel menggunakan asam nitrat. Destruksi berfungsi untuk memutus ikatan-ikatan antar logam. Asam nitrat bertindak sebagai oksidator karena dapat mengoksidasi logam besi menjadi ion ferri dari bilangan oksidasi 0 menjadi Fe^{3+} dengan biloks 3+ (ferri), sebagaimana pada Persamaan reaksi 2.1 (Vogel, 1990). Sampel yang didiamkan selama 24 jam masih terdapat beberapa besi yang tidak larut, untuk itu dilakukan proses pemanasan yang bertujuan untuk mempercepat proses pelarutan besi.

Sampel besi yang sudah didestruksi menggunakan asam nitrat kemudian dikarakterisasi dengan XRF untuk mengidentifikasi kandungan unsur-unsur yang ada didalamnya. Sebagaimana Tabel 4.1 menunjukkan hasil karakterisasi XRF limbah bubut besi. Hasil XRF limbah bubut besi menunjukkan bahwa kandungan unsur yang paling tinggi yaitu besi (Fe) sebesar 96,58% dan terdapat logam yang relatif kecil seperti europium, mangan, brom, silikon, osmium, kromium dan

logam-logam lainnya. Sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan Khoiroh (2013), XRF limbah bubut besi pada sampel yang sama diperoleh kadar tertinggi yaitu unsur besi (Fe).

Tabel 4.1 Kandungan sampel limbah bubut besi

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



Gambar 4.1 Hasil reaksi penambahan NaOH pada prekursor ferri

Untuk mengidentifikasi adanya ion ferri pada prekursor dilakukan uji kualitatif dengan menggunakan basa kuat. Menurut Vogel (1990) terbentuknya ion ferri dalam prekursor terbukti dengan adanya endapan merah kecoklatan setelah direaksikan dengan NaOH. Sampel prekursor yang telah direaksikan dengan NaOH terdapat endapan merah kecoklatan pada prekursor, hal ini menunjukkan bahwa terdapat adanya ion ferri dalam prekursor. Sebagaimana

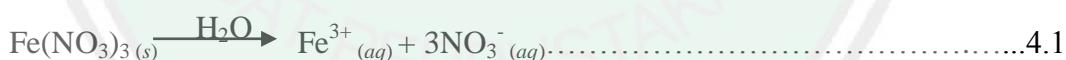
pada Gambar 4.1 sedangkan reaksinya sesuai dengan Persamaan 2.2 (Vogel, 1990).

4.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap

Sintesis senyawa pigmen hematit dilakukan dengan metode presipitasi-sonikasi. Proses pertama yang dilakukan yaitu perkursor ferri yang berupa garam besi nitrat ditambah dengan aquademineral. Garam besi nitrat akan terurai menjadi ion-ionnya ketika bereaksi dengan aquademineral, sebagaimana pada Persamaan reaksi 4.1.

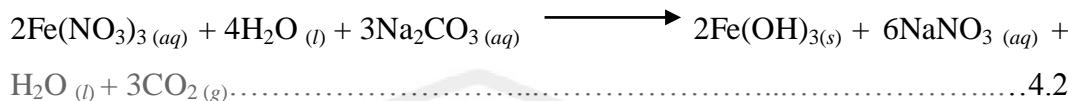


Gambar 4.2 Reaksi prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dengan aquademineral



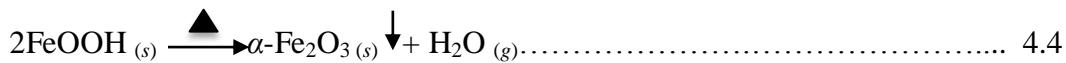
Sintesis pigmen hematit dilakukan melalui proses presipitasi dengan mereaksikan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dengan variasi agen pengendap Na_2CO_3 0,5; 1; dan 2 M. Reaksi antara $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dengan Na_2CO_3 menghasilkan senyawa bernalit $\text{Fe}(\text{OH})_3$, sebagaimana Persamaan reaksi 4.2. Penambahan Na_2CO_3 pada proses sintesis terlihat adanya endapan berwarna merah kecoklatan, yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Endapan terbentuk karena adanya penambahan Na_2CO_3 0,5; 1; 2 M.

dengan pengaturan pH menjadi 6 yang mana nilai hasil kali ion (Q_{sp}) Fe(OH)_3 telah melampaui nilai hasil kali kelarutan (K_{sp}) senyawa Fe(OH)_3 , sebagaimana perhitungan Q_{sp} pada Lampiran 3.



Gambar 4.3 Penambahan Na_2CO_3 pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Endapan merah tersebut selanjutnya disonikasi dengan ditambahkan PEG 6000 yang telah dilelehkan. Proses sonikasi dilakukan menggunakan *ultrasonic bath*. Produk hasil sonikasi diduga memiliki beberapa senyawa antara yaitu fasa bernalit (Fe(OH)_3), goetit ($\alpha\text{-FeOOH}$), dan magnetit (Fe_3O_4), sebagaimana Persamaan reaksi 4.3. Hasil sonikasi berupa campuran serbuk dan PEG 6000 yang menggumpal, untuk itu campuran hasil sonikasi dilakukan penggerusan untuk mempermudah proses kalsinasi. Tahap selanjutnya sampel dikalsinasi. Menurut Muller, dkk. (2015) dengan semakin tinggi suhunya maka mengubah dari beberapa senyawa seperti fasa bernalit (Fe(OH)_3), goetit ($\alpha\text{-FeOOH}$), magnetit (Fe_3O_4) menjadi fasa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), sebagaimana Persamaan reaksi 4.4.



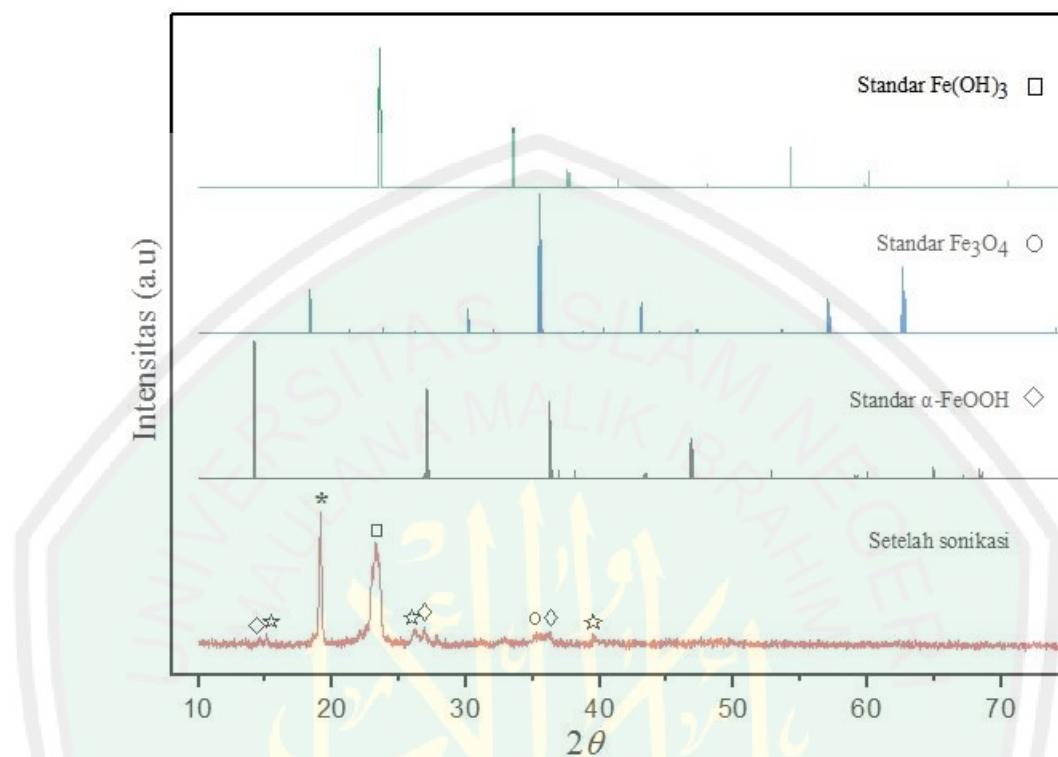
4.4 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis

4.4.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa, ukuran dan struktur produk hasil sintesis. Data difraktogram XRD produk sintesis setelah sonikasi, memiliki puncak-puncak yang sesuai dengan standar senyawa bernalit (Fe(OH)_3) yaitu pada 2θ ($^{\circ}$): 23,2573, goetit ($\alpha\text{-FeOOH}$) 2θ ($^{\circ}$): 14,6080; 26,8934; dan 36,2991, dan magnetit (Fe_3O_4) 2θ ($^{\circ}$): 35,2904. Selain itu, data XRD pada Gambar 4.4 juga muncul puncak yang terdapat kecocokan dengan posisi 2θ *polyethylene glycol* (PEG) yaitu pada 2θ ($^{\circ}$): 19,1420 (Tu, dkk., 2019). Akan tetapi masih ditemukan juga senyawa antara lainnya yang ditunjukkan dengan keberadaan puncak pada sudut 2θ ($^{\circ}$): 15,0783; 26,1749; dan 39,6248.

Berdasarkan Gambar 4.5 pola XRD produk hasil kalsinasi dengan variasi konsentrasi agen pengendap, menunjukkan bahwa puncak-puncak yang muncul sesuai dengan data standar hematit (*data base* ICSD no. 66756). Ketiga sampel fasa hematit memiliki sistem kristal heksagonal dan grup ruang $\text{R}\bar{3}c$ (simetri rombohedral). Pola difraktogram yang diperoleh dari hasil sintesis dengan variasi konsentrasi agen pengendap menunjukkan bahwa intensitas puncak antara satu konsentrasi dengan yang lainnya berbeda. Data XRD hasil sintesis menunjukkan intensitas semakin tinggi dengan berkurangnya konsentrasi, peningkatan intensitas menunjukkan bahwa tingkat kristalinitasnya tinggi. Hal ini mengindikasikan bahwa konsentrasi 0,5 M memiliki derajat kristanilitas yang tinggi diantara konsentrasi 1 dan 2 M. Menurut Thengqi, dkk. (2018) peningkatan derajat

kristanilitas dimungkinkan karena adanya pengaruh variasi konsentrasi Na_2CO_3 saat sintesis.

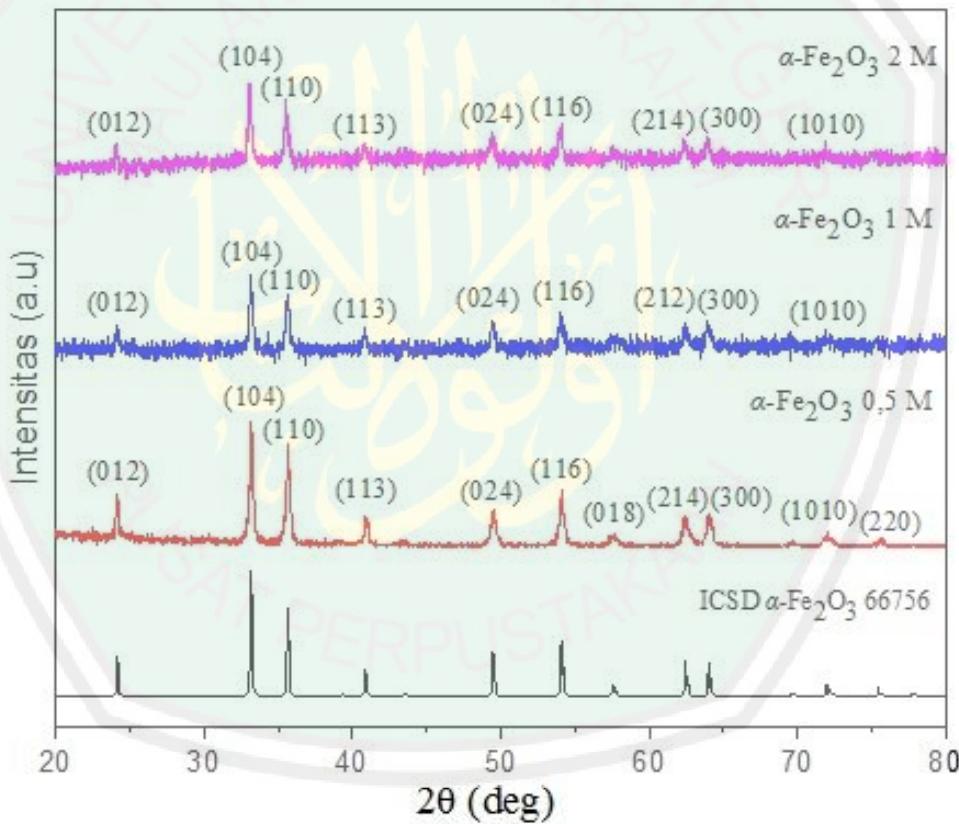


Gambar 4.4 Pola XRD sampel setelah sonikasi

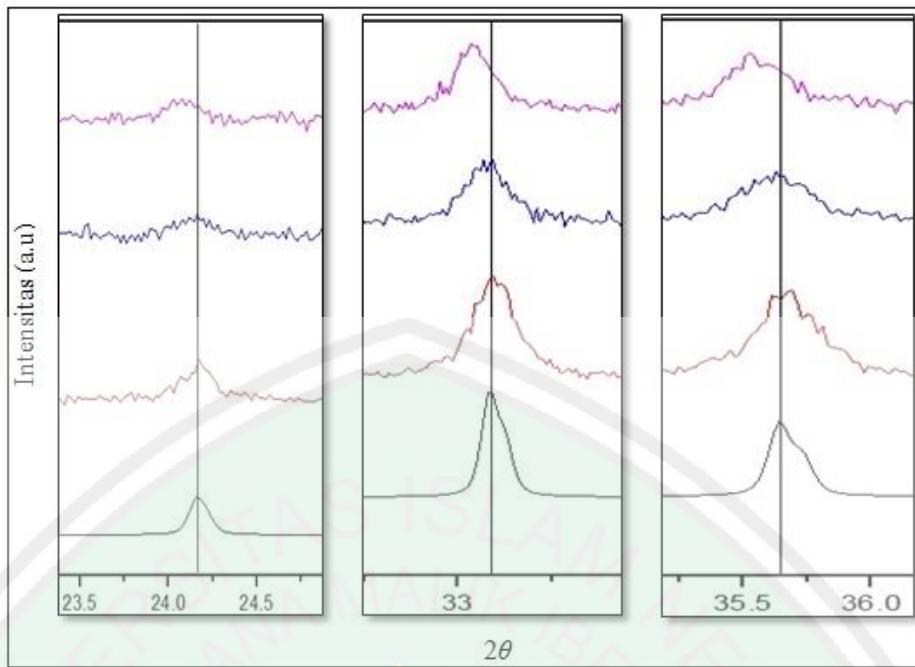
Keterangan (*) : Senyawa *polyethylene glycol* (PEG) dikutip dari jurnal Tu, dkk. (2019). Hal.475
 (☆) : Senyawa antara lainnya

Pengaruh agen pengendap Na_2CO_3 terhadap intensitas puncak dan derajat kristanilitas senyawa $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang berbeda dapat dimungkinkan karena adanya anionik seperti ion karbonat yang berasal dari agen pengendap Na_2CO_3 selama proses pengendapan. Ion karbonat pada agen pengendap Na_2CO_3 selama proses pengendapan cenderung mengendap dalam bentuk molekul seperti *amorf* atau kristal $\text{Fe}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ bersama dengan fasa $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (Tangale, dkk., 2013). Pada proses pengendapan dengan Na_2CO_3 yang divariasi konsentrasi 0,5; 1; dan 2 M

pH larutan menjadi 3, 4, dan 9 hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi Na_2CO_3 pHnya meningkat atau semakin basa. Kristal karbonat cenderung larut pada pH rendah (Seifan, dkk., 2018). Pada konsentrasi 0,5 M kristal karbonat tidak ikut mengendap sehingga untuk pembentukan fasa hematit cenderung lebih kristal sedangkan variasi konsentrasi agen pengendap lainnya terdapat lebih banyak senyawa campuran seperti kristal karbonat, oleh karena itu pada proses kalsinasi karena adanya senyawa campuran hal ini memungkinkan pada pembentukan fasa hematit derajat kristalinnya lebih rendah.



Gambar 4.5 Pola XRD senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) hasil kalsinasi dengan variasi konsentrasi agen pengendap



Gambar 4.6 Pergeseran 2θ senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Tabel 4.2 Rata-rata ukuran kristal senyawa hasil sintesis

Sampel hematit	FWHM	2θ ($^{\circ}$)	<i>Crystallite size</i> (nm)
0,5 M	0,1771	33,1936	46,29
	0,1378	35,6575	59,89
1 M	0,2007	33,1522	40,85
	0,2676	35,6193	30,84
2 M	0,1506	33,0886	54,42
	0,2342	35,5127	35,22

Perbandingan posisi puncak pada 2θ ($^{\circ}$): 24,1608; 33,1522; dan 35,6193 ditampilkan pada Gambar 4.6. Berdasarkan perbandingan pada Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa posisi puncak 2θ untuk hematit 1 dan 2 M mengalami pergeseran ke arah 2θ yang lebih kecil, hal ini mengindikasikan bahwa sampel tersebut memiliki ukuran kristal yang lebih besar. Namun hematit 2 M pada 2θ ($^{\circ}$): 35,5127 memiliki ukuran kristal yang lebih kecil, hal ini disebabkan karena ukuran kristal tidak hanya dipengaruhi oleh pergeseran posisi puncak 2θ namun

juga dipengaruhi nilai *full width at half maximum* (FWHM). Pergeseran posisi 2θ dimungkinkan karena adanya perubahan parameter sel kisi (Muller, 2015). Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan Persamaan 3.3 (Persamaan Deybe-Scherrer). Perhitungan ukuran kristal ditampilkan pada Lampiran 5 sedangkan hasilnya dirangkum pada Tabel 4.2, dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa hematit 1 M memiliki ukuran kristal paling kecil yaitu 40,85 nm.

4.4.2 Kolorimeter (*Color Reader*) Minolta CR-10

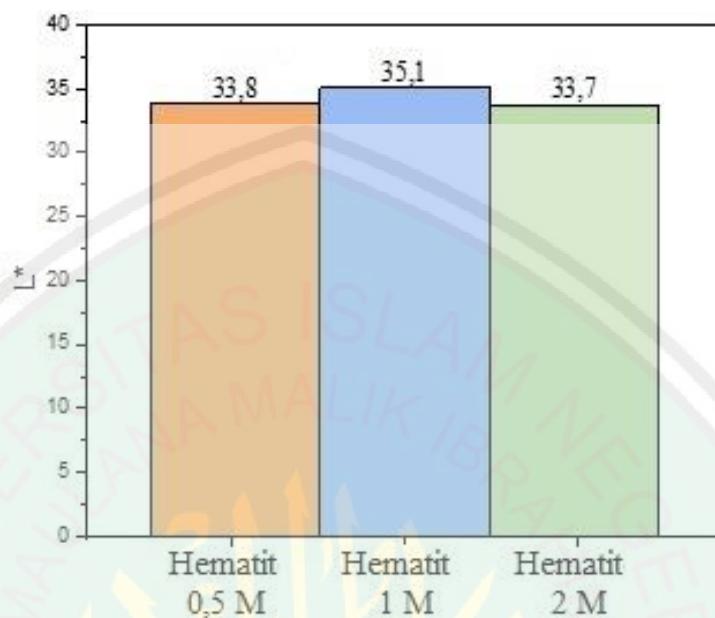
Warna suatu sampel dapat diukur menggunakan *color reader*. Uji warna tersebut untuk mengetahui warna yang dihasilkan dari senyawa hematit dengan menggunakan *colorimetri coordinat*. Pengukuran alat ini dinyatakan dengan nilai kecerahan (L^*), kemerahan (a^*), dan kekuningan atau kebiruan (b^*). Warna yang dihasilkan dari pigmen hematit ditampilkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Pigmen hematit dengan variasi konsentrasi agen pengendap

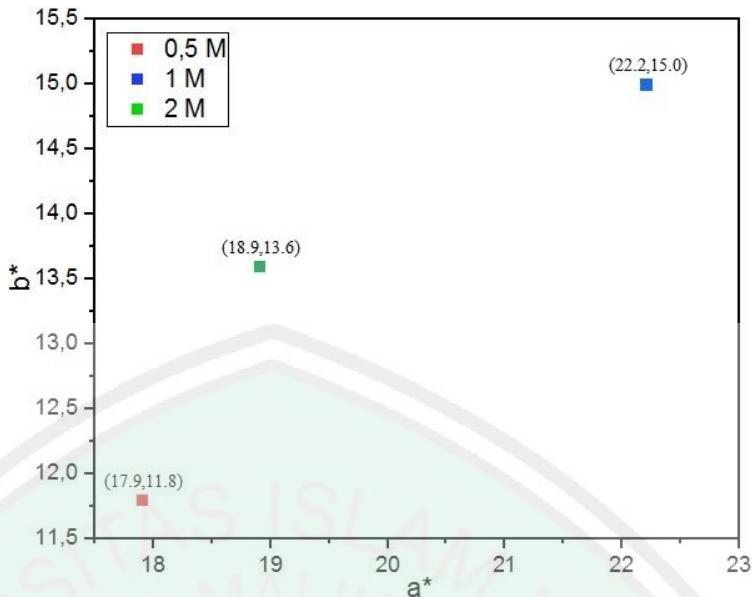
Berdasarkan Gambar 4.8 tingkat kecerahan warna pada konsentrasi 1 M memiliki kecerahan warna yang paling tinggi dibandingkan konsentrasi lainnya dan tingkat kecerahannya yang paling sesuai dengan standar. Hal ini dimungkinkan pada konsentrasi 1 M memiliki ukuran kristal yang paling kecil,

warna pigmen akan lebih cerah seiring dengan semakin kecilnya suatu ukuran kristal (Sobirin, dkk., 2015).



Gambar 4.8 Grafik nilai L^* dari variasi konsentrasi agen pengendap

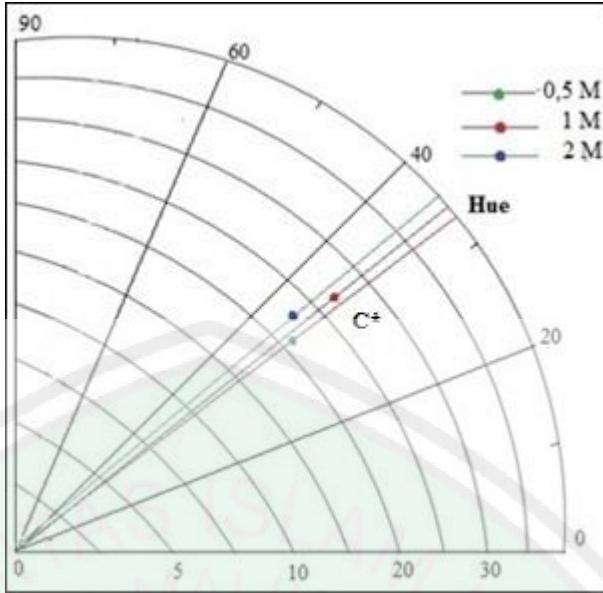
Menurut Rahman, dkk. (2013) nilai positif a^* ($+a^*$) menunjukkan warna merah, negatif a^* ($-a^*$) adalah warna hijau. Notasi positif b^* ($+b^*$) adalah kuning dan negatif b^* ($-b^*$) menunjukkan warna biru. Berdasarkan Gambar 4.9 nilai a^* dan b^* dari ketiga variasi konsentrasi bernilai positif hal ini menunjukkan bahwa sampel tersebut dominan warna merah dan kuning. Warna merah yang muncul dikarenakan adanya besi oksida merah atau hematit. Hal tersebut dibuktikan adanya puncak hematit pada hasil XRD. Hematit dengan konsentrasi 1 M memiliki nilai a^* yang tertinggi, hal tersebut dikarenakan derajat kemerahannya, kecerahan dan kemurnian warna lebih tinggi dari konsentrasi 0,5 dan 2 M.



Gambar 4.9 Grafik hubungan nilai a^* dan b^* hasil kalsinasi

Nilai H° (corak warna) semakin meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi agen pengendap, sebagaimana Gambar 4.10. Nilai *hue* yang dihasilkan pigmen hematit lebih mendekati *hue* ke arah merah (0°), hal tersebut dimungkinkan karena adanya hematit atau besi oksida merah. Hal ini terbukti bahwa pada difraktogram XRD muncul puncak pada 2θ ($^\circ$): 33,1936; 33,1522; 33,0886.

Nilai C^* juga berbanding lurus dengan ukuran partikel yang menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran partikel semakin tinggi tingkat kecerahan dan kemurniannya (Buxbaum, 2005). Semakin tinggi tingkat kristalinitasnya maka semakin cerah warna pigmen hematit dan nilai warna terbaik memiliki ukuran partikel yang paling kecil. Berdasarkan data L^* , C^* , H° , a^* , dan b^* konsentrasi 1 M memiliki nilai warna terbaik.



Gambar 4.10 Diagram warna kroma dan *hue*

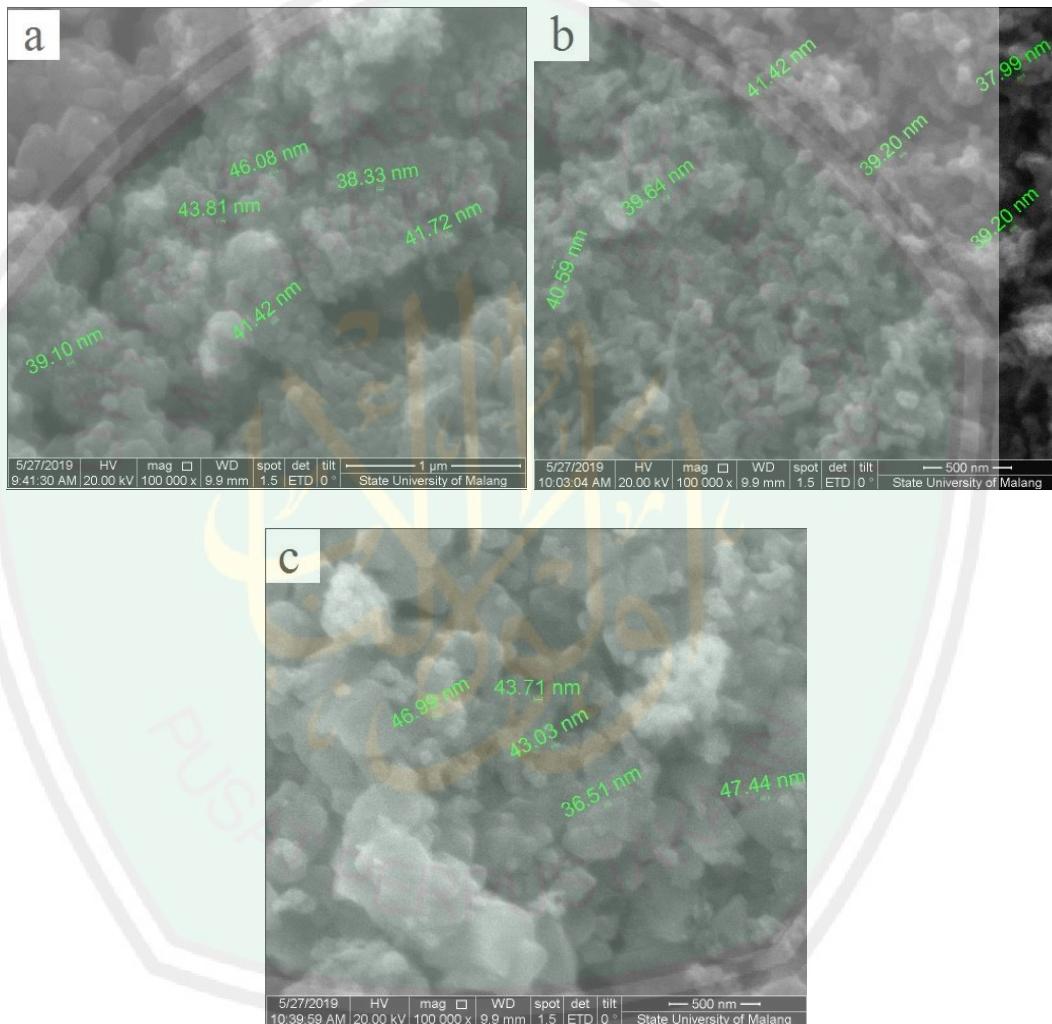
4.4.3 Karakterisasi Pigmen Hematit dengan SEM

Morfologi permukaan dan ukuran partikel dapat dikarakterisasi menggunakan SEM. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui hasil morfologi, bentuk dan ukuran partikel dari pigmen hematit hasil sintesis. Hasil analisis SEM hematit 0,5 M dengan perbesaran 100.000 kali terlihat bahwa distribusi bentuk partikelnya relatif seragam dan masih terjadi aglomerasi.

Berdasarkan Gambar 4.11 dari uji SEM menunjukkan bahwa morfologi atau bentuk dari partikel terbentuk *spherical* atau bulatan kecil dan masih ditemukan aglomerasi terutama pada hematit konsentrasi 1 M. Hasil pengukuran partikel dengan menggunakan *software ImageJ* ditampilkan pada Tabel 4.3 dan dapat diketahui bahwa ukuran partikel yang diperoleh pada semua sampel berkisar pada rentang 30-50 nm, Tabel 4.3 juga menunjukkan bahwa hematit konsentrasi 2 M cenderung mempunyai ukuran partikel yang lebih besar dibandingkan dengan hematit pada konsentrasi yang lain.

Tabel 4.3 Ukuran partikel hematit 0,5; 1; dan 2 M

No	Ukuran partikel (nm)		
	Hematit 0,5 M	Hematit 1 M	Hematit 2 M
1.	39,10	40,59	46,99
2.	43,81	39,64	43,71
3.	46,08	41,42	43,03
4.	41,42	39,20	36,51
5.	38,33	37,99	47,44



Gambar 4.11 Hasil uji SEM senyawa hematit (a) 0,5 M perbesaran 100.000× (b) 1 M perbesaran 100.000× (c) 2 M perbesaran 100.000×

Bentuk partikel yang seragam dikarenakan adanya penambahan PEG karena material ini berfungsi sebagai pembungkus partikel pada saat proses

sonikasi (Ikhsan, dkk., 2017) dan ukuran partikel yang berukuran nano, hal ini dimungkinkan karena adanya gelombang kejut pada proses sonikasi, gelombang kejut dalam media air membentuk gelembung yang semakin berukuran besar dan kemudian memecah, ketika gelembung memecah akan menghasilkan energi kinetik yang menjalar ke larutan sampel sehingga dapat menghasilkan ukuran nanopartikel (Bang, 2010).

4.5 Aplikasi Daya *Swelling* Pigmen pada Balok Kayu

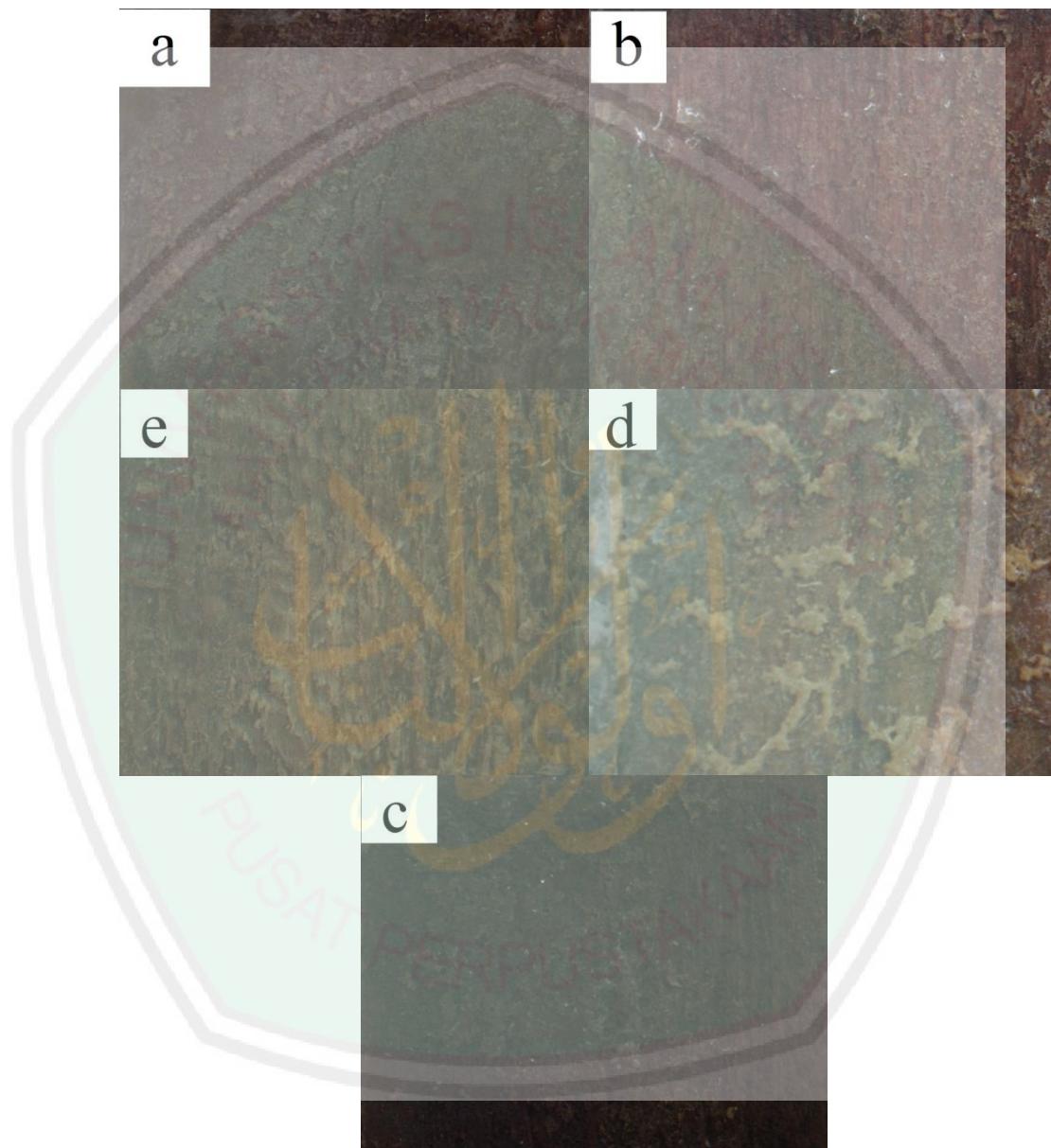
Daya *swelling* pigmen hematit pada balok kayu menunjukkan bahwa, kayu yang tidak dilapisi campuran pigmen hematit lebih cepat mengalami peningkatan ukuran daripada kayu yang terpigmentasi. Pigmen hematit yang diaplikasikan pada balok kayu dapat menurunkan daya *swelling* sekitar 10%.



Gambar 4.12 Uji daya *swelling* kayu terpigmentasi

Daya *swelling* kayu yang terpigmentasi hematit 1 M lebih rendah dibandingkan daya *swelling* pada konsentrasi pigmen hematit lainnya, sebagaimana pada Gambar 4.12. Sesuai dengan penelitian Schirp, dkk. (2015)

hasil uji daya *swelling* pada kayu yang dilapisi dengan campuran pigmen organik lebih cepat membengkak (*swelling*) daripada kayu yang dilapisi dengan pigmen anorganik (besi oksida) saja.



Gambar 4.13 Permukaan hasil uji daya swelling pada balok kayu (a) hematit 0,5 M (b) hematit 1 M (c) hematit 2 M (d) sirlak+ metanol (e) tanpa penambahan

Pigmen hematit akan menutupi seluruh lapisan permukaan balok kayu sehingga permukaannya lebih sulit mengikat molekul air. Komponen kimia kayu yang tidak terpigmentasi hematit mudah berikatan dengan molekul air, sehingga menyebabkan kayu lebih cepat mengalami peningkatan ukuran (*swelling*), sebagaimana pada Gambar 4.13.

4.6 Keistimewaan dan Pemanfaatan Limbah Besi Sebagai Pigmen Hematit dalam Prespektif Islam

Besi mempunyai kekuatan yang hebat, dalam tafsir ibnu katsir dijelaskan bahwa “*yang padanya terdapat kekuatan yang hebat*” besi memiliki kekuatan yang dapat dijadikan sebagai alat-alat perang, seperti pedang, tombak, lembing, baju besi, dan lain-lain. Allah telah menurunkan besi yang mengandung kekuatan yang hebat untuk keperluan militer. Keperluan sehari-hari juga tidak terlepas dari bahan-bahan yang terbuat dari besi seperti kampak, beliung, gergaji dan alat-alat untuk berladang, memasak, membuat roti yang dalam proses produksinya dapat menghasilkan limbah. Berdasarkan uraian diatas, salah satu peran kita dalam mengatasi limbah tersebut adalah dengan mengolah limbah bubut besi menjadi produk yang memiliki nilai ekonomi. Penelitian ini mensintesis besi oksida dari limbah bubut besi menjadi hematit. Produk dalam penelitian ini diaplikasikan sebagai pigmen karena memiliki warna merah. Pigmen hematit digunakan sebagai salah satu bahan dasar dalam proses pembuatan cat yang memiliki fungsi sebagai pewarna dan daya *hiding*. Sebagaimana yang telah disebutkan dalam surah al-Hadiid ayat 25 bahwa besi diciptakan oleh Allah untuk memberikan manfaat kepada manusia.

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبُشِّرَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيَقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنَافِعٌ لِلنَّاسِ وَلِعِلْمٍ اللَّهُ مَنْ يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْعَيْبِ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ

Artinya: "Sesungguhnya Kami telah mengutus Rasul-Rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka al-Kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan Kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)-Nya dan Rasul-rasulNya padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Mahakuat lagi Mahaperkasa. (QS. 57:25)

وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ

....Dan kami turunkan besi

Besi merupakan logam yang paling banyak digunakan yaitu sekitar 95% diantara semua logam yang diproduksi di dunia. Harganya yang relatif murah menjadikan penggunaan besi sangat luas, terutama pada penggunaan seperti kapal-kapal besar, kendaraan dan komponen utama bagi bangunan. Besi merupakan salah satu fenomena alam yang disebut khusus dalam al-Quran. Besi dalam bahasa Arab dikenal sebagai *al-Hadiid*. Enam ayat dalam al-Quran yang menyebutkan kata *al-Hadiid* salah satunya terdapat pada surah *al-Hadiid* yang terdapat dalam ayat ke-25. Beberapa penerjemah al-Quran mengartikan kata *wa-anzalna* dengan makna dan kami ciptakan. Arti kata *anzalna* yang sebenarnya adalah kami turunkan. Akar kata *anzalna* berasal dari kata *anzala-yunzilu* bermakna menurunkan. Sebagian mufasir menafsirkan perkataan *kami turunkan* untuk menerangkan bahwasanya besi ini diciptakan oleh Allah yang mana untuk memberikan manfaat kepada manusia.

Menurut tafsir al-Mishbah *Dan kami turunkan* yakni ciptaan juga *besi* yang padanya terdapat kekuatan yang hebat antara lain dapat dijadikan alat untuk

melandan kedzaliman dan *berbagai manfaat* lain *bagi* kebutuhan dan kenyamanan hidup *manusia*. Kami melakukan semua itu supaya dipergunakan dengan baik dan pada tempatnya *dan supaya Allah mengetahui* dalam kenyataan setelah mengetahui dalam ilmu-Nya yang ghaib *siapa yang* membangkang perintah-Nya dan *siapa yang* senantiasa *menolong agama-Nya dan rasul-rasul-Nya* dengan jiwa raga, lisan atau paling tidak dengan hati dan doanya *padahal Allah tidak dilihat-Nya*. Perintah-Nya untuk menolong agama-Nya dan rasul-rasul-Nya itu bukan karena dia lemah membutuhkan pertolongan, tetapi untuk menguji manusia karena *sesungguhnya Allah Maha Kuat* mengalahkan segala sesuatu dan tidak dapat dikalahkan oleh apa dan siapa pun *lagi Maha Perkasa* sehingga tidak terbendung oleh kehendak-Nya oleh apa dan siapapun.

Menurut beberapa mufasir menafsirkan bahwa besi merupakan materi yang berasal dari luar bumi, akan tetapi dibawa oleh bintang yang meledak diangkasa luar melalui meteor dan “diturunkan” ke bumi. al-Qurthuby menuliskan dalam sebuah hadist yang menerangkan tentang dari mana sesungguhnya besi itu berasal sebagai berikut

روى عمر رضي الله عنه أن رسول الله صلى الله عليه وسلم قال: إن الله انزل أربع بر كا
ت من السماء إلى الأرض: الحديد والنار والماء والملح

Artinya : Umar RA merawikan bahwasanya Rasulullah bersabda: sesungguhnya Allah telah menurunkan empat barakah dari langit ke bumi: besi, api, air dan garam.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil XRD menunjukkan bahwa ketiga sampel fasa hematit memiliki sistem kristal heksagonal dan grup ruang $R\bar{3}c$ (simetri rombohedral).
2. Nilai warna yang dihasilkan dari semua sampel sesuai dengan standar pigmen hematit, sedangkan pada konsentrasi 1 M memiliki nilai warna terbaik.
3. Hasil karakterisasi SEM hematit pada konsentrasi 0,5 M terlihat bahwa distribusi bentuk partikelnya relatif seragam, memiliki bentuk *spherical* atau bulatan kecil dan masih terjadi aglomerasi.
4. Hasil daya *swelling* menunjukkan bahwa balok kayu yang tidak terpigmentasi hematit lebih cepat mengalami peningkatan ukuran kayu dan daya *swelling* kayu yang rendah pada konsentrasi pigmen hematit 1 M.

5.2 Saran

Selama proses sonifikasi perlu diperhatikan lagi bahwa sampel dengan penambahan PEG 6000 seharusnya dalam keadaan cair, sehingga diharapkan distribusi partikel tidak terjadi aglomerasi. Perlu diteliti pada saat pengontrolan suhu sintesis dan waktu sintesis, agar diperoleh hasil difraktogram XRD dengan intensitas puncak yang tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdulkadir, I., dan Abubakar, B.A. 2013. Some Wet Routes for Synthesis of Hematite Nanostructures. *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, 7: 114–21.
- Aji, M.P., Yulianto, A., dan Satria, B. 2007. Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia Indonesian Journal of Materials Science*, 536: 106–8.
- Al Chabib, M. N. 2017. Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. *Skripsi*, Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ammar, Al., dan Tarek, A. 2012. *Sonochemical Synthesis and Characterization of Metal Oxides Nanoparticles in Ionic Liquids*. Ruhr-Universität Bochum, Universitäts bibliothek.
- Bang, J., H., dan Kenneth S., S. 2010. Applications of Ultrasound to The Synthesis of Nanostructured Materials. *International Journal of Advanced Materials*, 102: 3543-3578.
- Belin, T.N.M., Bovet, N., dan Gailhanou, M. 2007. In Situ and Time Resolved Study of The Γ/A - Fe₂O₃ Transition in Nanometric Particles. *Journal of Solid State Chemistry*, 180: 2377–2385.
- Belkhedkar, M.R., dan Ubale, A.U. 2014. Preparation and Characterization of Nanocrystalline α -Fe₂O₃ Thin Films Grown by Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction Method. *International Journal of Materials and Chemistry*, 4: 109–16.
- Blanco-Andujar, Cristina, Daniel, O., Quentin, A., Pankhurst, dan Nguyen, T.K.T. 2012. Elucidating The Morphological and Structural Evolution of Iron Oxide Nanoparticles Formed by Sodium Carbonate in Aqueous Medium. *Journal of Materials Chemistry*, 22(25): 12498.
- Buxbaum, G., dan Pfaff, G. 2005. *Indutsrial Inorganic Pigment*, Edisi 3. Weinheim: Wiley-VCH.
- Chang, R. 2003. *Kimia Dasar Konsep-konsep Inti Jilid 2*, Edisi 3. Terjemahan Achmadi, S.S. 2005. Jakarta: Erlangga.

- Cornell, R.M., dan Udo, S. 2003. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences, and Uses*. 2nd, completely rev. and extended ed ed. Weinheim: Wiley-VCH.
- Dar, M.A., Ansari, S.G., Rizwan, W., Young, S.K., dan Hyung, S.S. 2007. The Synthesis of Maghemite and Hematite (γ - Fe₂O₃, α -Fe₂O₃) Nanospheres. *Materials Science Forum*, 534: 157–60.
- Dhal, J.P., Mishra, B.G., dan Hota, G. 2015. Ferrous Oxalate, Maghemite and Hematite Nanorods As Efficient Adsorbents for Decontamination of Congo Red Dye from Aqueous System. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 12(6): 1845–56.
- Dražić, G., Štefanić, G., Jurkin, T., dan Gotić, M. 2017. Impact of Cadmium and Phosphate Ions on The Hematite Nanorings Formation. *Journal of Molecular Structure*, 1140: 113–21.
- Faivre, D. 2016. *Iron Oxides*. Weinheim, Germany.
- Firnando, H.G. 2015. Pengaruh Suhu pada Proses Sonikasi Terhadap Morfologi Partikel dan Kristalinitas Nanopartikel. *Jurnal Fisika Unand*, 4(1): 5.
- Frankel, Udo, dan Cornell, R.M. 2016. *Iron Oxides in The Laboratory: Preparation and Characterization*. 2nd completely rev. and extended ed. Weinheim ; New York: Wiley-VCH.
- Hassanjani, R., Amir, Mohammad, R.V., Ali, S., dan Zohreh, R. 2011. Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Via Sonochemical Method and Their Characterization. *Particuology*, 9: 95–99.
- He, K., Bin, S., Lingtong, Z., Wangwei, L., Jin, L., Gaoling, Z., dan Gaorong, H. 2016. Size-Controlled Synthesis of Hematite Mesocrystals. *The Royal Society of Chemistry*, 18 (5): 754–58.
- Ikhsan, M., Dwi, P., dan Arif, B. 2017. Pengaruh Penambahan Polyethylene Glycol (PEG) Terhadap Sifat Magnetik Maghemit (Γ -Fe₂O₃) Yang Disintesis dari Magnetit Batuan Besi (Fe₃O₄). *Jurnal Ilmu Fisika*, 9(2): 7.
- Karlinasari, L., Dan Nawawi. 2010. Kajian Sifat Anatomi dan Kimia Kayu Kaitannya dengan Sifat Akustik Kayu. *Jurnal Ilmu-ilmu Hayati dan Fisik*, 12: 110–16.
- Khalil, M., Nin, L., dan Robert, L. 2017. Synthesis and Characterization of Hematite Nanoparticles Using Ultrasonic Sonochemistry Method. *International Journal of Technology*, 8(4): 582.
- Khalil, M., Jianjia, Y., Ning, L., dan Robert, L.L. 2014. Hydrothermal Synthesis, Characterization, and Growth Mechanism of Hematite Nanoparticles.

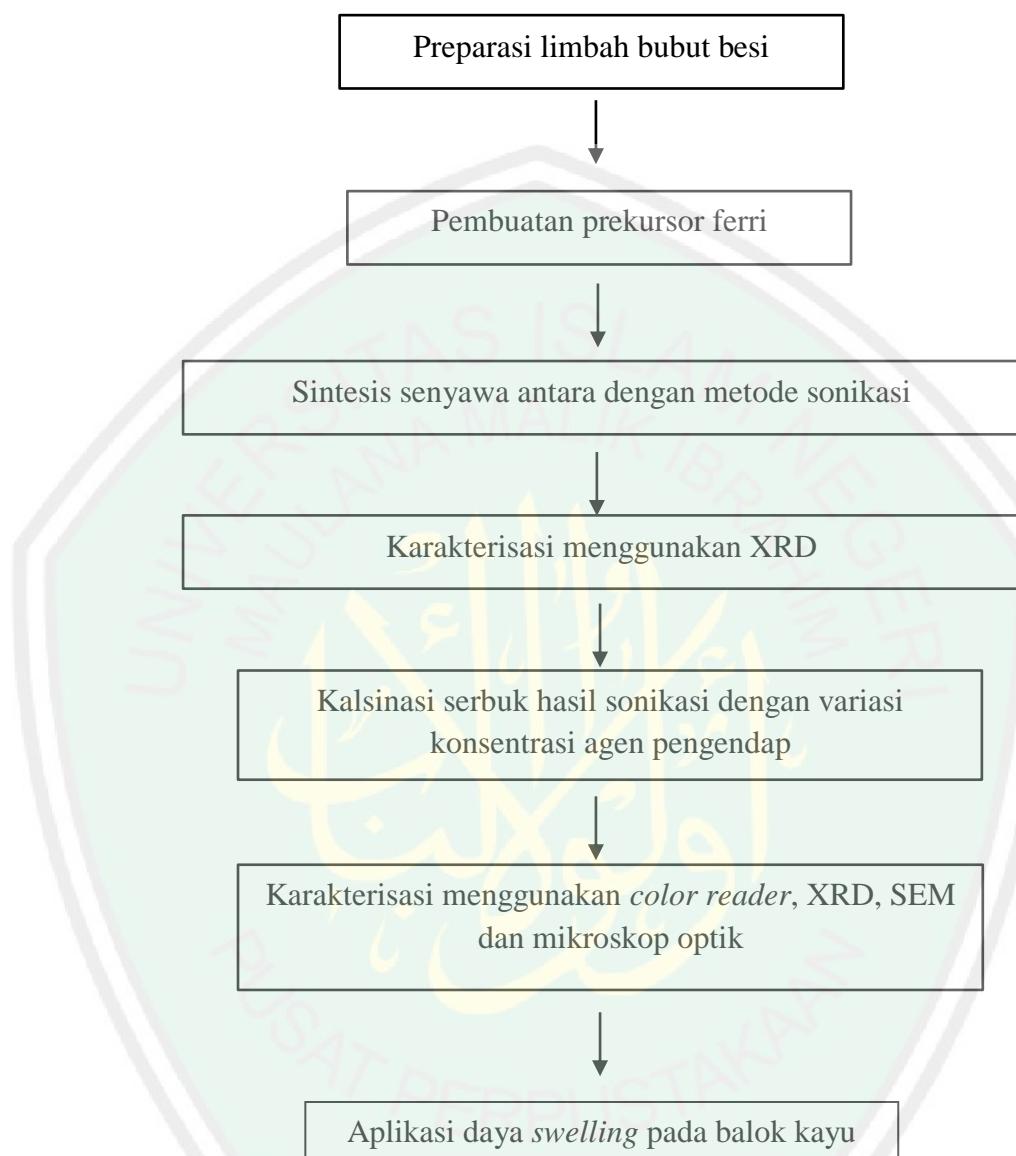
- Journal of Nanoparticle Research*, 16(4): 2362.
- Khoiroh, L.M. 2013. Pengaruh pH dan Suhu Kalsinasi Terhadap Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dengan Metode Termal Transformasi FeOOH. *Tesis*. Malang: Program Pascasarjana Universitas Brawijaya.
- Kumar, D., Singh, H., Jouen, S., Hannoyer, B., & Banerjee, S. 2015. Effect of Precursor on The Formation of Different Phases of Iron Oxide Nanoparticles. *RSC Advances*, 5(10): 7138–7150.
- Lassoued, A., Brahim, D., Abdellatif, G., dan Salah, A. 2017. Control of The Shape and Size of Iron Oxide (α -Fe₂O₃) Nanoparticles Synthesized Through The Chemical Precipitation Method. *Results in Physics*, 7: 3007.
- Legodi, M., dan Dewaal, D. 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality from Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*, 74(1): 161–68.
- MacHala, L., Jiří, T., dan Radek, Z. 2011. Polymorphous Transformations of Nanometric Iron(III) Oxide: A Review. *Chemistry of Materials*, 23(14): 3255–72.
- Mantanis, G.I., Raymond, A.Y., dan Roger, M.R. 1994. Swelling of Wood. Part II. Swelling in Organic Liquids. *Holzforschung*, 48(6): 480–90.
- Mohapatra, M., dan Anand, S. 2010. Synthesis and Applications of Nano-Structured Iron Oxides / Hydroxides. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8): 127–46.
- Muhammad A.S.A. 2017. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 9*. pustaka imam asy-syafi'i. www.pustakaimamsyafii.com.
- Müller, M., Juan, C.V., Filipe, Q.M., Mariane, D., Milena, Z.L., Manuel, F.G.H., dan Fauze, J.A. 2015. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments Through The Method of The Forced Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dyes and Pigments*, 120: 271–78.
- Nidhin, M., Kalarical, J. S., dan Balachandran, U.N. 2015. *Industrially Relevant Nanoparticles—Hematite: Its Synthesis, Functionalization, and Applications*. Toronto-New Jersey: Apple Academic Press.
- Pour, A.N., Mohammad, R.H., dan Hassan, M. 2014. Effect of Solvent Surface Tension on The Radius of Hematite Nanoparticles. *Colloid Journal*, 76(6): 782–87.
- Pramanik, N.C., Tarequl, I.B., Makoto, N., Tatsuo, F., Jun, T., dan Sang, I. 2005. Synthesis and Characterization of Cerium Substituted Hematite by Sol-gel Method. *Materials Letters*, 59: 3783 – 3787.

- Rahman, T.P., Agus, S., Nurul, T.R., dan Azwar, M., 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). *Jurnal Fisika*, 3(1).
- Raymond, W., Akihiro, K., 2001. *CEH Marketing Research Report-Pigment*. The Chemical Economics Handbook—SRI International.
- Rosanti, S.D., dan Dwi, P. 2015. Pengaruh Temperatur Terhadap Ukuran Partikel Fe_3O_4 dengan Template PEG-2000 Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Ilmu Fisika*, 7(1): 6.
- Sahoo. 2010. Characterization of Γ - And A - Fe_2O_3 Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of α - Fe_2O_3 . *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2.
- Schirp, A., Burkhard, P., dan Danilo, N. 2015. Effectiveness of Organic and Inorganic Pigments for Mass Colouration of Thermo-Mechanical Pulp Used in Wood–Plastic Composites. *European Journal of Wood and Wood Products*, 73(1): 5–16.
- Schwertmann, U., dan Rochelle, M.C. 2008. *Iron Oxides in The Laboratory: Preparation and Characterization*. John Wiley & Sons.
- Seifan, M., Ebrahimpour, A., Ghasemi, Y., Samani, A.K., Berenjian, A., 2018. The Role of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles in The Bacterially Induced Calcium Carbonate Precipitation. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 1-12.
- Septityana, K.D., Priyono., Nurul, T.R., Yuswono, Tito, P.R., Dwi, W.N., Radyum, I., Nofrizal, dan Nurwenda, N.M. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit (α - Fe_2O_3) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*, 2(3): 95–100.
- Singh, K., Appanjeet, K., Ahmad, U., Chaudhary, G.R., Sukhjinder, S., dan Mehta, S.K. 2015. A Comparison on The Performance of Zinc Oxide and Hematite Nanoparticles for Highly Selective and Sensitive Detection of Para-Nitrophenol. *Journal of Applied Electrochemistry*, 45(3): 253–61.
- Sobirin, M., Margi, F., Rofiatul, Z., Yani, P., Fandi, M.A.S., dan Andya, S.P.P. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja (mill scale) dengan Metode Laux. *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika..*
- Sugiman, S., Abdul, H.N., dan Emmy, D.S. 2014. Pengaruh Kadar Air Awal Kayu Jati dan Suhu Curing Perekat pada Kekuatan Geser Sambungan Kayu Jati (Tectona Grandis) Secara Perekatan. *Dinamika Teknik Mesin*, 4 (2).

- Tangale, N.P., Niphadkar, P.S., Deshpande, S.S., Joshi, P.N., 2013. Dehydrogenation of Cyclohexanol Over Cu/Al₂O₃ Catalysts Prepared with Different Precipitating Agents. *Applied Catalysis A: General*, 467: 421-429.
- Tengqi, Z., Yanjuan, Z., Wenhua, L., Zuyong, F., Wei, Z., Xiuwen, J., 2018. Influence of Sodium Carbonate Amount on Crystalline Phase and Structure Stability for Doping Nickel Hydroxide. *School of Physics and Optoelectronic Engineering Guangdong University of Technology*, 33(3): 552-558.
- Tian, G., Wenbo, W., Dandan, W., Qin, W., dan Aiqin, W. 2017. Novel Environment Friendly Inorganic Red Pigments Based on Attapulgite. *Powder Technology*, 315: 60–67.
- Tu, J., Li, H., Zhang, J., Hu, D., Cai, Z., Yin, X., Dong, L., Huang, L., Xiong, C., Jiang, M., 2019. Latent Heat and Thermal Conductivity Enhancements in Polyethylene Glycol/Polyethylene Glycol-Grafted Graphene Oxide Composites. *Advanced Composites and Hybrid Materials*, 2: 471-480.
- Tuček, J., Libor, M., Shigeaki, O., Asuka, N., Marie, Y., Kenta, I., Hiroko, T., Shin-ichi, O., dan Radek, Z. 2015. Zeta-Fe₂O₃ – A New Stable Polymorph in Iron (III) Oxide Family. *Scientific Reports*, 5: 15091.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Jilid 1*. Jakarta: PT. Kalman Media Pusaka.
- Wang, W.H., Zheng, M.Z., Qing, W.W., dan Yong, Z.C. 2011. Application of Organic and Inorganic Dye to Wood Plastic Composite. *Advanced Materials Research*, 183: 2293–97.
- Wang, W., Jane, H., Wei, W., Jane, Y.H., dan Baohua, Gu. 2008. Structure and Morphology Evolution of Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles in Forced Hydrolysis of Ferric Chloride Hydrolysis of Ferric Chloride. *Advanced Materials Research*, :2–8.
- West, A.R. 2014. *Solid State Chemistry and Its Applications*. John Wiley & Sons.
- Wijayanti, K. 2010. *Pengolahan Limbah Besi Bengkel Bubut Menjadi Koagulan Untuk Penjernihan Air*, 6.
- Zhang, Z., Hua, D., Wei-hong, W., dan Qing-wen, W. 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.

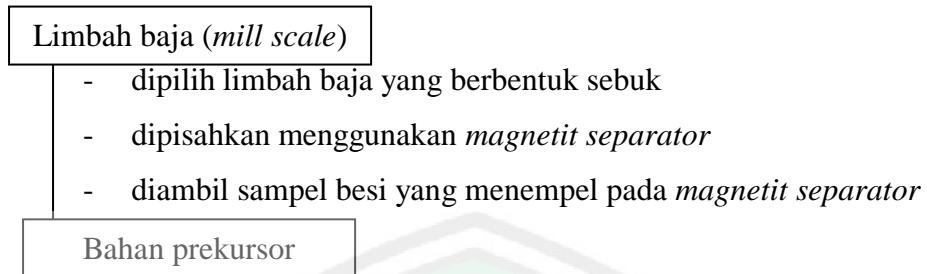
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Percobaan

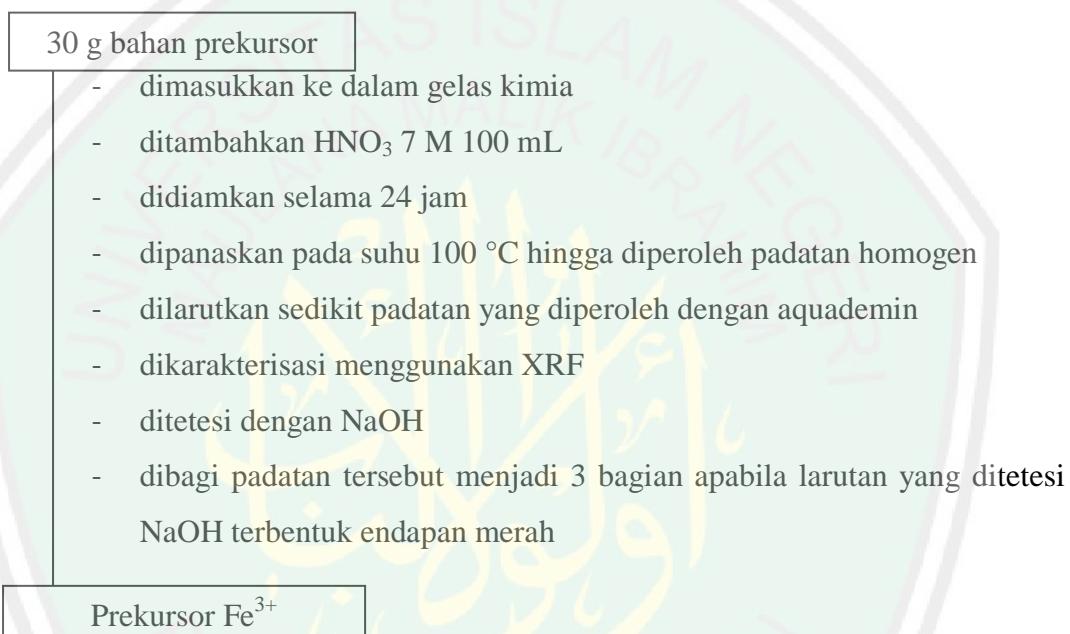


Lampiran 2. Diagram Alir

1. Preparasi Bahan



2. Pembuatan Prekursor Fe³⁺



3. Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Prekursor Fe³⁺	<ul style="list-style-type: none"> - ditimbang 10 g - dilarutkan dalam 150 mL aquademin - dilarutkan natrium karbonat 2,65; 5,3; 10,6 g masing-masing kedalam 50 mL aquademin - dicampurkan larutan natrium karbonat dengan larutan prekursor - dipanaskan pada suhu 70 °C selama 1 jam - didinginkan pada suhu ruang - didekantasi campuran - dicuci padatan dengan aquademin sampai pH 7 - disaring - ditambahkan padatan dengan cairan PEG-6000 dengan perbandingan massa endapan dan PEG-6000 cair sebanyak 1:5 - diaduk menggunakan <i>magnetic stirrer</i> - disonikasi menggunakan <i>ultrasonic bath</i> selama 45 menit - didekantasi dan disaring menggunakan corong <i>buchner</i> dan pompa vakum - dikalsinasi serbuk hasil sintesis tersebut di dalam tanur pada suhu 750 °C selama 3 jam
Hasil	

4. Karakterisasi hasil sintesis

Produk hasil sintesis	<ul style="list-style-type: none"> - dikarakterisasi menggunakan <i>color reader</i> dan XRD - dikarakterisasi menggunakan XRD serbuk sebelum dikalsinasi yang menghasilkan data <i>color reader</i> dan XRD paling mendekati standard - dikarakterisasi menggunakan SEM produk hasil sintesis yang menghasilkan data <i>color reader</i> dan XRD paling mendekati standard
Hasil	

5. Aplikasi Hasil Sintesis pada Balok Kayu

1 mg produk sintesis

- dicampurkan pada larutan metanol dan sirlak
- dilapiskan pada balok kayu
- dikeringkan pada suhu 35 °C selama 24 jam
- didiamkan selama interval waktu 2, 4, 6 hari
- diukur pertambahan volume dari balok kayu
- dilakukan hal yang sama terhadap balok kayu tanpa pemberian pigmen sebagai kontrol
- dihitung daya *swelling* balok kayu

Hasil

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

$$14,444 \text{ M} \times V_1 = 7 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 48,463 \text{ mL}$$

b. Larutan Na₂CO₃ 0,5; 1; 2 M dalam 50 mL

Diket : Mr Na₂CO₃ = 106 g/mol

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

$$0,5 \text{ M} = \frac{g}{106 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,05 l} = 2,65 \text{ gram}$$

$$1 \text{ M} = \frac{g}{106 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,05 l} = 5,3 \text{ gram}$$

$$2 \text{ M} = \frac{g}{106 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,05 l} = 10,6 \text{ gram}$$

c. Perhitungan Q_{sp}

Tabel L.3 Nilai standar K_{sp} senyawa hidroksida

Senyawa hidroksida	Nilai K_{sp}
Fe(OH) ₃	$1,1 \times 10^{-36}$
Mn(OH) ₂	2×10^{-13}
Eu(OH) ₃	2×10^{-16}
Ni(OH) ₂	$9,38 \times 10^{-27}$
RbOH	Sangat besar
Ca(OH) ₂	8×10^{-6}
Cr(OH) ₃	3×10^{-29}
Cu(OH) ₂	$2,2 \times 10^{-20}$
LaOH	Sangat besar



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

$$1,1 \times 10^{-36} = (\text{s}) (3\text{s})^3$$

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Jika $Q_{sp} = 0,45 \times 10^{-33} > K_{sp} = 1,1 \times 10^{-36}$ maka larutan lewat jenuh (mengendap).

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

4.1 Karakterisasi XRF

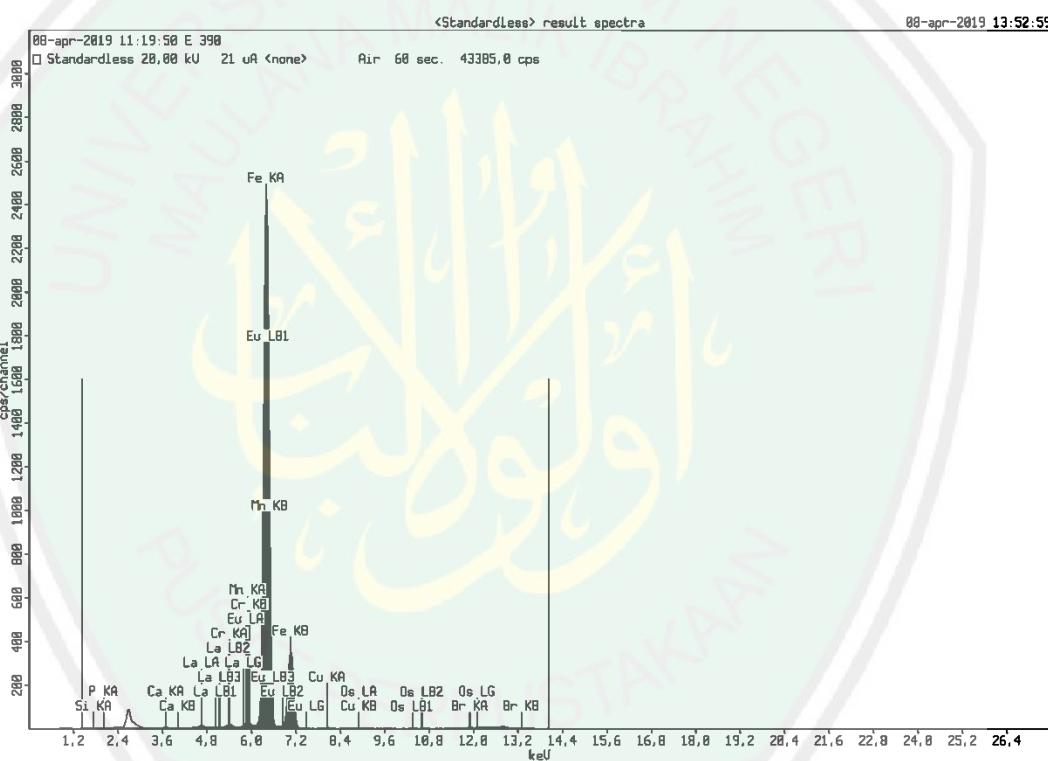
08-apr-2019 13:52:23

Sample results

Page 1

E 390 Sample ident

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



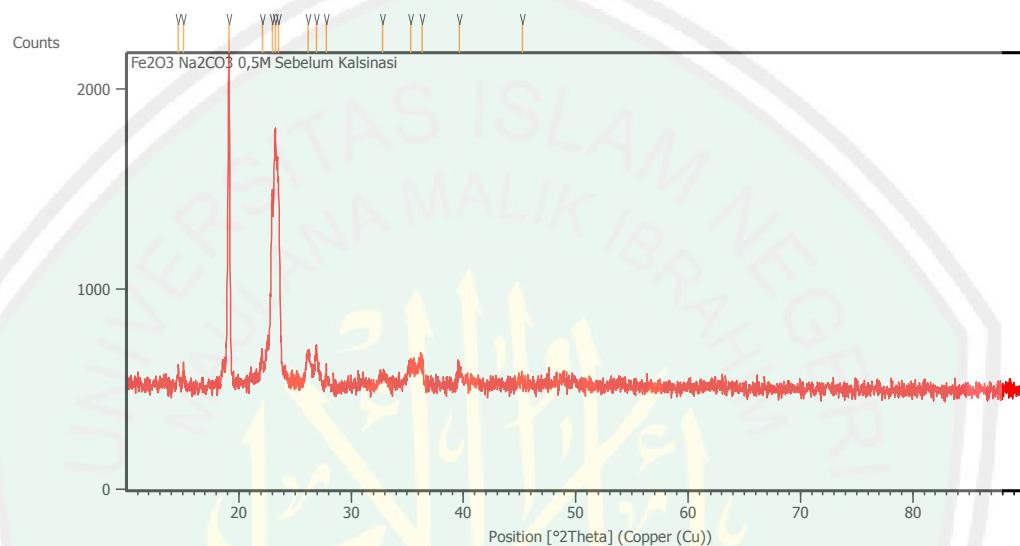
4.2 Karakterisasi XRD

Anchor Scan Parameters

Dataset Name:	C327
File name:	E:\X\Per Data\2019\April\02 April 2019\C327\C327.xrdml
Sample Identification:	C327
Comment:	Theta (10-90) Configuration=Stage Flat Samples, Owner=User-1, Creation date=9/15/2009 2:20:30 PM Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001 Sample stage=PW3071/xx Bracket Diffractometer system=XPERT-PRO Measurement program=Theta (10-90), Owner=User-1, Creation date=1/25/2018 8:59:22 AM 0.02 degpermin 46 min
Measurement Date / Time:	4/2/2019 10:29:19 AM
Operator:	State Univ of Malang
Raw Data Origin:	XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis:	Gonio
Start Position [°2Th.]:	10.0100
End Position [°2Th.]:	89.9900
Step Size [°2Th.]:	0.0200
Scan Step Time [s]:	0.7000
Scan Type:	Continuous
Offset [°2Th.]:	0.0000
Divergence Slit Type:	Fixed
Divergence Slit Size [°]:	0.9570
Specimen Length [mm]:	10.00
Receiving Slit Size [mm]:	0.1000
Measurement Temperature [°C]:	25.00
Anode Material:	Cu
K-Alpha1 [Å]:	1.54060
K-Alpha2 [Å]:	1.54443
K-Beta [Å]:	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio:	0.50000
Generator Settings:	35 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

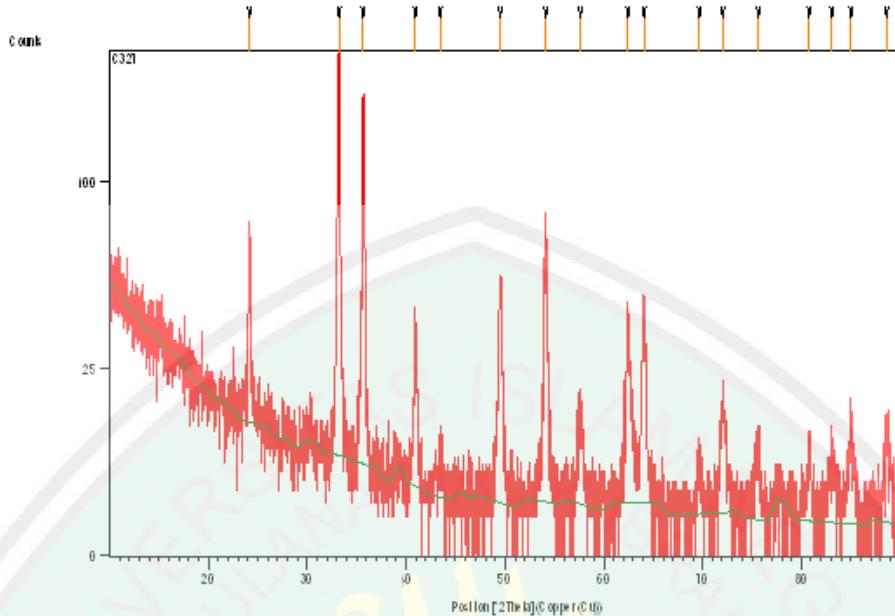
4.2.1 Hasil XRD sampel setelah sonikasi



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.6080	74.84	0.2007	6.06399	4.54
15.0783	98.67	0.1004	5.87588	5.98
19.1420	1649.33	0.1506	4.63666	100.00
22.0852	160.13	0.1004	4.02497	9.71
22.9895	963.37	0.0836	3.86865	58.41
23.2573	1272.72	0.1171	3.82471	77.17
23.5653	935.85	0.2007	3.77541	56.74
26.1749	179.49	0.2342	3.40463	10.88
26.8934	191.63	0.1338	3.31527	11.62
27.8115	62.82	0.3346	3.20788	3.81
32.8207	47.86	0.5353	2.72883	2.90
35.2904	97.89	0.4015	2.54333	5.94
36.2991	120.68	0.3346	2.47493	7.32
39.6248	71.58	0.3346	2.27454	4.34
45.2779	29.21	0.8029	2.00283	1.77

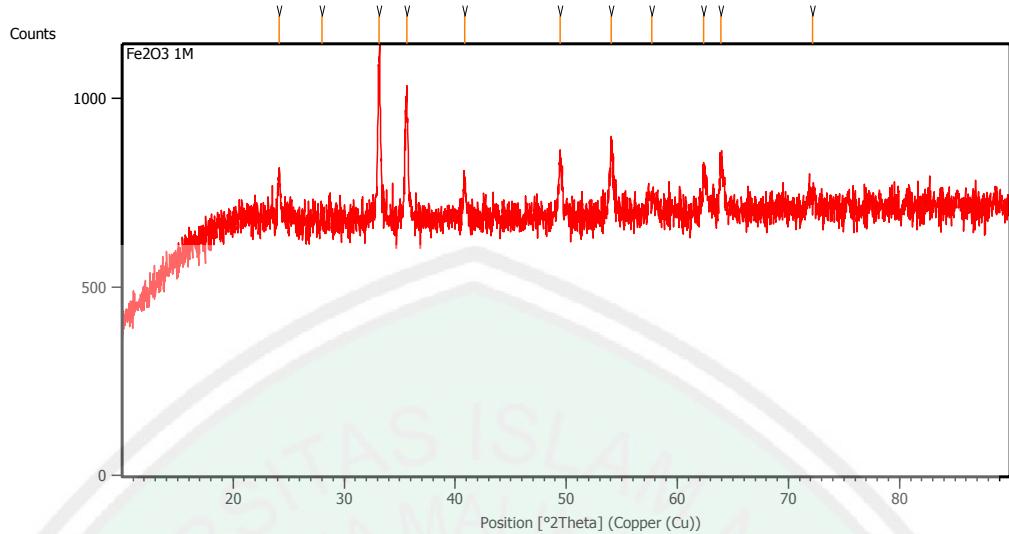
4.2.2 Hasil XRD setelah kalsinasi pada hematit 0,5 M



Peak List

Pos. [$^{\circ}2\text{Th}\text{.}$]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}2\text{Th}\text{.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
24.1724	57.65	0.2362	3.68194	33.04
33.1936	174.49	0.1771	2.69903	100.00
35.6575	136.37	0.1378	2.51798	78.15
40.9121	35.83	0.1574	2.20590	20.53
43.4023	4.84	0.6298	2.08494	2.78
49.5220	45.62	0.3149	1.84067	26.14
54.1232	63.53	0.2755	1.69456	36.41
57.6111	14.03	0.5510	1.59999	8.04
62.4661	38.42	0.2755	1.48680	22.02
64.0719	37.03	0.4723	1.45336	21.22
69.6888	4.38	0.4723	1.34933	2.51
72.0443	15.12	0.7085	1.31090	8.67
75.6150	6.91	0.4723	1.25762	3.96
80.7682	5.70	0.4723	1.18989	3.27
83.0916	6.50	0.6298	1.16242	3.72
85.0514	9.25	0.6298	1.14057	5.30
88.6511	9.97	0.6720	1.10242	5.71

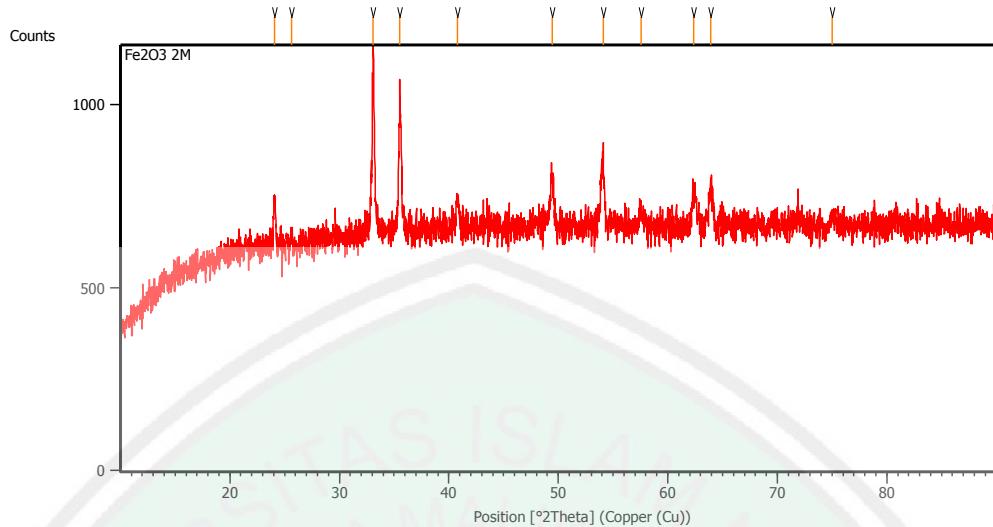
4.2.3 Hasil XRD setelah kalsinasi pada hematit 1 M



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.1608	131.74	0.1673	3.68369	29.43
28.0112	44.94	0.1338	3.18547	10.04
33.1522	447.58	0.2007	2.70231	100.00
35.6193	325.28	0.2676	2.52059	72.68
40.8258	99.77	0.2007	2.21036	22.29
49.4479	155.81	0.2007	1.84326	34.81
54.0656	183.86	0.1338	1.69623	41.08
57.7218	38.98	0.8029	1.59719	8.71
62.3972	111.69	0.2676	1.48828	24.96
63.9382	122.43	0.3346	1.45608	27.35
72.1472	35.24	0.6691	1.30928	7.87

4.2.4 Hasil XRD setelah kalsinasi pada hematit 2 M



Peak List

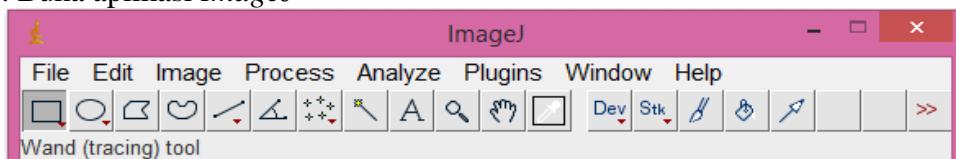
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.0631	142.07	0.1673	3.69842	27.52
25.6028	33.25	0.2342	3.47939	6.44
33.0886	516.27	0.1506	2.70735	100.00
35.5127	375.05	0.2342	2.52791	72.65
40.7942	86.34	0.2676	2.21200	16.72
49.4229	131.65	0.2676	1.84413	25.50
54.1115	186.14	0.1673	1.69490	36.06
57.5807	38.08	0.4015	1.60076	7.38
62.3802	88.61	0.3346	1.48864	17.16
63.8978	110.70	0.3346	1.45690	21.44
75.0386	23.99	0.6691	1.26585	4.65

4.3 Karakterisasi SEM

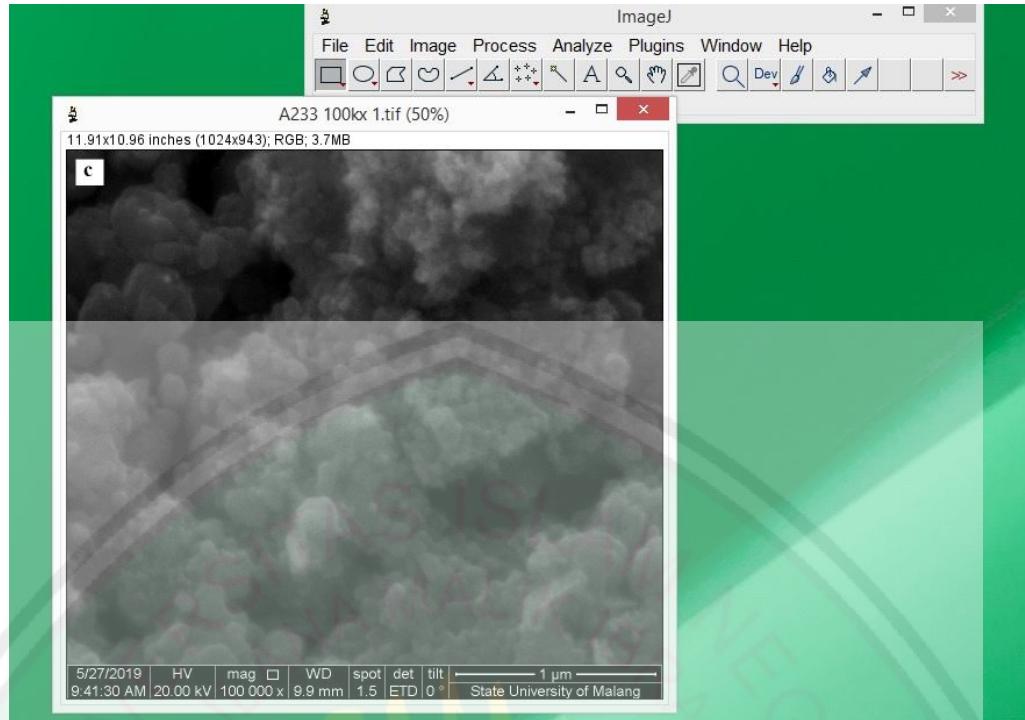
4.3.1 Analisis data SEM dengan menggunakan aplikasi *ImageJ*

Untuk mengetahui ukuran partikel pada aplikasi *ImageJ* langkah-langkah yang harus dilakukan yaitu :

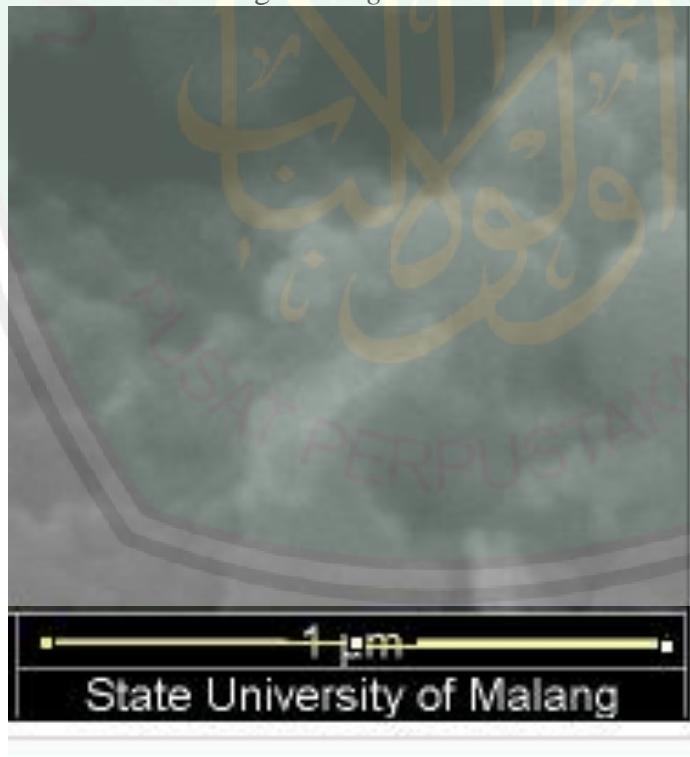
1. Buka aplikasi *ImageJ*



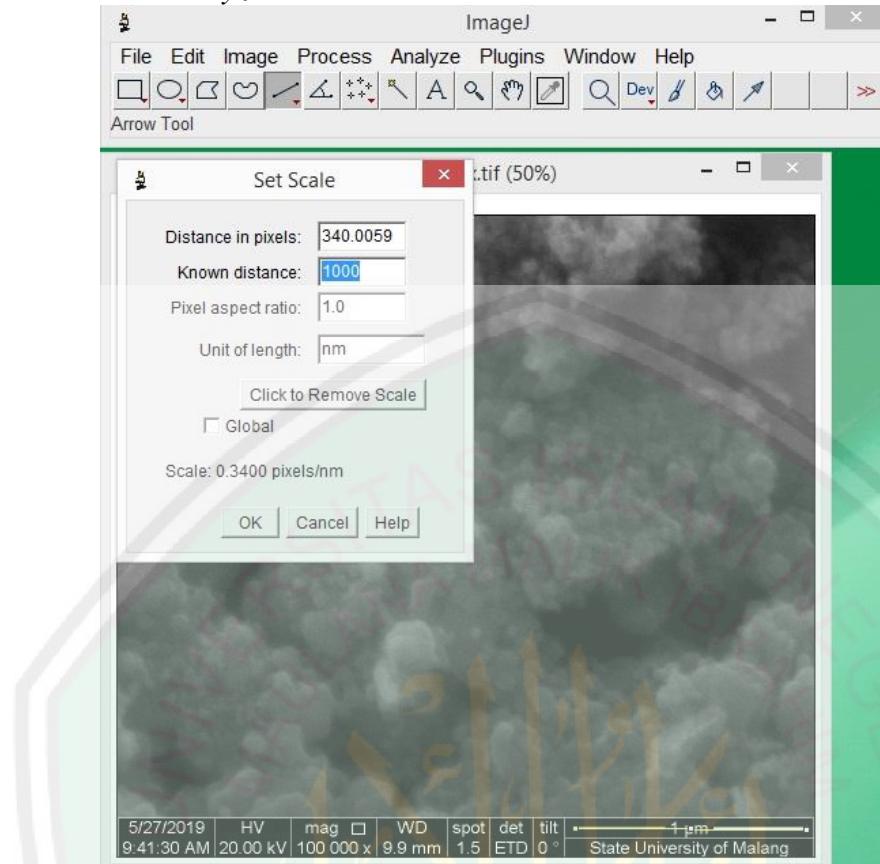
2. Kemudian buka gambar atau data yang akan dianalisis menggunakan *ImageJ*



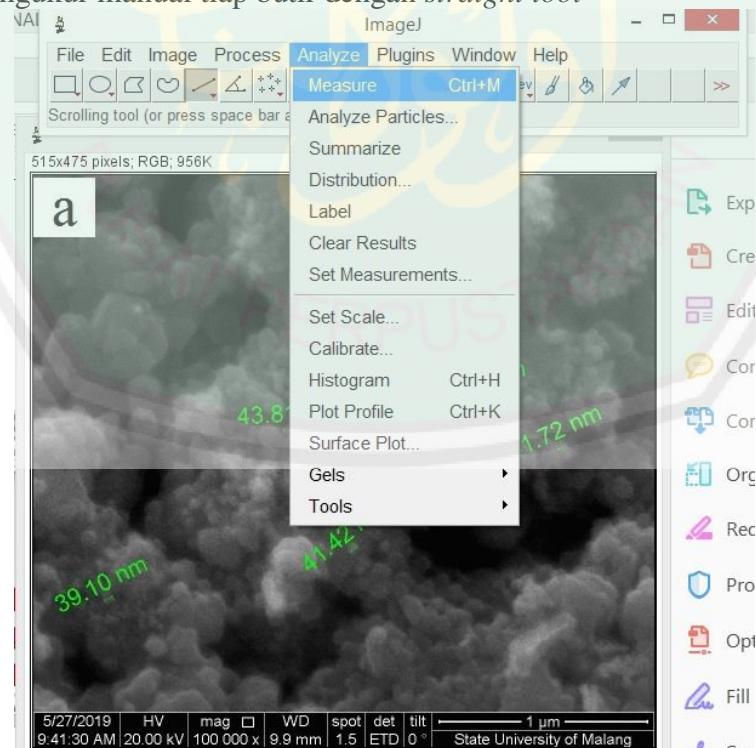
3. Kalibrasi skala dengan *straight tool*



4. Klik *analyze* lalu *set scale*

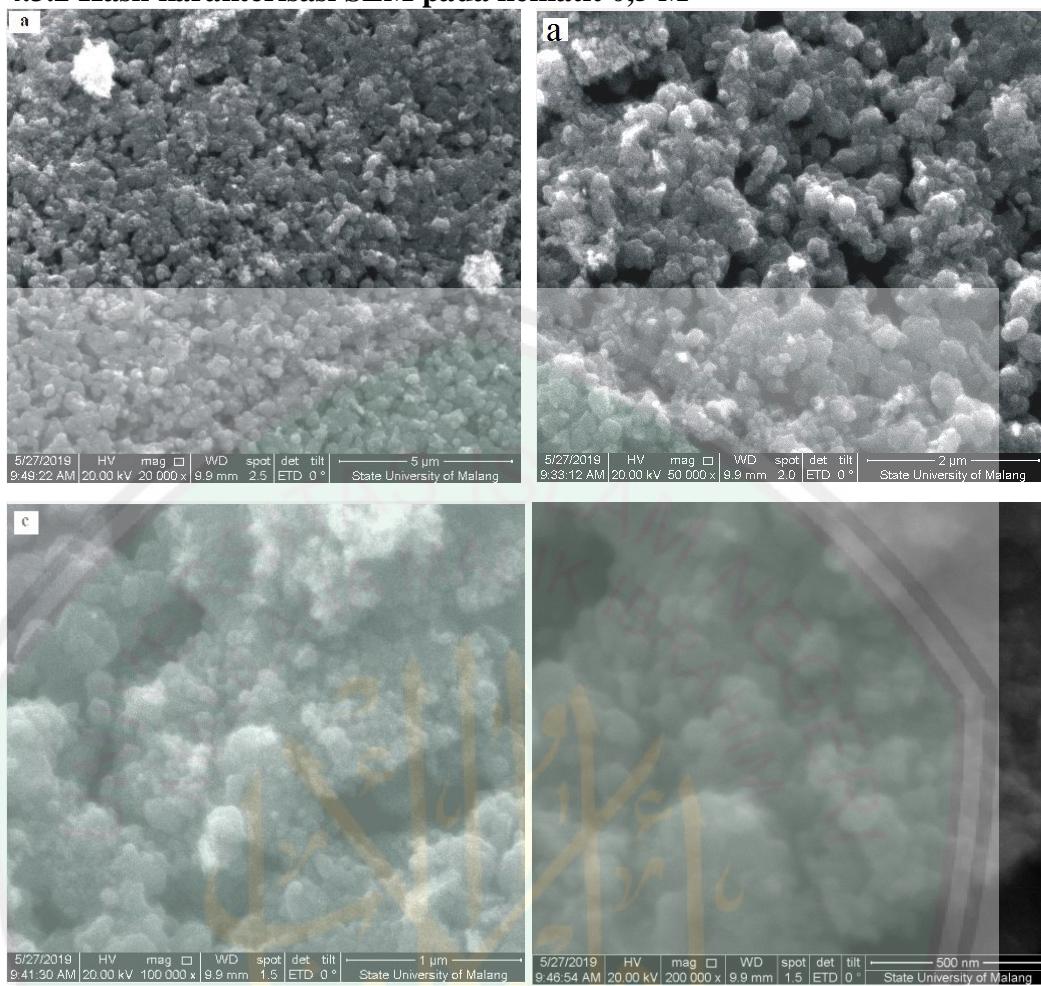


5. Mengukur manual tiap butir dengan *straight tool*

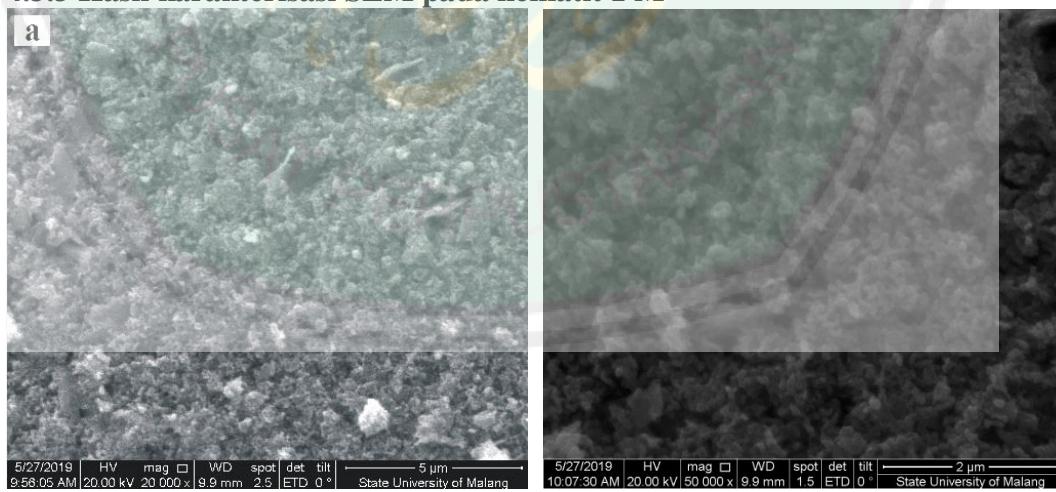


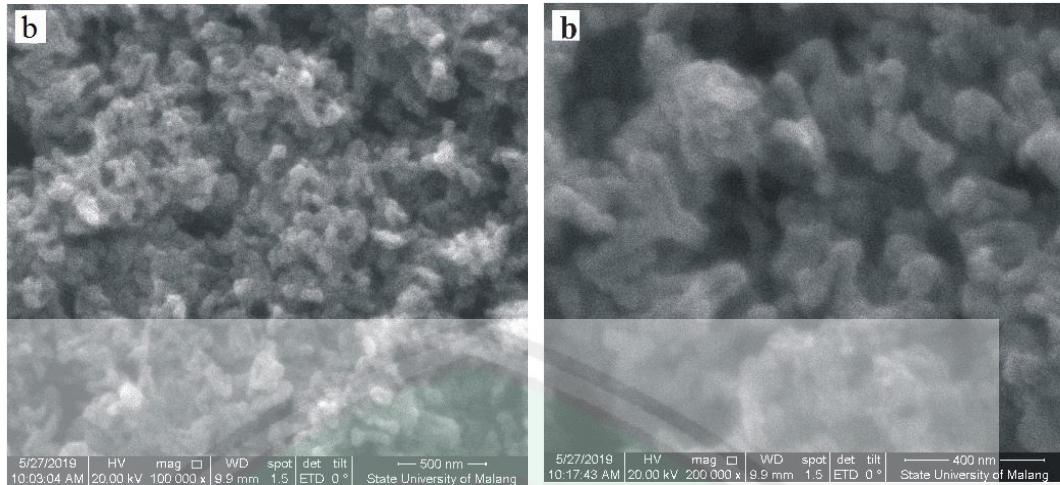
6. Save file

4.3.2 Hasil karakterisasi SEM pada hematit 0,5 M

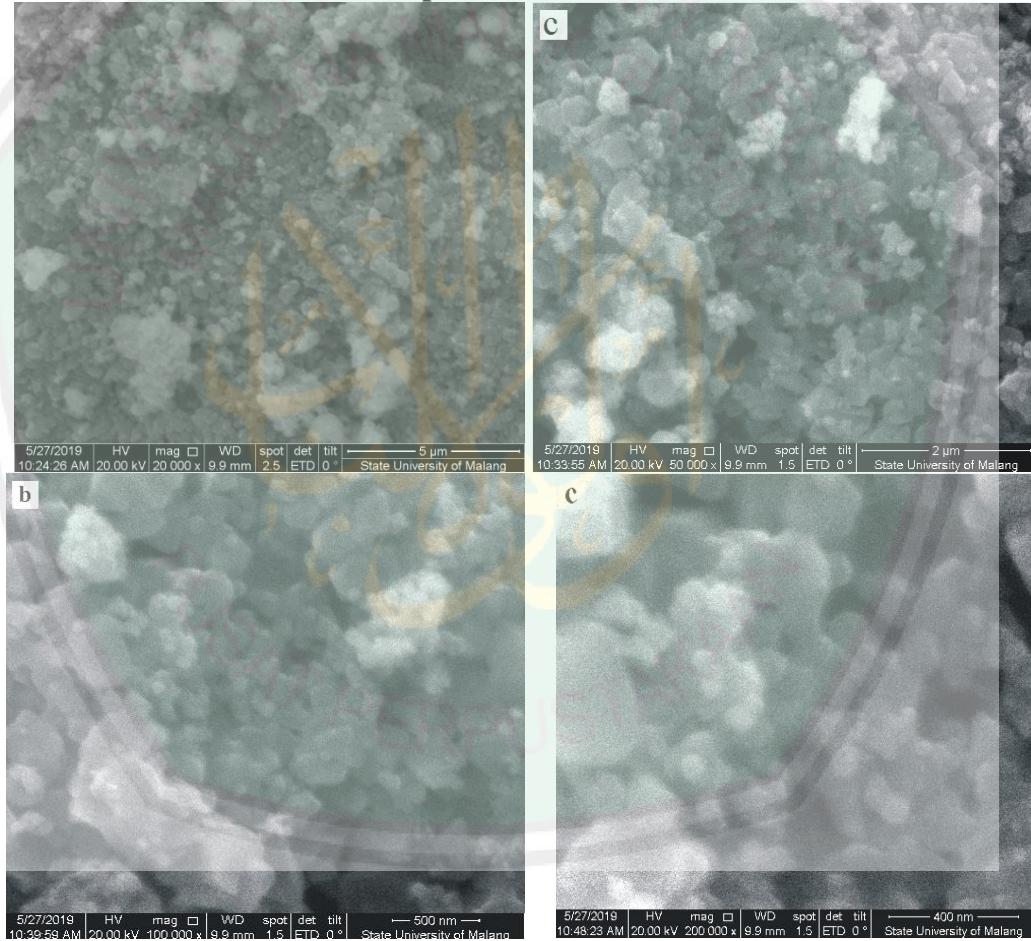


4.3.3 Hasil karakterisasi SEM pada hematit 1 M





4.3.4 Hasil karakterisasi SEM pada hematit 2 M



Lampiran 5. Contoh Perhitungan dan Data Crystallite Size Hematit

Perhitungan *crystallite size* hematit menggunakan Persamaan Debye-Scherrer (persamaan 3.3). Data-data untuk perhitungan *crystallite size* hematit yang disintesis pada salah satu puncak hematit konsentrasi 0,5 M adalah:

$$\begin{aligned}
 \lambda (K\alpha) &: 1,54060 \\
 \beta (\text{FWHM}) &: 0,1771^\circ \longrightarrow \frac{0,1771}{180} \times 3,14 = 0,003089 \\
 2\theta &: 33,1936 \longrightarrow \frac{33,1936}{2} = 16,5968 \\
 \cos \theta &: 0,958
 \end{aligned}$$

sehingga *crystallite size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,003089 \times 0,958} = 462,93 \text{ \AA} = 46,293 \text{ nm}$$

Perhitungan variasi lain dan posisi 2θ yang berbeda dilakukan dengan cara yang sama sehingga diperoleh hasil perhitungan pada Tabel L.2.

Tabel L.5 Data *crystallite size* hematit 2 puncak tertinggi

Sampel	FWHM	$2\theta (\text{ }^\circ)$	Ukuran kristal (nm)
Hematit 0,5 M	0,1771	33.1936	46.29
	0,1378	35.6575	59.89
Hematit 1 M	0,2007	33.1522	40.84
	0,2676	35.6193	30.84
Hematit 2 M	0,1506	33.0886	54.42
	0,2342	35.5127	35.22

Lampiran 6. Data Hasil Uji Warna dan Perhitungan Nilai C^* dan H°

Karakterisasi nilai warna menggunakan *color reader* diperoleh data L^* , a^* , b^* dan hasil perhitungan C^* dan H° ditampilkan sebagaimana pada Tabel L.3. Perhitungan nilai C^* dan H° menggunakan persamaan 3.1 dan 3.2.

Tabel L.6 Hasil analisa warna pigmen hematit dengan variasi konsentrasi agen pengendap Na_2CO_3

Uji warna	Standar pigmen hematit	Hematit 0,5 M	Hematit 1 M	Hematit 2 M
L^*	25-45 (37)	33,8	35,1	33,7
C^*	9-42 (29)	21,439	26,792	23,284
H°	21-57 (42)	33,385	34,059	35,716
a^*		17,9	22,2	18,9
b^*		11,8	15,0	13,6

1. Hematit 0,5 M

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(17,9)^2 + (11,8)^2]^{1/2} & H^\circ &= 1/\tan(11,8/17,9) \\
 &= (320,41 + 139,24)^{1/2} & &= 1/\tan 0,659 \\
 &= (459,65)^{1/2} & &= 1/0,0115 \\
 &= 21,439 & &= 33,385
 \end{aligned}$$

2. Hematit 1 M

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(22,2)^2 + (15,0)^2]^{1/2} & H^\circ &= 1/\tan(15,0/22,2) \\
 &= (492,84 + 225)^{1/2} & &= 1/\tan 0,676 \\
 &= (717,84)^{1/2} & &= 1/0,0118 \\
 &= 26,792 & &= 34,059
 \end{aligned}$$

3. Hematit 2 M

$$\begin{aligned}
 C^* &= [(18,9)^2 + (13,6)^2]^{1/2} & H^\circ &= 1 / \tan(13,6/18,9) \\
 &= (357,21 + 184,96)^{1/2} & &= 1 / \tan 0,719 \\
 &= (542,17)^{1/2} & &= 1 / 0,0125 \\
 &= 23,284 & &= 35,716
 \end{aligned}$$



Lampiran 7. Hasil Pengukuran Uji Daya Swelling

Uji daya *swelling* terhadap balok kayu dilakukan secara duplo. Pengukuran volume balok kayu menggunakan jangka sorong dan mikroskop optik. Berikut data hasil yang diperoleh dari pengukuran menggunakan jangka sorong.

Tabel L.7.1 Hasil pengukuran balok kayu sebelum *swelling* hari ke-2

	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,91	0,41	1	0,3731
Hematit 0,5 M	0,89	0,415	0,98	0,361963
Hematit 0,5 M	0,91	0,41	1	0,3731
Sirlak + metanol	0,95	0,43	0,97	0,396245
Tanpa penambahan	0,99	0,39	0,96	0,370656
	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,96	0,43	1	0,4128
Hematit 0,5 M	0,9	0,415	0,95	0,354825
Hematit 0,5 M	0,91	0,4	0,97	0,35308
Sirlak + metanol	0,95	0,43	1	0,4085
Tanpa penambahan	0,92	0,4	0,96	0,35328

Tabel L.7.2 Hasil pengukuran balok kayu setelah *swelling* hari ke-2

	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,94	0,42	1	0,3948
Hematit 0,5 M	0,89	0,42	0,985	0,368193
Hematit 0,5 M	0,915	0,415	1	0,379725
Sirlak + metanol	0,94	0,445	0,98	0,409934
Tanpa penambahan	0,92	0,42	1	0,3864
	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,96	0,44	1,015	0,428736
Hematit 0,5 M	0,9	0,43	0,95	0,36765
Hematit 0,5 M	0,91	0,41	0,99	0,369369
Sirlak + metanol	0,95	0,44	1,01	0,42218
Tanpa penambahan	0,93	0,415	0,97	0,374372

Tabel L.7.3 Hasil pengukuran balok kayu sebelum *swelling* hari ke-4

	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,93	0,415	1	0,38595
Hematit 0,5 M	0,98	0,425	0,96	0,39984
Hematit 0,5 M	0,92	0,42	0,97	0,374808
Sirlak + metanol	0,93	0,37	0,93	0,320013
Tanpa penambahan	0,9	0,38	0,93	0,31806
	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,93	0,43	1	0,3999
Hematit 0,5 M	0,92	0,39	0,94	0,337272
Hematit 0,5 M	0,91	0,435	0,97	0,383975
Sirlak + metanol	0,935	0,42	1	0,3927
Tanpa penambahan	0,9	0,415	0,98	0,36603

Tabel L.7.4 Hasil pengukuran balok kayu setelah *swelling* hari ke-4

	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,94	0,43	1	0,4042
Hematit 0,5 M	0,98	0,435	0,98	0,417774
Hematit 0,5 M	0,92	0,43	1	0,3956
Sirlak + metanol	0,93	0,37	0,95	0,326895
Tanpa penambahan	0,92	0,425	1	0,391
	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,94	0,44	1	0,4136
Hematit 0,5 M	0,92	0,39	0,95	0,34086
Hematit 0,5 M	0,915	0,44	0,98	0,394548
Sirlak + metanol	0,935	0,44	1,01	0,415514
Tanpa penambahan	0,915	0,42	0,98	0,376614

Tabel L.7.5 Hasil pengukuran balok kayu sebelum *swelling* hari ke-6

	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,94	0,42	1,25	0,4935
Hematit 0,5 M	0,89	0,415	0,97	0,35827
Hematit 0,5 M	0,98	0,37	0,91	0,329966
Sirlak + metanol	0,91	0,42	0,98	0,374556
Tanpa penambahan	0,86	0,415	0,95	0,339055
	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,91	0,41	0,98	0,365638
Hematit 0,5 M	0,96	0,46	1,3	0,57408
Hematit 0,5 M	0,915	0,42	0,98	0,376614
Sirlak + metanol	0,91	0,42	1,1	0,42042
Tanpa penambahan	0,88	0,4	0,85	0,2992

Tabel L.7.6 Hasil pengukuran balok kayu setelah *swelling* hari ke-6

	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,95	0,44	1,25	0,5225
Hematit 0,5 M	0,89	0,42	0,98	0,366324
Hematit 0,5 M	0,99	0,38	0,94	0,353628
Sirlak + metanol	0,91	0,42	0,99	0,378378
Tanpa penambahan	0,91	0,42	0,97	0,370734
	<i>p</i>	<i>l</i>	<i>t</i>	Volume
Hematit 0,5 M	0,925	0,42	0,98	0,38073
Hematit 0,5 M	0,96	0,46	1,35	0,59616
Hematit 0,5 M	0,92	0,43	0,98	0,387688
Sirlak + metanol	0,91	0,42	1,2	0,45864
Tanpa penambahan	0,93	0,415	0,96	0,370512

Tabel L.7.7 Volume rata-rata balok kayu sebelum dan setelah *swelling* hari ke-2

	Volume rata-rata sebelum <i>swelling</i>	Volume rata-rata setelah <i>swelling</i>
Hematit 0,5 M	0,39295	0,411768
Hematit 0,5 M	0,358394	0,3679215
Hematit 0,5 M	0,36309	0,374547
Sirlak + metanol	0,4023725	0,416057
Tanpa penambahan	0,361968	0,38038575

Tabel L.7.8 Volume rata-rata balok kayu sebelum dan setelah *swelling* hari ke-4

	Volume rata-rata sebelum <i>swelling</i>	Volume rata-rata setelah <i>swelling</i>
Hematit 0,5 M	0,392925	0,4089
Hematit 0,5 M	0,368556	0,379317
Hematit 0,5 M	0,37939125	0,395074
Sirlak + metanol	0,3563565	0,3712045
Tanpa penambahan	0,342045	0,383807

Tabel L.7.9 Volume rata-rata balok kayu sebelum dan setelah *swelling* hari ke-6

	Volume rata-rata sebelum <i>swelling</i>	Volume rata-rata setelah <i>swelling</i>
Hematit 0,5 M	0,429569	0,451615
Hematit 0,5 M	0,46617475	0,481242
Hematit 0,5 M	0,35329	0,370658
Sirlak + metanol	0,397488	0,418509
Tanpa penambahan	0,3191275	0,370623

Perhitungan % daya *swelling* balok kayu menggunakan persamaan 3.4. Data-data untuk perhitungan % daya *swelling* balok kayu pada salah satu konsentrasi 0,5 M hari ke-2 dan hasil perhitungan % daya *swelling* ditampilkan sebagaimana pada Tabel L.7.10.

$$\% \text{ Daya swelling} = \frac{\text{volume akhir} - \text{volume awal}}{\text{volume awal}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Daya swelling} = \frac{0,411768 - 0,39295}{0,39295} \times 100\%$$

$$\% \text{ Daya swelling} = 3,228401\%$$

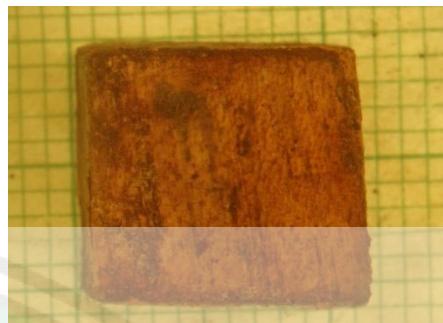
Tabel L.7.10 Hasil perhitungan % daya *swelling*

Sampel		Hari ke-2 (%)	Hari ke-4 (%)	Hari ke-6 (%)
Hematit	0,5 M	3,228401	4,065661	5,132121
Hematit	1 M	2,658387	2,919773	3,232103
Hematit	2 M	3,155416	4,133661	4,916075
Sirlak + metanol		3,400953	4,166614	5,288462
Tanpa penambahan		5,088226	12,2095	16,13634

Lampiran 8. Hasil Pengamatan Menggunakan Mikroskop Optik



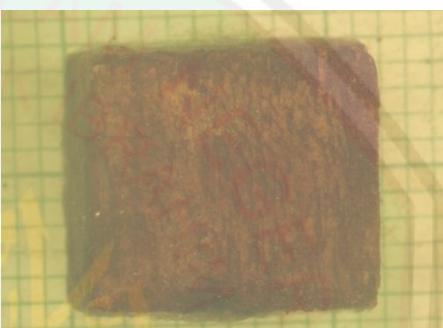
Gambar L.8.1 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 0.5 M



Gambar L.8.5 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 0.5 M



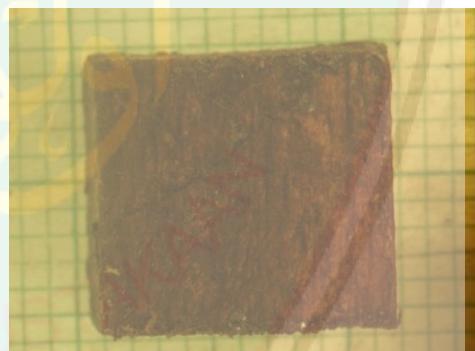
Gambar L.8.2 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 1 M



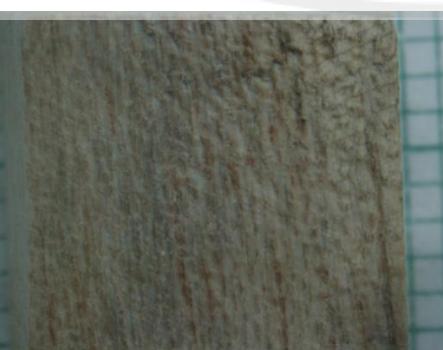
Gambar L.8.6 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 1 M



Gambar L.8.3 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 2 M



Gambar L.8.7 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 2 M



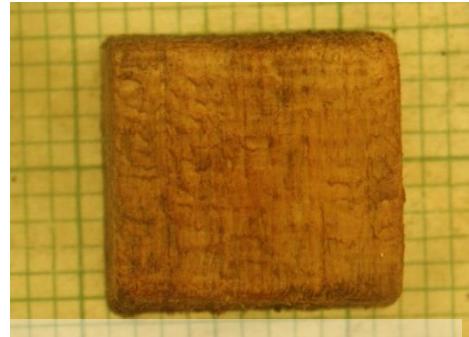
Gambar L.8.4 Balok kayu sebelum *swelling* dengan sirlak + metanol



Gambar L.8.8 Balok kayu setelah *swelling* dengan sirlak + metanol



Gambar L.8.9 Balok kayu sebelum *swelling* tanpa penambahan



Gambar L.8.13 Balok kayu setelah *swelling* tanpa penambahan



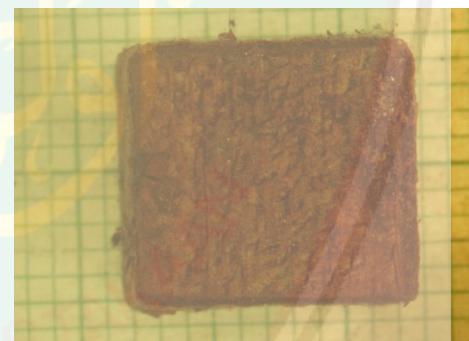
Gambar L.8.10 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 0,5 M



Gambar L.8.14 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 0,5 M



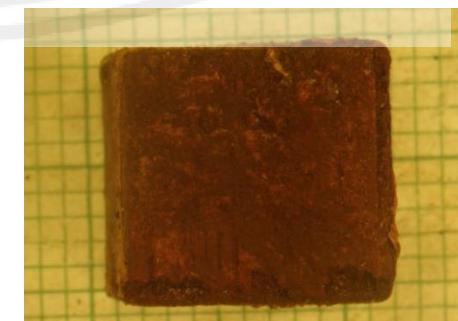
Gambar L.8.11 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 1 M



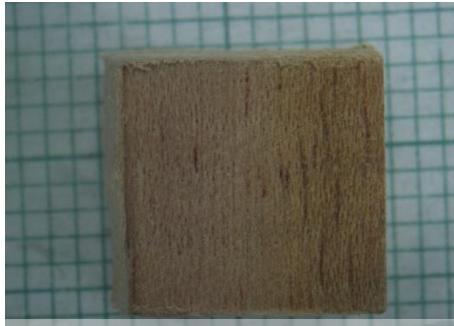
Gambar L.8.15 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 1 M



Gambar L.8.12 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 2 M



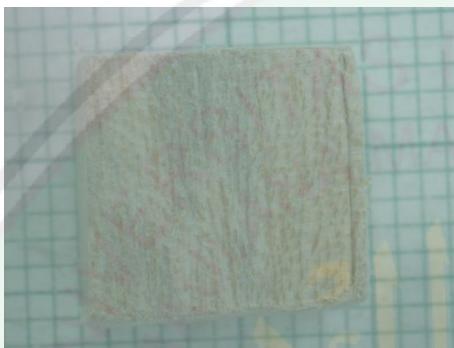
Gambar L.8.16 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 2 M



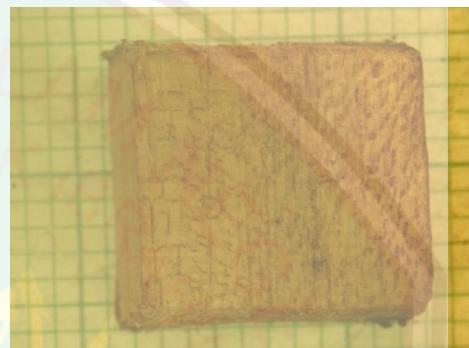
Gambar L.8.17 Balok kayu sebelum *swelling* dengan sirlak + metanol



Gambar L.8.21 Balok kayu setelah *swelling* dengan sirlak + metanol



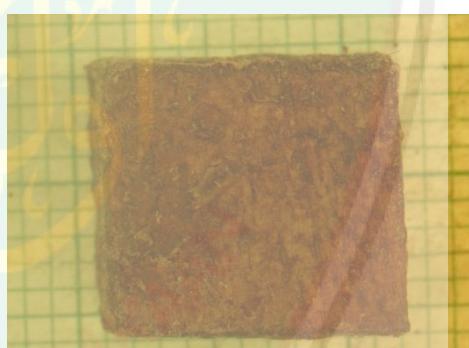
Gambar L.8.18 Balok kayu sebelum *swelling* tanpa penambahan



Gambar L.8.22 Balok kayu setelah *swelling* tanpa penambahan



Gambar L.8.19 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 0,5 M



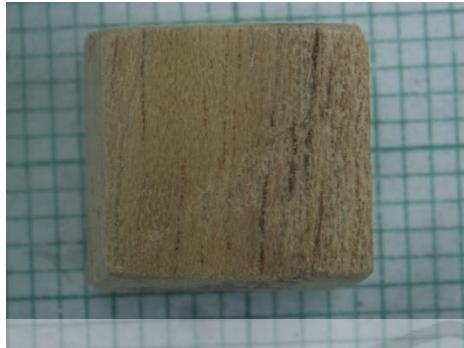
Gambar L.8.23 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 0,5 M



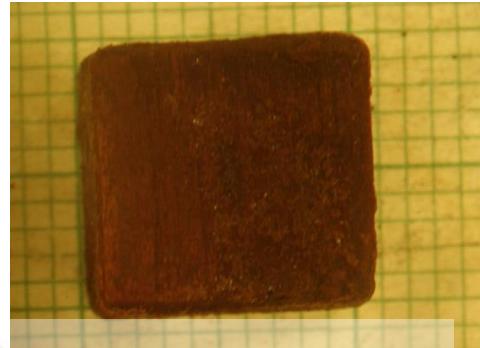
Gambar L.8.20 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 1 M



Gambar L.8.24 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 1 M



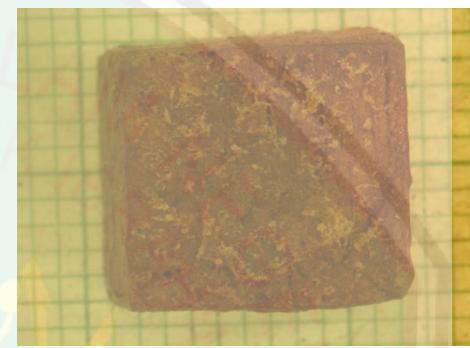
Gambar L.8.25 Balok kayu sebelum *swelling* dengan hematit 2 M



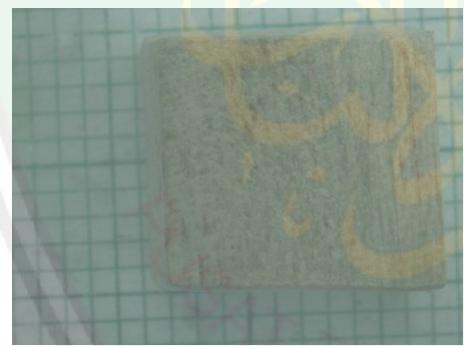
Gambar L.8.28 Balok kayu setelah *swelling* dengan hematit 2 M



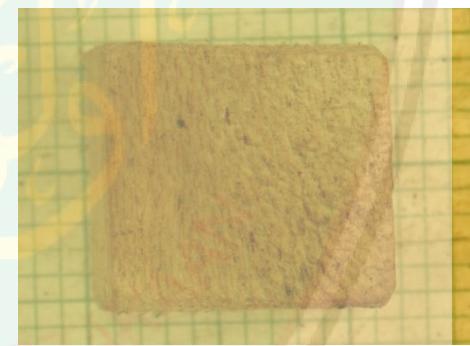
Gambar L.8.26 Balok kayu sebelum *swelling* dengan sirlak + metanol



Gambar L.8.29 Balok kayu setelah *swelling* dengan sirlak + metanol

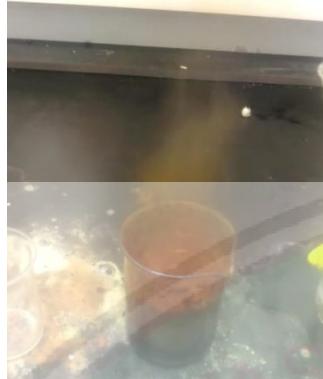


Gambar L.8.27 Balok kayu sebelum *swelling* tanpa penambahan



Gambar L.8.30 Balok kayu setelah *swelling* tanpa penambahan

Lampiran 9. Dokumentasi Penelitian
9.1 Pembuatan Prekursor



Gambar L.9.1 Reaksi limbah bubut besi dengan asam nitrat



Gambar L.9.2 Prekursor yang sudah dilakukan pemanasan

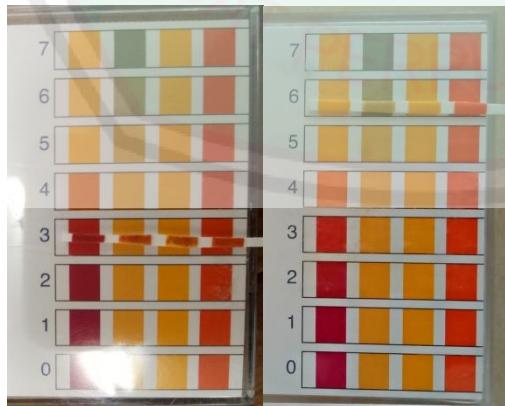
9.2 Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)



Gambar L.9.3 Penambahan aquades pada prekursor ferri



Gambar L.9.4 Penambahan agen pengendap (Na_2CO_3) pada prekursor ferri



Gambar L.9.5 Pengaturan pH



Gambar L.9.6 Sintesis pada suhu 70 °C selama 1 jam



Gambar L.9.7 Proses penyaringan



Gambar L.9.10 Sampel basah setelah penyaringan



Gambar L.9.8 Proses sonikasi



Gambar L.9.11 Penggerusan sampel kering



Gambar L.9.9 Hematit 0,5 M



Gambar L.9.12 Hematit 1 M



Gambar L.9.13 Hematit 2 M

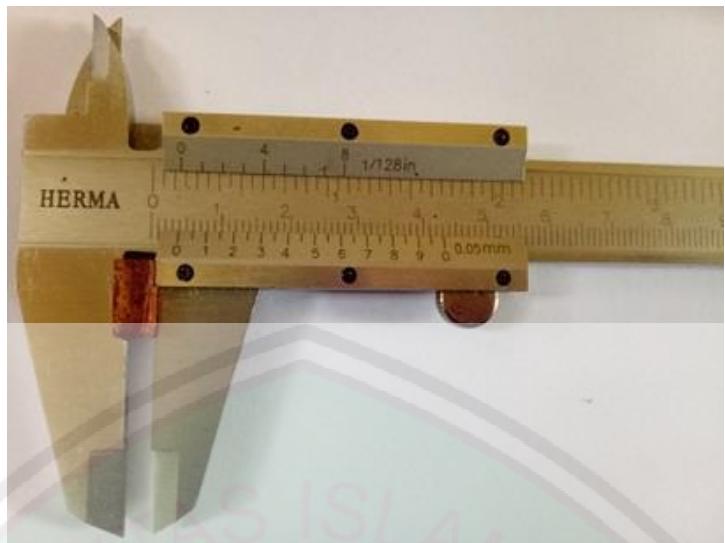
9.3 Pengukuran Balok Kayu



Gambar L.9.14 Pengukuran panjang balok kayu (p)



Gambar L.9.15 Pengukuran tinggi balok kayu (t)



Gambar L.9.16 Pengukuran lebar balok kayu (l)

