

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP NH<sub>4</sub>OH**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NIKMAH HIMATUL ULYA**  
**NIM. 15630045**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2020**

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP NH<sub>4</sub>OH**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NIKMAH HIMATUL ULYA**  
**NIM. 15630045**

**Diajukan Kepada:**  
**Fakultas Sains dan Teknologi**  
**Universitas Islam Negeri 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**  
**2020**

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP NH<sub>4</sub>OH**


**SKRIPSI**


Oleh:  
**NIKMAH HIMATUL ULYA**  
NIM. 15630045

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 31 Maret 2020

**Pembimbing I**

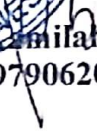
**Pembimbing II**

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

  
**Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I**  
NIP. 20140201409



Mengetahui,  
Ketua Jurusan

  
**Nur Hafidha Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) DARI LIMBAH BUBUT BESI  
DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP NH<sub>4</sub>OH**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NIKMAH HIMATUL ULYA**  
NIM. 15630045

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

Tanggal : 31 Maret 2020

**Penguji Utama** : Diana Candra Dewi, M.Si  
NIP. 19779720 200312 2 001

(.....)

**Ketua penguji** : Dr. Anton Prasetyo, M.Si  
NIP. 19770925 200604 1 003

(.....)

**Sekretaris Penguji** : Vina Norul Istigfabrini, M.Si  
LB. 63025

(.....)

**Anggota Penguji** : Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I  
NIPT. 20140201409

(.....)



Mengetahui,  
Ketua Jurusan

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

## HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Nikmah Himatul Ulya

NIM : 15630045

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap NH<sub>4</sub>OH.

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

Malang, 30 Maret 2020

Yang membuat pernyataan,



Nikmah Himatul Ulya  
NIM. 15630045

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT, karena dengan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul “**Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap NH<sub>4</sub>OH**”. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

1. Bapak dan Ibu tercinta yang tak terhingga kontribusinya dalam hidup penulis, semoga Allah melimpahkan barokahnya kepada beliau berdua.
2. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si yang sudah seperti ibu kedua dalam hidup penulis.
3. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini.
4. Bapak Dr. Mukhlis Fahrudin, M.S.I selaku pembimbing agama yang selalu memberikan bimbingan dan nasehat selama penyusunan skripsi ini.
5. Ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si selaku konsultan yang telah memberikan bimbingan dan bantuan dalam penyusunan skripsi ini.
6. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku penguji utama, atas segala saran dan pertanyaan selama proses penyusunan dan ujian hingga penyusun dapat menjadi pribadi yang lebih baik.
7. Bapak-ibu dosen Jurusan Kimia UIN Malang yang telah banyak memberikan ilmu serta berbagi pengalaman.
8. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2015, khususnya kelompok riset besi oksida 2018.

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, 30 Maret 2020  
Penulis

Nikmah Himatul Ulya  
NIM. 15630045

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, atas limpahan rahmat dan nikmat dari Allah SWT, akhirnya penulisan skripsi ini dapat terselesaikan. Tulisan ini dipersembahkan kepada:

1. Bapak dan Ibu tercinta yang selalu memberikan kasih sayang serta dukungan-dukungannya baik moral maupun material selama menempuh pendidikan *Tarbiyatul Athfal* sampai selesainya studi S-1 ini.
2. Adikku tercinta Laili Dini Sa'diyah yang turut serta memberikan semangat untuk terus bahagia.
3. Teman-teman setim riset oksida besi, Roisyatul habibah, Miftahul J. Fakhruddin, Asmaul Dwi Ayu S., Dewi Elok Rahmawati, yang selalu membantu dan mendukung selama proses penelitian hingga ujian akhir skripsi.
4. Sahabat-sahabatku NORMAL Aldi, Fata chi, Lala, Fiddin, dan Lidia.
5. Adik- adik tingkat yang selalu membantu dalam proses pengerjaan skripsi Zulia, Fatih dan Ulil.
6. Teman-teman kimia angkatan 2015 khususnya Muklis yang membantu dalam percetakan skripsi ini dan teman teman lain yang telah banyak memberikan bantuan, dukungan, hiburan dan pengalaman.

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>iii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>iv</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR PERSAMAAN</b> .....	<b>ix</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>x</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xi</b>
المستخلص .....	<b>xii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Potensi Serbuk Limbah Bubut Besi sebagai Oksida Besi.....	6
2.2 Oksida Besi Hematit sebagai Material Pigmen.....	8
2.3 Faktor-Faktor Sintesis Hematit .....	9
2.3.1 Sintesis Hematit menggunakan Agen Pengendap NH <sub>4</sub> OH.....	10
2.3.2 Sintesis Hematit dengan Metode Sonikasi-Kalsinasi .....	11
2.4. Daya <i>Swelling</i> Serbuk Kayu .....	13
2.5 Pemanfaatan Besi berdasarkan Perspektif Islam .....	13
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	17
3.2 Alat dan Bahan .....	17
3.2.1 Alat .....	17
3.2.2 Bahan .....	17
3.3 Rancangan Penelitian.....	17
3.4 Prosedur Penelitian .....	18
3.4.1 Preparasi Sampel .....	18
3.4.2 Pembuatan Prekursor <i>Ferri</i> (Fe <sup>3+</sup> ) .....	18
3.4.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) .....	18
3.4.4 Aplikasi Hasil Sintesis pada Serbuk Kayu .....	19
3.4.5 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis.....	19
3.4.5.1 Difraksi Sinar-X .....	19
3.4.5.2 <i>Color Reader</i> .....	20
3.4.5.3 SEM-EDX .....	20
3.4.5.4 Uji Daya <i>Swelling</i> Serbuk Kayu Terpigmenkan Hematit .....	20
3.5 Analisis Data dalam Perspektif Islam .....	20

## **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

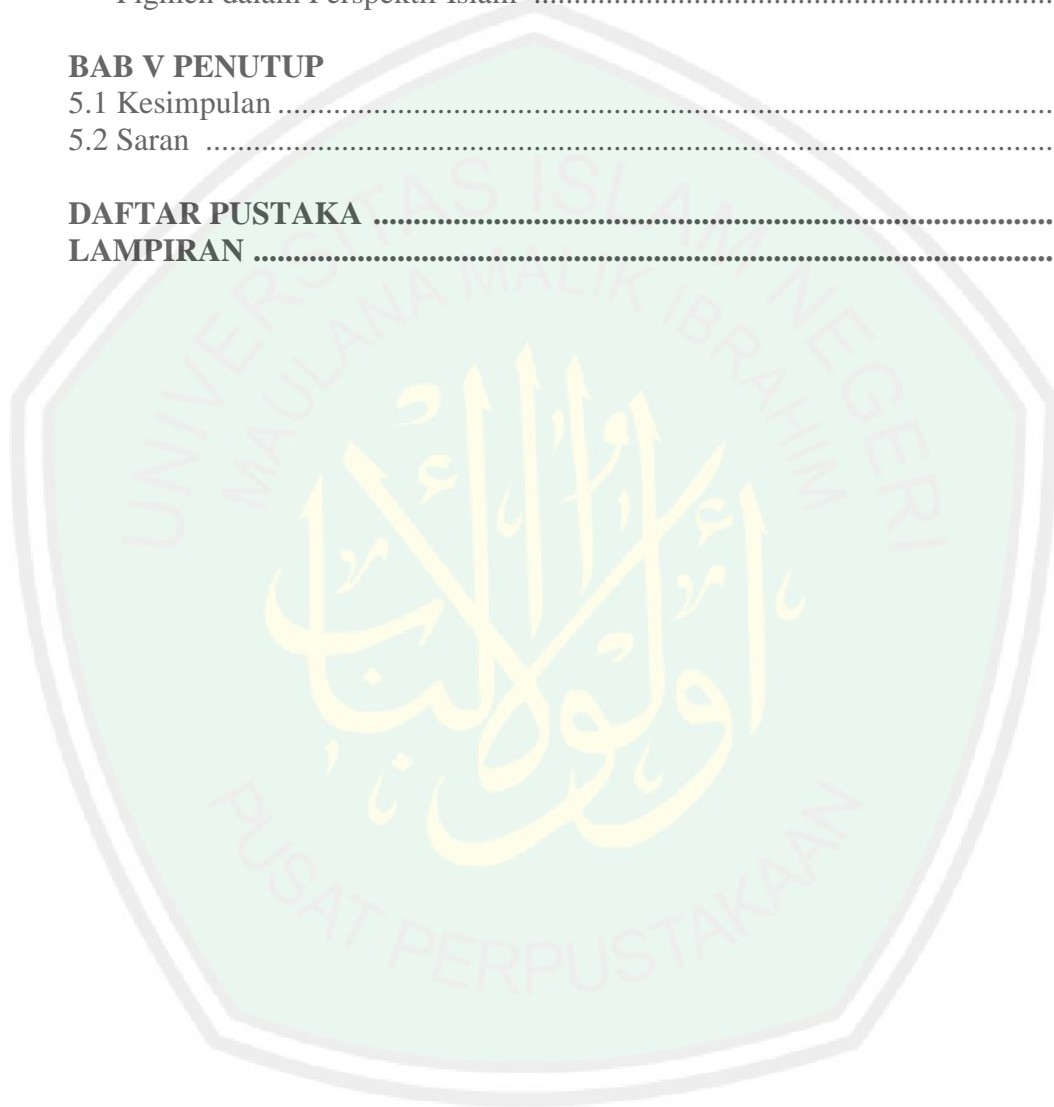
4.1 Preparasi dan Pembuatan Prekursor Ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) .....	22
4.2 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan Variasi $\text{NH}_4\text{OH}$ .....	24
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD) .....	25
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM-EDX .....	28
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i> .....	29
4.6 Aplikasi <i>Swelling</i> pada Kayu .....	33
4.7 Dialog Hasil Penelitian Pemanfaatan Limbah Besi sebagai Pigmen dalam Perspektif Islam .....	34

## **BAB V PENUTUP**

5.1 Kesimpulan .....	37
5.2 Saran .....	37

<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>38</b>
-----------------------------	-----------

<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>41</b>
-----------------------	-----------



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian .....	41
Lampiran 2	Diagram Alir .....	42
Lampiran 3	Perhitungan .....	43
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi XRF .....	43
Lampiran 5	Data Hasil Uji Warna dan Perhitungan Nilai C* dan H* .....	44
Lampiran 6	Hasil Karakterisasi XRD .....	46
Lampiran 7	Hasil Karakterisasi SEM-EDX .....	52
Lampiran 8	Contoh Perhitungan dan Data <i>Crystallite Size</i> Hematit .....	54
Lampiran 9	Perhitungan Nilai $Q_c$ Proses Presipitasi .....	55
Lampiran 10	Aplikasi Hasil Sintesis pada Kayu .....	56
Lampiran 11	Dokumentasi Pengamatan menggunakan Mikroskop Optik .....	59
Lampiran 12	Dokumentasi Penelitian .....	61
Lampiran 13	Pengukuran pH Pengendapan .....	62



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan Kimia Limbah Bubut Besi.....	6
Tabel 2.2	Macam–macam Fasa Oksida Besi .....	7
Tabel 2.3	Data Kristalografi Hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ).....	9
Tabel 4.1	Hasil Komposisi Kimia Prekursor Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .....	24
Tabel 4.2	Data Ukuran Kristal Hematit 3 Puncak Tertinggi.....	27
Tabel 4.3	Komposisi Unsur Senyawa Hasil Sintesis dengan SEM-EDX.....	28
Tabel 4.4	Ukuran Partikel Perbesaran 25000x.....	29
Tabel 4.5	Nilai Hasil Uji <i>Color Reader</i> .....	33
Tabel L.3.1	Nilai Standar K <sub>sp</sub> Senyawa Hidroksida .....	43
Tabel L.5.1	Data Hasil <i>Color Reader</i> .....	45
Tabel L.6.3	Daftar Puncak yang Muncul Pada Hematit Variasi NH <sub>4</sub> OH 25% Sesudah Kalsinasi.....	47
Tabel L.6.2	Daftar Puncak yang Muncul Pada Hematit Variasi NH <sub>4</sub> OH 21% Sesudah Kalsinasi.....	48
Tabel L.6.3	Daftar Puncak yang Muncul Pada Hematit Variasi NH <sub>4</sub> OH 18% Sesudah Kalsinasi.....	49
Tabel L.7.1	Komposisi Unsur Hematit Variasi NH <sub>4</sub> OH berdasarkan Hasil SEM-EDX .....	52
Tabel L.8.1	Data <i>Crystallize Size</i> Hematit 3 Puncak Tertinggi .....	54
Tabel L.10.1	Data Volume Kayu .....	56
Tabel L.10.2	Data Rata-rata Voume Kayu .....	57
Tabel L.10.3	Daya <i>Swelling</i> Kayu Hasil Penelitian.....	58
Tabel L.13.1	Pengukuran pH Pengendapan.....	62

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Warna Pigmen Hasil Sintesis Besi Oksida .....	7
Gambar 2.2	Struktur Hematit .....	9
Gambar 2.3	Pola Difraksi Sinar-X Hematit menggunakan $\text{NH}_4\text{OH}$ .....	10
Gambar 2.4	Pola Difraksi Sinar-X Standar Hematit.....	10
Gambar 2.5	Hasil Karakterisasi menggunakan TEM .....	11
Gambar 2.7	Pola Difraksi XRD $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Hasil Sintesis dari Limbah Bubut Besi Pada Suhu (a) $750^\circ\text{C}$ (b) $850^\circ\text{C}$ .....	13
Gambar 4.1	Reaksi Saat Sampel Destruksi .....	23
Gambar 4.2	Pengujian $\text{Fe}^{3+}$ Pada Prekursor .....	23
Gambar 4.3	Pola Difraksi Sinar-X Senyawa Hematit dengan Variasi Konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$ .....	26
Gambar 4.4	Perbesaran Puncak Tertinggi pada Variasi Konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$ .....	27
Gambar 4.5	Hasil Uji SEM Perbesaran 25000x .....	29
Gambar 4.6	Hasil Sintesis Pigmen pada Konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$ 25, 21, dan 18% .....	30
Gambar 4.7	Nilai $L^*$ pada Variasi Konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$ pada Tiap Ulangan.....	30
Gambar 4.8	Hubungan $a^*$ pan $b^*$ pada Tiap Ulangan .....	31
Gambar 4.9	Korelasi Nilai $C^*$ pan $H^*$ pada Tiap Ulangan .....	32
Gambar 4.10	Hasil Uji Daya <i>Swelling</i> pada Kayu.....	34
Gambar L.4.1	Unsur Kimia yang Terkandung dalam Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ .....	44
Gambar L.6.1	Pola Difraksi Sinar-X Hematit Variasi $\text{NH}_4\text{OH}$ 25% Sesudah Kalsinasi.....	47
Gambar L.6.2	Pola Difraksi Sinar-X Hematit Variasi $\text{NH}_4\text{OH}$ 21% Sesudah Kalsinasi.....	48
Gambar L.6.3	Pola Difraksi Sinar-X Hematit Variasi $\text{NH}_4\text{OH}$ 18% Sesudah Kalsinasi.....	49
Gambar L.7.1	Spektrum EDS Hematit Variasi $\text{NH}_4\text{OH}$ berdasarkan Hasil SEM EDX.....	52
Gambar L.7.2	Gambar Sampel Hematit dengan Perbesaran 50000x .....	53
Gambar L.7.3	Gambar Sampel Hematit dengan Perbesaran 10000x .....	53
Gambar L.7.4	Gambar Sampel Hematit dengan Perbesaran 25000x .....	53
Gambar L.7.5	Gambar Sampel Hematit dengan Perbesaran 50000x.....	53
Gambar L.11.1	(a) Kayu sebelum dilapisi pigmen $\text{NH}_4$ -25%, (b) Kayu terpigmen pigmen $\text{NH}_4$ -25%.....	59
Gambar L.11.2	(a) Kayu sebelum dilapisi pigmen $\text{NH}_4$ -21%, (b) Kayu terpigmen pigmen $\text{NH}_4$ -21%.....	59
Gambar L.11.3	(a) Kayu sebelum dilapisi pigmen $\text{NH}_4$ -18%, (b) Kayu terpigmen pigmen $\text{NH}_4$ -18%.....	59
Gambar L.11.4	(a) Kayu sebelum dilapisi sherlak, (b) Kayu terlapis sherlak.....	59

Gambar L.11.5	(a) Kayu sebelum perendaman (kontrol), (b) Kayu sesudah perendaman (kontrol).....	59
Gambar L.12.1	(a) Sampel yang sudah dipisahkan dengan magnet separator, (b) Proses destruksi dengan $\text{HNO}_3$ 7M.....	61
Gambar L.12.2	(a) Penambahan aquades dan pengendap $\text{NH}_4\text{OH}$ pada prekursor <i>ferri</i> , (b) Pengaturan pH, (c) Penyaringan sampel ...	61
Gambar L.12.3	(a) Hematit $\text{NH}_4$ -18%, (b) Hematit $\text{NH}_4$ -21%, (c) Hematit $\text{NH}_4$ -25%.....	61



## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1	Persamaan Nilai Kroma ( $C^*$ ).....	20
Persamaan 3.2	Persamaan Hue ( $H^*$ ).....	20
Persamaan 3.3	Persamaan % Daya <i>Swelling</i> .....	21
Persamaan 3.4	Persamaan Nilai ASE.....	21



## ABSTRAK

Ulya, Nikmah Himatul. 2019. **Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ - Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap NH<sub>4</sub>OH.** Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr.Anton Prasetyo .M.Si, Pembimbing II: Dr. Mukhlis Fahrudin, M.S.I, Konsultan: Vina Nurul Istighfarini M.Si.

---

**Kata kunci:** Limbah besi, NH<sub>4</sub>OH, hematit, pigmen

Limbah bubuk besi mengandung unsur besi sebesar 96,29% yang berpotensi sebagai prekursor sintesis pigmen hematit. Penelitian dilakukan dengan metode presipitasi, sonikasi dan kalsinasi dengan variasi konsentrasi agen pengendap NH<sub>4</sub>OH sebesar 25, 21, dan 18 %. Produk dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar- X (XRD), *color reader*, dan SEM-EDX. Data hasil XRD menunjukkan fasa hematit dengan derajat kristalinitas tertinggi pada konsentrasi 25%. Nilai warna meliputi L\*, a\*, b\*, C\* dan H° pada semua pigmen sesuai dengan standar. Hasil SEM –EDX menunjukkan morfologi ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) hasil sintesis tidak seragam dan ditemukan pengotor berupa C, Cu dan Si.

## ABSTRACT

Ulya, Nikmah Himatul. 2019. **Synthesis of Hematite Pigments ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) of Iron Waste with Variation in the Concentration of NH<sub>4</sub>OH as Precipitation Agent**. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Dr. Anton Prasetyo .M.Si, Advisor II: Dr. M Mukhlis Fahrudin, M.S.I, Consultant: Vina Nurul Istighfarini, M.Si.

---

**Key Words:** Iron waste, NH<sub>4</sub>OH, hematit, pigment.

Iron lathe waste contain iron element of 96.29%, which potentially become precursor of synthesis of hematite pigments. This research is carried out by the method of precipitation, sonication, and calcinations with variation in the concentration NH<sub>4</sub>OH as precipitation agent of 25, 21, and 18 %. The products were characterized using the technique of X-Ray Diffraction (XRD), color reader, and SEM-EDX. The result of XRD shows that hematite phase with the highest degree of crystallinity at a concentration of 25%. Furthermore, the color values include L\*, a\*, b\*, C\* and H° on all pigments based on the standard. Beside, SEM –EDX result shows that morphology ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) of synthesis is not as uniform. Then, the impurity found is in the form of C, Cu and Si.

## مستخلص البحث

علياء، نعمة همة. 2019. تولف الصباغ الهيماتيت ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) من مخرطة الحديد النفايات بإختلاف تركيز وكيل التسوية ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ). البحث العلمي. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجية. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف : الدكتور أنطان فراسيتيو الماجستير، المشرف محمد مخلص فخر الدين الماجستير. فن نرل استغفهرن الماجستير

الكلمات المفتاحيات: مخرطة الحديد النفايات، هطول، صوتنة، تكليس، إختلاف تركيز وكيل التسوية ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )، ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ )، صبغ.

تحتوي مخرطة الحديد النفايات العنصر الحديد (96,29%) الذي يحتمل المواد الخام (السلائف) تولف الصباغ الهيماتيت. يفعل هذا البحث بطريقة الهطول، صوتنة، يصف المنتج ا يستخدم التقني وتكليس بإختلاف تركيز وكيل التسوية 21،25، و 18%. . البيانات من حاصل (SEM-EDX)، و (color reader)، (XRD) (X) الحيوود الشعاع ( تدل فصة الهيماتيت بالدرجة التبلور الأعلى على تركيز 25%. تتكون القيمة XRD) ( في جميع الصبغ يتناسب بالمعيار. يدلّ  $H^\circ$ ، و ( $C^*$ )، ( $b^*$ )، ( $a^*$ )، ( $L^*$  اللونية من ) . لايتساوى حاصل التولف ولايكتشف ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) مورفولوجيا (SEM-EDX) حاصل ( C, Cu و S i الملوث )

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) adalah salah satu fasa dari oksida besi yang paling melimpah di bumi serta mempunyai kestabilan paling tinggi dibandingkan oksida besi fasa lain (Rahman, dkk., 2014). Sumber oksida besi di Indonesia adalah bijih besi dengan jumlah mencapai 382 juta ton pada tahun 2010 (Septiyan, dkk., 2013). Kandungan besi pada bijih besi ini kurang dari 38,43% dengan kadar hematit sebesar 54,9% (Rahman, dkk., 2014). Kurniawan (2016) menyebutkan bahwa serbuk limbah besi bubuk berpotensi sebagai sumber alternatif sintesis oksida besi hematit, karena mengandung besi yang cukup tinggi yakni 98,7% dengan produksi sekitar 800 ribu ton per tahun pada tahun 2010 di Indonesia.

Allah swt berfirman dalam potongan al Qur an surat al-Hadid ayat 25.

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

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

Menurut tafsir Qurais Shihab (2003) besi dapat dijadikan untuk berbagai peralatan seperti: Cangkul, kapak, gergaji, pahat, dan peralatan keperluan pertanian. Sisa dari pembuatan peralatan- peralatan tersebut dapat dimanfaatkan sebagai prekursor untuk sintesis oksida besi.

Serbuk limbah besi bubuk yang dihasilkan dari industri mencapai 10-20 kg/bulan (Sunardi, 2016). Limbah tersebut cukup berpotensi mencemari lingkungan. Berdasarkan lampiran 2 Peraturan Pemerintah No.85 Tahun 1999, limbah yang berasal dari kegiatan bengkel bubuk ditetapkan sebagai limbah bahan berbahaya dan beracun (B3). Besi tertinggi yang masih diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan sebesar 5mg/L (SNI-06-6989.49-2005). Salah satu upaya penanganannya adalah mengubahnya menjadi besi oksida hematit sebagai pigmen.

Pigmen hematit memiliki keunggulan tidak beracun, mempunyai stabilitas kimia yang baik, tahan terhadap suhu tinggi sehingga mempunyai karakteristik pigmen yang unggul (Khalil, 2017). Pigmen hematit yang dilapiskan pada kayu akan menghambat daya *swelling* (Wang, 2011), selain itu menurut Septiyan (2013) pigmen berfungsi menambah warna, memberikan daya tutup, dan anti korosi kayu.

Sintesis hematit dapat dilakukan dengan beberapa metode antara lain: metode sol-gel (Foudo, 2013), sintesis hidrotermal (Mohapatra, 2011), dan metode presipitasi (Mahardika, 2007). Penelitian ini menggunakan metode *rute-presipitasi* sonikasi dan kalsinasi. Metode sonikasi memiliki kelebihan dibandingkan dengan metode yang lain, antara lain: Waktu retensi relatif cepat, membutuhkan energi yang lebih kecil dengan suhu reaksi rendah, dan tidak memerlukan katalis (Linda, 2014). Metode tersebut berpotensi untuk digunakan dalam sintesis pigmen hematit, namun metode ini memiliki kelemahan menghasilkan ukuran partikel yang kurang seragam, sehingga pada proses ini ditambahkan PEG-6000 untuk mengontrol ukuran dan struktur pigmen hematit.

Metode kalsinasi merupakan proses pelepasan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida sehingga menghasilkan bahan dalam bentuk oksida. Berdasarkan penelitian Septiyan (2013) hematit dapat berubah pada suhu kalsinasi sebesar 500 dan 700°C. Hasil uji warna menunjukkan pada suhu 500°C nilai  $L^*$   $a^*$   $b^*$  = 28,36, 27,86, 30,24° suhu 800°C nilai  $L^*$   $a^*$   $b^*$  = 20,47, 22,42, 18,17 dengan nilai standar nilai warna hematit  $L^*$  berkisar 25-25,  $C^*$  berkisar 9-42 dan  $H^*$  berkisar 21-57. Berdasarkan penelitian Mihalil (2015) yakni pada suhu 750°C selama 3 jam didapatkan ukuran hematit sebesar 15 nm.

Faktor yang mempengaruhi sintesis hematit adalah jenis prekursor dan agen pengendap. Salah satu agen pengendap yang dapat digunakan adalah  $NH_4OH$ . Menurut penelitian Lassoud (2018) penggunaan agen pengendap  $NH_4OH$  dapat menghasilkan produk dengan ukuran partikel hematit sebesar 29 nm sedangkan menggunakan  $NaOH$  didapatkan ukuran hematit sebesar 116,47 nm (Munawar, 2017). Hal ini menunjukkan agen pengendap  $NH_4OH$  dapat memperkecil ukuran partikel hematit.

Nanopartikel hematit memiliki banyak keunggulan daripada hematit berukuran lain. Nanopartikel ini memiliki luas permukaan yang besar dan tingkat reaktifitas yang tinggi sehingga hematit dengan ukuran partikel semakin kecil maka kestabilannya juga semakin meningkat (Foudo, dkk., 2013). Nanopartikel hematit bersifat *biocompatible*, tidak beracun, dan sifat kimia aktif pada permukaannya sehingga nanopartikel berpotensi di bidang pigmentasi.

Konsentrasi variasi agen pengendap juga mempengaruhi hasil sintesis hematit, beberapa penelitian berhasil mensintesis hematit, semakin tinggi konsentrasi hematit maka semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan. Menurut

penelitian Mahardika (2007) sintesis hematit menggunakan agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  21% dihasilkan hematit yang murni dengan derajat kristalinitas cukup tinggi, berwarna ungu dan struktur yang seragam heksagonal sebesar 100 nm. Septiyan (2013) juga mensintesis hematit dengan konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% dihasilkan struktur hematit yang seragam sebesar 41 nm, berwarna merah dan *space group* R3-C berbentuk heksagonal, sehingga pada penelitian ini dilakukan variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  untuk mengetahui pengaruhnya terhadap struktur, ukuran dan morfologi partikel hematit.

Berdasarkan uraian di atas, maka dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa pigmen hematit dari serbuk limbah besi bubuk dengan metode presipitasi sonikasi dan kalsinasi dengan variasi konsentrasi agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan dilakukan karakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD), *color reader*, *x-ray fluorescence* (XRF), dan SEM-EDX.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  terhadap struktur dan ukuran kristal senyawa hasil sintesis?
2. Bagaimana pengaruh variasi agen pengendap terhadap warna hasil sintesis?
3. Bagaimana morfologi dan komposisi dari hasil terbaik senyawa hasil sintesis?
4. Bagaimana daya *swelling* serbuk kayu terpigmentasi oleh senyawa hasil sintesis?

## 1.3 Tujuan

1. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  terhadap struktur dan ukuran kristal senyawa hasil sintesis.

2. Mengetahui pengaruh variasi agen pengendap terhadap warna hasil sintesis.
3. Mengetahui morfologi dan komposisi dari hasil terbaik senyawa sintesis.
4. Mengetahui daya *swelling* serbuk kayu terpigmentasi oleh senyawa hasil sintesis.

#### 1.4 Batasan Masalah

1. Limbah besi yang digunakan merupakan limbah besi bubuk dari wilayah Malang. Metode yang digunakan adalah sonikasi yang dilanjutkan dengan kalsinasi suhu 750 °C selama 3 jam.
2. Senyawa hasil sintesis terbaik berdasarkan struktur dan warna yang mendekati standar.
3. Larutan yang digunakan untuk mendestruksi limbah adalah HNO<sub>3</sub> 7 M.

#### 1.5 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini yaitu mengurangi pencemaran lingkungan dari limbah besi bubuk, memahami metode sintesis pada limbah besi dan dimanfaatkan sebagai pigmen pada kayu.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Potensi Serbuk Limbah Bubut Besi sebagai Oksida Besi.

Serbuk limbah besi dihasilkan dari limbah bengkel bubut dan industri pelapisan logam. Industri pelapisan logam menghasilkan sekitar 3-5 kg/bulan, sedangkan bengkel bubut 10-20 kg/bulan (Sunardi, 2016). Limbah besi yang dihasilkan terdiri dari 2 jenis limbah, yakni limbah besi berukuran besar dan berukuran kecil. Limbah dengan ukuran besar akan diolah kembali menjadi peralatan sedangkan limbah berukuran kecil akan dibuang ke lingkungan, sehingga menimbulkan dampak negatif. Menurut Khoiroh (2013), kandungan logam yang terkandung dalam limbah bubut besi dengan metode *X-Ray Fluorescence* (XRF) dirangkum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kandungan Kimia Limbah Bubut Besi (Khoiroh, 2013).

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

Besi oksida dalam bentuk oksida-hidroksida terdiri dari beberapa macam fasa murni. Fasa oksida-hidroksida dirangkum pada Tabel 2.2 dan ditampilkan pada Gambar 2.1.

Tabel 2.2 Macam-macam fasa besi oksida (Cornell dan Schwertmann, 2003)

oksida-hidroksida	Lambang	Sistem kristalografi	Oksida	Lambang	Sistem kristalografi
Geothit	$\alpha$ -FeOOH	Ortorombik	Hematit	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Heksagonal Rhombohedral
Lepidocrit	$\gamma$ -FeOOH	Ortorombik	Magnetit	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Kubik
Feroxyhyt	$\delta'$ -FeOOH	Heksagonal	$\epsilon$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	Ortorombik
$\delta$ -FeOOH	-	Heksagonal	$\beta$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-
FeOOH tekanan tinggi	-	Ortorombik			
Ferrihidrit	Fe <sub>5</sub> HO <sub>8</sub> . 4H <sub>2</sub> O	Heksagonal			



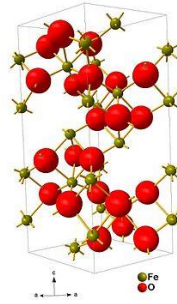
Gambar 2.1 Warna pigmen hasil sintesis besi oksida. (Cornell dan Schwertmann, 2003)

Limbah besi dari bengkel bubut yang berukuran sangat kecil ini bersifat korosif dan menyebabkan kesuburan tanah menurun. Apabila limbah bercampur dengan air, maka air tersebut akan tercemar (Sugiharto, 1997). Berdasarkan lampiran 2 Peraturan Pemerintah No. 101 Tahun 2014, limbah yang berasal dari kegiatan bubut ditetapkan sebagai limbah bahan berbahaya dan beracun (B3). Kadar Fe (besi) tertinggi yang masih diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan sebesar 5 mg/L (SNI-06-6989.49-2005), sehingga limbah besi bubut hasil industri perlu mendapat perhatian untuk penanganannya. Limbah besi bubut dapat digunakan sebagai bahan baku prekursor oksida besi yang dapat meningkatkan nilai ekonomisnya. Oksida besi dapat dimanfaatkan untuk berbagai produk seperti sensor, tinta, katalis, film tipis dan beberapa produk berteknologi nanopartikel (Mahardika, 2017).

## 2.2 Oksida Besi Hematit sebagai Material Pigmen.

Oksida besi dapat digunakan sebagai pigmen (Septiyan, dkk., 2013), katalis (Foudo, 2013), sel fotoelektron (Sahoo, dkk., 2010), bahan pembuatan magnet (Wang, dkk., 2008), absorben (Mohapatra, dkk., 2010) dan reaktor (Lessoud, 2009).

Salah satu fasa oksida besi yang dapat disintesis adalah hematit. Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) merupakan salah satu fasa oksida-hidroksida yang dapat disintesis sebagai pigmen. Keunggulan pigmen hematit antara lain: tidak beracun, mempunyai stabilitas kimia yang baik, tahan terhadap suhu tinggi sehingga mempunyai karakteristik pigmen yang unggul (Khalil, 2017). Data kristalografi hematit dirangkum pada Tabel 2.3 dan ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar. 2.2 Struktur hematit (Khalil, 2017).

Tabel 2.3 Data kristalografi hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

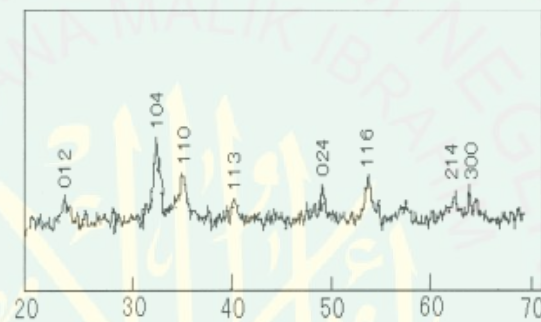
Karakteristik	Hematit
Densitas (g/cm <sup>3</sup> )	5,26
Titik leleh (°C)	1350
Kekerasan	6,5
Sistem Kristal	Rhombohedral
Tipe struktur	Korondum
Kelompok ruang	R3-C dan R3-CH
Rasio $a:c$	1:2,734
Volume unit sel (nm)	30,272
Z	6

### 2.3 Faktor-Faktor Sintesis Hematit

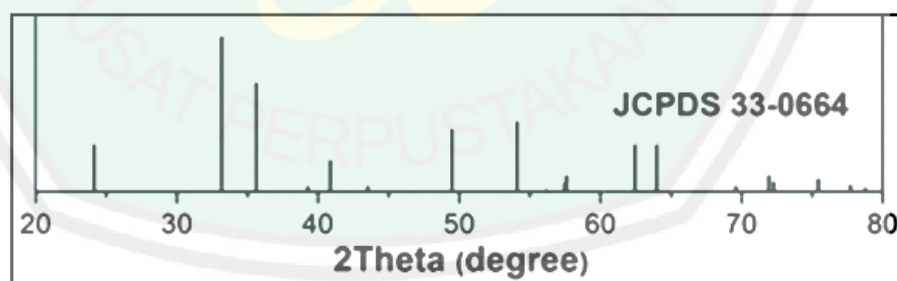
Sintesis pigmen nanopartikel hematit dipengaruhi oleh beberapa hal, diantaranya: jenis prekursor, jenis agen pengendap dan metode yang digunakan dalam sintesis. Faktor-faktor tersebut akan mempengaruhi kristalinitas, ukuran, dan bentuk partikelnya (Pramanik, dkk., 2005).

### 2.3.1 Sintesis Hematit Menggunakan Agen Pengendap $\text{NH}_4\text{OH}$ .

Agen pengendap merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi sintesis hematit. Penelitian Foudo (2013) berhasil mensintesis fasa hematit dengan agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  dihasilkan struktur rombohedral. Hasil Pola difraksi sinar-X sintesis hematit ditampilkan pada Gambar 2.3. Adapun pola difraksi sinar-X hematit standar diperoleh dari data *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) no. 33-0664 yang ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.3 Pola difraksi sinar-X hematit menggunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . (Foudo, 2013)

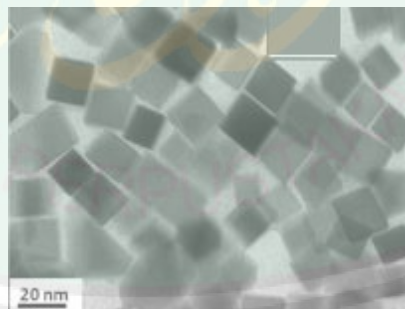


Gambar 2.4 Pola difraksi sinar-X standar hematit (JCPDS no 33-0664)

Terbentuknya fasa hematit dari penelitian Foudo (2013) terlihat dari data XRD yang menunjukkan sembilan puncak karakteristik nanopartikelnya yakni

$2\theta(^{\circ}) = 24,2, 33,1, 35,7, 41,0, 49,3, 54,0, 57,5, 62,5, \text{ dan } 64,1$  dengan nilai *hkl* (*indeks miller*) sebesar : ((012), (104), (110), (113), (024), (116), (018), (214), (300)). Puncak tertinggi terjadi pada  $2\theta: 33,1^{\circ}$ . Puncak difraksi sinar-X standar hematit JCPDS nomor 33-0664. Penelitian ini juga menganalisis ukuran hematit dihasilkan ukuran sebesar 18-25 nm menggunakan *transmission electron microscopy* (TEM).

Sintesis hematit menggunakan agen pengendap yang sama namun konsentrasi berbeda sebesar 25% dilakukan oleh Septiyan (2013), menghasilkan hematit sebesar 41 nm. Penelitian tersebut didukung dengan hasil uji warna menunjukkan pada suhu  $800^{\circ}\text{C}$  nilai  $L^* a^* b^* = 20,47, 22,42, 18,17$  dengan nilai standar nilai warna hematit  $L^*$  berkisar 25-25,  $C^*$  berkisar 9-42 dan  $H^*$  berkisar 21-57. Wang, dkk (2013) juga menggunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sebagai agen pengendap dalam sintesis namun dengan konsentrasi 30% didapatkan sebesar 20 nm. Ukuran hematit tersebut diketahui dari hasil uji TEM pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Hasil TEM sintesis hematit (Wang, dkk 2013)

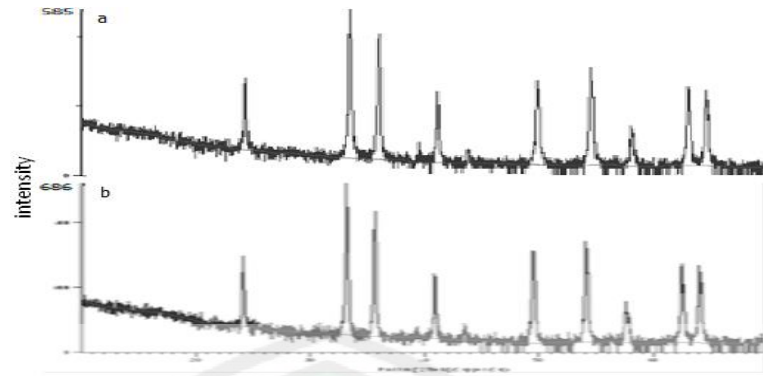
### 2.3.2 Sintesis Hematit dengan Metode Sonikasi-Kalsinasi

Sonikasi merupakan salah satu metode sintesis oksida logam yang menggunakan sumber energi berupa gelombang *ultrasonic* untuk mendorong perubahan sifat fisika dan kimia dalam medium cairan. Metode sonikasi

memanfaatkan efek kavitasi untuk memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat kristal berukuran kecil dengan terus menerus (Raming, dkk., 2002). Ultrasonik memiliki rentang frekuensi antara 20 kHz – 10 MHz. Sintesis hematit menggunakan frekuensi rendah dengan rentang sebesar 20-100 kHz. Menurut Mihalil (2015) pada frekuensi 24 kHz diperoleh hematit dengan kristalinitas yang cukup baik dilihat dari hasil pola difraksi sinar-X yang sesuai dengan standar. Penelitian ini juga menunjukkan ukuran partikel hematit sebesar 15 nm dengan ukuran kurang tidak beraturan pada hasil TEM. Setelah dilakukan sonikasi dilanjutkan proses kalsinasi. Adanya perlakuan kalsinasi dapat mengubah fasa FeOOH menjadi ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sesuai dengan reaksi 2.1 (Raming, dkk., 2002).



Penelitian yang dilakukan Khoiroh (2013) diketahui bahwa sintesis hematit dengan metode kalsinasi suhu 750°C dihasilkan pola difraksi antara pigmen hasil sintesis dari limbah memiliki posisi puncak yang hampir mirip dengan pola difraksi hematit dari FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, namun pigmen hasil sintesis dari limbah pada suhu 750°C, orientasi kristal tidak muncul dan hadirnya posisi puncak pada sudut  $2\theta(^{\circ}) = 24,1178$  dan  $63,9766$  yang menunjukkan bahwa pada suhu tersebut pigmen yang dihasilkan terdapat kristal lain selain hematit. Pola difraksi sinar-X ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Pola difraksi sinar-X  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis dari limbah bubuk besi pada suhu (a) 750 dan (b) 850 °C (Khoiroh, 2013)

#### 2.4. Daya Swelling Serbuk Kayu

Pencegahan terhadap *swelling* pada struktur kayu dapat dilakukan dengan dilapisi pigmen hematit. Interaksi antara polimer selulosa, lignin dan hemiselulosa pada kayu dengan hematit menyebabkan struktur dari kayu menjadi kaku dan atom O pada polimer tersebut menjadi kurang aktif dalam berinteraksi dengan air. Hal ini menyebabkan absorpsi air oleh selulosa dapat dicegah (Stevens, 2007).

Selulosa merupakan polimer yang paling dominan pada kayu. Salah satu ciri kimia dari selulosa dapat mengembang dalam air (Sierra, dkk., 2007). Selulosa terdiri dari daerah kristalin dan daerah amorf yang membentuk suatu struktur dengan kekuatan tegangan tinggi. Berbeda dengan daerah kristalin, daerah amorf mudah berinteraksi dengan air sehingga daerah ini menyebabkan terjadinya pembengkakan *swelling* pada kayu (Rowell, dkk., 2013).

#### 2.5 Pemanfaatan Besi berdasarkan Perspektif Islam

Besi adalah salah satu fenomena alam yang disebut secara harfiah dalam al Qur an. Besi dalam Bahasa arab dikenal sebagai *al-hadiid*. Sintesis pigmen

hematit merupakan salah satu cara memanfaatkan limbah bubuk besi menjadi barang yang ramah lingkungan dan memiliki nilai jual. Adanya manfaat yang dapat diambil dari limbah besi bubuk menjadikan kita berfikir dan memahami tentang sifat dan karakteristik limbah bubuk besi. Sesuai dengan firman Allah SWT dalam Surat al-Hadid ayat 25 tentang manfaat besi.

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

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

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan besi di dalamnya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia. Seperti zaman Rasulullah SAW, besi digunakan sebagai alat berperang. Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang ada di langit dan bumi ini tidaklah sia-sia, melainkan mengandung hikmah bagi umat manusia. Hal tersebut dapat ditunjukkan dalam firman Allah SWT QS. Shaad (38) 27.

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

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

Hal ini ditegaskan oleh Allah SWT dalam surat al-Jaatsiyah (45) 13.

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِنْهُ ۗ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

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

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

Selain itu pemanfaatan limbah bubuk besi merupakan salah satu metode penanggulangan permasalahan pencemaran lingkungan. Limbah yang dihasilkan berasal dari industri bengkel bubuk besi yang disebabkan oleh ulah manusia. Allah SWT menegaskan bahwa manusia telah dipilih sebagai khalifah di bumi ini, mengemban tugas untuk senantiasa menjaga, melestarikan dan mengelola sesuai yang terkandung dalam surat al-Baqarah ayat 30.

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

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

Tugas manusia sebagai khalifah, yang bertugas menjaga, melestarikan, serta mengatasi masalah di muka bumi diaplikasikan dalam penelitian ini. Penelitian tentang sintesis pigmen hematit dari limbah bubuk besi ini dapat mengurangi pencemaran limbah besi agar tidak merusak lingkungan dan menghasilkan pigmen yang memiliki nilai jual.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada rentang waktu antara bulan Februari–Agustus 2019 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) di Laboratorium Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya (ITS), karakterisasi *color reader* di Laboratorium Pengujian Mutu dan Keamanan Pangan Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Brawijaya (UB), dan karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM-EDX) di Laboratorium Teknik Mesin ITS.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1. Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah: seperangkat alat gelas, corong *buchner*, erlenmeyer vakum, magnet stirrer, pH meter, timbangan analitik, kertas saring *whatman 42*, *color reader*, XRD, XRF, dan SEM-EDX.

##### **3.2.2. Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Serbuk limbah bubuk besi, aquademineral,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{HNO}_3$  7M, KCN, dan PEG-6000.

#### **3.3. Rancangan Penelitian**

Penelitian yang akan dilakukan adalah mensintesis senyawa hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) menggunakan metode presipitasi, sonikasi dan kalsinasi. Serbuk limbah

bubut besi didestruksi menggunakan  $\text{HNO}_3$  7M dengan variasi agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  25, 21 dan 18%. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD, *color reader*, dan uji daya *swelling*. Hasil terbaik dari uji XRD dikarakterisasi dengan menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisinya.

### **3.4. Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1. Preparasi sampel**

Serbuk limbah bubuk besi dari salah satu industri kerajinan besi di Kota Malang, Jawa Timur diambil untuk digunakan sebagai sampel. Sampel dipisahkan menggunakan magnet separator. Sampel yang telah diambil selanjutnya digunakan untuk bahan pembuatan prekursor *ferri*.

#### **3.4.2. Pembuatan Prekursor *Ferri* ( $\text{Fe}^{3+}$ )**

Serbuk limbah bubuk besi yang digunakan sebanyak 50 gram dimasukkan ke dalam beaker glass, lalu ditambahkan larutan  $\text{HNO}_3$  7 M sebanyak 100 ml. Campuran didiamkan selama 24 jam dan dipanaskan hingga kihat untuk memaksimalkan pelarutan (Khoiroh, 2013). Prekursor yang sudah kihat dianalisis dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi logamnya dan dianalisis secara kualitatif adanya kandungan  $\text{Fe}^{2+}$  atau  $\text{Fe}^{3+}$  menggunakan tetapan KCN, ketika terbentuk endapan coklat kemerahan menunjukkan adanya  $\text{Fe}^{3+}$ .

#### **3.4.3. Sintesis Senyawa Pigmen Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ )**

Prekursor ferri ditambahkan aquades sebanyak 150 mL, kemudian ditambahkan 5 ml  $\text{NH}_4\text{OH}$  dengan konsentrasi 25, 21 dan 18% (Mahardika, dkk., 2007). Ketiga variasi tersebut dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali,

selanjutnya dipanaskan pada suhu 70°C selama 1 jam dan didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang (Legodi dan De Waal, 2007). Endapan yang didapat kemudian disaring dan ditambahkan cairan PEG-6000 dengan perbandingan massa endapan dan PEG-6000 cair sebanyak 1:1 lalu diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Larutan selanjutnya disonikasi pada amplitudo 80% selama 45 menit (Khalil dkk., 2017). Endapan tersebut didekantasi kemudian disaring dengan menggunakan corong *buchner* dan pompa vakum. Sampel yang telah ditambahkan PEG dikalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam (Chabib, 2017). Sampel hasil kalsinasi selanjutnya dilakukan karakterisasi warna dengan *color reader*, XRD, SEM EDX serta uji daya *swelling*.

#### **3.4.4. Aplikasi Hasil Sintesis pada Serbuk Kayu**

Sebanyak 30 biji kayu yang terdiri dari kayu kontrol (tanpa pelapisan pigmen), kayu terlapisi sherlak, dan kayu terlapisi pigmen hasil sintesis 3 variasi hematit NH<sub>4</sub>OH 25, 21 dan 18 % yang dilakukan duplo. Selanjutnya kayu direndam selama interval 2, 4 dan 6 hari. Perhitungan volume kayu dilakukan sebelum dan sesudah perendaman.

#### **3.4.5. Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis**

##### **3.4.5.1. Difraksi Sinar-X**

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk. Sumber sinar radiasi menggunakan Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,540600$  nm) dengan daya sebesar 30 kV arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang  $2\theta(^{\circ}) = 10-90$ . Data hasil karakterisasi menggunakan XRD selanjutnya diolah dengan aplikasi origin untuk dilihat kesesuaian dengan standar.

### 3.4.5.2. Color Reader

Produk hasil sintesis ditempelkan pada *color reader* dan ditekan sampai berbunyi atau lampu menyala. Angka yang ditambulkan kemudian diukur sampai grafik untuk mengetahui spesifikasi warna. Hasil yang diperoleh berupa  $L^*$ ,  $a^*$ , dan  $b^*$  dengan skala 0-100. Berdasarkan nilai  $L^*$ ,  $a^*$ , dan  $b^*$  dari pengukuran *color reader*, maka dapat ditentukan nilai kroma ( $C^*$ ) dan heu ( $H^*$ ), ditampilkan pada persamaan 3.1 dan 3.2.

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

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

### 3.4.5.3. SEM-EDX

Produk terbaik dari hasil pola difraksi sinar-X kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk menganalisis morfologi permukaan ukuran partikel dan komposisi unurnya. Pengukuran dilakukan pada perbesaran 5,000, 10,000, 25,000 dan 50,000x. Hasil uji SEM-EDX selanjutya diolah dengan aplikasi ImageJ untuk mencari ukuran partikelnya.

### 3.4.5.4. Uji Daya *Swelling* Serbuk Kayu Terpigmen Hematit

Uji ini dilakukan untuk mengetahui daya pigmen untuk mencegah *swelling* pada kayu. Daya *swelling* serbuk kayu terpigmen hematit ini dapat dihitung menggunakan Persamaan 3.3 dan nilai anti *swelling* (ASE) pada persamaan 3.4.

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

$$ASE = \frac{(Sc-St)}{Sc} \times 100\% \dots\dots\dots(3.4)$$

Dengan *Sc* adalah % daya swelling kontrol dan *St* adalah % daya *swelling* terpigmen hematit.

### 3.5 Analisa Data dalam Perspektif Islam

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



## BAB IV

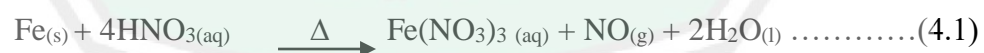
### PEMBAHASAN

Penelitian yang dilakukan meliputi beberapa tahapan yakni: Pembuatan prekursor, proses sintesis hematit dan aplikasi *swelling* pada kayu. Sintesis yang dilakukan menggunakan bahan baku limbah bubut besi dengan metode *rute-presipitasi*, sonikasi dan kalsinasi. Adapun karakterisasi hasil sintesis menggunakan metode difraksi sinar-X, XRF, SEM EDX dan *color reader*.

#### 4.1 Preparasi dan Pembuatan Prekursor *Ferri* ( $\text{Fe}^{3+}$ ).

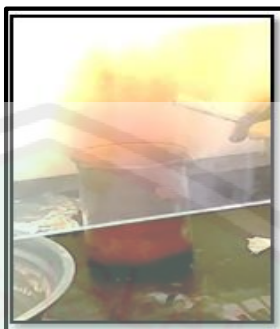
Limbah yang digunakan dalam penelitian berasal dari bengkel limbah besi bubut di Jalan Simpang Gajayana Kota Malang. Limbah bubut besi ini memiliki sifat fisik berwarna abu kehitaman. Preparasi limbah bubut besi dilakukan dengan menggunakan magnet separator untuk memisahkan limbah dengan campuran yang bersifat bukan magnet.

Pembuatan prekursor dilakukan dengan cara mendestruksi limbah bubut besi dengan asam nitrat. Destruksi akan membentuk ion ferri dalam bentuk garam besi nitrat  $\text{Fe}_3(\text{NO}_3)_3$ , sebagaimana reaksi 4.1 (Vogel, 1990).

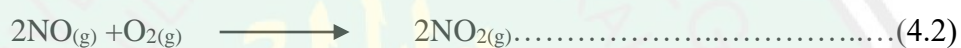


Reaksi besi dengan asam nitrat ditampilkan pada Gambar 4.1, saat reaksi berlangsung terlihat ada gas yang keluar berwarna coklat-kekuningan

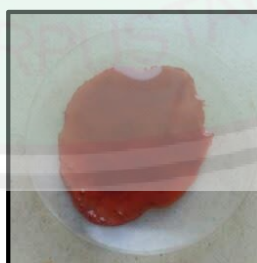
menunjukkan adanya gas  $\text{NO}_2$ , berasal dari gas  $\text{NO}$  yang bereaksi dengan oksigen di udara sebagaimana reaksi 4.2 (Vogel, 1990).



Gambar 4.1 Reaksi saat sampel destruksi



Keberadaan ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dibuktikan dengan terbentuknya endapan coklat kemerahan ketika ditetesi dengan reagen KCN (Kalium Sianida) seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.3, sedangkan persamaan reaksinya disebutkan pada reaksi 4.3 (Vogel, 1990).



Gambar. 4.2 Pengujian  $\text{Fe}^{3+}$  pada prekursor.

Hasil pembuatan prekursor dilakukan analisis XRF untuk mengetahui kandungannya. Berdasarkan Tabel 4.1 analisis hasil XRF unsur yang paling

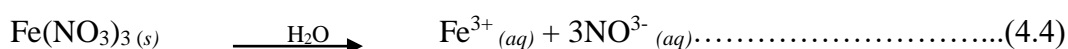
banyak terkandung dalam prekursor adalah unsur Fe sebesar 96,29%. Kandungan unsur Fe yang cukup tinggi menunjukkan bahwa prekursor yang dibuat berpotensi untuk diolah menjadi hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

Tabel 4.1 Hasil komposisi kimia prekursor Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>

Komponen Kimia	Konsentrasi Unsur (%)
Silika (Si)	0,81
Fosfor (P)	0,38
Kalsium (Ca)	0,13
Kromium(Cr)	0,27
Mangan (Mn)	0,47
Besi (Fe)	96,29
Tembaga (Cu)	0,19
Bromin (Br)	0,35
Litium (Li)	0,81
Osmium (Os)	0,24

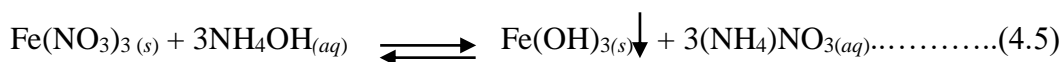
#### 4.2 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan Variasi NH<sub>4</sub>OH

Sintesis pigmen hematit dilakukan dengan metode presipitasi kalsinasi dan sonikasi. Tahap presipitasi dimulai dari penambahan aquademin untuk mengurai prekursor Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> menjadi ion-ionnya. Aquademin digunakan karena bebas dari mineral, sehingga dapat meminimalisir pengotor. Adapun persamaan ditampilkan pada reaksi 4.4.

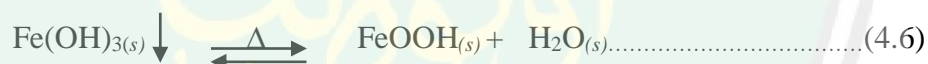


Proses presipitasi dilakukan dengan penambahan agen pengendap dengan berbagai variasi konsentrasi yakni: 25, 21 dan 18%. Agen pengendap yang

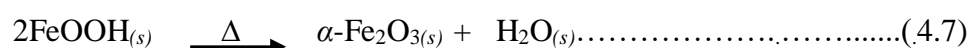
digunakan adalah  $\text{NH}_4\text{OH}$  sebanyak 5 ml. Proses presipitasi dilakukan 3 kali pengulangan untuk memperjelas penelitian dan memperluas daya cakup kesimpulan. Hasil endapan disebutkan pada reaksi 4.5.



Penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  pada proses presipitasi menghasilkan endapan berwarna merah bata. Endapan terbentuk pada pH 9 untuk konsentrasi hematit  $\text{NH}_4$ -18% dan mengalami kenaikan pada hematit  $\text{NH}_4$ -21% sebesar 9,39 dan hematit pada konsentrasi  $\text{NH}_4$ 25% sebesar 10. Nilai pH meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Hal ini mengindikasikan jumlah dan aktivitas ion  $\text{OH}^-$  semakin bertambah (Gelyaman, 2018). Sintesis dilakukan dengan pemanasan pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam, hal ini bertujuan untuk mengubah fasa  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  menjadi fasa  $\text{FeOOH}$  berdasarkan reaksi 4.6 (Cornell dan Scwertmann, 2003).

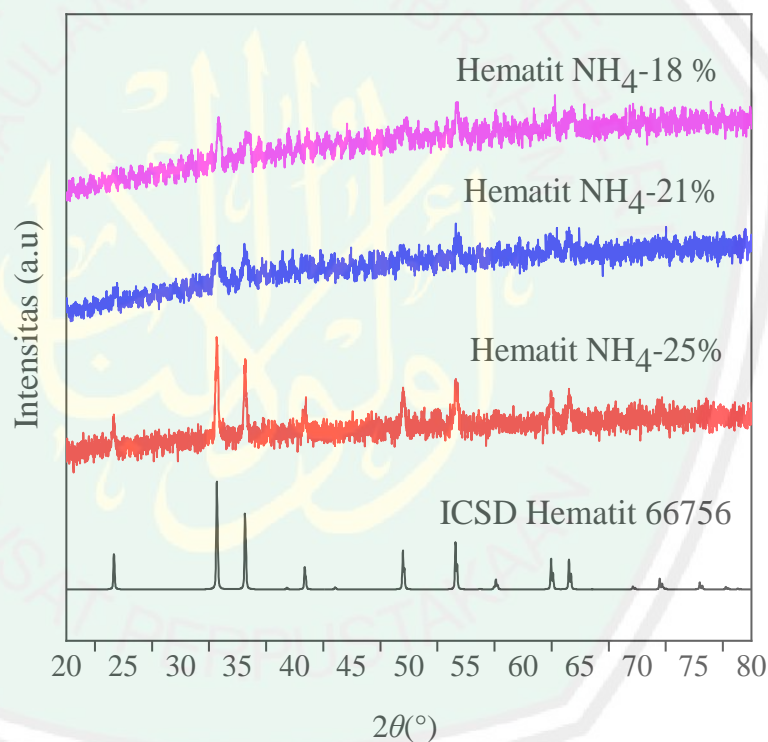


Hasil sintesis didiamkan 24 jam untuk memaksimalkan proses kristalisasi. Serbuk hasil sintesis selanjutnya ditambahkan PEG-6000 dan dilakukan sonikasi. Sonikasi bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel. Proses sonikasi menghasilkan serbuk berwarna merah bata. Serbuk hasil sonikasi selanjutnya dikalsinasi pada suhu  $750^\circ\text{C}$  selama 3 jam untuk membentuk hematit. Kalsinasi bertujuan untuk membentuk fasa hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Adapun persamaan ditampilkan pada reaksi 4.7 (Cornell dan Scwertmann, 2003).



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

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Pola difraksi sinar-X sampel ditampilkan pada Gambar 4.3. Dari data tersebut dibandingkan dengan data standar ICSD nomor 66756 dan ditemukan kesesuaian yang menunjukkan senyawa hematit sudah terbentuk. Hal ini ditunjukkan dengan puncak-puncak khas hematit pada  $2\theta(^{\circ})$ : 33,340, 35,643, 49,510, 54,096, dan 62,475. Pada sampel hasil sintesis tidak ditemukan pengotor yang ditandai dengan tidak adanya puncak tambahan pada difraktogram.

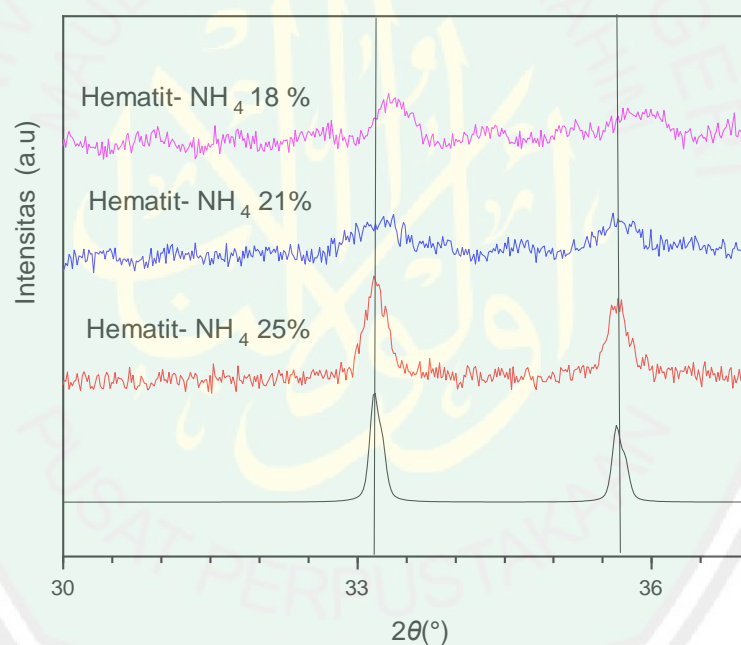


Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X senyawa hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan variasi konsentrasi NH<sub>4</sub>OH

Berdasarkan data XRD dapat diketahui bahwa pada Hematit-NH<sub>4</sub>25% mempunyai intensitas lebih tinggi dari pada Hematit-NH<sub>4</sub>21% dan Hematit-NH<sub>4</sub>18%. Hal ini mengindikasikan bahwa Hematit-NH<sub>4</sub>25% memiliki derajat

kristalinitas yang paling tinggi dibandingkan dengan sampel yang lain. Menurut Indriyanti (2013) Kristalinitas yang tinggi menunjukkan susunan atom/ ion dalam padatan yang semakin teratur, maka dapat dikatakan bahwa  $\text{NH}_4\text{OH}$  berperan pada proses pertumbuhan kristal hematit yang ditandai dengan naiknya intensitas puncak Hematit- $\text{NH}_4$ 25%.

Perbandingan posisi puncak  $2\theta(^{\circ})$  di sekitar 33,340 dan 35,643 ditampilkan pada Gambar 4.4 dan dapat diketahui bahwa posisi puncak untuk Hematit  $\text{NH}_4$ 21% dan Hematit  $\text{NH}_4$ -18% bergeser ke arah kanan. Hal ini mengindikasikan bahwa ukuran partikel hematit semakin kecil.



Gambar 4.4 Perbesaran puncak tertinggi pada variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

Ukuran kristal sampel dihitung menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*. Dalam penelitian ini pengukuran *Debye-Scherrer* menggunakan data puncak pada posisi  $2\theta(^{\circ})$ : 33,340, 35,643, 54,096 yang hasil perhitungannya ditampilkan pada Tabel 4.2. Ukuran kristal senyawa hematit meningkat seiring dengan

bertambahnya konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Hal ini disebabkan karena  $\text{NH}_4\text{OH}$  adalah basa lemah yang menghasilkan jumlah inti kristal yang lebih sedikit, sehingga mengakibatkan ukuran kristal yang lebih besar (Peternelle, 2014).

Tabel 4.2 Data ukuran kristal hematit tiga puncak tertinggi

Sampel	$2\theta(^{\circ})$	Ukuran Kristal (nm)
Hematit $\text{NH}_4$ -25%	33,1951	81,7
	35,6430	41,2
	54,0962	52,7
Hematit $\text{NH}_4$ -21%	33,2721	27,2
	36,1028	35,1
	38,6901	45,3
Hematit $\text{NH}_4$ -18%	33,3402	13,6
	35,7011	24,7
	54,1836	24,4

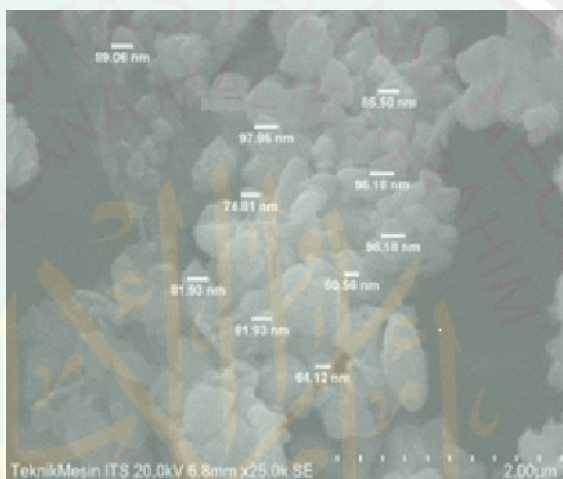
#### 4.4 Karakterisasi Hasil Pigmen Hematit dengan SEM-EDX

Karakterisasi SEM-EDX ini bertujuan untuk mengetahui morfologi dan komposisi dari hematit hasil sintesis. Dalam penelitian ini uji SEM hanya dilakukan pada hasil sintesis terbaik pada Hematit  $\text{NH}_4$ -25%. Hasil uji SEM ditampilkan pada Gambar 4.5. Dapat diketahui bahwa morfologi sampel tidak seragam dan banyak terbentuk aglomerasi. Hasil uji SEM-EDX dirangkum pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Komposisi unsur senyawa hasil sintesis dengan SEM- EDX

Sampel	Atom					Total
	Fe (%)	O(%)	C(%)	Cu(%)	Si(%)	
Hematit	44,14	34,51	19,25	0,92	1,19	100

Hasil uji SEM-EDX menunjukkan bahwa senyawa hematit mempunyai komposisi terbesar berupa Fe (besi) dan O (oksigen) dan masih ada unsur lain seperti C, Cu dan Si dalam jumlah yang sedikit. Kadar C, Cu, dan Si merupakan campuran dari *raw material* limbah bubuk dan tidak hilang walaupun sudah dikalsinasi pada suhu 750 °C, karena titik leleh ketiga senyawa tersebut berturut-turut adalah 3652, 1085 dan 1414 °C.



Gambar 4.5 Hasil uji SEM perbesaran 25000x.

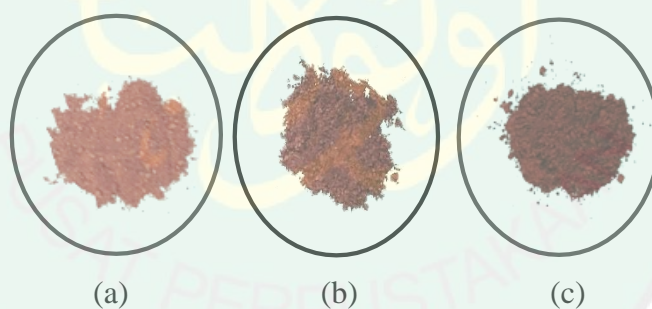
Tabel 4.4 Ukuran partikel perbesaran 25000x

No	Ukuran partikel (nm)
1	89,06
2	96,18
3	97,96
4	85,60
5	74,81
6	96,18
7	70,81
8	81,93
9	60,56
10	64,12

Ukuran partikel diukur dengan menggunakan perangkat lunak imageJ dan hasil pengukuran ditampilkan pada Gambar 4.5, sedangkan perhitungan dengan perangkat lunak imageJ, dirangkum pada Tabel 4.4. Hasil pengukuran partikel sampel menunjukkan partikel berukuran nanometer. Menurut Foudo (2012) nanopartikel menunjukkan luas permukaan yang besar dan tingkat reaktifitas yang tinggi sehingga sampel hematit dengan ukuran partikel semakin kecil maka kestabilannya juga semakin meningkat.

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

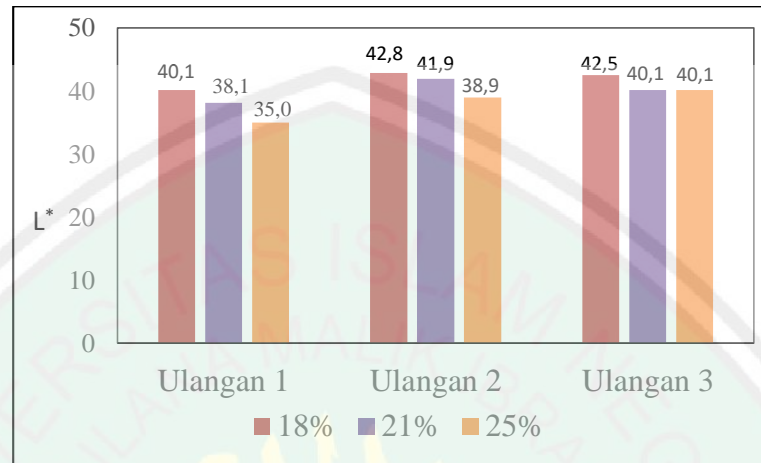
Uji *color reader* bertujuan untuk melihat kesesuaian dengan standar pigmen. Berdasarkan lampiran 4.2 nilai  $L^*$ ,  $a^*$  dan  $b^*$  dari uji *color reader* telah sesuai dengan standar hematit sebagai pigmen. Adapun hasil *color reader* ditampilkan pada Gambar 4.6.



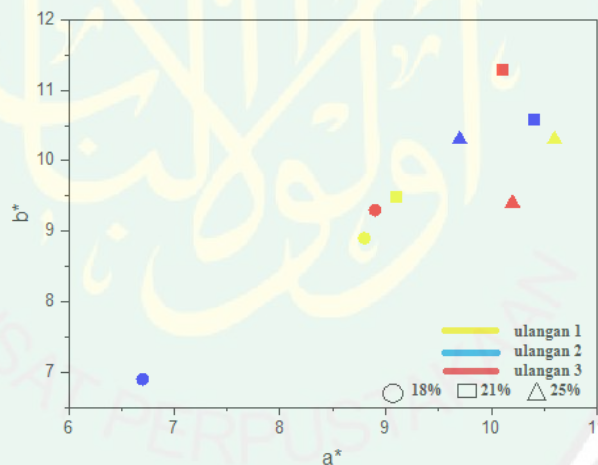
Gambar 4.6 Hasil sintesis pigmen hematit pada konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  a). 18, b). 21, dan c). 25%.

Nilai  $L^*$  adalah derajat kecerahan, bernilai dari 0 hingga 100. Hubungan derajat kecerahan dengan konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  ditampilkan pada Gambar 4.7. Nilai kecerahan ( $L^*$ ) tertinggi terdapat pada konsentrasi hematit 18%. Berdasarkan Cornell dan Swerthman, (2010) derajat kecerahan dipengaruhi oleh

ukuran partikel, semakin kecil ukuran partikel, maka warna partikel semakin terang, sehingga pada penelitian ini semakin rendah konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$ , warna yang dihasilkan semakin terang dan ukurannya partikelnya semakin kecil.



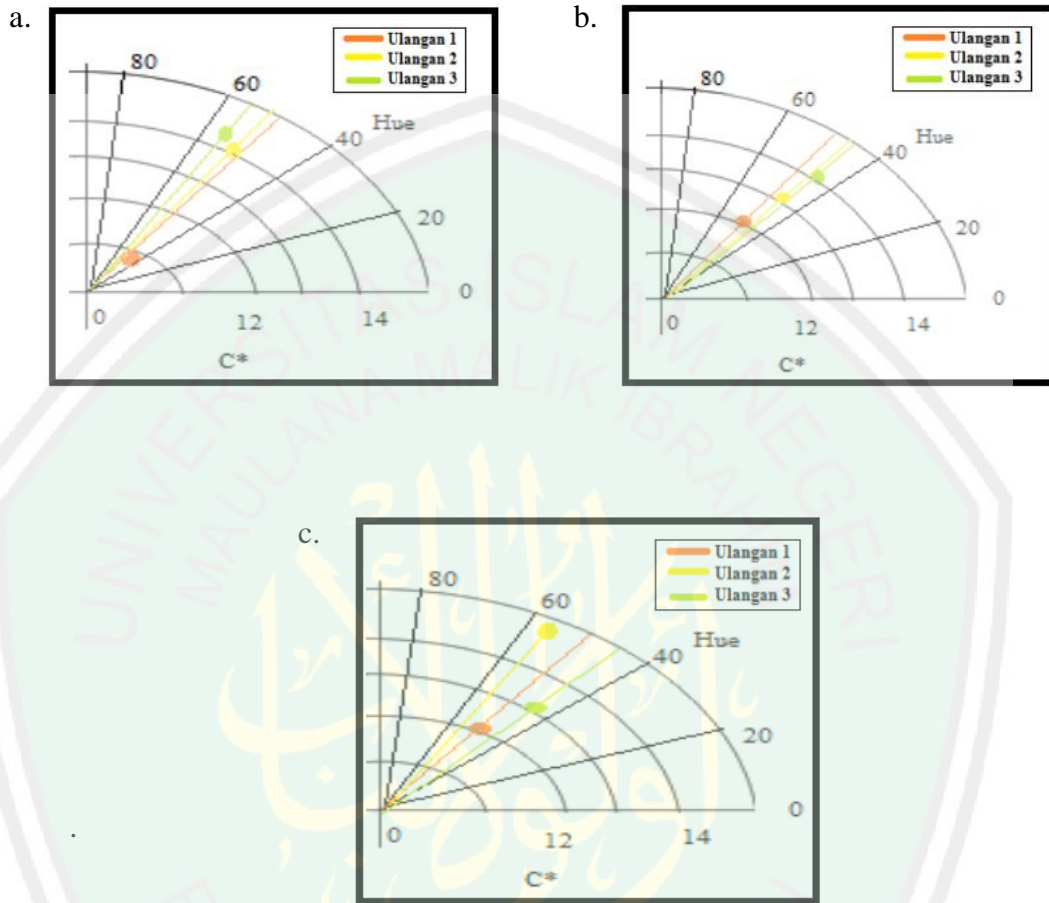
Gambar 4.7 Nilai  $L^*$  pada variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  ulangan 1.2 dan 3.



Gambar 4.8 Hubungan  $a^*$  dan  $b^*$  pada ulangan 1, 2, dan 3.

Nilai  $a^*$  merupakan derajat kemerahan menunjukkan ke arah warna merah dan nilai  $b^*$  adalah derajat kekuningan menunjukkan warna kearah kuning. Perbandingan nilai  $a^*$  dengan  $b^*$  disajikan pada Gambar 4.8. Penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  pada konsentrasi 25% ulangan ke 1 menunjukkan bahwa nilai  $b^*$  yang paling rendah dan nilai  $a^*$  yang tinggi dibandingkan dengan yang lainnya, sehingga

mengarah ke warna merah. Nilai  $b^*$  tertinggi terdapat pada konsentrasi 18% menunjukkan warna merah yang semakin pudar atau mengarah ke warna kuning.



Gambar 4.9. Korelasi Nilai  $C^*$  dan  $H$  tiap ulangan

Nilai  $C^*$  merupakan derajat kemurnian yang didapatkan dari perhitungan nilai  $a^*$  dan  $b^*$  pada lampiran 4.2. Korelasi nilai  $C^*$  dan  $H^\circ$  ditampilkan pada Gambar 4.9. Nilai  $C^*$  tertinggi terdapat pada konsentrasi 25% di semua ulangan. Pada konsentrasi 18% didapatkan nilai  $C^*$  yang paling rendah. Nilai  $H^\circ$  (corak warna) didapatkan dari perhitungan nilai  $a^*$  dan  $b^*$ . Nilai  $H^\circ$  tertinggi pada 18% pada setiap ulangan dan nilai terendah pada konsentrasi 25% di setiap ulangan. Semakin tinggi konsentrasi meningkatkan nilai rata-rata  $C^*$  (derajat kemurnian)

berbanding terbalik dengan nilai  $H^\circ$  dan berbanding lurus dengan nilai  $a^*$ , sehingga warna semakin merah.

Penambahan  $NH_4OH$  dengan variasi 25, 21 dan 18% berbanding terbalik dengan nilai  $H^\circ$ . Semakin besar konsentrasi  $NH_4OH$  maka semakin kecil nilai dan berbanding lurus dengan nilai derajat kekuningan, sehingga dapat disimpulkan bahwa warna pigmen yang dihasilkan semakin gelap dengan derajat warna kuning yang semakin pudar menuju warna merah sesuai dengan standar warna pigmen hematit. Nilai hasil uji *color reader* ditampikan pada Tabel 4.5.

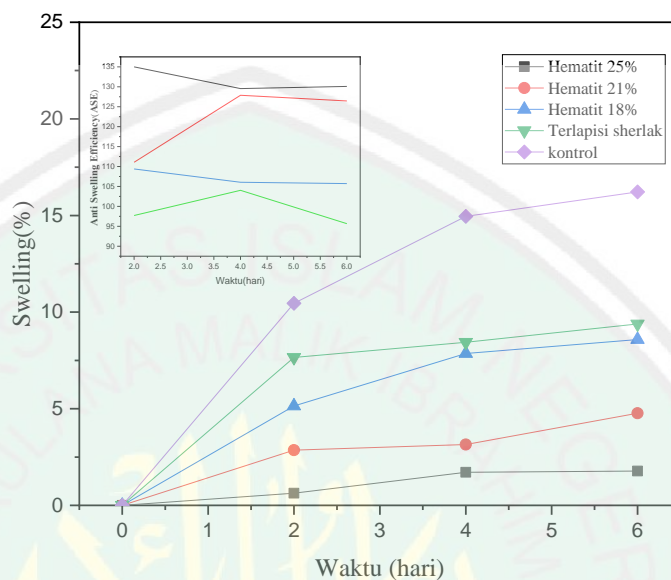
Tabel 4.5 Nilai hasil uji *color reader*

Konsentrasi $NH_4OH$ 25%	$a^*$	$b^*$	L	C	H
Standar pigment			25-45	9-42	21-57
U1 18%	8,8	8,9	40,1	12,51599	45,3237
U2 18%	6,7	6,9	42,8	9,617692	45,8425
U3 18%	8,9	9,3	42,5	12,87245	46,2590
U1 21%	9,1	9,5	38,1	13,15523	44,7000
U2 21%	10,4	10,6	41,9	14,84992	45,5456
U3 21%	10,1	11,3	40,1	15,15586	48,2094
U1 25%	10,6	10,3	35,0	14,78005	44,1776
U2 25%	9,7	10,3	38,9	14,14850	46,7184
U3 25%	10,2	9,4	40,1	13,87083	42,6626

#### 4. 6 Aplikasi *Swelling* pada Kayu

Aplikasi pada kayu bertujuan untuk mengetahui daya *swelling* terpigmen oleh senyawa hasil sintesis. Pengaplikasian ini dilakukan dengan cara melapisi kayu dengan serbuk hasil sintesis yang telah dilarutkan ke dalam metanol dan serlak. Metanol berfungsi untuk pelarut serlak, sedangkan serlak merupakan resin yang digunakan untuk perekat terhadap kayu. Kayu yang telah dilapisi dengan

masing-masing pigmen dibandingkan dengan kayu tanpa pigmen dan lapisan sherlak. Hasil uji *swelling* yang dilakukan ditampilkan pada Lampiran 6 dan sebagaimana Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Hasil uji daya *swelling* pada kayu

Berdasarkan Gambar 4.10 menunjukkan bahwa penambahan serlak pada kayu dapat menurunkan daya *swelling* pada kayu jika dibandingkan dengan kayu tanpa pelapisan pigmen dan serlak namun penurunan daya *swelling* masih rendah jika dibandingkan dengan penambahan pigmen. Hal ini karena serlak kurang mampu mengurangi sifat hidrofobik dari gugus-gugus polimer kayu. Daya *swelling* semakin menurun seiring dengan penambahan pigmen hasil sintesis. Nilai anti *swelling* tertinggi berdasarkan Gambar 4.10 terdapat pada konsentrasi hematit  $\text{NH}_4$ -25% dan menurun seiring penurunan konsentrasi hematit  $\text{NH}_4$ -21% dan hematit  $\text{NH}_4$ 18%. Hal ini didukung oleh penelitian dari Sivrikaya dan Can (2016) berhasil mencegah terjadinya *swelling* pada kayu dengan menggunakan pigmen besi oksida.

Resin dan pigmen hematit pada penelitian ini berperan sebagai bahan pengisi rongga pada kayu dengan menutup volume kosong pada polimer kayu. Konsentrasi hematit yang semakin tinggi menunjukkan warna pelapisan kayu yang semakin pekat dan merata, sesuai pada gambar Lampiran 11. Permukaan yang semakin pekat dan merata dapat menutup rongga-rongga pada kayu, sehingga kayu tidak mudah menyerap air atau mengembang pada saat digunakan dilingkungan yang lembab atau basah.

#### **4.7 Dialog Hasil Penelitian Pemanfaatan Limbah Besi sebagai Pigmen dalam Perspektif Islam**

Penelitian yang berjudul Sintesis pigmen Hematit dari limbah besi bubuk dengan variasi konsentrasi agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$ , merupakan salah satu upaya pemanfaatan limbah bubuk besi sebagai sumber bahan dalam pembuatan pigmen oksida besi. Limbah tersebut berasal dari hasil kerajinan industri bubuk besi. Apabila limbah kerajinan limbah bubuk besi tidak mendapatkan penanganan maka akan menyebabkan pencemaran lingkungan.

Shihab (2005) menyatakan janganlah kalian kurangi apa yang menjadi hak orang lain, dan jangan pula membuat kerusakan di muka bumi dengan membunuh, menyamun, melakukan tindak kejahatan dan mengikuti hawa nafsu yang rendah. Pengolahan limbah untuk mengurangi pencemaran lingkungan merupakan salah satu tindakan manusia sebagai *khalifatullah fi al'ard* atau wakil Allah yang ditugaskan melindungi, mengelola dan memanfaatkannya secara lestari demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya. Surat al-Baqarah ayat 30 menegaskan posisi manusia sebagai khalifah di bumi.

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

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

Penelitian tentang pigmen hematit dari limbah bubuk besi merupakan hasil proses berpikir manusia sebagai makhluk yang diberikan kemampuan berupa akal oleh Allah SWT untuk memenuhi tugasnya sebagai khalifah di bumi. Adapun tugas khalifah yaitu menjaga, melestarikan dan sebagai pemecah masalah. Dalam hal ini yaitu menjaga lingkungan dari limbah bubuk besi yang berlebih agar tidak terjadi kerusakan alam dan sekitarnya. Maka kita harus menyelamatkan bumi dengan memelihara alam dan melestarikannya serta mengelola dan memanfaatkan limbah bubuk besi sebagai pigmen hematit. Manusia khususnya umat islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT yang berada di langit, di bumi, dan diantara langit dan bumi, Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu dengan penuh hikmah dan tidak sia-sia. Hal ini kembali ditegaskan oleh Allah SWT dalam surat Yunus ayat 10.

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

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

Ayat di tersebut memerintahkan kepada manusia bahwa fenomena-fenomena yang terjadi di langit dan di bumi. Dalam hal ini manusia juga diperintahkan untuk memahami fenomena alam yang terjadi serta memikirkan dan mempercayai bahwa semua itu diciptakan oleh Allah tanpa sia-sia. Salah satunya pigmen hematit yang merupakan pigmen oksida besi yang berwarna coklat kemerahan yaitu senyawa nanopartikel berbentuk heksagonal, namun distribusi ukuran partikelnya tidak seragam. Pigmen hasil sintesis yang dilakukan memiliki efek negatif antara lain: Menimbulkan iritasi kulit ketika digunakan dalam konsentrasi yang tinggi. Oleh karena itu dilakukan penelitian tentang sintesis hematit sebagai pigmen dari limbah besi bubuk, sebagaimana tugas manusia yang diciptakan oleh Allah sebagai khalifah, yaitu bertugas menjaga, melestarikan, serta mengatasi masalah, sehingga dapat mengurangi persentase limbah besi agar tidak merusak lingkungan.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1. Kesimpulan

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

1. Hematit hasil sintesis dengan variasi agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  memiliki derajat kristalinitas dan ukuran terbesar pada hematit dengan konsentrasi 25%.
2. Hasil karakterisasi *color reader* diperoleh derajat kemerahan dan kemurnian tertinggi pada konsentrasi agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% ulangan pertama dengan nilai  $L= 35,0$ ;  $a^*=10,6$ ;  $b^*=10,3$ ; dan  $C^*= 14,78$ .
3. Hasil karakterisasi SEM-EDX pada pigmen hematit konsentrasi 25% diperoleh morfologi yang beragam dan masih terdapat unsur lain berupa: C, Cu, dan Si.
4. Hasil uji daya swelling kayu terpigmen hematit menunjukkan bahwa pada konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% dapat mengurangi *swelling* pada kayu.

#### 5.2. Saran

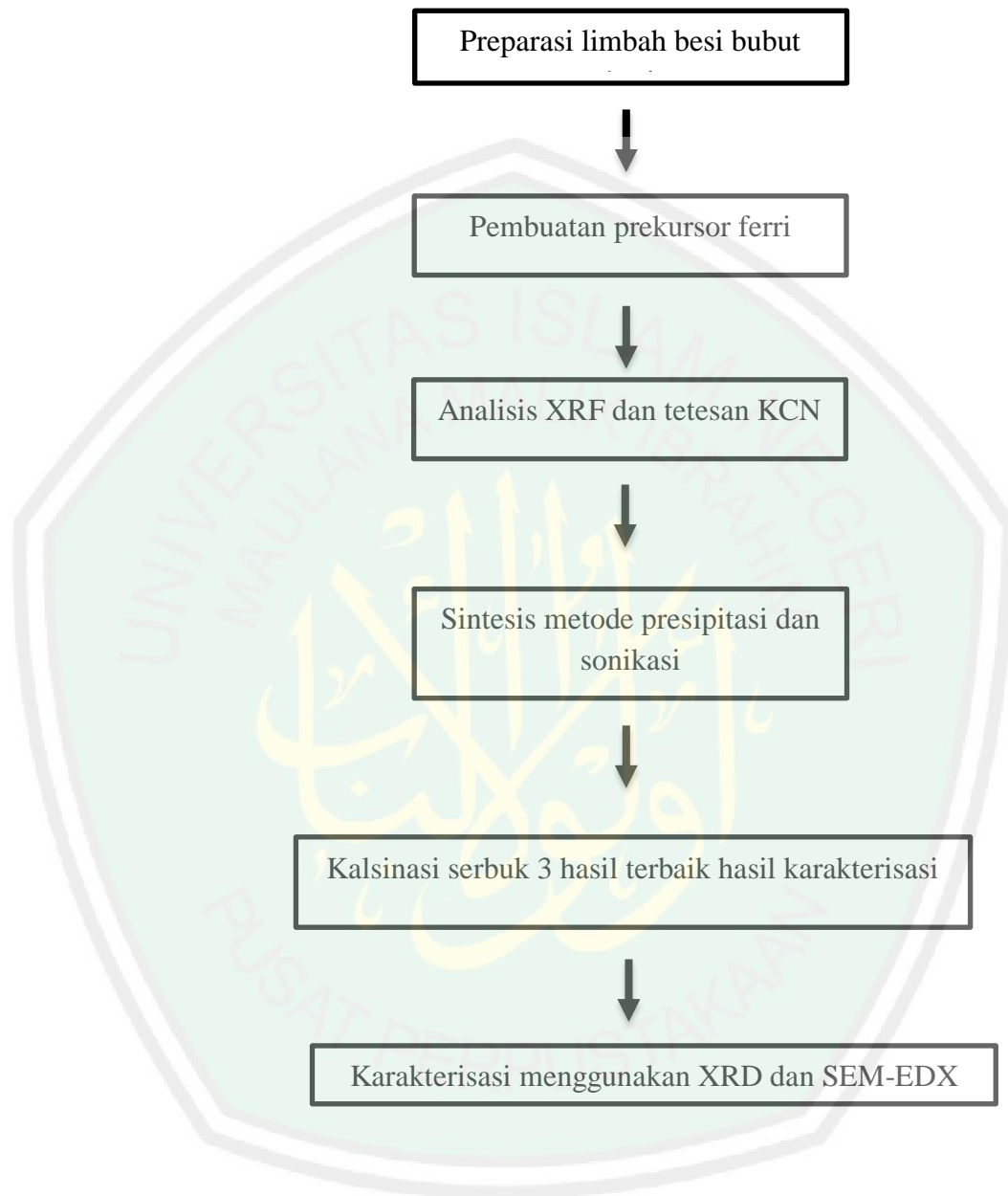
Perlu dikaji lebih lanjut dalam pengontrolan metode sonikasi dengan penambahan PEG-6000 untuk mendapatkan morfologi yang lebih seragam. Pengujian daya *swelling* juga perlu dikaji lebih lanjut serta dilakukan dalam jangka waktu yang lebih lama untuk mengetahui ketahanan kayu terhadap *swelling* kayu dalam jangka waktu lama.

## Daftar Pustaka

- Aji, Mahardika Prasetya, Agus Yulianto, dan Satria Bijaksana. 2007. Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 1 (2): 106-108.
- Cornell R. M., and Schwetmann U. 2003. *The Iron Oxide; Structure, Properties, Reactions, Occurrence and Uses*. Second, Completely Revised and Extended Edition.
- Foudo, M F R. 2013. Synthesis And Characterization of Nanoparticle Pigmen, *internasional journal of inorganic chemistry*.
- Iacob Mihalil. 2015. Sonochemical Synthesis of Hematite Nanoparticles, *Chemistry Journal of Moldova. General, Industrial and Ecological Chemistry*. Institute of Macromolecular Chemistry, 41A.
- Indriyanti, Medina, Rahmad Nuryanto, dan Linda Suyati. 2013. Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Konduktivitas dan Kristalinitas Elektrolit Padat  $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ . *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 16 (2) 46 – 49
- Gelyaman, G. D. 2018. Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Bioavalibilitas Besi bagi Tumbuhan. *Jurnal Saintek Lahan Kering*. 1(1) 17-19
- G. Gnanaprakas, J. Philip, T. Jayakumar, and B. Raj, 2015. “Effect of digestion time and alkali addition rate on physical properties of magnetite nanoparticles. *Journal of Physical Chemistry*. 10(1), 46-51
- Khalil, Munawar, Ning Liu, dan Robert Lee. 2017. “Synthesis and Characterization of Hematite Nanoparticles using Ultrasonic Sonochemistry Method.” *International Journal of Technology* 8 (4) 582.
- Kurniawan, Candra, A Bahtiar, A Maulana S Sebayang, dan Perdamean Sebayang. 2016. Efek Distribusi Partikel dan Perlakuan Panas pada Pengolahan Besi Oksida dari Limbah Industri Baja. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi*. ISSN: 2541-3546.
- Khoiroh, Lilik M., Mardiana, Diah. Sabarudin, Akhmad., dan Ismuyanto, Bambang. 2013. Synthesis of Hematite Pigments ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) by Thermal Transformations of  $\text{FeOOH}$ . *Chem. Res.*, 2(1): 27-34.
- Linda, Kartika Dewi. 2014. Sintesis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari Pasir Besi dengan Metode Logam Terlarut Asam Klorida Jurusan Fisika, *jurnal sains dan seni pomits*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS).
- Lassoued, Abdel Majid, Brahim, Salah Ammar, dan Abdellatif Gadri. 2009. Synthesis, Structural, Morphological, Optical and Magnetic Characterization of Iron Oxide ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) Nanoparticles by Precipitation

- Method: Effect of Varying the Nature of Precursor. *Journal of Low-dimensional Systems and Nanostructure*. 97 (2018) 328–334.
- Legodi.,M A and Wall., D. 2006. The preparation of Magnetite, Geothite, Hemattite, and Maghemite of Pigment Quality from mill Scale Iron Waste. *Journal of Dyes and Pigment*. University of Pretoria, South Africa, (74) 161-168.
- Mohapatra, M., dan Anand, S. 2011. Synthesis and Applications of Nanostructured Iron Oxide/Hydroxides – A Review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8): 127-146.
- Munawar. 2017. Synthesis And Characterization of Hematite Nanoparticles using Ultrasonic Sonochemistry. *Method International Journal of Technology* Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Science, Universitas Indonesia, Kampus UI Depok
- Pramanik, Nimai Chand, Tarequl Islam Bhuiyan, Makoto Nakanishi, Tatsuo Fujii, Jun Takada, dan Sang Il Seok. 2005. Synthesis and Characterization of Cerium Substituted Hematite by Sol–Gel Method. *Materials Letters* 59 3783 – 3787.
- Peternele, Mostafal, A.I. Hussien1, M.A, dan Wahba1, M.F. El. 2014. Experimental investigation of the Coprecipitation Method: an Approach to Obtain Magnetit and Maghemite Nonaoparticle with Improved Properties. *Journal of Nanomaterials*. Institute of Biological Sciences, University of Brasilia, Brazil.
- Presiden Republik Indonesia, *PP No.101 Tahun 2014 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun*, Jakarta.
- Rahman, Tito P, Sukarto Agus, Rochman Nurul T., dan Manaf, Azwar. 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). *Jurnal Fisika*, 3(1): 86-89.
- Raming, T.P., Winnubst, A.J.A., C.M. van K., A.P. Philipset.2002. The Synthesis and Magnetic Propertie of Nanosized Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Particles. *Journal of Colloid Interface Science*, 249(1) 346-350.
- Rowell, Roger M., Roger Pettersen, dan Mandla A. Tshabalala.2013. *Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites*. Forest Products Laboratory, and Department of Biological Systems Engineering, University of Wisconsin.
- Sahoo. 2010. Characterization of  $\gamma$ - and  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of  $\alpha$ - Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *International Journal of Engineering, Science and Technology*. 2 (8): 118-126.

- Schirp, Arne, Burkhard Plinke, dan Danilo Napolow. 2015. Effectiveness of Organic and Inorganic Pigments for Mass Coloration of Thermo-Mechanical Pulp used in Wood-Plastic Composites. *European Journal of Wood and Wood Products*. 73 (1): 5-16
- Septiyan, Kukuh, Priyono, Yuswono, Tito Prasetyo Rahman, dkk. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Jurnal FMIPA Universitas Lampung*
- Shihab, M. Quraish. 2005. *Tafsir Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian AL-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sierra, Huseyin, dan Ahmet Can. 2007. Effect of Weathering on Wood Treated with Tall Oil Combined with Some Additives. *Maderas. Ciencia y Tecnología*, 18 (4): 723-732.
- Sitanggal, Anshori Umar. 1993. *Terjemah Tafsir al-Maraghi*. CV. Toha Putra Semarang: juz 6.
- Sivrikaya, Huseyin, dan Ahmet Can. 2016. Effect of Weathering on Wood Treated with Tall Oil Combined with Some Additives. *Maderas. Ciencia y Tecnología*, 18 (4): 723-732.
- Stevens, Malcom P. *Kimia Polimer*. Jakarta. Pradayana Paramita.
- Sunardi, Maria Endah Prasandja dan Ferdianta Sembiring. 2016. Sintesis Ferri Klorida dari Scrap Besi Bengkel Bubut. *Jurnal EKOSAINS*. Vol. VII, No. 2, Juli 2015.
- Tanner, A.O. 2015. *Iron Oxide Pigment (Advance release)*. U.S Geological Survey Mineral Yearsbook.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro*. Edisi V, Jakarta: Kalman Media Pustaka.
- Vujtek, M., Zboril, R, Kubinek, R, dan Mashlan, M. 2003. Ultrafine Particles of Iron (III) Oxides by View of AFM-Novel Route for Study of Polymorphism in Nano-World. *Science, Technology and Education of Microscopy*. 1 (8)1-8.
- Wang, F., Qin, X.F., Meng, Y.F., Guo, Z.L., Yang, L.X., Ming, Y.F. 2013. Hydrothermal Synthesis and Characterization of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles. *Materials Science in Semi konduktor Processing*. 16 802-806.
- Zhang, Zheng-ming, Hua Du, Wei-hong Wang, dan Qing-wen Wang. 2010. Property Changes of Wood-Fiber/HDPE Composites Colored by Iron Oxide Pigments after Accelerated UV Weathering. *Journal of Forestry Research* 21 (1) 59–62.

**LAMPIRAN****Lampiran 1. Rancangan Penelitian**

## Lampiran 2. Diagram Alir

### 2.1 Preparasi Bahan

Limbah bubuk besi

- dipilih limbah bubuk besi yang berbentuk serbuk
- dipisahkan menggunakan *magnetic separator*
- diambil sampel besi yang menempel pada *magnetic separator*

Bahan prekursor

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

18 g bahan prekursor

- dimasukkan ke dalam beaker glass
- ditambahkan HNO<sub>3</sub> 7 M 50 mL
- didiamkan selama 24 jam
- dipanaskan pada suhu 100 °C hingga diperoleh padatan homogen
- dilarutkan sedikit padatan yang diperoleh dengan aquades
- dikarakterisasi menggunakan XRF
- ditetesi dengan KCN
- dibagi padatan tersebut menjadi 3 bagian apabila larutan yang ditetesi KCN terbentuk endapan merah

Prekursor Fe<sup>3+</sup>



## Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRF

19-apr-2019 08:55:33

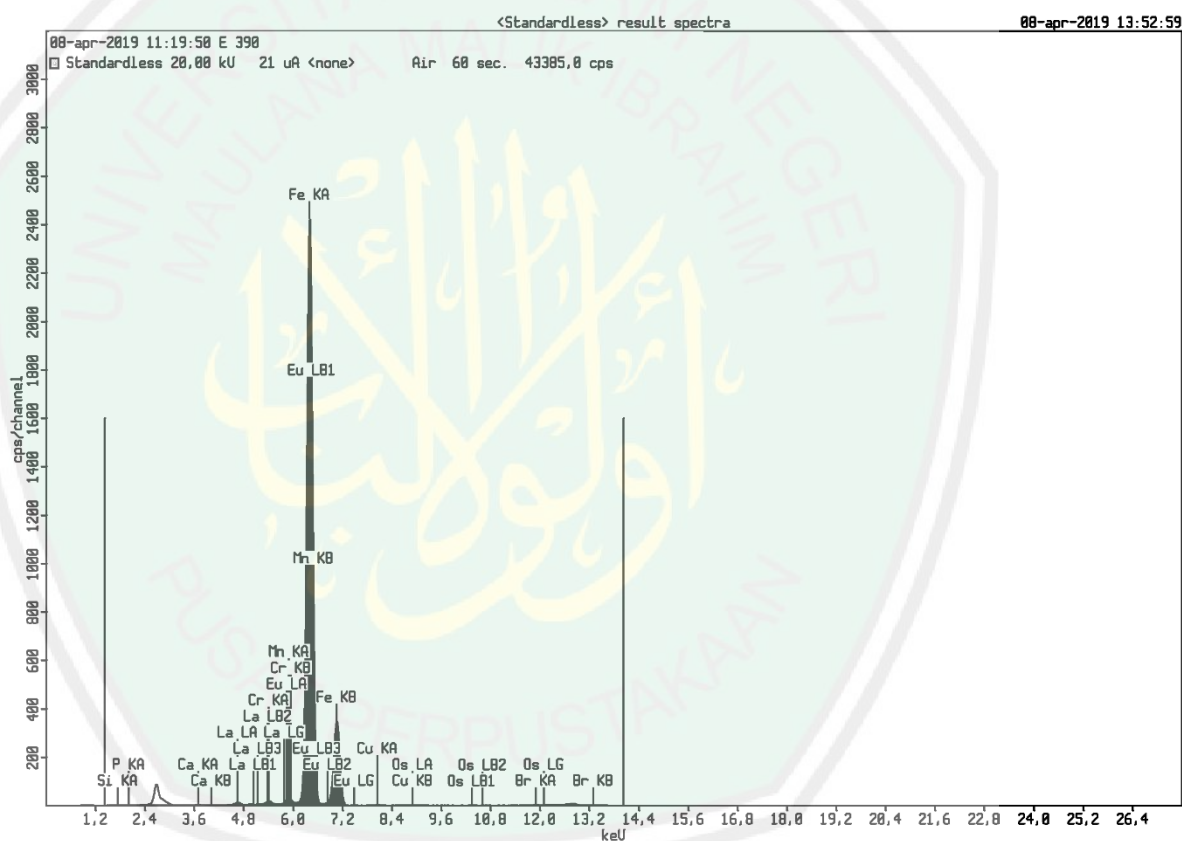
### Sample results

Page 1

Sample ident	
<b>E</b>	<b>390</b>

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

Compound	SiO2	P2O5	CaO	Cr2O3	MnO	Fe2O3	CuO	Br	La2O3	Eu2O3	OsO4
<b>Conc</b>	0,81	0,38	0,13	0,27	0,47	96,29	0,19	0,35	0,06	0,81	0,24
<b>Unit</b>	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%



Gambar L.4.2 Unsur kimia yang terkandung dalam prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

### Lampiran 5. Data Hasil Uji Warna dan Perhitungan Nilai C\* dan H\*

Karakterisasi nilai warna menggunakan *color reader* diperoleh data L\*, a\*, dan b\*. Data hasil *color reader* ditampilkan pada Tabel L.2. Perhitungan nilai C\* dan H\* menggunakan persamaan 3.1 dan 3.2. Adapun contoh hasil perhitungan C\* dan H\*:

#### Hematit 25%

$$\begin{aligned} C^* &= [ (8,8)^2 + (8,9)^2 ]^{1/2} \\ &= (77,44 + 79,21) \\ &= (156,65)^{1/2} \\ &= 12,51599 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^* &= 1/\text{Tan} (8,9/8,8) \\ &= 1/\text{Tan} 1,01136 \\ &= 45,3237 \end{aligned}$$

Tabel L.5.1 Data Hasil *Color Reader*

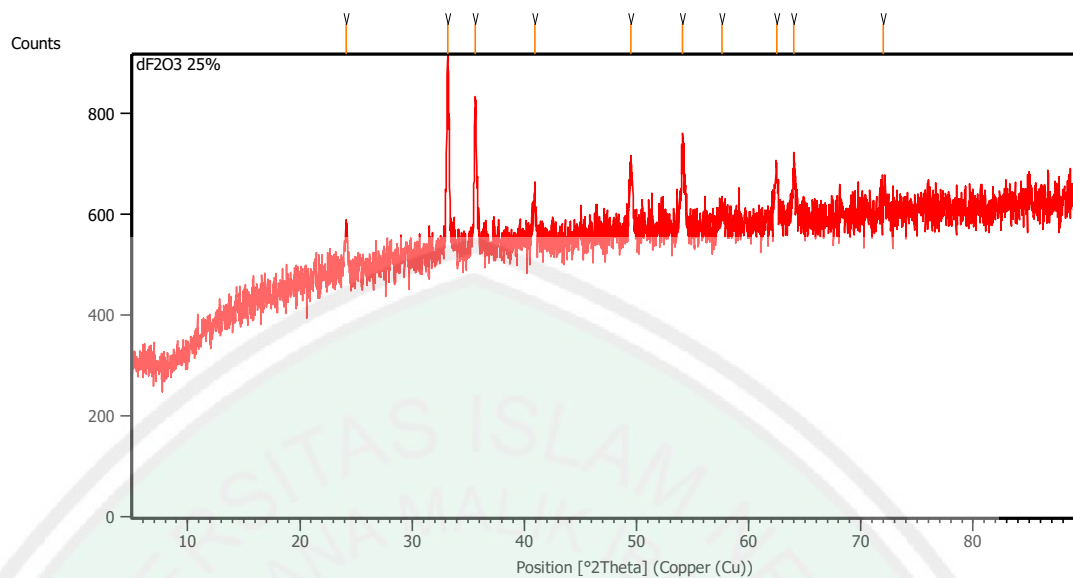
Konsentrasi	a*	b*	L	C	H
NH <sub>4</sub> OH					
Standar pigment			25-45	9-42	21-57
U1 18%	8,8	8,9	40,1	12,51599	45,3237
U2 18%	6,7	6,9	42,8	9,617692	45,8425
U3 18%	8,9	9,3	42,5	12,87245	46,2590
U1 21%	9,1	9,5	38,1	13,15523	44,7000
U2 21%	10,4	10,6	41,9	14,84992	45,5456
U3 21%	10,1	11,3	40,1	15,15586	48,2094
U1 25%	10,6	10,3	35,0	14,78005	44,1776
U2 25%	9,7	10,3	38,9	14,14850	46,7184
U3 25%	10,2	9,4	40,1	13,87083	42,6626

## Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD

### Basic Data Process

Raw Data Origin	: PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	: Gonio
Start Position [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 5.0084
End Position [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 89.9744
Step Size [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 0.0170
Scan Step Time [s]	: 1;0.1500
Scan Type	: Continuous
Offset [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 0.0000
Divergence Slit Type	: Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	: 0.2500
Specimen Length [mm]	: 10.00
Receiving Slit Size [mm]	: 12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}C$ ]	: -273.15
Anode Material	: Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	: 1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	: 1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	: 1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	: 0.50000
Generator Settings	: 30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	: XPert MPD
Diffractometer Number	: 1
Goniometer Radius [mm]	: 200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	: 91.00
Incident Beam Monochromator	: No
Spinning	: Yes

### 6.1 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 25%

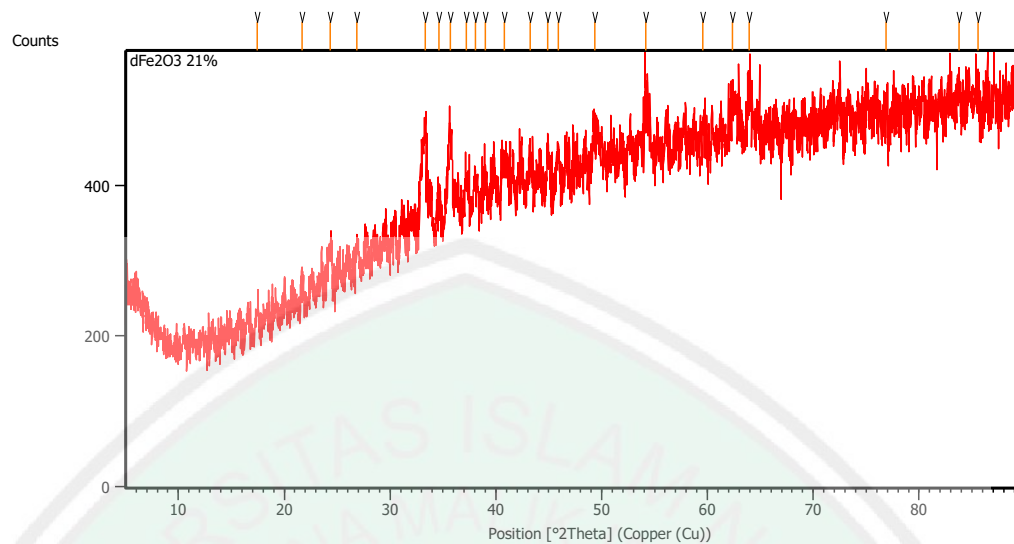


Gambar L.6.1 Pola difraksi sinar-X hematit variasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% sesudah kalsinasi

Tabel L.6.1 Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% sesudah kalsinasi

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
24.1528	85.41	0.1673	3.68489	23.02
33.1951	371.09	0.1004	2.69891	100.00
35.6430	272.66	0.2007	2.51897	73.48
40.9273	83.55	0.2676	2.20512	22.51
49.5107	135.81	0.2676	1.84107	36.60
54.0962	175.19	0.1673	1.69534	47.21
57.6239	30.73	0.6691	1.59966	8.28
62.4749	115.36	0.2007	1.48661	31.09
64.0413	106.62	0.2676	1.45398	28.73
72.0107	33.40	0.5353	1.31143	9.00

## 6.2 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 21%



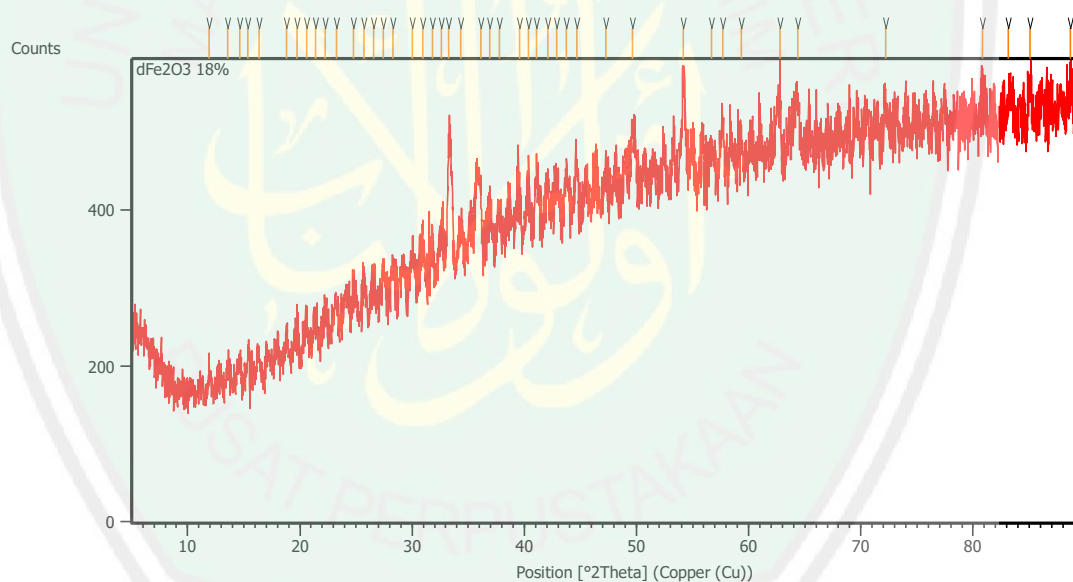
Gambar L.6.2 Pola difraksi sinar-X hematit variasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  21% sesudah kalsinasi

Tabel L.6.2 Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  21% sesudah kalsinasi

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
17.4329	21.27	0.2676	5.08721	17.57
21.6997	33.47	0.2676	4.09560	27.65
24.3775	50.00	0.4015	3.65144	41.30
26.8656	27.93	0.4015	3.31865	23.07
33.3402	121.08	0.6022	2.68750	100.00
34.6518	32.01	0.4015	2.58872	26.44
35.7011	113.95	0.3346	2.51500	94.11
37.2276	45.47	0.2676	2.41531	37.55
38.0740	37.87	0.2676	2.36354	31.28
38.9989	45.08	0.3346	2.30959	37.24
40.7787	52.00	0.2676	2.21281	42.95
43.2349	47.47	0.3346	2.09262	39.21

44.9162	42.21	0.2676	2.01812	34.86
45.8747	41.07	0.2676	1.97816	33.92
49.3518	51.50	0.5353	1.84662	42.53
54.1836	74.65	0.2676	1.69281	61.66
59.5917	21.07	0.4015	1.55146	17.40
62.3928	45.12	0.5353	1.48837	37.27
63.9496	56.16	0.4015	1.45584	46.38
76.8884	17.82	0.4015	1.23994	14.71
83.7553	41.06	0.3346	1.15489	33.91

## 6.2 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 18%



Gambar L.6.3 Pola difraksi sinar-X hematit variasi NH<sub>4</sub>OH 18% sesudah kalsinasi

Tabel L.6.3 Daftar puncak yang muncul pada hematit variasi NH<sub>4</sub>OH 18% sesudah kalsinasi

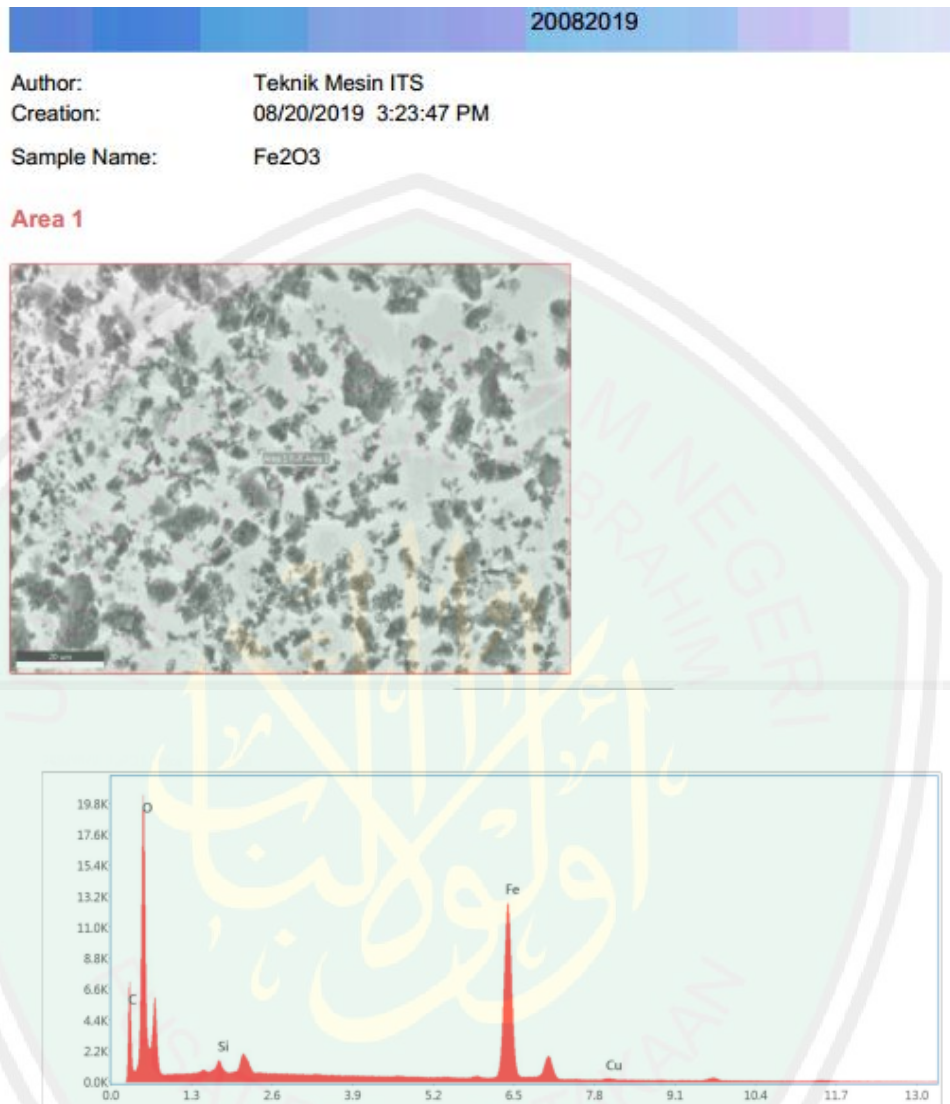
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
11.9430	22.25	0.2676	7.41047	13.06
13.5677	16.39	0.3346	6.52651	9.62

14.6565	20.06	0.3346	6.04401	11.77
15.3693	24.67	0.4015	5.76527	14.48
16.3599	23.46	0.2342	5.41835	13.76
18.8306	33.05	0.2007	4.71263	19.39
19.7763	28.65	0.4015	4.48936	16.81
20.5714	38.20	0.2007	4.31760	22.42
21.3787	30.93	0.4015	4.15635	18.15
22.2906	35.79	0.4015	3.98834	21.00
23.2412	39.49	0.4015	3.82732	23.17
24.7589	43.14	0.4015	3.59604	25.31
25.7019	53.68	0.2676	3.46621	31.49
26.6063	46.15	0.4015	3.35040	27.08
27.4545	61.46	0.2676	3.24878	36.06
28.3107	51.39	0.2676	3.15245	30.15
30.0001	47.69	0.2676	2.97867	27.98
30.9811	64.14	0.2007	2.88655	37.64
31.7890	55.54	0.2676	2.81501	32.59
32.6166	60.68	0.3346	2.74545	35.61
33.2721	170.43	0.3011	2.69284	100.00
34.3653	60.92	0.3346	2.60964	35.74
36.1028	100.38	0.2342	2.48794	58.90
36.9140	56.65	0.2676	2.43511	33.24
37.7624	43.95	0.4015	2.38233	25.79
39.5498	55.13	0.2676	2.27869	32.35
40.3527	71.80	0.2007	2.23518	42.13
41.0553	79.73	0.2676	2.19853	46.78

42.0782	54.76	0.4015	2.14743	32.13
42.9133	47.71	0.4015	2.10755	27.99
43.7221	58.98	0.2676	2.07043	34.61
44.6579	64.27	0.2676	2.02919	37.71
47.2924	45.84	0.2007	1.92211	26.90
49.6423	73.30	0.4015	1.83650	43.01
54.1506	138.69	0.2007	1.69377	81.38
56.6665	28.20	0.4684	1.62440	16.55
57.6707	63.33	0.2676	1.59848	37.16
59.3438	41.24	0.3346	1.55735	24.20
62.7642	60.86	0.2007	1.48046	35.71
64.3498	57.62	0.3346	1.44775	33.81
72.1758	50.54	0.2007	1.30883	29.65
80.8557	30.44	0.4015	1.18882	17.86
83.1251	20.71	0.8029	1.16203	12.15
85.0657	30.70	0.3346	1.14042	18.01
88.6484	39.58	0.2676	1.10336	23.23

## Lampiran 7. Karakterisasi SEM EDX

### 7.1 Hasil Pengukuran Komposisi Unsur pada Hematit 25% dengan SEM-EDX

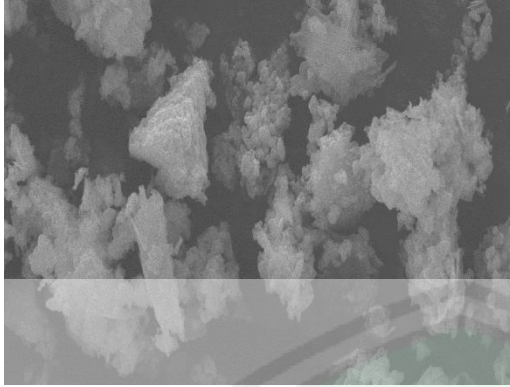


Gambar L.7.1 Spektrum EDS hematit variasi  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

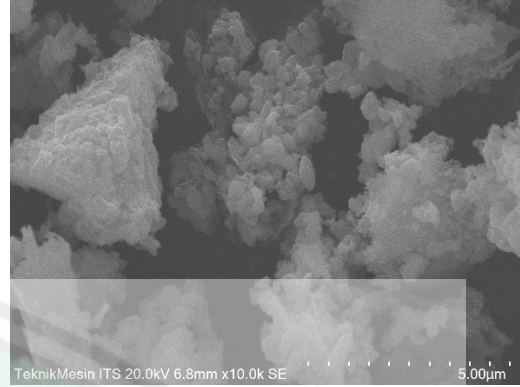
Tabel L.7.1 Komposisi unsur hematit variasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  berdasarkan hasil SEM-EDX

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	19.25	34.79	390.26	8.63	0.0630	1.1375	0.2878	1.0000
O K	34.51	46.82	1487.93	7.95	0.1226	1.0920	0.3255	1.0000
SiK	1.19	0.92	112.21	7.33	0.0066	0.9984	0.5547	1.0032
FeK	44.14	17.16	1869.30	1.83	0.3826	0.8460	1.0151	1.0092
CuK	0.92	0.31	23.93	12.34	0.0074	0.8114	0.9633	1.0229

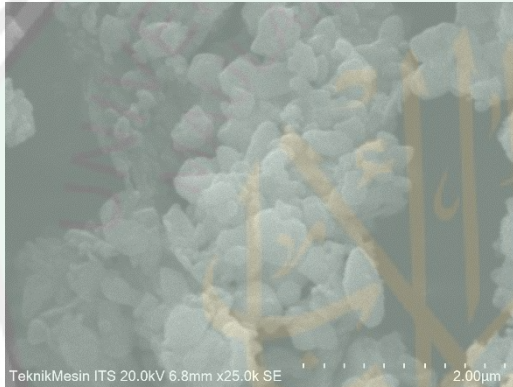
## 7.2 Hasil SEM Sampel Hematit 25%



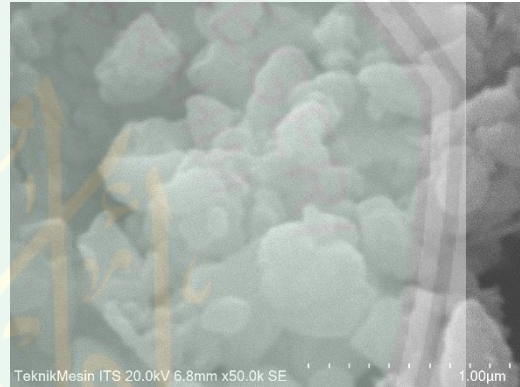
Gambar L.7.2 gambar SEM sampel hematit dengan perbesaran 5000x



Gambar L.7.3 gambar SEM sampel hematit dengan perbesaran 10000x



Gambar L.7.4 gambar SEM sampel hematit dengan perbesaran 25000x



Gambar L.7.5 gambar SEM sampel hematit dengan perbesaran 50000x

### Lampiran 8. Contoh Perhitungan dan Data *Crystallite Size* Hematit

Perhitungan *Crystallite Size* hematit menggunakan Debye- Scherrer. Data-data untuk perhitungan *Crystallite Size* hematit yang disintesis pada salah satu puncak variasi 25% adalah:

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

$$\beta \text{ (FWHM)} \quad : 0,1004 \quad \longrightarrow \quad \frac{0,1004}{180} \times 3,14 = 0,00175$$

$$2\theta \quad : 33,1952 \quad \longrightarrow \quad \frac{33,1952}{2} = 16,598$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,958$$

Sehingga *crystallize size* hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,89 \times 1,54}{0,00175 \times 0,958} = 816,587 \text{ \AA} = 81,6587 \text{ nm}$$

Perhitungan variasi lain dan posisi  $2\theta$  yang berbeda dilakukan dengan cara yang sama sehingga diperoleh hasil perhitungan pada Tabel L.8.1

Tabel L.8.1 Data *crystallize size* hematit 3 puncak tertinggi

Sampel hematit	$2(\theta)$	Ukuran Kristal (nm)
25%	33,1951	81,7
	35,6430	41,2
	54,0962	52,7
21%	33,3402	27,2
	35,7011	35,1
	54,1836	45,3
18%	33,2721	13,6
	36,1028	24,7
	13,8690	24,4



## Lampiran 10. Aplikasi Hasil Sintesis pada Kayu

Aplikasi pigmen hasil sintesis pada kayu menggunakan 30 biji kayu yang terdiri dari kayu kontrol( tanpa pelapisan kayu), kayu terlapis sherlak, dan kayu terlapis pigmen hasil sintesis 3 variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  25, 21 dan 18 % yang diduplo. Perhitungan volume kayu dilakukan sebelum dan setelah perendaman selama 6 hari dengan interval 2, 3, dan 6 hari.

### 10.1 Perhitungan Volume Kayu

Tabel L.10.1 volume kayu (mm)

	<i>P</i> (mm)	<i>L</i> (mm)	<i>T</i> (mm)	Volume kayu	<i>P</i> (mm)	<i>L</i> (mm)	<i>T</i> (mm)	Volume kayu
Kayu sebelum perendaman					Kayu setelah perendaman			
Hari ke 2								
Hematit $\text{NH}_4$ -25%	10,88	10,04	5,54	605,16	10,85	10,11	5,49	602,21
	11,79	10,02	5,13	606,03	11,78	10,05	5,08	601,41
Hematit $\text{NH}_4$ -21%	11,21	10,1	4,71	533,27	11,2	10,15	4,68	532,02
	10,75	9,85	5,3	561,20	10,7	9,8	5,27	552,61
Hematit $\text{NH}_4$ -18%	10,73	9,53	5,24	535,82	11,2	10,06	4,67	526,17
	10,82	10,92	4,83	570,68	11,26	10,27	4,68	541,19
Terlapis sherlak	11,16	9,69	4,81	520,15	11,34	9,84	4,33	483,16
	10,06	11,2	4,67	526,17	11,06	9,48	4,48	469,72
kayu kontrol	11,17	9,96	4,4	489,51	11,88	10,02	4,59	546,38
	11,24	11,24	4,85	612,73	10,12	9,2	4,85	451,55
Hari ke 4								
Hematit $\text{NH}_4$ -25%	11,64	10,34	4,92	592,15	11,49	10,54	4,79	580,09
	11,42	10,1	5,22	602,08	11,41	10,07	5,17	594,02
Hematit $\text{NH}_4$ -21%	10,9	9,77	5,2	553,76	11,78	10,13	4,78	570,40
	11,5	10,2	4,85	568,90	11,34	10,24	5,06	587,57
Hematit $\text{NH}_4$ -18%	11,47	10,54	4,94	597,21	11,42	10,32	4,8	565,70
	11,55	10,59	5,07	620,13	11,12	9,83	5,15	562,94
Terlapis Sherlak	11,02	9,95	4,07	515,35	11,44	10,14	4,83	560,28
	10,62	9,98	4,83	511,92	11,8	10,2	4,6	553,65

kayu control	11,05	10,55	5,22	608,53	11,57	10,31	4,5	536,79
	11,16	9,8	5,72	625,58	11,01	9,35	5,18	533,24
Hari ke 6								
Hematit NH <sub>4</sub> -25%	10,6	9,48	489	491,38	12,4	10,12	4,12	517,01
	10,98	9,75	5,24	560,96	11,38	10,2	5,03	583,86
Hematit NH <sub>4</sub> -21%	11,58	10,45	4,71	569,96	11,57	10,33	4,58	547,39
	11,33	10,17	5,2	599,17	10,95	10,51	4,94	568,51
Hematit NH <sub>4</sub> -18%	10,87	9,97	5,08	550,53	11,35	9,99	4,61	522,71
	10,94	11,09	4,88	592,06	11,12	10,22	4,66	529,59
Terlapis Sherlak	10,87	10,14	4,98	548,90	11,17	10,21	4,4	501,80
	10,97	9,76	499	534,26	10,62	9,98	4,83	511,92
kayu kontrol	10,53	9,5	4,99	499,17	11,29	9,86	5,12	569,95
	11,2	9,8	5,15	565,26	11,2	10,2	5,84	667,16

## 10.2 Perhitungan Daya Swelling dan Anti Swelling Efficiency (ASE)

Tabel L.10.2 Rata- rata voume kayu (mm)

Variasi kayu	Volume rata-rata kayu					
	Sebelum perendaman	Hari ke 2	Sebelum perendaman	Hari ke 4	Sebelum perendaman	Hari ke 2
Pigmen NH <sub>4</sub> -25%	605,59	601,81	597,12	587,05	526,17	550,43
Pigmen NH <sub>4</sub> -21%	547,23	542,31	561,33	578,98	584,56	557,95
Pigmen NH <sub>4</sub> -18%	553,25	520,76	608,67	564,32	571,30	526,15
Terlapis sherlak	520,15	476,44	513,63	556,97	548,90	506,86
Kontrol	551,12	498,96	617,05	535,01	532,21	618,55

Daya *swelling* serbuk kayu terpigmenkan hematit ini dapat dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

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

Contoh perhitungan daya swelling kau terpigmen hematit 25%

$$\begin{aligned}\% \text{Swelling} &= \frac{(605.5998 - 601.8167)}{605.5998} \times 100\% \\ &= 0.6286156\end{aligned}$$

Nilai *Anti Swelling Efficiency* (ASE) dapat dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

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

Dengan  $S_c$  adalah % daya swelling kontrol dan  $S_t$  adalah % daya swelling terpigmen hematit.

Contoh perhitungan nilai ASE kayu terpigmen hematit 25%

$$\begin{aligned}\text{ASE} &= \frac{(10.45301 - 0.6286156)}{10.45301} \times 100\% \\ &= 93.98627251\end{aligned}$$

Tabel L.10.3 Daya *swelling* kayu hasil penelitian

Variasi kayu	2 hari		4 hari		6 hari	
	% <i>Swelling</i>	% ASE	% <i>Swelling</i>	% ASE	% <i>Swelling</i>	% ASE
Pigmen NH <sub>4</sub> -25%	0,63	93,98	1,71	88,53	1,77	89,07
Pigmen NH <sub>4</sub> -21%	2,85	72,64	3,15	78,96	4,76	70,59
Pigmen NH <sub>4</sub> -18%	5,15	50,77	7,85	47,44	8,58	47,10
Terlapisi sherlak	7,65	26,76	8,43	43,57	9,3	42,14
Kontrol	10,46		14,92		16,23	

**Lampiran 11. Dokumentasi pengamatan menggunakan mikroskop optik**



Gambar L.11.1 (a) Kayu sebelum dilapisi pigmen NH<sub>4</sub>-25%, (b) Kayu terpigmen pigmen NH<sub>4</sub>-25%.



Gambar L.11.2 (a) Kayu sebelum dilapisi pigmen NH<sub>4</sub>-21%, (b) Kayu terpigmen pigmen NH<sub>4</sub>-21%



Gambar L.11.3 (a) Kayu sebelum dilapisi pigmen NH<sub>4</sub>-18%, (b) Kayu terpigmen pigmen NH<sub>4</sub>-18%



(a)



(b)

Gambar L.11.4 (a) Kayu sebelum dilapis sherlak, (b) Kayu terlapis sherlak



(a)



(b)

Gambar L.11.5 (a) Kayu sebelum perendaman (kontrol), (b) Kayu sesudah perendaman (kontrol)

## Lampiran 12 Dokumentasi Penelitian

### 12.1 Preparasi sampel



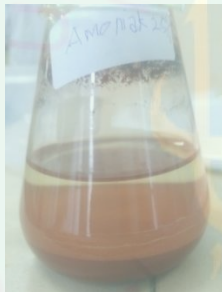
(a)



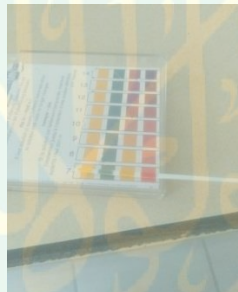
(b)

Gambar L.12.1 (a) Sampel yang sudah dipisahkan dengan magnet separator, (b) Proses destruksi dengan  $\text{HNO}_3$  7M

### 12.2 Sintesis Pigmen Hematit



(a)



(b)



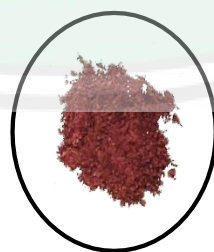
(c)

Gambar L.12.2 (a) Penambahan aquades dan pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  pada prekursor *ferri*, (b) Pengaturan pH, (c) Penyaringan sampel

### 12.3 Hasil pigmen setelah kalsinasi



(a)



(b)



(c)

Gambar L.12.3 (a) Hematit  $\text{NH}_4$ -18%, (b) Hematit  $\text{NH}_4$ -21%, (c) Hematit  $\text{NH}_4$ -25%

### Lampiran 13 Pengukuran pH Pengendapan

Proses presipitasi dilakukan pengecekan pH dengan alat pH meter. Data hasil pengukuran pH ditampilkan pada Tabel L.13.1.

Tabel L.13.1. Data hasil pengukuran pH

Sampel	pH
Ulangan 1 Hematit 18%	9
Ulangan 2 Hematit 18%	9
Ulangan 3 Hematit 18%	9,15
Ulangan 1 Hematit 21%	9
Ulangan 2 Hematit 21%	9,39
Ulangan 3 Hematit 21%	9
Ulangan 1 Hematit 25%	9,5
Ulangan 2 Hematit 25%	10
Ulangan 3 Hematit 25%	10