

***GREEN SYNTHESIS* HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN EKSTRAK DAUN JAMBU BIJI DENGAN VARIASI
SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
FIFI DEWI MAHARANI
NIM. 19630052



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN EKSTRAK DAUN JAMBU BIJI DENGAN VARIASI
SUHU**

SKRIPSI

**Oleh:
FIFI DEWI MAHARANI
NIM. 19630052**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN EKSTRAK DAUN JAMBU BIJI DENGAN VARIASI
SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
FIFI DEWI MAHARANI
NIM. 19630052

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 9 Juni 2023

Pembimbing I



Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 201903 2 008

Pembimbing II



Erna Herawati, M.Pd
NIDT. 19760723 20180201 2 222

Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810311 200801 2 010

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN EKSTRAK DAUN JAMBU BIJI DENGAN VARIASI
SUHU**


SKRIPSI

Oleh:
FIFI DEWI MAHARANI
NIM. 19630052

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 21 Juni 2023

Penguji Utama	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 191981081 1 200801 2 010	(..... )
Ketua Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(..... )
Sekretaris Penguji	: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si NIP. 19831226 201903 2 008	(..... )
Anggota Penguji	: Erna Herawati, M.Pd NIDT. 19760723 20180201 2 222	(..... )

Mengesahkan,
Ketua Program Studi


Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 1981081 1 200801 2 010

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Fifi Dewi Maharani

NIM : 19630052

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “*Green Synthesis* Hematit dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Ekstrak Daun Jambu Biji dengan Variasi Suhu”

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

Malang, 23 Juni 2023

Yang membuat pernyataan,



Fifi Dewi Maharani
NIM. 19630052

MOTTO

Stop creating competitions that don't exist

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya, saya dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini dengan baik dan lancar. Skripsi ini saya persembahkan kepada kedua orang tua tercinta, Bapak dan Ibu yang senantiasa memanjatkan doa terbaik untuk saya, memberikan kasih sayang, dan dukungan yang luar biasa baik dalam segi moril maupun materiil. Semoga senantiasa diberi kesehatan dan umur panjang agar dapat menemani saya menuju pintu kesuksesan. Teruntuk kakak-kakak saya, Mas Diki dan Mas Bimo, terima kasih atas motivasi dan dukungannya.

Tak lupa, saya sampaikan terima kasih kepada teman-teman saya, Hematit Geng (Dita, Laila, Bila, Silvi, Risma, Rio), Sobat Kolis (Acil, Rahma, Navida, Ratna, Lelyta), dan teman-teman Uranium 19 yang selalu memberikan semangat, bantuan, serta motivasi untuk berjuang bersama demi menyelesaikan studi di UIN Malang. Terima kasih juga untuk sahabat-sahabat saya, Devina, Caca, Aida, dan Ilana yang telah mendoakan, menghibur, menguatkan, dan mendukung saya selama kuliah hingga dapat menyelesaikan skripsi ini. *I wish you all the success, happiness, and joy in life.*

Terakhir, terima kasih kepada diri saya sendiri yang telah berjuang sejauh ini. *Thank you for being so strong, for not giving up, and for always trying as hard as you can. You did great! I'm proud of you. But, remember that this is just the beginning. You will continue on your journey.*

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami ucapkan kepada Allah *Subhanahu wa Ta'ala* yang Maha Kuasa atas segala limpahan berkat dan karunia-Nya yang selalu menyertai dalam setiap aktivitas, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Green Synthesis Hematit dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Ekstrak Daun Jambu Biji dengan Variasi Suhu”**. Selawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad saw. yang telah memberikan ilmunya serta manfaat bagi manusia kelak.

Penyusunan skripsi ini tidak akan terlaksana tanpa adanya bantuan, dukungan serta kerja sama dari berbagai pihak yang terlibat. Untuk itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. H.M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku ketua Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, selaku dosen pembimbing yang senantiasa menuntun penulis sehingga skripsi ini selesai dengan baik
5. Ibu Erna Herawati, M.Pd, selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan kepada penulis
6. Seluruh dosen dan laboran Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi kesempurnaan skripsi. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi para pembaca.

Malang, 21 Juni 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN.....	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
مستخلص البحث.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	4
1.3. Tujuan.....	4
1.4. Batasan Masalah	4
1.5. Manfaat	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1. Limbah Bubut Besi sebagai Prekursor Oksida Besi.....	6
2.2. Oksida Besi Hematit	8
2.3. Ekstrak Daun Jambu Biji sebagai Agen Pengendap.....	10
2.5. Pengaruh Variasi Suhu Sintesis pada Hematit	15
2.6. <i>Color Reader</i>	17
2.7. Besi Oksida dalam Perspektif Islam	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	21
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian.....	21
3.2. Alat dan Bahan	21
3.2.1. Alat	21
3.2.2. Bahan	21
3.3. Rancangan Penelitian.....	22
3.4. Prosedur Penelitian	22
3.4.1. Preparasi Sampel.....	22
3.4.2. Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+}).....	22
3.4.3. Ekstraksi Daun Jambu Biji	23
3.4.4. Sintesis Hematit ($\alpha-Fe_2O_3$) dengan Variasi Suhu	23
3.4.5. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD	24
3.4.6. Karakterisasi Ekstrak Daun Jambu Biji dan Hasil Sintesis dengan FTIR.....	24

3.4.7. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i>	25
3.4.8. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM.....	25
3.4.9. Analisis Data XRD	25
3.4.10. Analisis Data FTIR	26
3.4.11. Analisis Data <i>Color Reader</i>	26
3.4.12. Analisis Data SEM.....	26
BAB IV PEMBAHASAN.....	28
4.1. Preparasi dan Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})	28
4.2. Ekstraksi Daun Jambu Biji	30
4.3. Sintesis Senyawa Hematit dengan Variasi Suhu	34
4.4. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD	35
4.5. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i>	39
4.6. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR	42
4.7. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM.....	43
4.8. Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	44
BAB V PENUTUP.....	47
5.1. Kesimpulan	47
5.2. Saran	47
DAFTAR PUSTAKA	48
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Hasil XRD hematit menggunakan HNO ₃ 3,5 M	7
Gambar 2.2	Hasil XRD hematit menggunakan HNO ₃ 7 M	8
Gambar 2.3	Struktur kristal hematit	9
Gambar 2.4	Daun Jambu Biji	10
Gambar 2.5	Struktur senyawa tanin (a) tanin terhidrolisis (b) tanin terkondensasi	11
Gambar 2.6	Mekanisme kompleksasi dan reduksi pembentukan α -Fe ₂ O ₃ oleh gugus galoiol senyawa tannin.....	12
Gambar 2.7	Hasil XRD dan SEM pada sintesis hematit.....	13
Gambar 2.8	Hasil XRD sintesis hematit pada suhu kalsinasi 750°C dan 850°C	15
Gambar 2.9	Hasil SEM hematit dengan suhu sintesis °50 C	16
Gambar 2.10	Hasil XRD dan SEM hematit dengan suhu 70°C.....	16
Gambar 2.11	Hasil XRD dan SEM hematit dengan suhu sintesis 90°C.....	17
Gambar 4.1	Reaksi Limbah bubut besi dengan asam nitrat	28
Gambar 4.2	Uji kualitatif dengan NaOH.....	29
Gambar 4.3	Ekstrak daun jambu biji.....	30
Gambar 4.4	Hasil FTIR ekstrak daun jambu biji	31
Gambar 4.5	Reaksi antara tanin dengan FeCl ₃	33
Gambar 4.6	Hasil uji fitokimia ekstrak daun jambu biji	33
Gambar 4.7	Mekanisme pembentukan α -Fe ₂ O ₃	35
Gambar 4.8	Pola difraksi sinar-x hasil sintesis dengan variasi suhu	36
Gambar 4.9	Perbesaran pola difraksi sinar-x hasil sintesis dengan variasi suhu	37
Gambar 4.10	Hasil sintesis hematit pada variasi suhu	39
Gambar 4.11	Hubungan suhu sintesis dan L*	40
Gambar 4.12	Hubungan H° dan C*	41
Gambar 4.13	Hasil FTIR hematit produk sintesis dengan variasi suhu	42
Gambar 4.14	Hasil uji SEM perbesaran 10.000x.....	43

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit.....	9
Tabel 3.1 Data absorpsi senyawa hematit	26
Tabel 4.1 Kandungan unsur dalam prekursor	29
Tabel 4.2 Interpretasi hasil spektra FTIR pada ekstrak daun jambu biji	32
Tabel 4.3 Hasil XRD hematit dengan variasi suhu sintesis	36
Tabel 4.4 Hasil Analisis menggunakan rietica.....	38
Tabel 4.5 Ukuran kristal hasil sintesis	38
Tabel 4.6 Hasil analisa warna hematit dengan variasi suhu sintesis.....	39
Tabel 4.7 Interpretasi spektra FTIR hasil sintesis.....	43

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian	53
Lampiran 2	Diagram Alir.....	54
Lampiran 3	Perhitungan.....	57
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor.....	58
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi XRD	59
Lampiran 6	Data Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis.....	62
Lampiran 7	Hasil <i>Refinement</i> dengan Metode <i>Le Bail</i>	63
Lampiran 8	Hasil Karakterisasi <i>Color Reader</i> dan Perhitungan C^* dan H°	67
Lampiran 9	Hasil Karakterisasi FTIR.....	68
Lampiran 10	Hasil Karakterisasi SEM	70
Lampiran 11	Dokumentasi Penelitian.....	71

ABSTRAK

Maharani, F. D. 2023. *Green Synthesis Hematit dari Limbah Bubut Besi menggunakan Ekstrak Daun Jambu Biji dengan Variasi Suhu*. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Pembimbing II: Erna Herawati, M. Pd.

Kata kunci: Hematit, bubuk besi, daun jambu biji

Prekursor yang dibuat dari limbah bubuk besi mengandung kadar Fe melimpah, yakni sebanyak 96,44% sehingga berpotensi untuk diolah menjadi hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Sintesis hematit dapat dilakukan melalui metode presipitasi dan dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan agen reduktor berupa ekstrak daun jambu biji (*Psidium guajava* L). Proses sintesis dilakukan dengan variasi suhu presipitasi yaitu 50°C, 70°C, dan 90°C. Produk yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, *Color Reader*, dan FTIR, sedangkan hasil terbaik dikarakterisasi menggunakan SEM. Hasil XRD menunjukkan terbentuknya fasa hematit dengan struktur rhombohedral serta ukuran kristal berturut-turut sebesar 41,8 nm; 46,8 nm; dan 37,3 nm. Nilai warna meliputi L*, a*, b*, C* dan H° pada hasil sintesis dengan suhu 70°C sesuai dengan standar. Hasil FTIR menggambarkan adanya serapan gugus khas hematit yaitu Fe-O pada bilangan gelombang 432 cm^{-1} dan 519 cm^{-1} . Morfologi hasil sintesis berdasarkan hasil SEM terlihat bahwa partikel tidak seragam dan terjadi aglomerasi.

ABSTRACT

Maharani, F. D. 2023. **Green Synthesis of Hematite from Iron Lathe Waste using Guava Leaves Extract at Temperature Variations**. Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Supervisor II: Erna Herawati, M. Pd.

Keywords: Hematite, iron lathe, guava leaves

The precursor made from iron lathe waste contains abundant Fe as much as 96.44%, so it has the potential to be processed into hematite (α -Fe₂O₃). Hematite synthesis can be carried out through the precipitation method and followed by calcination using guava leaf extract (*Psidium guajava* L) as reductor. The synthesis process was carried out with variations in precipitation temperature, 50°C, 70°C and 90°C. The resulting product was then characterized using XRD, Color Reader, and FTIR, while the best results were characterized using SEM. XRD results showed the formation of a hematite phase with rhombohedral structure and crystal size of 41.8 nm, 46.8nm, and 37.3 nm respectively. Colour values include L*, a*, b*, C* and H° at 70°C according to the standard. The FTIR results illustrate the absorption of a typical hematite group, Fe-O at wave numbers 432 cm⁻¹ and 519 cm⁻¹. The morphology of the synthesis results based on the SEM results shows that the particles are not uniform and agglomeration occurs.

مستخلص البحث

مهاري، في. دوى. ٢٠٢٣. كيمياء خضراء للهيماتيت من نفايات مخرطة الحديد باستخدام مستخرجة أوراق الجوافة مع تغيرات في درجات الحرارة. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى : ليليك مفتاح الخير، الماجستير. المشرفة الثانية: إرنا هراواتي، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: الهيماتيت، مخرطة الحديد، ورقة الجوافة.

تحتوي السلائف المصنوعة من نفايات مخرطة الحديد على مستويات وفيرة من الحديد، والتي تصل إلى ٩٦.٤٤% بحيث يمكن معالجتها في الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). يمكن إجراء تخليق الهيماتيت من خلال طريقة الترسيب والاستمرار في التكليس باستخدام عوامل الاختزال في شكل مستخرجة أوراق الجوافة (*Psidium guajava*). تتم عملية التوليف مع تغيرات في درجة حرارة هطول الأمطار، وهي ٥٠ درجة مئوية و ٧٠ درجة مئوية و ٩٠ درجة مئوية. ثم يتم تمييز المنتج الناتج باستخدام XRD و *Color Reader* و FTIR، بينما يتم تمييز أفضل النتائج باستخدام SEM. أظهرت نتائج XRD تكوين مرحلة الهيماتيت مع بنية معينة السطوح وأحجام بلورية متتالية تبلغ ٤١.٨ نانومتر. ٤٦.٨ نانومتر؛ و ٣.٧٣ نانومتر. تشمل قيم اللون L^* و a^* و b^* و C^* و H° في التوليف مع درجة حرارة ٧٠ درجة مئوية وفقا للمعيار. أوضحت نتائج FTIR امتصاص مجموعات الهيماتيت النموذجية، وهي Fe-O عند أرقام الموجات ٤٣٢ سم⁻¹ و ٥١٩ سم⁻¹. يظهر مورفولوجيا نتائج التوليف بناء على نتائج SEM أن الجسيمات ليست موحدة ويحدث التكتل.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Penumpukan limbah yang tidak didaur ulang menjadi persoalan serius yang harus segera ditangani sebagai salah satu upaya dalam mengatasi masalah pencemaran lingkungan. Salah satu jenis limbah yang dibuang ke lingkungan tanpa diolah yakni limbah bubut besi yang berasal dari bengkel bubut besi. Apabila limbah ini tidak ditangani maka akan menyebabkan pencemaran terhadap tanah, air, maupun udara. Allah berfirman dalam Al-Qur'an surat Ar-Ruum ayat 41:

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

Artinya: *“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”* (QS. Ar-Ruum: 41).

Ayat tersebut menjelaskan bahwa kerusakan di alam merupakan hasil dari perbuatan manusia yang jauh dari tuntutan fitrah. Allah Swt. telah memperingatkan manusia untuk kembali ke jalan yang benar dan berupaya memperbaiki lingkungan. Perbuatan buruk manusia akan mendatangkan azab seperti yang telah menimpa umat-umat terdahulu sebagai teguran atas perbuatan manusia yang melampaui batas (Eriyanto, 2019).

Salah satu upaya dalam mengatasi pencemaran limbah bubut besi yaitu dengan melakukan pengolahan limbah bubut besi menjadi senyawa bermanfaat. Limbah bubut besi mengandung kadar Fe yang melimpah, yakni sebanyak 96,58%

(Rahmawati dkk., 2020). Melimpahnya kadar Fe pada limbah bubuk besi dapat dimanfaatkan sebagai prekursor dalam sintesis besi oksida. Salah satu fasa besi oksida yang dapat disintesis ialah hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Hematit memiliki stabilitas kimia yang baik, daya tahan terhadap suhu tinggi, dan memiliki kekuatan yang tinggi dalam pewarnaan sehingga menjadi pigmen yang unggul (Khalamudilah dkk., 2017). Selain itu, hematit memiliki luas permukaan yang besar, reaktivitas tinggi, dan ramah lingkungan (Fouda dkk., 2012).

Sintesis hematit dapat dilakukan melalui metode presipitasi. Metode ini memiliki banyak keunggulan jika dibandingkan dengan metode lain. Sintesis dengan metode presipitasi menghasilkan produk dengan kemurnian, homogenitas dan kristalinitas tinggi (Lassoued dkk., 2017). Hal ini dibuktikan dengan penelitian Morales (2016) yang menghasilkan hematit dengan kristalinitas tinggi berdasarkan data XRD-nya, di mana puncak yang dihasilkan memiliki bentuk yang tajam dan sempit. Selain itu, Lassoued dkk (2017) telah mensintesis hematit dengan metode presipitasi dan menghasilkan hematit dengan kristalinitas tinggi serta ukuran partikel yang dihasilkan sebesar 21-82 nm.

Ekstrak tanaman dengan kandungan polifenol dan antioksidan yang tinggi dapat dimanfaatkan dalam pembuatan besi oksida (Lakshmnarayanan dkk., 2021). Hal ini juga berguna dalam menjaga lingkungan, menghemat biaya serta meminimalkan kelangkaan sumber daya energi (Sharma dkk., 2018). Beberapa senyawa fitokimia yang terkandung dalam tanaman seperti protein, vitamin, terpenoid, gula, dan senyawa fenolik dapat berperan sebagai agen reduktor, penstabil, dan *capping* (Rostamizadeh dkk., 2020). Salah satu tanaman yang mengandung senyawa polifenol yaitu daun jambu biji (*Psidium guajava*). Ekstrak

daun jambu biji mengandung senyawa tanin, saponin, alkaloid, steroid, flavonoid, dan asam triterpenoid (Madubuonu dkk., 2020). Senyawa polifenol yang terdiri atas tanin dapat dimanfaatkan sebagai agen pereduksi dan penstabil dalam pembentukan hematit. Hal tersebut dikarenakan peran senyawa polifenol yang mereduksi ion logam serta melindungi hematit dari oksidasi dan agregasi (Rostamizadeh dkk., 2020; Lakshmnarayanan dkk., 2021). Penggunaan ekstrak daun jambu biji sebagai agen reduktor dalam sintesis hematit telah dilakukan oleh Rufus dkk (2016) yang menghasilkan hematit dengan ukuran 34,1 nm. Hasil difraksi sinar-x menunjukkan puncak yang tajam dan sempit yang mengindikasikan tingginya derajat kristalinitas.

Pada proses sintesis, suhu merupakan faktor yang berpengaruh terhadap hasil sintesis (Muhajir dkk., 2019). Suhu mempengaruhi struktur dan ukuran kristal. Tingginya suhu sintesis menyebabkan peningkatan laju pertumbuhan kristal sehingga menghasilkan ukuran kristal yang semakin besar (Utari dkk., 2022). Sifat partikel bergantung pada ukuran, morfologi dan dispersi produk, sehingga mengontrol ukuran partikel dan morfologi merupakan hal yang penting dalam preparasi hematit (Lassoued, dkk., 2017). Börsig dkk (2017) melakukan sintesis hematit pada suhu 50°C menghasilkan pola XRD dengan kemurnian hematit yang tinggi. Hasil karakterisasi SEM terdiri atas partikel besar agregat dengan ukuran partikel 50-100 nm. Penelitian lain dilakukan oleh Rath dkk (2020) yang mensintesis hematit dengan suhu presipitasi 70°C. Hasil XRD menunjukkan pola hematit murni tanpa adanya pengotor. Bentuk partikel berupa *spheric* dengan ukuran sebesar 11-25 nm. Fouad dkk (2019) telah melakukan sintesis hematit pada suhu 90°C. Diperoleh hasil dengan kitalinitas tinggi dan ukuran kristal sebesar 14-

22 nm dengan struktur rombohedral. Hasil SEM menunjukkan morfologi partikel berupa *polygonal* dengan ukuran partikel 16-44 nm.

Berdasarkan uraian di atas, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) secara *green synthesis* untuk meminimalisir limbah bubut besi dan mengurangi pencemaran lingkungan. Metode sintesis yang digunakan yaitu metode presipitasi dengan agen reduktor berupa ekstrak daun jambu biji. Proses sintesis dilakukan dengan variasi suhu 50°C, 70°C dan 90°C. Hasil sintesis berupa serbuk akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *color reader*, *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*, dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*.

1.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh variasi suhu sintesis terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hasil sintesis?
2. Bagaimana hasil karakterisasi menggunakan SEM dari hasil sintesis pada suhu 90°C?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi suhu sintesis terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui hasil karakterisasi SEM dari hasil sintesis pada suhu 90°C.

1.4 Batasan Masalah

1. Limbah bubut besi berasal dari industri kerajinan besi di kota Malang
2. Pelarut yang digunakan untuk ekstraksi adalah pelarut air
3. Metode sintesis yang digunakan yaitu presipitasi selama 1 jam dan dilanjutkan kalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C.

1.5 Manfaat

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini yaitu dapat mengurangi pencemaran lingkungan dari limbah bubut besi dengan cara memanfaatkannya sebagai prekursor dalam sintesis senyawa hematit. Kemudian dapat mengetahui peran daun jambu biji sebagai agen reduktor dan presipitator dalam pembentukan hematit serta bermanfaat untuk mempelajari metode dalam sintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) sehingga dapat diaplikasikan ke dalam kehidupan sehari-hari.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Limbah Bubut Besi sebagai Prekursor Oksida Besi

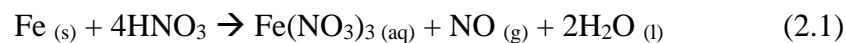
Limbah bubut besi merupakan limbah yang dihasilkan dari bengkel bubut besi dan industri pelapisan logam yang berpotensi mencemari lingkungan dalam jumlah besar. Limbah yang dihasilkan berupa serat-serat besi berbentuk spiral dan serbuk dengan ukuran dan ketebalan yang berbeda (Sukmawati dkk., 2021). Limbah besi terdiri atas dua jenis limbah, yaitu limbah berukuran besar yang akan diolah kembali dan limbah berukuran kecil yang dibuang ke lingkungan. Apabila peningkatan limbah besi ini tidak diimbangi dengan pengolahan yang baik maka akan menimbulkan dampak negatif berupa kerusakan lingkungan karena besi tidak mudah didaur ulang.

Limbah bubut besi mengandung kadar Fe yang tinggi sehingga menjadikan limbah bubut besi sebagai sumber daya potensial untuk dijadikan bahan baku pembuatan besi oksida hematit yang dapat dijadikan bahan dalam pigmen cat, pelapisan kayu, dan dapat dijadikan bahan baku pembuatan koagulan berbasis logam (Khalamudilah dkk., 2017). Komposisi kimia limbah bubut besi meliputi Fe, Eu, Rb, Mn, Ca, Cr dan lain sebagainya. Khoiroh (2021) telah meneliti kadar Fe pada limbah bubut besi dan menghasilkan kadar Fe sebesar 96,08%. Penelitian lain dilakukan oleh Rahmawati dkk (2020) yang mendapatkan kadar Fe sebesar 96,58% pada limbah bubut besi.

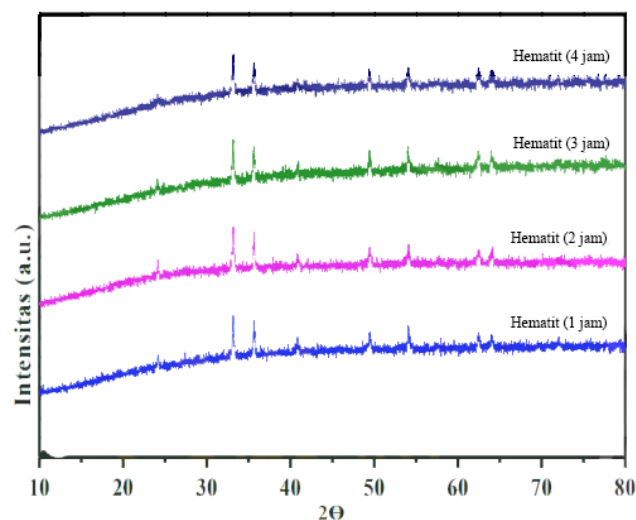
Pemanfaatan limbah bubut besi sebagai prekursor dalam sintesis besi oksida hematit telah dilakukan oleh Khoiroh dkk (2021) yang menghasilkan hematit

dengan ukuran kristal berkisar 30,84 nm – 65,92 nm dengan struktur hexagonal. Hasil difraktogram menunjukkan puncak dengan intensitas tinggi pada posisi 2θ 33,18 dan 35,64 yang menggambarkan ciri khas hematit dengan kristalinitas tinggi.

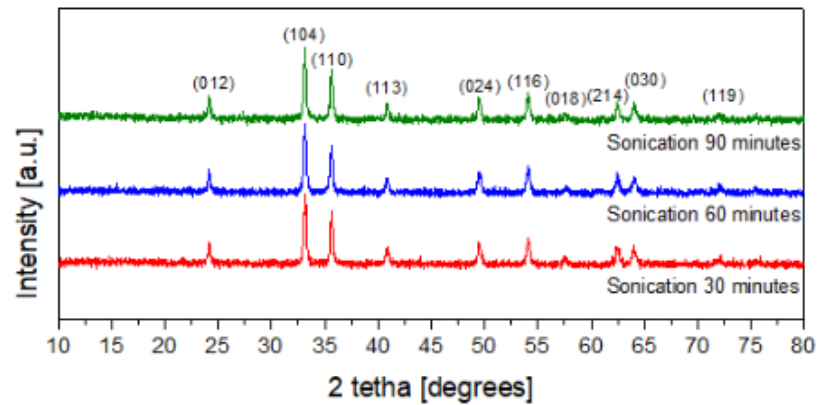
Limbah bubut besi dapat diubah menjadi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dengan cara destruksi menggunakan asam kuat. Salah satu asam kuat yang umum digunakan yaitu HNO_3 atau asam nitrat. Ketika besi direaksikan dengan asam nitrat maka besi akan teroksidasi menghasilkan ion ferri (Fe^{3+}) dan gas nitrogen sesuai dengan persamaan reaksi 2.1 berikut:



Konsentrasi asam nitrat dalam mendestruksi limbah besi dapat mempengaruhi hasil sintesis. Apabila konsentrasi HNO_3 terlalu encer maka akan menghasilkan hematit dengan kristalinitas rendah dan membutuhkan waktu yang cukup lama untuk mendestruksi. Chabib (2017) menggunakan HNO_3 3,5 M menghasilkan hematit dengan kristalinitas rendah dilihat dari hasil difraktogram. Rahmawati dkk (2020) menggunakan HNO_3 7 M menghasilkan hematit dengan kristalinitas tinggi yang dibuktikan dari hasil XRD.



Gambar 2.1 Hasil XRD hematit menggunakan HNO_3 3,5 M (Chabib, 2017)



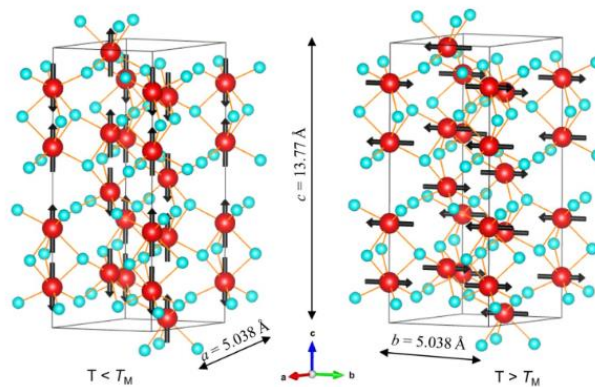
Gambar 2.2 Hasil XRD hematit menggunakan HNO₃ 7 M (Rahmawati dkk., 2020)

2.2. Oksida Besi Hematit

Sebagian besar besi terdapat dalam batuan dan tanah sebagai oksida besi, seperti magnetit (Fe₃O₄), hematit (α -Fe₂O₃), limonit (Fe₂O₃·H₂O), dan siderit (Fe₂CO₃). Hematit adalah salah satu mineral oksida besi yang banyak ditemukan pada sedimen, metamorf, dan batuan beku. Hematit memiliki beberapa keunggulan, diantaranya non-toksik, memiliki stabilitas kimia tinggi, daya tahan baik, memiliki kekuatan yang tinggi dalam pewarnaan, dan daya penutup yang baik (Khalamudilah dkk., 2017). Berdasarkan keunggulannya tersebut hematit banyak dimanfaatkan pada reaksi katalitik, industri cat, baterai litium-besi, sensor gas, aplikasi biomedis, perangkat penyimpanan magnetik, dan pemisahan fotoelektron air (Rufus dkk., 2016).

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit (Ashraf dkk., 2020)

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rombohedral, heksagonal
Grup ruang	R-3c
Parameter kisi (nm)	$a=b=0,5034$, $c=13,75$ (heksagonal) $a_{Rh}=0,5427$, $\alpha=55,3^\circ$ (rombohedral)
Struktur kristal	Corundum
Densitas (g/cm^3)	5,26
Warna	Merah
Titik leleh ($^\circ\text{C}$)	1350
Kekerasan	6,5
Kemagnetan	Feromagnetik yang lemah atau antiferomagnetik
Rasio $a : c$	1 : 2,734
Volume unit sel	30,272
Formula unit per unit sel (Z)	6



Gambar 2.3 Struktur kristal hematit (Jiang dkk., 2022)

Struktur hematit tersusun atas ion oksigen yang dikemas rapat secara heksagonal. Dua pertiga celah kisi oktahedral diisi oleh ion Fe^{3+} yang tersusun teratur dengan dua tempat terisi diikuti oleh satu tempat kosong sepanjang sumbu [001] untuk membentuk cincin enam kali lipat pada bidang (001). Susunan kation menghasilkan pasangan $\text{Fe}(\text{O})_6$ oktahedra yang berdekatan. Setiap oktahedra berbagi tepi dengan tiga oktahedra tetangga di bidang yang sama dan satu sisi dengan oktahedron di bidang yang berdekatan (Jiang dkk., 2022).

2.3. Ekstrak Daun Jambu Biji sebagai Agen Pengendap

Sejumlah besar organisme hidup seperti cyanobakteria, bakteri, jamur, dan tumbuhan telah banyak diteliti dan digunakan sebagai sumber pembentukan besi oksida (Sharma dkk., 2018). Salah satu tumbuhan yang dapat dimanfaatkan dalam pembentukan besi oksida hematit yakni daun jambu biji. Daun jambu biji berbentuk elips, oval dan ditandai dengan ujung yang tumpul. Warna daun bagian atas tampak lebih hijau dibandingkan sisi bawah daun (Kumar dkk., 2021). Klasifikasi daun jambu biji adalah sebagai berikut:

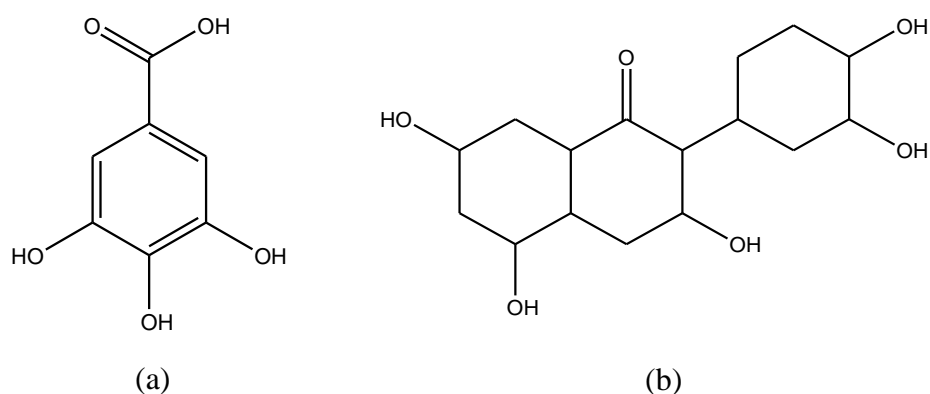
Kingdom	: Plantae
Subkingdom	: Viridiplantae
Superdivisi	: Embryophyta
Divisi	: Tracheophyta
Subdivisi	: Spermatophyta
Kelas	: Magnoliopsida
Ordo	: Myrtales
Famili	: Myrtaceae
Genus	: Psidium L
Spesies	: Psidium guajava L

(Hussain dkk., 2021)



Gambar 2.4 Daun Jambu Biji (Jayant dkk., 2018)

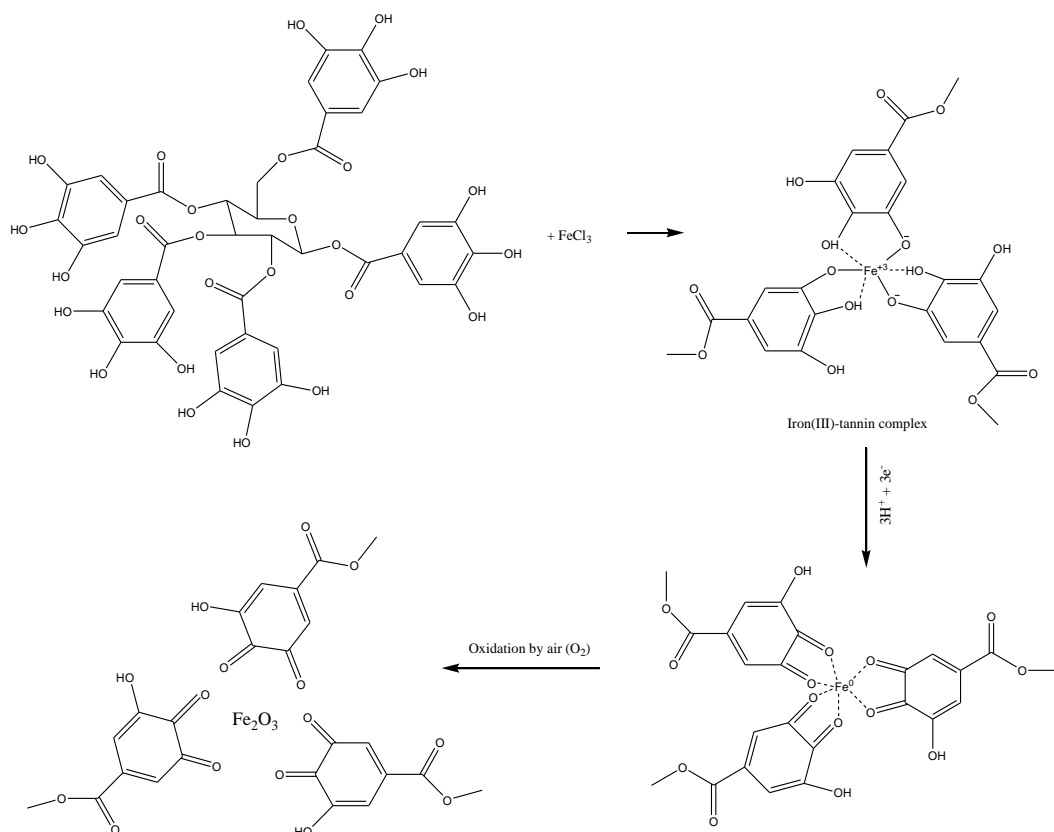
Daun jambu biji banyak mengandung senyawa flavonoid yang memiliki aktivitas antioksidan dan dapat mereduksi radikal bebas. Selain itu daun jambu biji juga mengandung minyak atsiri dan tanin (Sari dkk., 2021; Setyawaty dkk., 2021). Tanin adalah salah satu senyawa metabolit sekunder yang terdiri dari senyawa fenolik. Sifat fisik dari tanin antara lain berbentuk serpihan mengkilat berwarna kekuningan sampai coklat muda atau serbuk amorf, sedikit berbau khas, mudah larut dalam air, alkohol, aseton, dan gliserol hangat (Simbolon dkk., 2021). Tanin diklasifikasikan menjadi dua jenis, yakni tanin terhidrolisis dan tanin terkondensasi (Ghosh, 2015). Tanin memiliki kemampuan untuk mengendapkan alkaloid, gelatin, dan protein lainnya membentuk warna merah muda dengan kalium ferrisianida dan ammonia, serta dapat diendapkan oleh garam-garam Cu, Pb, dan kalium kromat (Pardede dkk., 2014).



Gambar 2.5 Struktur senyawa tanin (a) tanin terhidrolisis (b) tanin terkondensasi (Ghosh, 2015)

Tanin merupakan senyawa polifenol yang paling terlibat dalam interaksi dengan makromolekul, dalam berbagai struktur kimia. Tanin terhidrolisis dari asam fenolat sederhana seperti asam galat (galotanin) atau asam heksahidroksifenat (elagitanin) yang diesterifikasi menjadi poliol seperti glukosa (Bourvellec &

Renard, 2012). Tanin mengandung gugus OH⁻ dalam posisi orto pada anion aromatik, sehingga tanin dapat membentuk khelat dengan besi dan kation logam lain. Tanat besi dapat dibentuk karena tanin terhidrolisa ketika ion Fe³⁺ bereaksi dengan OH⁻ diposisi orto akan membentuk larutan kompleks tanat (Wahyuni & Ab, 2014).

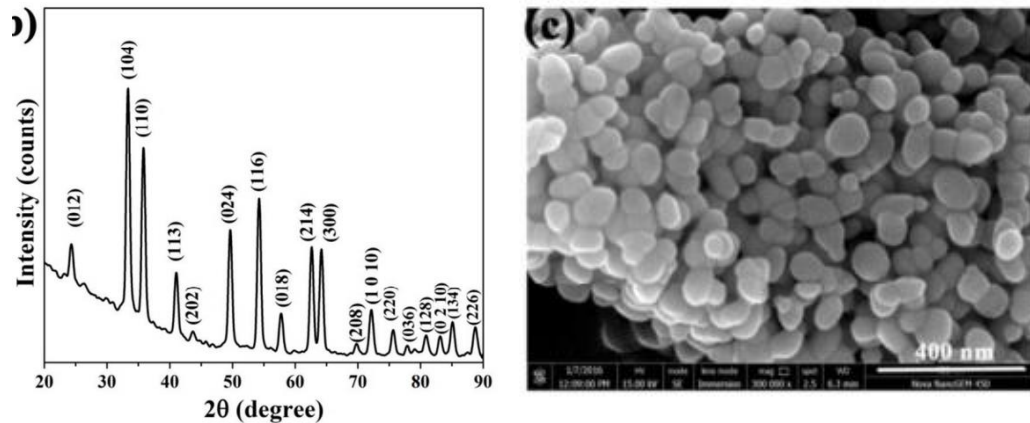


Gambar 2.6 Mekanisme kompleksasi dan reduksi pembentukan α -Fe₂O₃ oleh gugus galoil senyawa tannin (Shtewi et al., 2021)

Tanin memiliki peran sebagai agen reduktor dalam pembentukan hematit karena gugus galoil banyak mengandung OH⁻ sehingga dapat membentuk kompleks dengan ion Fe³⁺. Kemudian gugus hidroksil dari senyawa polifenol terdeprotonasi dan berperan dalam mereduksi ion Fe³⁺. Ion Fe³⁺ mengoksidasi gugus hidroksil

menjadi gugus karbonil dalam reaksi reduksi karena Fe^{3+} direduksi menjadi Fe^0 yang selanjutnya teroksidasi oleh udara atau oksigen menghasilkan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Shtewi dkk., 2021).

Rufus dkk (2016) dalam penelitiannya telah menghasilkan hematit dengan memanfaatkan ekstrak daun jambu biji sebagai agen pereduksi dan penstabil. Sintesis berhasil dilakukan dengan metode presipitasi menggunakan prekursor FeCl_3 . Hasil yang diperoleh yaitu senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan struktur kristal rombohedral dan ukuran kristal sebesar 34,1 nm. Hasil XRD tidak menunjukkan adanya pengotor sehingga dapat dikatakan bahwa hasil sintesis memiliki kemurnian tinggi, namun pola difraksi menunjukkan puncak yang agak lebar dan terdapat fasa amorf. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bentuk partikel berupa quasi-spheric atau semi bulat dengan rata-rata diameter sebesar 35 nm.



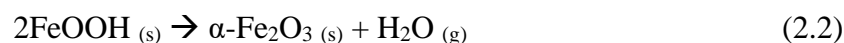
Gambar 2.7 Hasil XRD dan SEM pada sintesis hematit (Rufus dkk., 2016)

2.4. Sintesis Hematit Menggunakan Metode Presipitasi-Kalsinasi

Sintesis hematit dapat dilakukan melalui berbagai metode, diantaranya metode sol-gel, hidrotermal, elektrodeposisi, solvotermal (Muhajir dkk., 2019), dan presipitasi (Legodi & de Waal, 2007). Metode presipitasi memiliki banyak

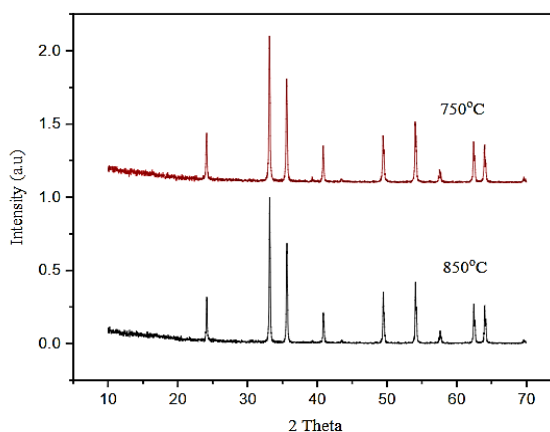
keuntungan dibandingkan dengan metode yang lain. Beberapa kelebihan dari metode presipitasi antara lain prosesnya sederhana, menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi, hemat bahan, hemat energi, homogenitas tinggi, dan suhu reaksi yang relatif rendah (Lassoued, dkk., 2017).

Metode presipitasi berprinsip pada pemisahan unsur-unsur berdasarkan perbedaan besarnya hasil kali kelarutan (K_{sp}). Pengendapan dapat terbentuk apabila zat yang diinginkan berada dalam bentuk persenyawaan yang mempunyai nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga K_{sp} senyawa tersebut. Proses kalsinasi merupakan bagian dari tahapan sintesis hematit yang berfungsi untuk melepaskan gas-gas dalam bentuk hidroksida dan karbonat serta menghilangkan zat-zat seperti H_2O , air kristal, dan gas CO_2 . Suhu kalsinasi dapat memberikan fasa transisi yang berbeda-beda pada besi oksida. Pada suhu kalsinasi $750^\circ C$ terjadi transisi fasa maghemit menjadi hematit (Darezereshki, 2012). Reaksi yang terjadi dalam pembentukan hematit yakni (Khoiroh, 2013):



Lassoued dkk (2017) melakukan sintesis hematit dengan metode presipitasi menghasilkan puncak tajam pada hasil XRD yang mengindikasikan kristalinitas tinggi. Ukuran kristal yang dihasilkan sekitar 62-82 nm dengan struktur rombohedral. Hasil analisa SEM menunjukkan bentuk partikel hematit berupa *spheric* dengan ukuran partikel 61 nm. Penelitian lain dilakukan oleh Khoiroh (2021) yang berhasil melakukan sintesis hematit dengan metode presipitasi-kalsinasi. Presipitasi dilakukan pada suhu $70^\circ C$ dan kalsinasi dilakukan dengan variasi suhu $750^\circ C$, $850^\circ C$. Pola XRD menunjukkan kristalinitas tinggi dengan

intensitas tinggi pada suhu kalsinasi 750°C. Hematit yang dihasilkan memiliki kemurnian tinggi tanpa adanya pengotor.

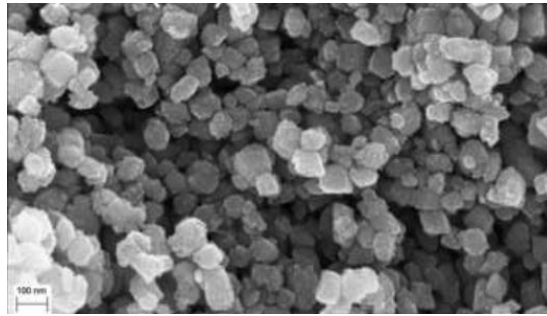


Gambar 2.8 Hasil XRD sintesis hematit pada suhu kalsinasi 750°C dan 850°C (Khoiroh, 2021)

2.5. Pengaruh Variasi Suhu Sintesis pada Hematit

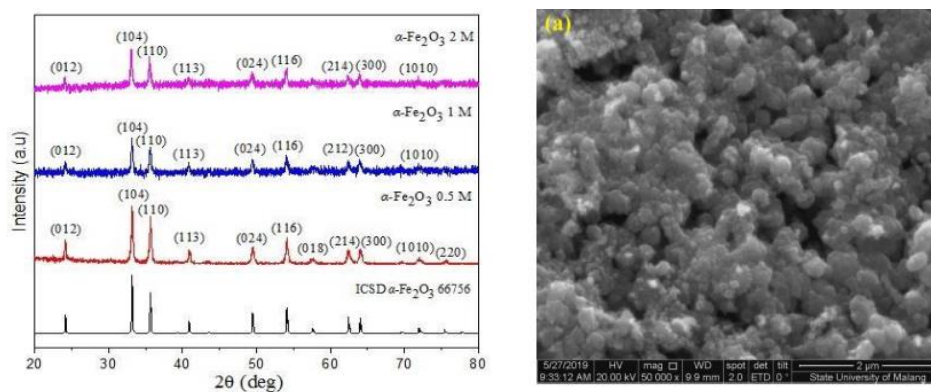
Struktur hematit dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain metode sintesis, jenis prekursor, agen penstabil, dan substrat. Selain itu juga dipengaruhi oleh variasi suhu dan waktu ketika proses sintesis (Muhajir dkk., 2019). Peningkatan suatu suhu berpengaruh terhadap struktur dan ukuran kristal. Semakin tinggi suhu maka semakin besar ukuran kristal yang dihasilkan, begitu pula sebaliknya. Hal tersebut dikarenakan laju pertumbuhan kristal menjadi semakin cepat pada suhu tinggi (Alipour dkk., 2014).

Börsig dkk (2017) melakukan sintesis hematit pada suhu 50°C dengan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Pola XRD yang dihasilkan menunjukkan terbentuknya hematit murni tanpa pengotor kristal oksida besi lain. Hasil karakterisasi SEM menghasilkan partikel besar agregat dengan ukuran partikel 50-100 nm.



Gambar 2.9 Hasil SEM hematit dengan suhu sintesis 50°C (Börsig dkk., 2017)

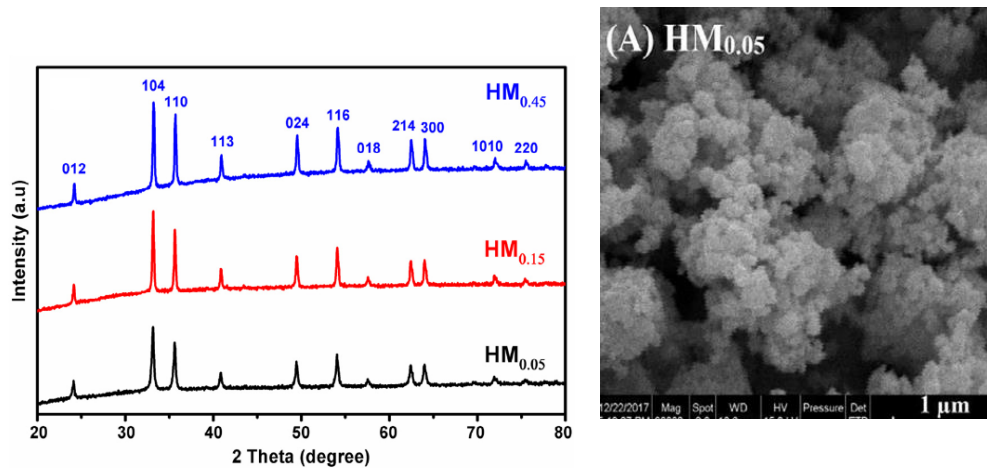
Sintesis hematit pada suhu 70°C dilakukan oleh (Khoiroh dkk., 2021) menggunakan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sebagai prekursor yang berasal dari hasil destruksi limbah bubuk besi dengan asam nitrat. Morfologi partikel yang diperoleh berupa senyawa hematit dengan bentuk bulat dan ukuran yang seragam. Hasil XRD menunjukkan terbentuknya hematit dengan kemurnian tinggi dan kristalinitas tinggi. Struktur kristal yang diperoleh berupa rhombohedral.



Gambar 2.10 Hasil XRD dan SEM hematit dengan suhu 70°C (Khoiroh, 2021)

Penelitian (Fouad dkk., 2019) memperoleh kristal hematit dengan puncak kemurnian tinggi pada suhu sintesis 90°C menggunakan prekursor $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Ukuran kristal yang diperoleh yakni sebesar 14-26 nm dengan struktur

rombohedral. Hasil SEM menunjukkan morfologi partikel berupa polygonal dan heksagonal dengan ukuran partikel 16-44 nm.



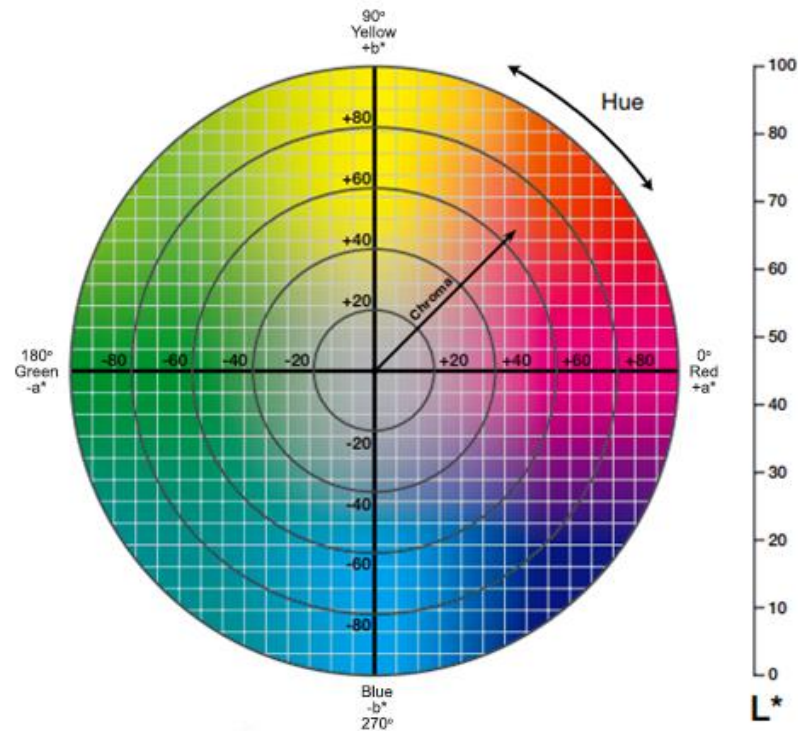
Gambar 2.11 Hasil XRD dan SEM hematit dengan suhu sintesis 90°C (Fouad dkk., 2019)

2.6. Color Reader

Instrumen *color reader* digunakan sebagai alat ukur nilai warna yang mampu membedakan warna secara akurat antara gelap dan terang. Alat ini terdiri atas beberapa bagian, yaitu ujung reseptor, layar, satu tombol *start* dan tiga tombol L^* , a^* , b^* yang terletak di bawah layar. Prinsip kerja *color reader* yaitu didasarkan pada perbedaan warna yang diteruskan dari pantulan cahaya pada permukaan sampel (Hidayat, 2015).

Nilai L^* , a^* , dan b^* yang diperoleh dari pengukuran akan digunakan untuk memperoleh nilai C^* (*chroma*) dan H° (*hue*). L^* atau *Lightness* merupakan kecerahan warna. Nilai a^* menggambarkan jenis warna merah-hijau, di mana nilai a^* negatif mengindikasikan warna hijau dan a^* positif mengindikasikan warna merah. Nilai b^* menggambarkan warna kuning-biru, di mana nilai b^* negatif mengindikasikan warna biru dan b^* positif mengindikasikan warna kuning.

Chroma merupakan intensitas warna atau tingkat kemurnian warna, sedangkan *hue* merupakan corak warna yang menggambarkan identitas warna dari suatu sampel (Sari, 2013).



Gambar 2.12 Diagram warna CIELAB (Ly dkk., 2020)

Identitas warna mengikuti tingkatan 0 sampai 359. Sebagai contoh, pada tingkat 10 adalah warna merah, 80 adalah warna kuning, warna hijau pada tingkat 150, dan 240 warna cyan. Hematit memiliki standar nilai L^* berkisar 25-45, C^* berkisar 9-42, dan H° berkisar 21-57.

2.7. Besi Oksida dalam Perspektif Islam

Besi merupakan salah satu dari beberapa unsur kimia yang dikenal sebagai logam yang kuat dan paling banyak keberadaannya di bumi. Allah telah mengabadikan besi di dalam Al-Qur'an pada surat Al-Hadid ayat 25 yang berbunyi:

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

Artinya: “*Sesungguhnya Kami telah mengutus rasul-rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka Al Kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan Kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha Kuat lagi Maha Perkasa*” (QS. Ar-Ruum: 41).

Ayat di atas menjelaskan tentang asal-usul besi dan kelebihan besi serta manfaatnya dalam kehidupan manusia. Kata “وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ” yang artinya “Dan Kami turunkan besi” memiliki maksud bahwa besi tidak dibuat di bumi melainkan turun dari langit. Sains modern menyatakan bahwa besi termasuk logam berat yang tidak dapat dihasilkan oleh bumi sendiri. Besi hanya dapat dihasilkan di dalam bintang-bintang yang jauh lebih besar dari matahari. Ketika jumlah besi telah melampaui batas tertentu dalam sebuah bintang, bintang tersebut tidak mampu lagi menanggungnya dan akhirnya meledak melalui peristiwa yang disebut supernova. Akibatnya, meteor-meteor yang mengandung besi bertaburan di seluruh alam semesta.

Menurut tafsir As-Shobuni dalam kitab Shofwatut Tafasir ialah Kami ciptakan dan adakan besi yang memiliki kekuatan dahsyat. Hal tersebut karena peralatan perang diambil dari besi. Secara harfiah, kata “وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ” memiliki arti Kami turunkan menjadi bagian yang menarik untuk dikaji. Besi memberikan

manfaat yang sangat besar bagi kehidupan manusia yakni dapat digunakan untuk keperluan rumah tangga, kendaraan, serta bahan senjata perang. Besi juga digunakan dalam industri berat dan ringan untuk menunjang kemajuan peradaban. Tidak hanya besi murni, limbah bubut besi juga dapat diolah menjadi produk dengan nilai ekonomis tinggi, salah satunya yaitu pigmen.

Limbah bubut besi mengandung unsur Fe yang tinggi, sehingga apabila tidak diolah kembali dapat menyebabkan pencemaran lingkungan, baik pada tanah maupun air. Tanah yang terkontaminasi limbah besi mengakibatkan terganggunya kelangsungan makhluk hidup lain, seperti tanaman. Tanaman dapat menyerap besi yang terkandung di dalam tanah sehingga terakumulasi di dalam tubuh dan menyebabkan keracunan. Pencemaran besi pada air juga mempengaruhi kelangsungan hidup seluruh makhluk hidup karena menyebabkan perubahan sifat fisik air. Air yang tercemar besi apabila dikonsumsi dalam jumlah banyak dapat merusak dinding usus dan menjadi racun. Penelitian ini berupaya mengurangi limbah bubut besi dengan cara mensintesis besi oksida. Kadar Fe yang tinggi pada limbah bubut besi juga memberikan dampak positif karena dapat dimanfaatkan sebagai prekursor dalam sintesis besi oksida.

Senyawa besi oksida banyak disintesis dalam ukuran nano dan banyak dimanfaatkan pada kehidupan manusia, diantaranya sebagai pigmen, pelapis, obat-obatan, dan fotokatalis. Besi oksida memiliki sifat dan karakteristik yang memiliki manfaat lebih luas dalam segala aspek kehidupan. Kebermanfaatan besi oksida mengindikasikan adanya korelasi dan pembuktian antara ayat Al-Qur'an dan fakta sains.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari 2023 - Mei 2023 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di Greenlabs Bandung. Karakterisasi *color reader* dilakukan di Laboratorium Teknik Pengolahan Pangan dan Hasil Pertanian Universitas Brawijaya. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dan Laboratorium Layanan dan Pengukuran Departemen Kimia FMIPA Universitas Brawijaya. Adapun karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat gelas, *hot plate*, termometer, lemari asam, pH meter, *magnetic stirrer*, timbangan analitik, tanur, XRD (*X-Ray Diffraction*), FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*), *color reader*, dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

3.2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain limbah bubuk besi, daun jambu biji, aquademineral, HNO₃, NaOH, dan FeCl₃.

3.3. Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan yaitu sintesis senyawa hematit menggunakan metode presipitasi dilanjutkan dengan kalsinasi. Sintesis senyawa hematit dilakukan dengan variasi suhu sintesis 50°C, 70°C, dan 90°C. Agen reduktor yang digunakan pada proses sintesis yaitu ekstrak daun jambu biji. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, *color reader*, dan FTIR. Kemudian hasil sintesis terbaik dikarakterisasi menggunakan SEM.

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Preparasi Sampel

Serbuk limbah bubuk besi yang digunakan sebagai sampel diambil dari industri bubuk besi di kota Malang. Limbah tersebut dipisahkan dari kerikil atau pasir menggunakan *magnet separator*. Selanjutnya dicuci dengan aquademineral dan dikeringkan pada suhu ruang. Hasil yang diperoleh kemudian digunakan sebagai bahan untuk membuat prekursor Fe³⁺.

3.4.2. Pembuatan Prekursor Ferri (Fe³⁺)

Limbah bubuk besi yang telah kering sebanyak 20 g dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 mL lalu ditambahkan 200 mL HNO₃ 7 M. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* kemudian didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam hingga larut sempurna. Selanjutnya disaring menggunakan kertas saring dan filtrat dipanaskan di atas *hot plate* sambil diaduk hingga membentuk *slurry* (Khoiroh, 2021).

Analisis kualitatif dilakukan dengan cara melarutkan sedikit sampel ke dalam aquades kemudian ditetesi dengan NaOH 1 M untuk mengetahui keberadaan ion Fe^{3+} . Sampel yang mengandung ion Fe^{3+} akan ditandai dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan. Hasil prekursor juga dikarakterisasi dengan XRF untuk mengetahui kandungan unsur yang ada di dalamnya.

3.4.3. Ekstraksi Daun Jambu Biji

Ekstraksi daun jambu biji dilakukan menggunakan pelarut air. Langkah yang dilakukan yaitu memetik daun jambu biji lalu dicuci dengan air mengalir hingga bersih dan dibilas dengan aquades. Kemudian daun jambu biji ditumbuk hingga halus. Hasilnya ditimbang sebanyak 40 g dan ditambahkan 200 mL aquademineral dalam gelas beaker 250 mL lalu diaduk hingga homogen (Kumar dkk., 2021). Tahap selanjutnya yaitu melakukan pemanasan selama 30 menit, waktu pemanasan dihitung mulai suhu 80°C (Hui dkk., 2018). Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring sehingga didapatkan filtrat yang digunakan sebagai agen reduktor. Filtrat tersebut dikarakterisasi menggunakan FTIR dan juga dilakukan uji fitokimia untuk mengetahui keberadaan tanin.

Uji fitokimia tanin dilakukan dengan cara diambil sedikit filtrat dan ditambahkan 2-3 tetes FeCl_3 1% pada filtrat. Sampel yang mengandung tanin akan ditandai dengan terbentuknya warna hijau kehitaman atau biru tua.

3.4.4. Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Suhu

Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sebanyak 15 gram ditambahkan 150 ml aquademin dilanjutkan dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen.

Selanjutnya ditambahkan ekstrak daun jambu biji sedikit demi sedikit sebanyak 90 mL sambil diaduk. Dicek pH dan dipanaskan dengan variasi suhu 50°C, 70°C, 90°C selama 1 jam. Larutan tersebut didekantasi dan endapan dicuci dengan aquademineral hingga pH 6 menggunakan corong buchner. Kemudian dicuci dengan aseton. Hasilnya dipanaskan pada suhu 750°C selama 3 jam (Archana dkk., 2021). Produk hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, *Color reader*, dan FTIR. Sedangkan hasil sintesis terbaik dikarakterisasi menggunakan SEM.

3.4.5. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

Karakterisasi hasil sintesis dengan XRD berguna untuk mengetahui ukuran kristal, struktur kristal, dan parameter kisi kristal. Serbuk hasil sintesis *dipress* dan diletakkan pada *sample holder*. Kemudian disinari dengan sinar radiasi Cu K α ($\lambda=1,5406$) dengan rentang 2θ sebesar 10-80. Daya yang digunakan sebesar 30 kV dan arus sebesar 10 mA.

3.4.6. Karakterisasi Ekstrak Daun Jambu Biji dan Hasil Sintesis dengan

FTIR

Tujuan dari karakterisasi menggunakan FTIR yaitu untuk menentukan gugus fungsi pada ekstrak daun jambu biji dan pada senyawa hasil sintesis melalui vibrasi molekul dengan adanya pita penyerapan pada frekuensi tertentu. Sampel dicampurkan dalam pelet KBr kemudian dikarakterisasi pada bilangan gelombang 4000 cm⁻¹ - 400 cm⁻¹.

3.4.7. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader*

Karakterisasi dengan color reader dilakukan dengan cara menempelkan produk hasil sintesis pada color reader dan ditekan hingga berbunyi atau lampu menyala. Angka yang ditampilkan diukur pada grafik untuk mengetahui spesifikasi warna. Hasil yang diperoleh berupa nilai L^* , a^* , dan b^* dengan skala 0-100. Berdasarkan nilai tersebut maka dapat ditentukan nilai C^* dan H° .

3.4.8. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM

Karakterisasi hasil sintesis menggunakan SEM berfungsi untuk mengetahui topografi dan morfologinya. Karakterisasi dilakukan dengan cara meletakkan sampel pada *sample holder* dan ditembakkan dengan berkas elektron berenergi tinggi. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 5.000-50.000x sehingga terlihat morfologi partikel.

3.4.9. Analisis Data XRD

Hasil sintesis hematit yang dianalisis oleh XRD berupa difraktogram yang kemudian dibandingkan hasilnya dengan standar JCPDS atau ICDD. Dari difraktogram diperoleh nilai 2θ dan β yang digunakan untuk menghitung ukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

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

3.4.10. Analisis Data FTIR

Hasil pengukuran dengan FTIR menghasilkan spektrum absorbansi dengan sumbu x berupa bilangan gelombang dan sumbu y %transmitan. Analisis FTIR dilakukan pada panjang gelombang 4000-400 cm^{-1} yang menunjukkan adanya puncak-puncak untuk menentukan gugus fungsi dalam sampel. Hasil spektrum yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan standar FTIR hematit di SDBS (*Spectral Database for Organic Compounds*). Data absorpsi senyawa hematit terdapat pada tabel 3.1.

Tabel 3.1 Data absorpsi senyawa hematit

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Jenis Vibrasi
481 dan 546	Fe-O stretching

3.4.11. Analisis Data Color Reader

Hasil pengukuran dengan color reader diperoleh nilai L^* , a^* , dan b^* yang dapat menentukan nilai kroma (C^*) dan hue (H°) dengan persamaan 3.2 dan 3.3.

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

$$H^\circ = \tan^{-1}\left(\frac{b^*}{a^*}\right), \text{ degree } 0^\circ \leq H^\circ \leq 360 \quad (3.3)$$

Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan nilai L^* , C^* , dan H^* senyawa hematit.

3.4.12. Analisis Data SEM

Analisis hasil SEM menghasilkan informasi mengenai morfologi dari hasil sintesis. Hasil karakterisasi berupa gambar digital akan diolah menggunakan Image-J. Untuk menganalisis partikel menggunakan Image-J dilakukan dengan cara sebagai berikut:

1. Diklik *image*
2. Diklik *type*
3. Dipilih opsi 8 bit
4. Disesuaikan skala dengan *scale bar* dengan cara klik *analyze*
5. Diklik *set scale*
6. Diukur panjang masing-masing partikel yang terlihat menggunakan *line* sehingga diperoleh distribusi ukuran partikel
7. Dianalisis partikel dengan cara klik *analyze*
8. Dipilih *set measurement* untuk menentukan keluaran dalam analisis partikel
9. Diklik *analyze* dan dipilih *analyze particles*
10. Disimpan data dalam format excel.

Data yang diperoleh kemudian diolah menggunakan aplikasi origin dengan cara sebagai berikut:

1. Diklik *plot* lalu menuju bagian *statistical*
2. Dipilih *histogram*
3. Diatur *number of bin* dan *add distribution curves*.
4. Diblok kolom Y yang muncul lalu diklik *analysis*
5. Diklik *peaks and baseline*
6. Dipilih *multiple peak fit*
7. Diklik titik tertinggi yang muncul pada grafik
8. Diklik *open NLFit* kemudian *fit until converged* sehingga akan diperoleh tabel ukuran rata-rata partikel dari persamaan fungsi Gaussian.

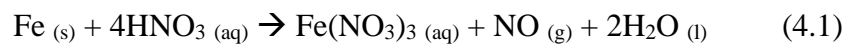
BAB IV

PEMBAHASAN

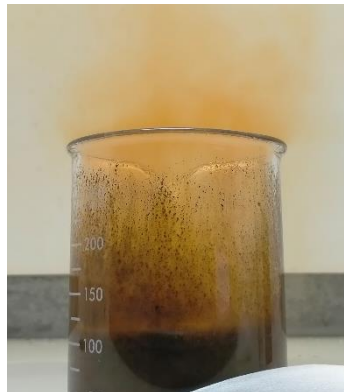
4.1. Preparasi dan Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})

Limbah bubuk besi sebagai bahan baku pembuatan prekursor ferri diambil dari industri kerajinan besi di Jl. Simpang Gajayana, Kec. Lowokwaru kota Malang. Karakteristik limbah bubuk besi yakni berwarna abu kehitaman dan berbentuk serbuk. Pembuatan prekursor dilakukan dengan cara mendestruksi limbah bubuk besi dengan asam nitrat.

Destruksi limbah bubuk besi bertujuan untuk memutus ikatan logam antara unsur-unsur yang ada di dalam sampel. Asam nitrat merupakan oksidator kuat sehingga besi teroksidasi menjadi ion ferri (Fe^{3+}) dalam bentuk larutan garam sesuai dengan persamaan 4.1.

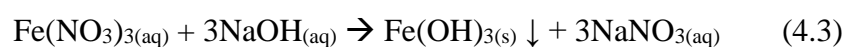


Ketika limbah bubuk besi ditambahkan asam nitrat maka menghasilkan gas NO_2 berwarna merah. Gas tersebut berasal dari gas NO yang bereaksi dengan oksigen di udara sesuai dengan reaksi 4.2.



Gambar 4.1 Reaksi Limbah bubuk besi dengan asam nitrat

Keberadaan ion ferri (Fe^{3+}) dalam prekursor dapat diketahui melalui uji kualitatif dengan terbentuknya endapan berwarna merah ketika direaksikan dengan NaOH. Pada reaksinya, prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ terdisosiasi menjadi ion Fe^{3+} dan NO_3^- dalam aquades, demikian pula NaOH yang terdisosiasi menjadi ion Na^+ dan OH^- . Selanjutnya ion-ion tersebut berikatan membentuk endapan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ sesuai persamaan reaksi 4.3 (Suryawanshi dkk., 2018). Prekursor hasil penelitian menunjukkan reaksi positif seperti yang ditampilkan pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 Uji kualitatif dengan NaOH

Tabel 4.1 Kandungan unsur dalam prekursor

Unsur	Kadar %
Besi (Fe)	96,44%
Europium (Eu)	1,0%
Mangan (Mn)	0,62%
Rubidium (Rb)	0,60%
Osmium (Os)	0,25%
Tembaga (Cu)	0,25%
Nikel (Ni)	0,23%
Fosfor (P)	0,22%
Kromium (Cr)	0,20%
Kalsium (Ca)	0,15%
Lantanum (La)	0,03%

Prekursor juga dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan unsur yang ada di dalamnya. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF pada tabel 4.1, unsur yang paling banyak terkandung dalam prekursor ialah unsur Fe sebesar 96,44%. Beberapa unsur lain terkandung dalam prekursor dalam jumlah yang relatif kecil dikarenakan sampel berasal dari limbah bubuk besi. Kandungan Fe yang cukup tinggi menunjukkan bahwa prekursor berpotensi untuk diolah menjadi hematit.

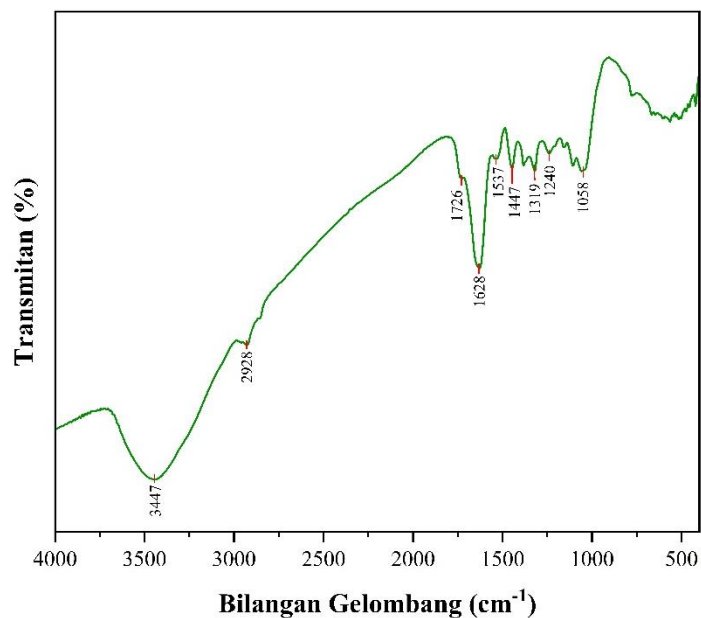
4.2. Ekstraksi Daun Jambu Biji

Daun jambu biji yang digunakan sebagai agen reduktor diambil di Jl. Joyo Agung, Kec. Lowokwaru kota Malang. Penggerusan daun jambu biji yang sudah bersih dilakukan dengan tujuan untuk memperluas kontak antara daun jambu biji dengan pelarut. Daun jambu biji diekstraksi dengan pelarut air sehingga diperoleh kandungan zat aktif yang larut dalam air. Hasil ekstraksi berupa filtrat berwarna coklat bening dengan pH 5,5.



Gambar 4.3 Ekstrak daun jambu biji

Ekstrak daun jambu biji dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi senyawa yang terkandung di dalamnya. Hasil spektra FTIR ditampilkan pada gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil FTIR ekstrak daun jambu biji

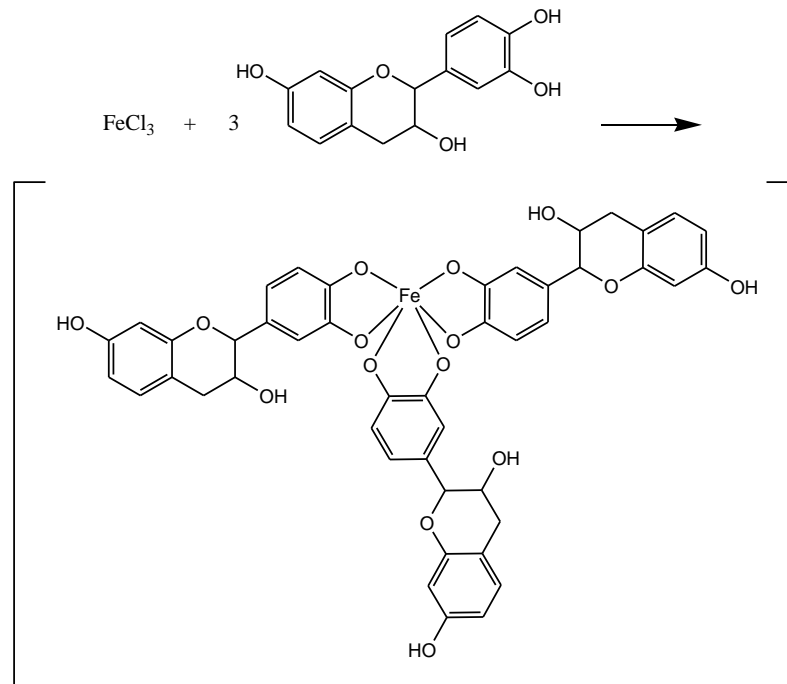
Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa ekstrak daun jambu biji memiliki puncak vibrasi fenolik (O-H *stretching*) dengan intensitas kuat dan melebar pada bilangan gelombang 3447 cm⁻¹. Hal ini menunjukkan banyaknya ikatan hidrogen dari gugus fenolik (Somchaidee & Tedsree, 2018). Gugus O-H diperkuat dengan adanya serapan dengan intensitas rendah pada bilangan gelombang 1319 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus C-O-H (Sari et al., 2015). Selanjutnya terdapat C-H *stretching* pada daerah 2928 cm⁻¹. Serapan gugus C=O muncul pada bilangan gelombang 1726 cm⁻¹. Pada bilangan gelombang 1628 cm⁻¹ menunjukkan C=C aromatik dengan intensitas yang tajam. C-O terlihat pada bilangan gelombang 1058 dan 1240 cm⁻¹. Interpretasi hasil spektra FTIR ekstrak daun jambu biji dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Interpretasi hasil spektra FTIR pada ekstrak daun jambu biji

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm⁻¹)	Literatur
O-H <i>stretching</i>	3430	3700-3100 cm ⁻¹ (Ricci et al., 2015)
C-H <i>stretching</i>	2928	2924 cm ⁻¹ (Somchaidee & Tedsree, 2018)
C=O <i>stretching</i>	1726	1721 cm ⁻¹ (Adu, dkk., 2022)
C=C <i>stretching</i>	1628 dan 1537	1637 cm ⁻¹ (Rufus dkk., 2019)
C-C aromatik	1447	1443 cm ⁻¹ (Adu, dkk., 2022)
C-OH <i>bending</i>	1319	1390-1310 cm ⁻¹ (Pandhi dkk., 2022)
C-O-C <i>stretching</i>	1240	1240 cm ⁻¹ (Marques dkk., 2021)
C-O <i>stretching</i>	1058	1059 cm ⁻¹ (Adu, dkk., 2022)

Berdasarkan hasil interpretasi FTIR dapat diketahui bahwa ekstrak daun jambu biji mengandung gugus fungsi O-H, C-H, C=O, C=C aromatik, dan C-O. Puncak-puncak tersebut merupakan serapan spesifik dari senyawa golongan fenolik seperti tanin. Tanin dapat berperan sebagai reduktor dan presipitator dalam sintesis hematit (Shtewi dkk., 2021). Menurut penelitian Sornapudi dan Srivastava (2022), tanin merupakan senyawa fenolik yang paling banyak terkandung di dalam daun jambu biji, sehingga memberikan kontribusi besar dalam mereduksi ion ferri.

Adanya tanin dalam daun jambu biji diperkuat melalui uji fitokimia dengan menambahkan FeCl₃ pada ekstrak daun jambu biji. Penambahan FeCl₃ pada ekstrak yang mengandung tanin akan memunculkan warna hijau kehitaman. Hal ini terjadi karena gugus hidroksil pada tanin bereaksi dengan ion Fe³⁺ membentuk senyawa kompleks (Ergina dkk., 2014). Reaksi pembentukan kompleks antara ion Fe³⁺ dengan tanin ditunjukkan pada gambar 4.5.



Gambar 4.5 Reaksi antara tanin dengan FeCl_3 (Taminggu & Tahril, 2022)

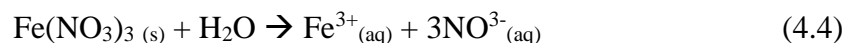
Pengujian senyawa tanin pada ekstrak daun jambu biji menunjukkan hasil positif yang ditandai dengan terbentuknya warna hijau kehitaman seperti pada gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil uji fitokimia ekstrak daun jambu biji

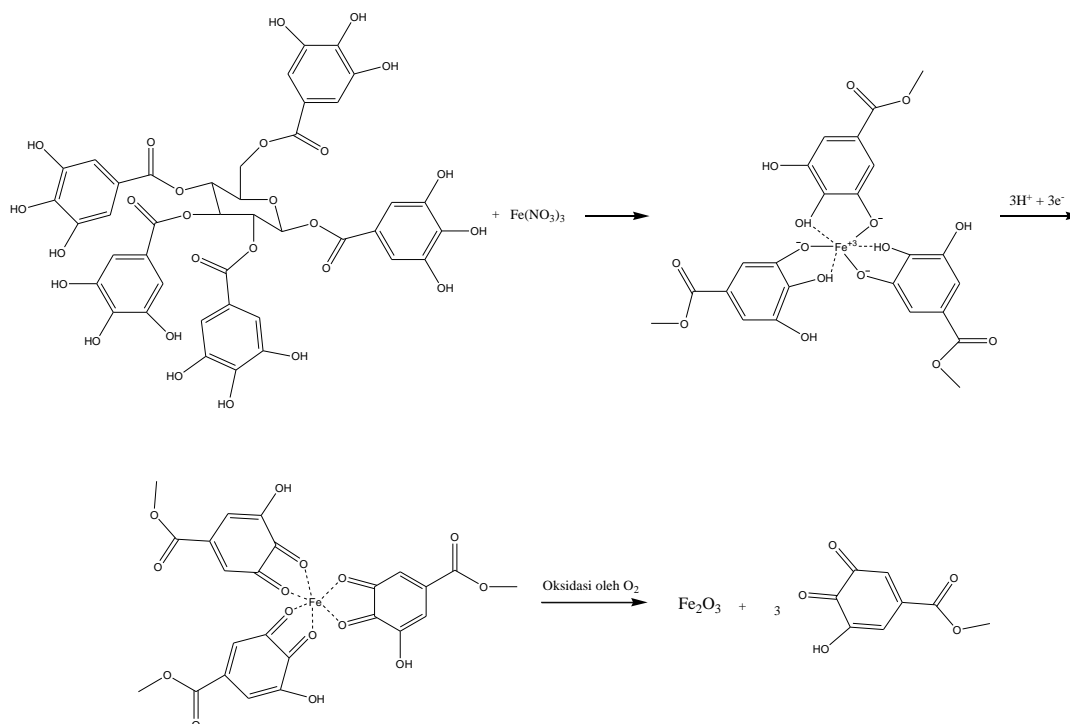
4.3. Sintesis Senyawa Hematit dengan Variasi Suhu

Sintesis senyawa hematit dilakukan melalui metode presipitasi-kalsinasi. Tahap sintesis diawali dengan penambahan aquademin pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ untuk mengurai menjadi ion-ionnya. Reaksi yang terjadi ditampilkan pada persamaan 4.4.



Penambahan ekstrak daun jambu biji memberikan warna hijau kehitaman dan terlarut pada larutan prekursor. Hal ini mengindikasikan terbentuknya kompleks antara besi(III) dengan gugus hidroksi (-OH) dari gugus galolil pada tanin. Kemudian ion Fe^{3+} mengoksidasi gugus hidroksi menjadi gugus karbonil dalam reaksi reduksi. Gugus hidroksi terdeprotonasi dan mereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe sehingga terbentuk endapan. Pada tahap ini terjadi nukleasi atau pembentukan inti kristal. Terbentuknya endapan juga dipengaruhi oleh pH, di mana ion Fe^{3+} dapat mengendap pada $\text{pH} \geq 2$. Penambahan ekstrak daun jambu biji menyebabkan kenaikan pH dari pH 1,7 menjadi 2,5 sehingga terbentuk endapan. Ketika pemanasan dengan variasi suhu 50°C , 70°C , 90°C , Fe teroksidasi sehingga menghasilkan besi oksida (Fe_2O_3).

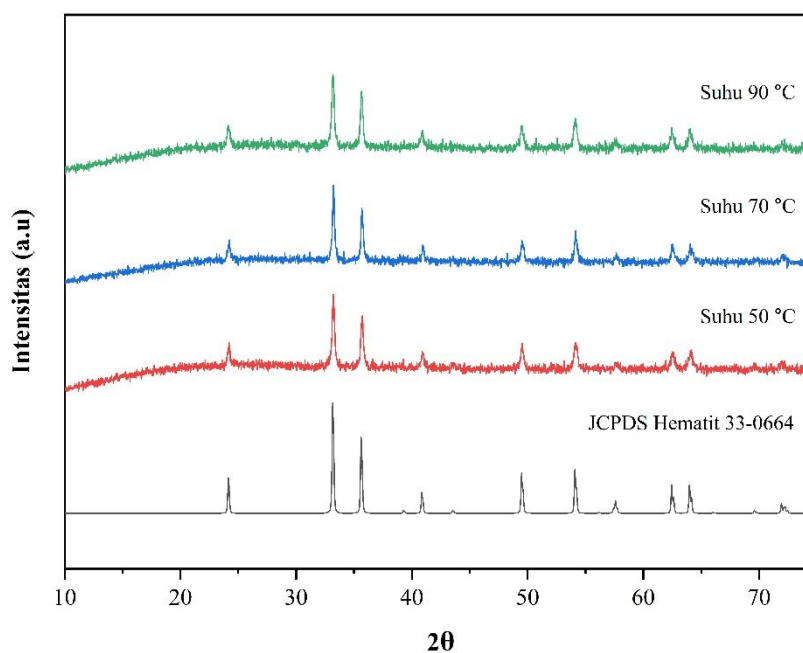
Pencucian dengan aquademineral bertujuan untuk menetralkan produk sintesis. Aquademineral digunakan untuk mencuci produk sintesis karena memiliki sedikit kandungan mineral sehingga dapat memperkecil hadirnya pengotor. Kalsinasi dilakukan pada suhu 750°C selama 3 jam menggunakan tanur. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan air dan senyawa organik yang tersisa, serta mengubah fasa dari fasa transisi menjadi hematit.



Gambar 4.7 Mekanisme pembentukan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Shtewi dkk., 2021)

4.4. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Pola difraksi sinar-x senyawa hasil sintesis ditunjukkan pada gambar 4.8 dan dibandingkan dengan data standar JCPDS 33-0664. Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan, puncak ketiga senyawa hasil sintesis memiliki kecocokan yang tinggi dengan standar senyawa hematit. Kesesuaian tersebut mengindikasikan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan fasa hematit tanpa adanya puncak lain yang terdeteksi berdasarkan standar.



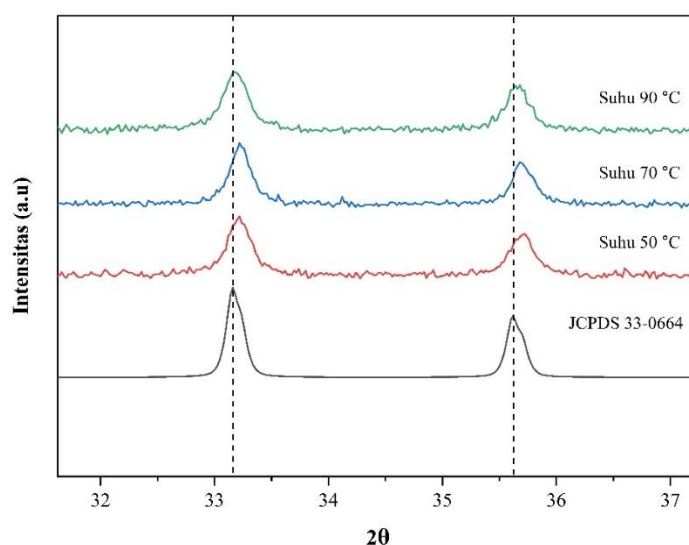
Gambar 4.8 Pola difraksi sinar-x hasil sintesis dengan variasi suhu

Pola difraksi sinar-x dengan variasi suhu sintesis menunjukkan bahwa masing-masing produk memiliki intensitas yang berbeda. Data intensitas masing-masing puncak tertera pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil XRD hematit dengan variasi suhu sintesis

Suhu 50°C		Suhu 70°C		Suhu 90°C	
2θ (°)	Height	2θ (°)	Height	2θ (°)	Height
24,14	800	24,18	679	24,103	752
33,199	3352	33,214	3661	33,18	3094
35,674	2388	35,677	2737	35,622	2500
40,97	683	40,95	567	40,87	566
49,458	994	49,537	1131	49,446	958
54,13	1097	54,127	1551	54,11	1302
62,49	736	62,47	789	62,47	698
64,03	697	64,047	966	63,972	867

berdasarkan data pada tabel 4.3 dapat diketahui bahwa intensitas tertinggi dimiliki oleh hematit dengan suhu sintesis 70°C sehingga hematit dengan suhu sintesis 70°C memiliki kristalinitas paling tinggi dibandingkan dengan yang lain. Sedangkan hematit dengan suhu sintesis 90°C memiliki intensitas dan kristalinitas paling rendah. Hal ini menunjukkan bahwa suhu sintesis dapat mempengaruhi kristalinitas. Kristalinitas menggambarkan tingkat keberaturan struktural dalam suatu padatan, sehingga kristalinitas yang tinggi menunjukkan susunan atom yang semakin teratur.



Gambar 4.9 Perbesaran pola difraksi sinar-x hasil sintesis dengan variasi suhu

Pada gambar 4.9 dapat diketahui bahwa terjadi pergeseran puncak hematit. Puncak hematit dengan suhu sintesis 50°C dan 70°C pada posisi 2θ $33,18$ dan $35,622$ mengalami pergeseran ke kanan atau ke posisi 2θ lebih besar. Pergeseran puncak pada difraktogram berkaitan dengan perubahan parameter kisi kristal akibat perbedaan suhu sintesis. Ketika puncak mengalami pergeseran pada posisi 2θ lebih besar maka hal tersebut menunjukkan bahwa nilai parameter kisi kristal semakin kecil (Prasetya et al., 2020).

Tabel 4.4 Hasil Analisis menggunakan rietica

Parameter	Standar Hematit	Suhu 50°C	Suhu 70°C	Suhu 90°C
Grup ruang	R-3c	R-3c	R-3c	R-3c
Kisi kristal	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral
Unit	6	6	6	6
a (Å)	5,0356	5,034118	5.031157	5.035873
b (Å)	5,0356	5,034118	5.031157	5.035873
c (Å)	13,7489	13.748087	13.741632	13.750513
Rp		5,00	4,72	4,50
Rwp		5,89	6,53	6,11
GOF		0,4104	0,4229	0,4037

Tabel 4.4 menampilkan hasil analisa kisi dan struktur kristal dengan cara *refinement* menggunakan metode *Le Bail*. Proses analisa dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi dengan standar hematit dari JCPDS 33-0664. Kecocokan sampel dilihat dari nilai Rp, Rwp, dan GOF, di mana nilai Rp Rwp yang dapat diterima untuk proses *refinement* yaitu sebesar <10%. Berdasarkan hasil analisa yang dilakukan, hematit hasil sintesis memiliki struktur kristal berupa rhombohedral dengan *space group* R-3c. Hematit dengan suhu sintesis 90°C memiliki kecocokan paling tinggi dengan standar karena nilai konstanta kisi kristalnya mendekati konstanta kisi dari standar JCPDS.

Tabel 4.5 Ukuran kristal hasil sintesis

Sampel	2θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)
50°C	33,199	0,196	41,846
70°C	33,214	0,175	46,869
90°C	33,18	0,22	37,279

Ukuran kristal diukur menggunakan persamaan Debye-Scherrer dan ditampilkan pada tabel 4.5. Ukuran kristal hematit meningkat pada suhu sintesis

70°C, namun pada suhu sintesis 90°C terjadi penurunan ukuran kristal. Perbedaan ukuran kristal yang dihasilkan menunjukkan bahwa ukuran kristal dipengaruhi oleh suhu sintesis. Secara umum, kenaikan suhu menyebabkan laju pertumbuhan kristal semakin cepat sehingga menghasilkan ukuran yang lebih besar (Begum dkk., 2012).

4.5. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader*

Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *color reader* untuk mengetahui kesesuaian warna hasil sintesis dengan standar hematit. Hasil sintesis ditunjukkan pada gambar 4.10. Instrumen *color reader* memberikan informasi berupa nilai L*, a*, dan b* di mana nilai a* dan b* digunakan untuk mengetahui nilai C* dan H°. Hasil analisa warna dirangkum dalam tabel 4.6.

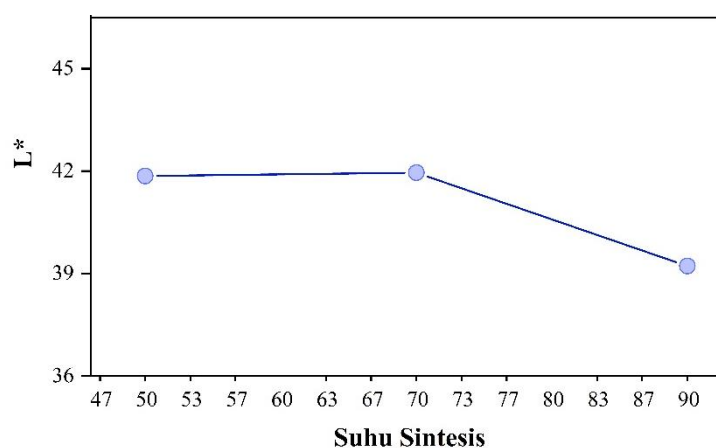


Gambar 4.10 Hasil sintesis hematit pada variasi suhu

Tabel 4.6 Hasil analisa warna hematit dengan variasi suhu sintesis

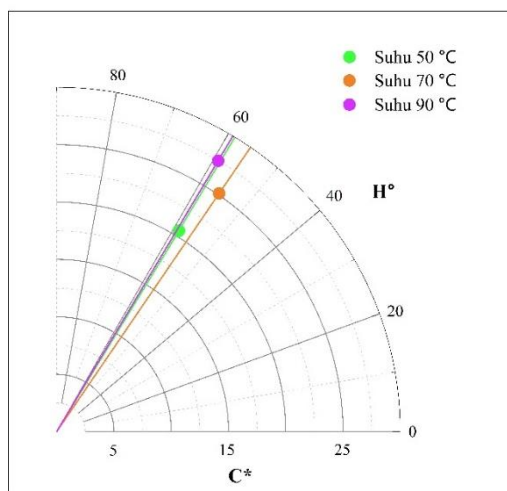
Suhu sintesis	a*	b*	L*	C*	H°
Standar hematit			25-45	9-42	21-57
Suhu 50°C	10.67	17.51	41.86	20.5	58.62
Suhu 70°C	14.17	20.75	41.96	25.13	55.64
Suhu 90°C	14.12	23.59	39.22	27.49	59.14

Nilai a^* merupakan derajat kemerahan dan nilai b^* merupakan derajat kekuningan. Nilai a^* dan b^* positif menunjukkan bahwa hematit memiliki komposisi warna merah dan kuning. Tingkat kemerahan dan kekuningan hematit semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu sintesis. Berdasarkan data pada tabel 4.6, hematit dengan suhu sintesis 70°C dan 90°C memiliki nilai kemerahan yang sama, namun nilai kekuningan pada suhu sintesis 70°C lebih rendah sehingga cenderung berwarna merah dibandingkan hematit dengan suhu sintesis 90°C .



Gambar 4.11 Hubungan suhu sintesis dan L^*

Nilai L^* merupakan derajat kecerahan yang memiliki rentang nilai 0 hingga 100. Hubungan nilai derajat kecerahan dengan suhu sintesis ditunjukkan pada gambar 4.11. Berdasarkan grafik yang ditampilkan, tingkat kecerahan hematit tidak mengalami perubahan secara signifikan pada variasi suhu sintesis.

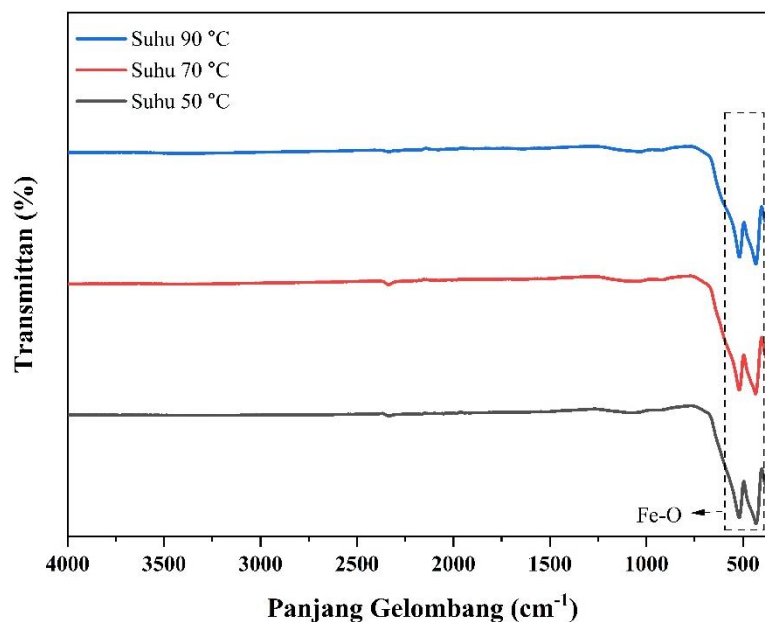


Gambar 4.12 Hubungan nilai C^* dan H°

Gambar 4.12 menunjukkan hubungan nilai C^* (*Chroma*) dan H° (*Hue*). Nilai C^* menunjukkan intensitas warna atau kemurnian dari warna sedangkan H° menunjukkan corak warna atau identitas warna sehingga dapat dikenali dengan jelas. Kedua nilai tersebut diperoleh dari perhitungan nilai a^* dan b^* . berdasarkan grafik pada gambar 4.12, intensitas warna (C^*) meningkat seiring dengan tingginya suhu sintesis, di mana nilai C^* tertinggi dimiliki oleh hematit dengan suhu sintesis 90°C . Sedangkan nilai corak warna (H°) terendah dan tertinggi secara berturut dimiliki oleh hematit dengan suhu sintesis 70°C dan 90°C . Corak warna hematit dengan suhu sintesis 50°C dan 90°C sedikit melebihi *range* standar namun tidak memberikan pengaruh secara signifikan.

Nilai kemurnian warna berhubungan dengan hasil difraksi sinar-x, yaitu semakin tinggi suhu sintesis maka nilai kemurnian atau intensitas warna hematit semakin meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa nilai C^* yang tinggi menunjukkan hematit yang semakin baik.

4.6. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR



Gambar 4.13 Hasil FTIR hematit produk sintesis dengan variasi suhu

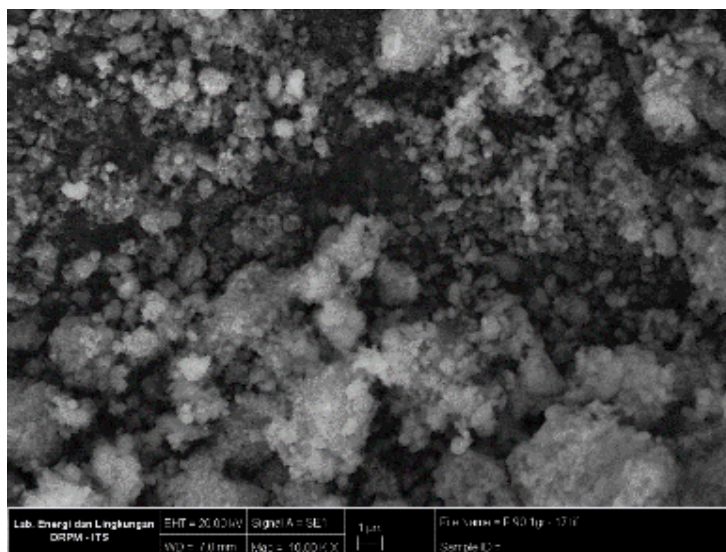
Gambar 4.13 menampilkan hasil karakterisasi produk sintesis dengan FTIR. Pada bilangan gelombang 432 cm^{-1} (suhu 50°C), 433 cm^{-1} (suhu 70°C dan 90°C), 517 cm^{-1} (suhu 70°C dan 90°C), dan 519 cm^{-1} (suhu 50°C) terdapat serapan gugus Fe-O *stretching* dengan intensitas tajam dan kuat yang merupakan serapan khas senyawa hematit. Spektra IR produk sintesis tidak memperlihatkan adanya serapan lain. Gugus-gugus O-H, C=C, C=O, dan C-H yang terdapat pada ekstrak daun jambu biji kemungkinan telah berinteraksi dengan Fe sehingga membentuk gugus Fe-O. Hilangnya gugus fungsi yang ada pada ekstrak daun jambu biji juga dimungkinkan karena adanya kalsinasi pada suhu 750°C . Interpretasi spektra IR produk sintesis dirangkum pada tabel 4.7.

Tabel 4.7 Interpretasi spektra FTIR hasil sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Literatur
Fe-O <i>stretching</i>	432 - 519	434 cm ⁻¹ dan 527 cm ⁻¹ (Lassoued dkk., 2017)

Hasil analisa FTIR menjadi pendukung data XRD, bahwa produk yang dihasilkan merupakan senyawa hematit dengan kemurnian tinggi. Difraktogram produk menghasilkan puncak-puncak yang sesuai dengan standar hematit, demikian pula data spektra IR yang memperlihatkan serapan gugus khas senyawa hematit.

4.7. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM



Gambar 4.14 Hasil uji SEM perbesaran 10.000x

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari senyawa hasil sintesis. Pengujian SEM dilakukan pada hematit hasil sintesis dengan suhu 90°C. Gambar 4.14 menunjukkan bahwa bentuk partikel tidak seragam dengan beberapa partikel berbentuk bulat serta banyak terjadi aglomerasi. Aglomerasi

partikel kemungkinan dapat disebabkan karena kemampuan *capping* ekstrak daun jambu biji yang rendah (Adhikari dkk., 2022). Kecenderungan aglomerasi juga dapat terjadi akibat interaksi tarikan magnetik yang kuat diantara partikel-partikel berbasis besi (Fouad et al., 2019). Ukuran partikel hematit tidak dapat ditentukan akibat banyaknya aglomerasi dan pembentukan gumpalan.

Ukuran partikel memiliki korelasi dengan nilai derajat kecerahan (L^*). Semakin kecil ukuran partikel maka kecerahan sampel semakin tinggi. Hal ini terjadi karena partikel berukuran kecil menyebabkan lebih banyak hamburan cahaya sehingga menghasilkan warna yang lebih cerah. Berdasarkan hal tersebut, dapat diasumsikan bahwa hematit dengan suhu sintesis 90°C memiliki ukuran partikel paling besar.

4.8. Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Penelitian ini merupakan salah satu upaya pemanfaatan limbah bubuk besi sebagai senyawa hematit yang memiliki banyak manfaat, salah satunya sebagai pigmen. Limbah bubuk besi berpotensi mencemari dan merusak lingkungan apabila tidak mendapatkan penanganan. Larangan berbuat kerusakan di muka bumi telah dipaparkan dalam surat Al-A'raf ayat 56:

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

Artinya: “*Janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah diatur dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat dengan orang-orang yang berbuat baik*” (QS Al A'raf: 56).

Tafsir Al-Misbah menjelaskan bahwa ayat tersebut berisi larangan untuk melakukan kerusakan di bumi, di mana berbuat kerusakan merupakan salah satu hal yang melampaui batas. Allah Swt menciptakan alam semesta dalam keadaan baik untuk memenuhi kebutuhan makhluk hidup. Larangan untuk melakukan kerusakan lingkungan mencakup seluruh bidang seperti merusak jasmani, norma, lingkungan hidup, kehidupan, dan sumber-sumber penghidupan (Shihab, 2013). Kedudukan manusia sebagai *khalifah* berarti harus memiliki tanggung jawab dan perhatian terhadap lingkungan hidup. Dalam Al-Quran ditegaskan bahwa khalifah tidak diciptakan untuk melakukan perusakan dan pertumpahan darah, melainkan untuk membangun kehidupan yang damai dan sejahtera.

Sintesis hematit dari limbah bubuk besi merupakan salah satu upaya yang dapat dilakukan oleh manusia dalam melindungi lingkungan dan mengurangi pencemaran. Limbah bubuk besi diolah kembali menjadi hematit yang berpotensi dijadikan pigmen karena memiliki ciri khas warna merah yang kuat dan bersifat non-toksik. Allah Swt telah menciptakan segala sesuatu dengan penuh manfaat dan tidak sia-sia walaupun sesuatu tersebut dalam bentuk limbah. Hal ini sesuai dengan Al-Quran surat Al-Anbiya ayat 16:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَعِبِينَ

Artinya: “Dan tidaklah Kami ciptakan langit dan bumi dan segala yang ada di antara keduanya dengan bermain-main” (QS Al-Anbiya 16).

Senyawa hematit dalam pembentukannya membutuhkan agen reduktor. Pada penelitian ini digunakan agen reduktor dari tanaman, yakni daun jambu biji karena memiliki kandungan senyawa tanin yang melimpah. Peran daun jambu biji

sebagai agen reduktor membuktikan bahwa tanaman tidak hanya berperan sebagai bahan makan namun juga dapat dijadikan bahan pembuatan hematit. Allah Swt menjelaskan kebermanfaatan tanaman pada surat As-Syuara ayat 7:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

Artinya: *“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik”* (QS As-Syuara:7).

Ayat di atas menjelaskan bahwa Allah Swt telah menumbuhkan berbagai macam tumbuhan yang mendatangkan manfaat, salah satunya yaitu daun jambu biji. Daun jambu biji mengandung senyawa tanin yang dapat dimanfaatkan sebagai agen reduktor dalam pembentukan senyawa hematit. Keberhasilan daun jambu biji dalam membentuk senyawa hematit telah dibuktikan dengan hasil XRD.

BAB V

PENUTUP

5.1. Kesimpulan

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

1. Pola difraksi sinar-x menunjukkan bahwa seluruh produk sintesis memiliki kemurnian tinggi dengan struktur kristal rhombohedral dan ukuran kristal terbesar diperoleh saat suhu sintesis 70°C. Hasil karakterisasi warna diperoleh nilai kemurnian (C*) tertinggi pada suhu sintesis 90°C.
2. Hasil karakterisasi SEM pada senyawa hematit dengan suhu sintesis 90°C diperoleh morfologi yang tidak seragam dan terjadi aglomerasi.

5.2. Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu perlu dikaji lebih lanjut mengenai komposisi ekstrak daun jambu biji yang sesuai, sehingga diperoleh partikel dengan morfologi yang lebih seragam. Pengaplikasian produk sintesis sebagai pigmen dengan cara melarutkannya dalam metanol dan sirlak juga perlu dilakukan untuk mengetahui kebermanfaatan senyawa hematit.

DAFTAR PUSTAKA

- Adhikari, A., Chhetri, K., Acharya, D., Pant, B., & Adhikari, A. (2022). Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Using Psidium guajava L. Leaves Extract for Degradation of Organic Dyes and Anti-microbial Applications. *Catalysts*, 12(10).
- Alipour, S. M., Halladj, R., & Askari, S. (2014). Effects of The Different Synthetic Parameters on The Crystallinity and Crystal Size of Nanosized ZSM-5 Zeolite. *Reviews in Chemical Engineering*, 30(3), 289–322.
- Archana, V., Joseph Prince, J., & Kalainathan, S. (2021). Simple One-Step Leaf Extract-Assisted Preparation of α -Fe₂O₃ Nanoparticles, Physicochemical Properties, and Its Sunlight-Driven Photocatalytic Activity on Methylene Blue Dye Degradation. *Journal of Nanomaterials*.
- Ashraf, M., Khan, I., Usman, M., Khan, A., Shah, S. S., Khan, A. Z., Saeed, K., Yaseen, M., Ehsan, M. F., Tahir, M. N., & Ullah, N. (2020). Hematite and Magnetite Nanostructures for Green and Sustainable Energy Harnessing and Environmental Pollution Control: A Review. *Chemical Research in Toxicology*, 33(6), 1292–1311.
- Begum, A., Hussain A., & Rahman A. (2012). Effect of Deposition Temperature on The Structural and Optical Properties of Chemically Prepared Nanocrystalline Lead Selenide Thin Films. *Beilstein J Nanotechnol*, 3, 438-443.
- Börsig, N., Scheinost, A. C., Shaw, S., Schild, D., & Neumann, T. (2017). Uptake Mechanisms of Selenium Oxyanions during The Ferrihydrite-Hematite Recrystallization. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 206, 236–253.
- Bourvellec, C. L., & Renard, C. M. G. C. (2012). Interactions between Polyphenols and Macromolecules: Quantification Methods and Mechanisms. In *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 52(3), 213–248.
- Chabib, M. N. Al. (2017). Pengaruh Lama Kalsinasi Pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) Dari Limbah Industri Kerajinan Besi. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ergina, Nuryanti, S., & Pursitasari, I. D. (2014). Uji Kualitatif Senyawa Metabolit Sekunder pada Daun Palado (Agave angustifolia) yang Diekstraksi dengan Pelarut Air dan Etanol. *J. Akad. Kim*, 3(3), 165–172.
- Eriyanto, B. (2019). *Fasâd Al-Arđi dalam Tafsir Al-Sya'rawi*. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.

- Fouad, D. E., Zhang, C., El-Didamony, H., Yingnan, L., Mekuria, T. D., & Shah, A. H. (2019). Improved Size, Morphology and Crystallinity of Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles Synthesized via The Precipitation Route using Ferric Sulfate Precursor. *Results in Physics*, 12, 1253–1261.
- Fouda, M. F. R., El-Kholy, M. B., Moustafa, S. A., Hussien, A. I., Wahba, M. A., & El-Shahat, M. F. (2012). Synthesis and Characterization of Nanosized Fe₂O₃ Pigments. *International Journal of Inorganic Chemistry*, 2012, 1–9.
- Ghosh, D. (2015). Tannins from Foods to Combat Diseases. *International Journal of Pharma Research & Review*, 4(5), 40–44.
- Hidayat, H. (2015). Estimasi Kemasakan Buah Pisang Menggunakan Sensor Kapasitansi. *Skripsi*. Universitas Jember.
- Hui, C. K., Majid, N. I., Zainol, M. K. M., Mohamad, H., & Zin, Z. M. (2018). Preliminary Phytochemical Screening and Effect of Hot Water Extraction Conditions on Phenolic Contents and Antioxidant Capacities of Morinda citrifolia Leaf. *Malays. Appl. Biol.*, 47(4), 13–24.
- Hussain, S. Z., Naseer, B., Qadri, T., Fatima, T., & Bhat, T. A. (2021). *Fruits Grown in Highland Regions of the Himalayas*. India, Springer.
- Jayant, G., Pooja, B., & Varsha, G. (2018). Study of Aqueous Extract of Leaves of Psidium guajava as an Anti-solar Agent. *International Journal of Advanced Community Medicine*, 1(3), 5–7.
- Jiang, Z., Lui, Q., Roberts, A. P., Dekkers, M. J., Barron, V., Torrent, J., & Li, S. (2022). The Magnetic and Color Reflectance Properties of Hematite: from Earth to Mars. *Reviews of Geophysics*, 60(1), 1–71.
- Khalamudilah, F. A., Suhendar, D., & Supriadin, A. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Besi(III) Oksida dari Serbuk Besi Limbah Bubut Logam. *Al-Kimiya*, 4(1), 45–50.
- Khoiroh, L. M. (2013). *Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi*.
- Khoiroh, L. M. (2021). Synthesis and Application of Hematite from Lathe Waste as Anti-Swelling on Wood. *ICONETOS*, 357–362.
- Khoiroh, L. M., Sholekah, A. D. A., & Yulianti, E. (2021). Structure and Morphology Properties of Nanoparticle Hematite Pigment from Lathe Waste. *International Journal of Chemistry*, 13(1), 21–29.
- Kumar, M., Tomar, M., Amarowicz, R., Saurabh, V., Sneha Nair, M., Maheshwari, C., Sasi, M., Prajapati, U., Hasan, M., Singh, S., Changan, S., Prajapat, R. K., Berwal, M. K., & Satankar, V. (2021). Guava (*Psidium guajava* L.) leaves: Nutritional Composition, Phytochemical Profile, and Health-Promoting Bioactivities. *Foods*, 10(4), 1–20.

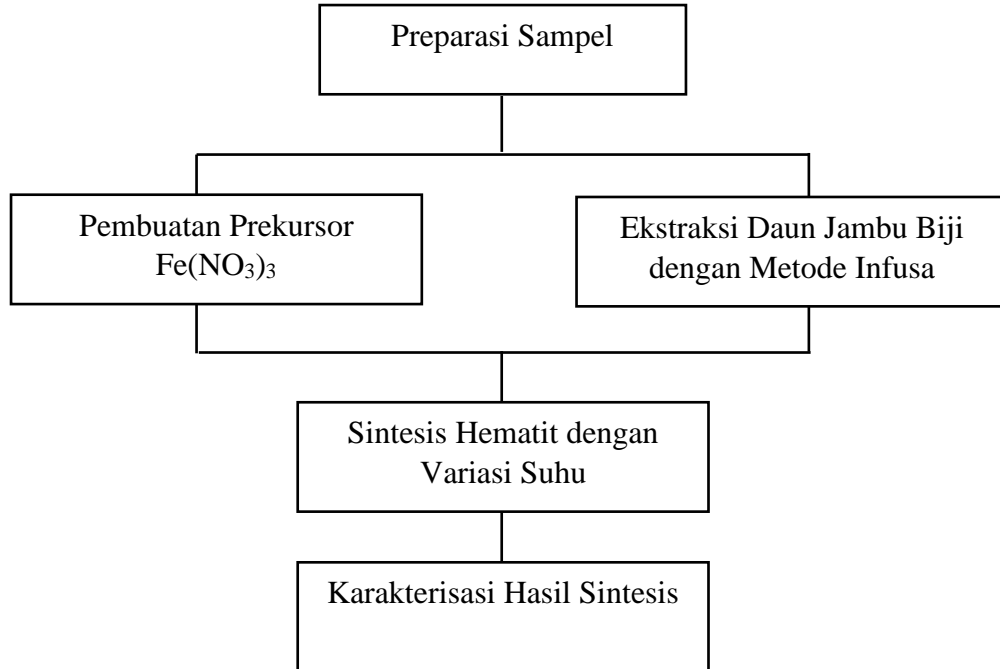
- Kumar, N. S. S., Sarbon, N. M., Rana, S. S., Chintagunta, A. D., Prathibha, S., Ingilala, S. K., Jeevan Kumar, S. P. J., Anvesh, B. S., & Dirisala, V. R. (2021). Extraction of Bioactive Compounds from *Psidium guajava* Leaves and Its Utilization in Preparation of Jellies. *AMB Express*, *11*(36), 1–9.
- Lakshmnarayanan, S., Shereen, M. F., Niraimathi, K. L., Brindha, P., & Arumugam, A. (2021). One-pot Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles from *Bauhinia Tomentosa*: Characterization and Application towards Synthesis of 1, 3 diolein. *Scientific Reports*, *11*(1), 1–13.
- Lassoued, A., Dkhil, B., Gadri, A., & Ammar, S. (2017). Control of The Shape and Size of Iron Oxide (α -Fe₂O₃) Nanoparticles Synthesized through The Chemical Precipitation Method. *Results in Physics*, *7*, 3007–3015.
- Lassoued, A., Lassoued, M. S., Dkhil, B., Gadri, A., & Ammar, S. (2017). Synthesis, Structural, Optical and Morphological Characterization of Hematite through the Precipitation Method: Effect of Varying the Nature of The Base. *Journal of Molecular Structure*, *1141*, 99–106.
- Legodi, M. A., & de Waal, D. (2007). The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality from Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*, *74*(1), 161–168.
- Ly, B. C. K., Dyer, E. B., Feig, J. L., Chien, A. L., & Bino, S. D. (2020). Research Techniques Made Simple: Cutaneous Colorimetry: A Reliable Technique for Objective Skin Color Measurement. *Journal of Investigative Dermatology*, *140*(1), 3-12.
- Madubuonu, N., Aisida, S. O., Ahmad, I., Botha, S., Zhao, T., Maaza, M., & Ezema, F. I. (2020). Bio-inspired Iron Oxide Nanoparticles using *Psidium Guajava* Aqueous Extract for Antibacterial Activity. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, *126*(72), 1–8.
- Morales, J. A. (2017). Synthesis of Hematite α -Fe₂O₃ Nano Powders by The Controlled Precipitation Method. *Ciencia En Desarrollo*, *8*(1), 99–107.
- Muhajir, M., Puspitasari, P., & Razak, J. A. (2019). Synthesis and Applications of Hematite α -Fe₂O₃ : a Review. *Journal of Mechanical Engineering Science and Technology*, *3*(2), 51–58.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to Read and Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, *4*(1), 97–118.
- Pardede, L., Kusdiyantini, E., & Budiharjo, A. (2014). Ekstraksi dan Uji Stabilitas Zat Warna Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L.). *Jurnal Biologi*, *3*(3), 9–15.
- Prasetya, A. D., Rifai, M., Mujamilah, & Miyamoto, H. (2020). X-ray Diffraction (XRD) Profile Analysis of Pure ECAP-annealing Nickel Samples. *Journal of Physics: Conference Series*, *1436*(1), 012113.

- Puspita Sari, P., Susannah Rita, W., & Ni Made Puspawati, dan. (2015). Identifikasi dan Uji Aktivitas Senyawa Tanin dari Ekstrak Daun Trembesi (Samanea Saman (Jacq.) Merr) Sebagai Antibakteri Escherichia coli (E. coli). *Jurnal Kimia*, 9(1), 27–34.
- Rahmawati, D. E., Khoiroh, L. M., Ningsih, R., Yusniyanti, F., Solawati, W., & Sari, P. (2020). Synthesis of Hematite Pigment (α -Fe₂O₃) from Iron Lathe Waste using Precipitation-Sonication Method as Anti-Swelling on Wood. *Mechanical Engineering Technologies and Applications*, 1(2), 69–76.
- Rath, K., Ranganathan, P., Vasappa, R. K., & Balasundaram, S. T. (2020). Superparamagnetic Hematite Nanoparticle: Cytogenetic Impact on Onion Roots and Seed Germination Response of Major Crop Plants. *IET Nanobiotechnology*, 14(2), 133–141.
- Ricci, A., Olejar, K. J., Parpinello, G. P., Kilmartin, P. A., & Versari, A. (2015). Application of Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy in The Characterization of Tannins. *Applied Spectroscopy Reviews*, 50(5), 407–442.
- Rostamizadeh, E., Iranbakhsh, A., Majd, A., Arbabian, S., & Mehregan, I. (2020). Green Synthesis of Fe₂O₃ Nanoparticles using Fruit Extract of Cornus mas L. and Its Growth-Promoting Roles in Barley. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 10(2), 125–130.
- Rufus, A., Sreeju, N., & Philip, D. (2016). Synthesis of Biogenic Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles for Antibacterial and Nanofluid Applications. *RSC Advances*, 6(96), 1–27.
- Sari, F., Kurniaty, I., & Susanty. (2021). Aktivitas Antioksidan Ekstrak Daun Jambu Biji (Psidium guajava L) sebagai Zat Tambah Pembuatan Sabun Cair. *Jurnal Konversi*, 10(1).
- Sari, L. (2013). Penerapan CIELab dan Chaos sebagai Chiper pada Aplikasi Kriptografi Citra Digital. *Jurnal Rekayasa Elektrika*, 10(3), 115-159.
- Setyawaty, R., Gustin, & Setiyabudi, R. (2021). Gel Formulation from Ethanol Extract of The Leaf of White Guava (Psidium guajava L.). *Traditional Medicine Journal*, 26(3), 149–154.
- Sharma, G., Pandey, S., Ghatak, S., Watal, G., & Rai, P. K. (2018). Potential of Spectroscopic Techniques in the Characterization of “Green Nanomaterials. *Nanomaterials in Plants, Algae, and Microorganisms*, 1, 59–77.
- Shtewi, F. A., Barag, W. M., & Tarroush, A. A. (2021). Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using Mentha Piperita Leaves Extract. *International Science and Technology Journal*, 24, 1–18.

- Simbolon, R. A., Halimatussakdiah, & Amna, U. (2021). Uji Kandungan Senyawa Metabolit Sekunder pada Ekstrak Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L. var. *Pomifera*) dari Kota Langsa, Aceh. *Jurnal Kimia Sains Dan Terapan*, 3(1), 12–18.
- Somchaidee, P., & Tedsree, K. (2018). Green Synthesis of High Dispersion and Narrow Size Distribution of Zero-Valent Iron Nanoparticles using Guava Leaf (*Psidium guajava* L) Extract. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 9(3).
- Sornapudi, S. D., Srivastava, M., & Sornapudi, D. (2022). Quantitative Estimation of Phytochemicals in Different Leaf Extracts. *The Pharma Innovation Journal*, 11(9), 125–128.
- Sujka, K., & Koczón, P. (2018). The Application of FT-IR Spectroscopy in Discrimination of Differently Originated and Aged Whisky. *European Food Research and Technology*, 244(11), 2019–2025.
- Sukmawati, R., Achmad, K., & Kiptiah, M. (2021). Pengaruh Penambahan Limbah Bubut Besi pada Kuat Tarik Belah dan Kuat Lentur Beton Serat. *Jurnal Tugas Akhir Teknik Sipil*, 5(1), 1–5.
- Suryawanshi, L. P., Sonawane, S. H., Bhanvase, B. A., Ashokumar, M., Pimplapure, M. S., & Gogate, P. R. (2018). Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles in A Continuous Flow Spiral Microreactor and Corning Advanced Flow Reactor. *Green Process Synth*, 7, 1-11.
- Taminggu, E. R., & Tahril, T. (2022). Identifikasi Senyawa Metabolit Sekunder pada Batang dan Daun Lamun (*Seagrass*) di Teluk Palu. *Media Eksakta*, 18(1), 6–11.
- Utari, Arilasita, R., Suharno, Widiyandari, H., & Purnama, B. (2022). Effect of Synthesis Temperature on Structural and Magnetic Properties in Hematite (Fe_2O_3) Nanoparticles Produced by Co-Precipitation Method. *Defect and Diffusion Forum*, 417, 219–225.
- Wahyuni, T., & Ab, S. (2014). Pemanfaatan Tanin Ekstrak Daun Jambu Biji terhadap Laju Korosi Besi dalam Larutan NaCl 3% (w/v). *KONVERSI*, 3(1), 45–52.

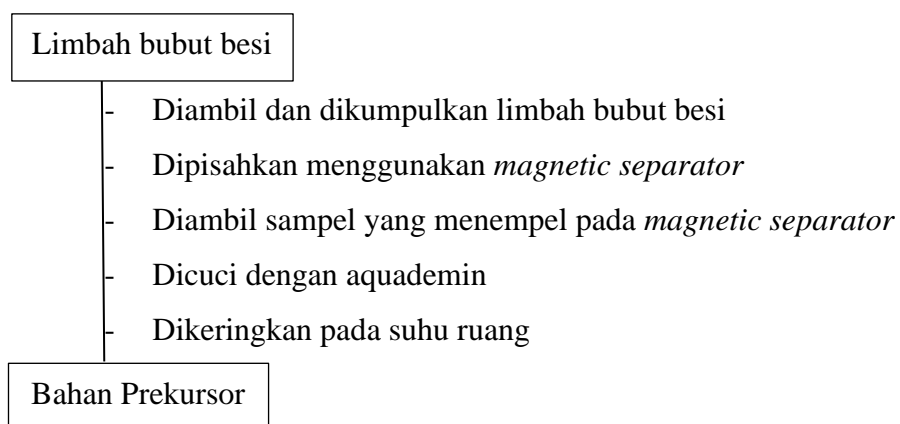
LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian

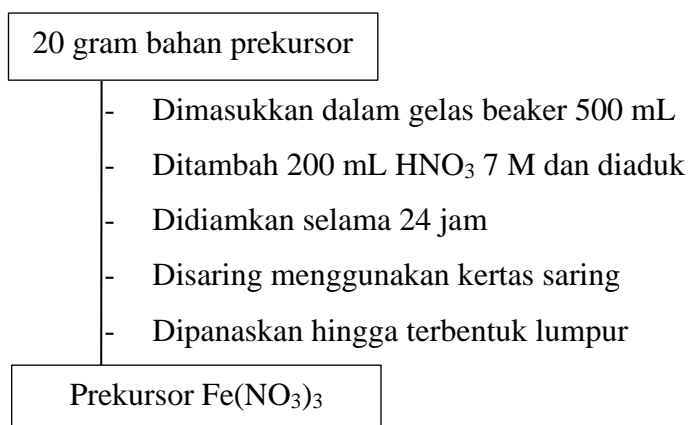


Lampiran 2 Diagram Alir

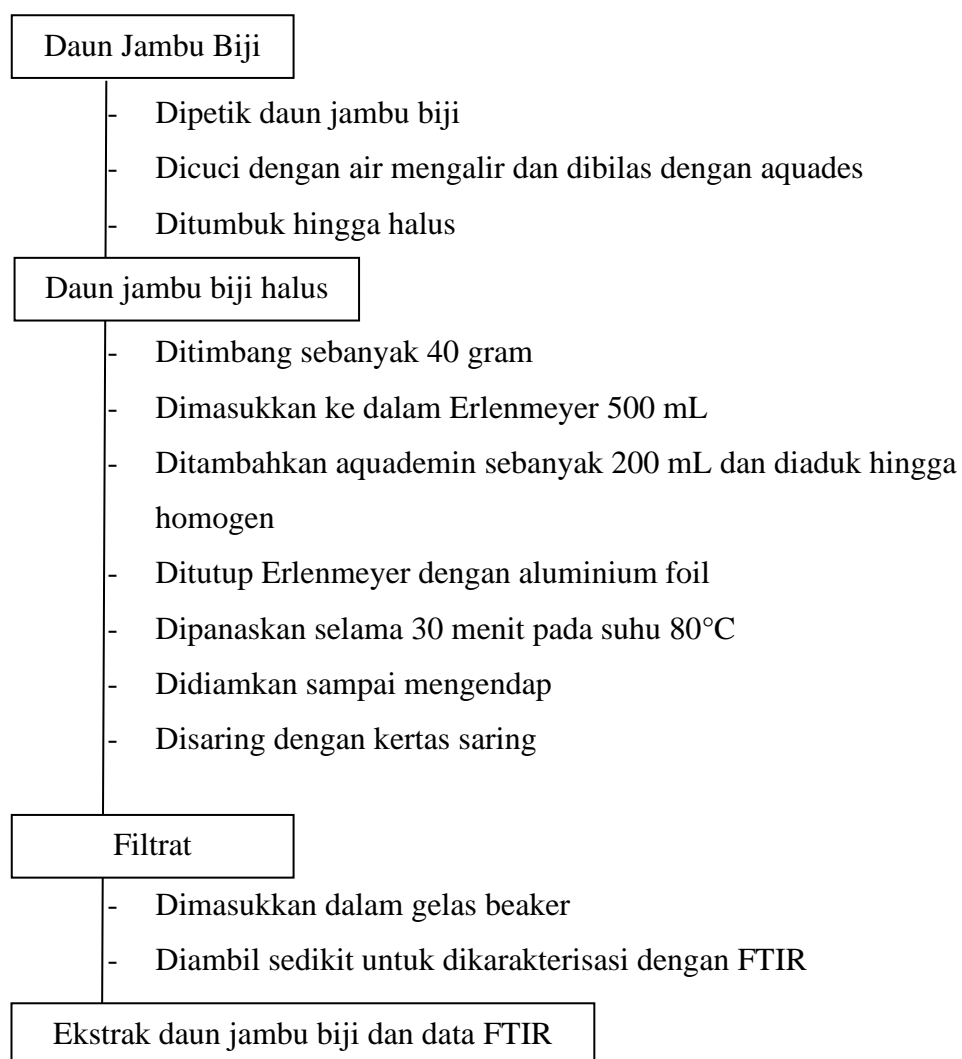
L.1.1 Preparasi Sampel



L.1.2 Pembuatan Prekursor Fe³⁺



L.1.3 Ekstraksi Daun Jambu Biji dengan Metode Infusa



L.1.4 Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃) dengan Variasi Suhu

Prekursor Fe(NO₃)₃

- Ditimbang sebanyak 15 gram
- Dilarutkan dalam 150 mL aquademin
- Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen
- Ditambah 30 mL ekstrak daun jambu biji sedikit demi sedikit sambil diaduk dan ditambah NaOH
- Dicek kembali pH
- Dipanaskan pada variasi suhu 50°C, 70°C, dan 90°C selama 1 jam
- Didiamkan pada suhu ruang hingga mengendap
- Didekantasi campuran
- Dicuci endapan dengan aquademin sampai pH netral
- Dicuci endapan dengan aseton
- Disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 4000 rpm
- Disaring menggunakan corong buchner

Serbuk

- Dihaluskan menggunakan mortar agate
- Dikalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam
- Dihaluskan kembali menggunakan mortar agate
- Dikarakterisasi dengan XRD, *Color Reader*, FTIR, dan SEM

Data Karakterisasi

Lampiran 3 Perhitungan

L.2.1 Larutan HNO₃ & M

$$\begin{aligned}
 \text{BJ HNO}_3 &= 1,4 \text{ gram/ml} \\
 \text{Mr} &= 63 \text{ gram/mol} \\
 \text{Molaritas} &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{v} \\
 &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{m/\rho} \\
 &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000 \rho}{m} \\
 &= \frac{\frac{65}{100} \times 1000 \times \rho}{\text{Mr}} \\
 &= \frac{65 \times 100 \times 1,4 \text{ gram/mL}}{63 \text{ gram/mol}} \\
 &= 14,444 \text{ M}
 \end{aligned}$$

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

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

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

L.2.2 Larutan NaOH 1 M dalam 100 mL

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

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

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

$$= 0,1 \text{ mol}$$

$$\text{Mol} = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$0,1 \text{ mol} = \frac{m}{40 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 4 \text{ gram}$$

Lampiran 4 Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor

24-feb-2023 10:05:09

Sample results

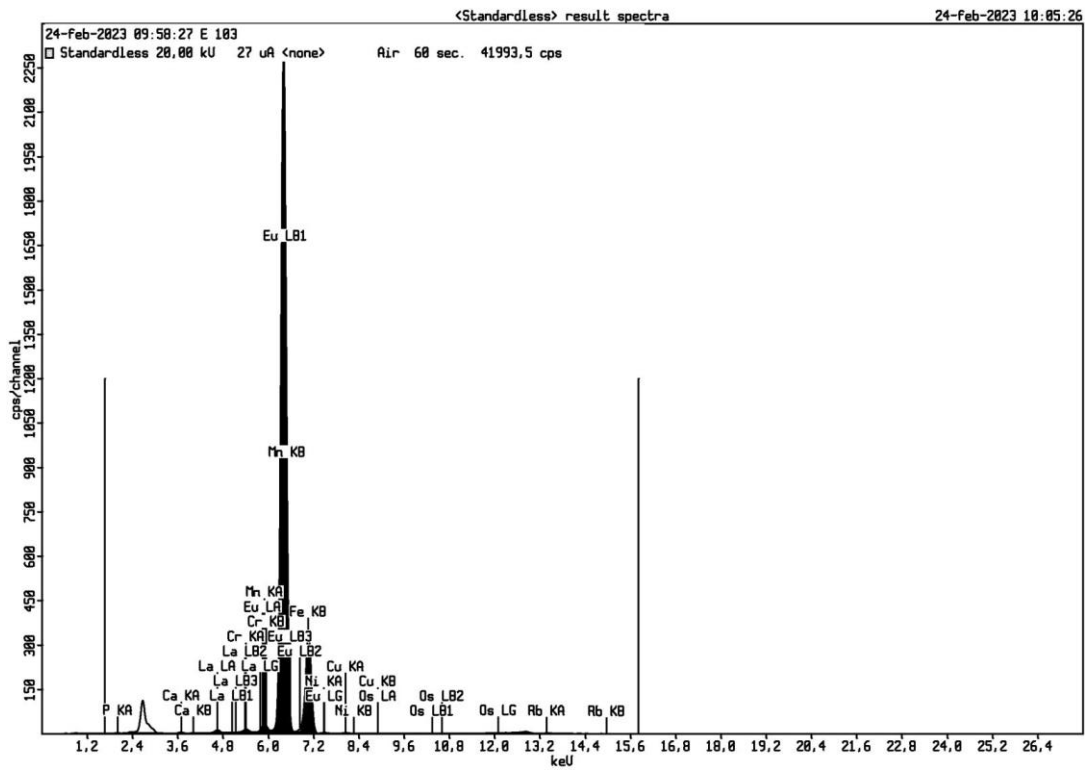
Page 1

Sample ident
E 103

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	24-feb-2023 09:58:27
Position	3

Compound	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Rb	La	Eu	Os
Conc	0,22	0,15	0,20	0,62	96,44	0,23	0,25	0,60	0,03	1,0	0,25
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Compound	P2O5	CaO	Cr2O3	MnO	Fe2O3	NiO	CuO	Rb2O	La2O3	Eu2O3	OsO4
Conc	0,39	0,16	0,22	0,53	96,49	0,23	0,21	0,44	0,03	1,1	0,23
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%



Lampiran 5 Hasil Karakterisasi XRD

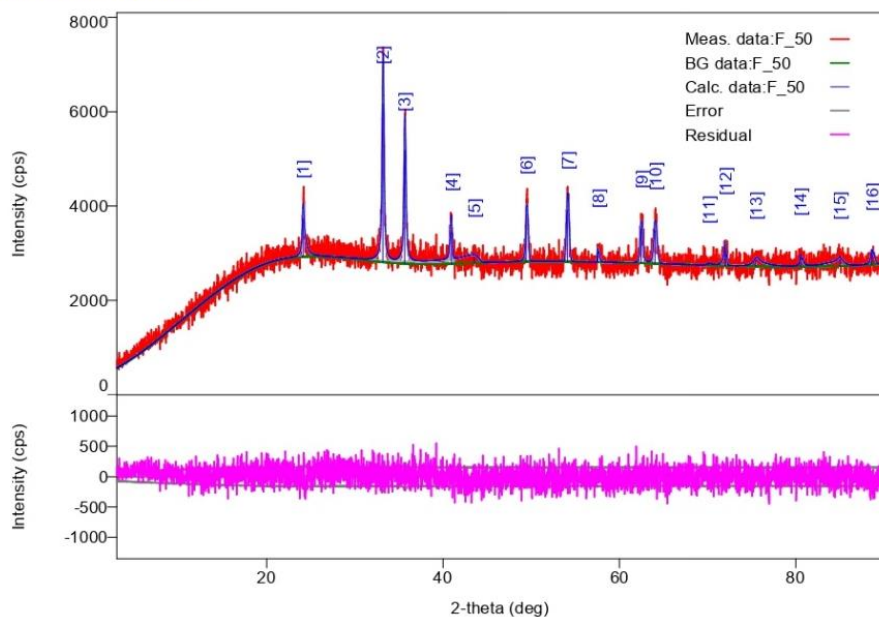
L.5.1 Hasil Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Variasi Suhu 50°C

Peak List

General information

Analysis date	2023/05/03 15:54:40	Measurement date	2023/05/03 15:06:30
Sample name		Operator	administrator
File name	F_50.ras		
Comment			

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.14(4)	3.684(6)	800(82)	0.28(5)	397(24)	0.50(8)	0.6(5)
2	33.199(13)	2.6964(10)	3352(167)	0.196(16)	1052(23)	0.31(2)	1.2(4)
3	35.674(18)	2.5148(12)	2388(141)	0.210(19)	766(25)	0.32(3)	1.1(4)
4	40.97(3)	2.2013(18)	683(75)	0.24(4)	211(25)	0.31(7)	3(2)
5	43.54(12)	2.077(6)	121(32)	3.2(7)	755(95)	6(2)	5(4)
6	49.458(9)	1.8414(3)	994(91)	0.25(3)	305(23)	0.31(5)	0.5(3)
7	54.13(3)	1.6929(9)	1097(96)	0.32(2)	382(27)	0.35(5)	1.2(4)
8	57.57(5)	1.5996(14)	305(50)	0.14(6)	57(18)	0.19(9)	0.9(19)
9	62.49(5)	1.4850(10)	736(78)	0.30(5)	276(29)	0.38(8)	1.1(8)
10	64.03(6)	1.4530(12)	697(76)	0.39(5)	321(32)	0.46(10)	0.9(5)
11	70.1(13)	1.34(2)	27(15)	1(4)	19(42)	1(2)	1(24)
12	72.028(12)	1.31007(18)	445(61)	0.17(8)	135(21)	0.30(9)	5(10)
13	75.49(10)	1.2583(13)	137(34)	0.9(5)	235(44)	1.7(7)	0.5(11)
14	80.56(7)	1.1915(9)	226(43)	0.16(14)	73(21)	0.32(15)	0.7(16)
15	85.03(10)	1.1399(11)	134(33)	1.0(5)	276(49)	2.1(9)	3(5)
16	88.6648	1.10228	285.283	0.324933	133.514	0.468005	0.867789

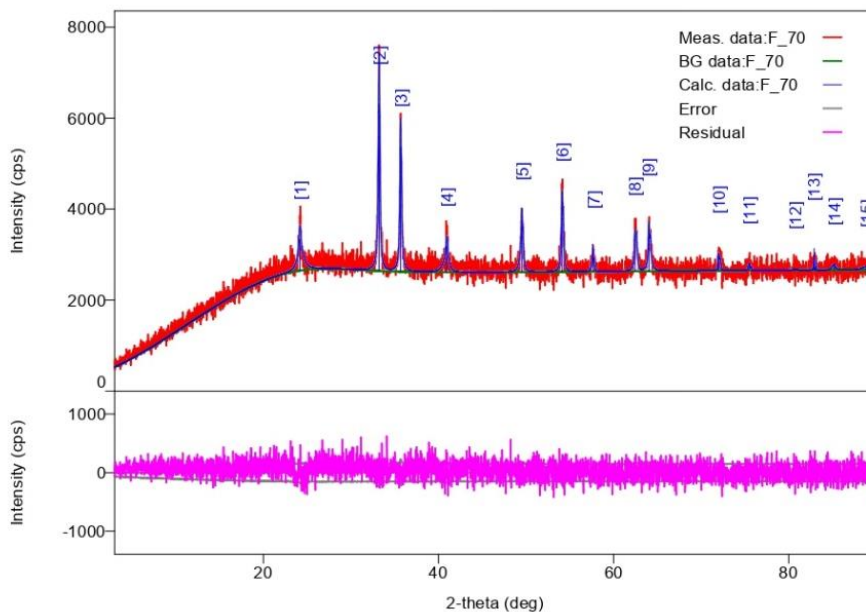
L.5.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Variasi Suhu 70°C

Peak List

General information

Analysis date	2023/05/03 15:56:41	Measurement date	2023/05/03 15:16:45
Sample name		Operator	administrator
File name	F_70.ras		
Comment			

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.18(4)	3.678(6)	679(75)	0.39(6)	513(29)	0.76(13)	0.9(5)
2	33.214(10)	2.6952(8)	3661(175)	0.175(15)	1032(22)	0.282(19)	1.4(4)
3	35.677(10)	2.5146(7)	2737(151)	0.16(2)	766(20)	0.28(2)	1.0(3)
4	40.95(5)	2.202(3)	567(69)	0.33(10)	362(27)	0.64(12)	1.5(13)
5	49.537(19)	1.8386(7)	1131(97)	0.20(4)	400(21)	0.35(5)	1.6(9)
6	54.127(16)	1.6930(5)	1551(114)	0.19(2)	444(21)	0.29(3)	1.0(4)
7	57.660(19)	1.5974(5)	496(64)	0.10(4)	104(16)	0.21(6)	1.8(15)
8	62.47(3)	1.4856(7)	789(81)	0.25(4)	282(25)	0.36(7)	0.5(4)
9	64.047(14)	1.4527(3)	966(90)	0.17(3)	322(22)	0.33(5)	1.1(4)
10	71.983(19)	1.3108(3)	378(56)	0.19(5)	86(20)	0.23(9)	0.5(7)
11	75.54(4)	1.2576(6)	144(35)	0.21(10)	32(20)	0.2(2)	3(8)
12	80.77(19)	1.189(2)	18(12)	0.5(5)	10(21)	0.5(16)	2(35)
13	82.916(4)	1.16347(4)	468(62)	0.03(4)	26(9)	0.06(3)	5(56)
14	85.22(8)	1.1378(8)	95(28)	0.4(3)	42(30)	0.4(4)	4(13)
15	88.9(2)	1.100(2)	48(20)	0.8(6)	42(41)	0.9(12)	3(18)

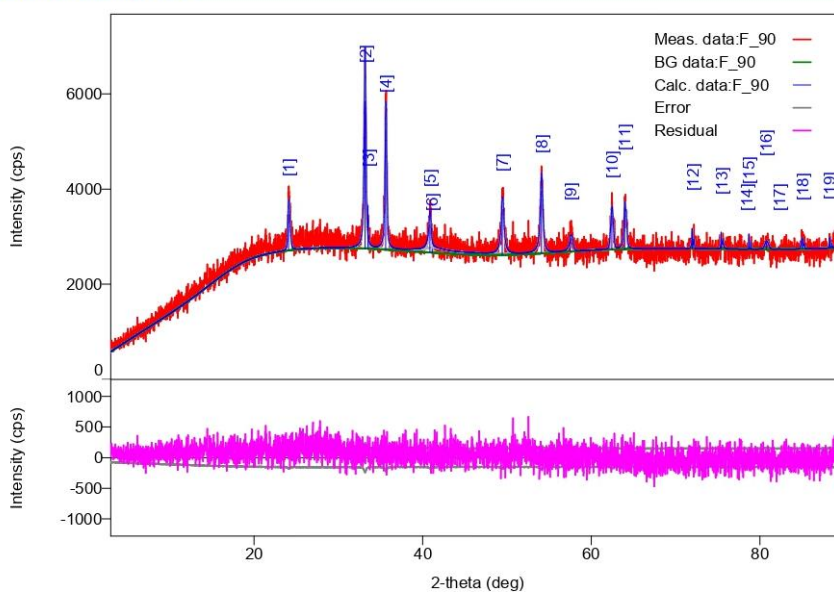
L.5.3 Hasil Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Variasi Suhu 90°C

Peak List

General information

Analysis date	2023/05/03 16:00:10	Measurement date	2023/05/03 15:27:00
Sample name		Operator	administrator
File name	F_90.ras		
Comment			

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.103(8)	3.6893(13)	752(79)	0.27(3)	263(27)	0.35(7)	0.5(3)
2	33.18(2)	2.6975(18)	3094(161)	0.22(3)	972(77)	0.31(4)	1.7(6)
3	33.548(3)	2.6691(3)	914(87)	0.01(3)	13(8)	0.015(10)	1.7(6)
4	35.622(12)	2.5183(8)	2500(144)	0.186(17)	711(22)	0.28(3)	0.7(2)
5	40.87(7)	2.206(4)	566(69)	0.28(7)	248(39)	0.44(12)	1.2(14)
6	41.1(19)	2.19(9)	73(25)	3.9(17)	605(144)	8(5)	0.5(5)
7	49.446(11)	1.8418(4)	958(89)	0.28(5)	471(26)	0.49(7)	0.7(3)
8	54.11(3)	1.6937(7)	1302(104)	0.28(4)	573(24)	0.44(5)	1.4(7)
9	57.54(4)	1.6004(10)	267(47)	0.36(11)	134(26)	0.50(19)	0.5(6)
10	62.47(4)	1.4855(9)	698(76)	0.31(4)	249(26)	0.36(8)	1.7(10)
11	63.972(10)	1.4542(2)	867(85)	0.23(3)	301(22)	0.35(6)	0.5(3)
12	71.99(4)	1.3106(6)	410(58)	0.11(4)	59(16)	0.14(6)	1.0(14)
13	75.416(12)	1.25940(17)	344(54)	0.07(5)	52(13)	0.15(6)	0.5(19)
14	78.4633	1.21794	0.000000(3)	31.8615	0(186)	0.000000	2.15858
15	78.726(9)	1.21454(12)	314(51)	0.05(2)	17(11)	0.05(4)	3(15)
16	80.77(6)	1.1888(8)	140(34)	0.4(2)	66(32)	0.5(3)	1(3)
17	82(2)	1.17(2)	3(5)	1(9)	3(43)	1(15)	3(99)
18	85.05(7)	1.1396(7)	221(43)	0.20(7)	46(15)	0.21(11)	4(9)
19	88.27(3)	1.1061(3)	227(44)	0.05(6)	20(12)	0.09(7)	1(2)

Lampiran 6 Data Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis

Ukuran kristal diukur menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Berikut merupakan hasil perhitungan ukuran kristal senyawa hasil sintesis.

L.6.1 Suhu Sintesis 50°C

$$\lambda (K\alpha) = 1,5406$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,196 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,196}{180} \times 3,14 = 0,00342$$

$$2\theta = 33,199 \rightarrow \theta = 16,5995$$

$$\cos \theta = 0,9583$$

Sehingga ukuran kristal hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,89 \times 1,5406}{0,00342 \times 0,9583} = 418,459 \text{ \AA} = 41,846 \text{ nm}$$

L.6.2 Suhu Sintesis 70°C

$$\lambda (K\alpha) = 1,5406$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,175 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,175}{180} \times 3,14 = 0,00305$$

$$2\theta = 33,214 \rightarrow \theta = 16,607$$

$$\cos \theta = 0,9583$$

Sehingga ukuran kristal hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,89 \times 1,5406}{0,00305 \times 0,9583} = 468,693 \text{ \AA} = 46,869 \text{ nm}$$

L.6.2 Suhu Sintesis 90°C

$$\lambda (K\alpha) = 1,5406$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,22 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,22}{180} \times 3,14 = 0,00383$$

$$2\theta = 33,18 \rightarrow \theta = 16,59$$

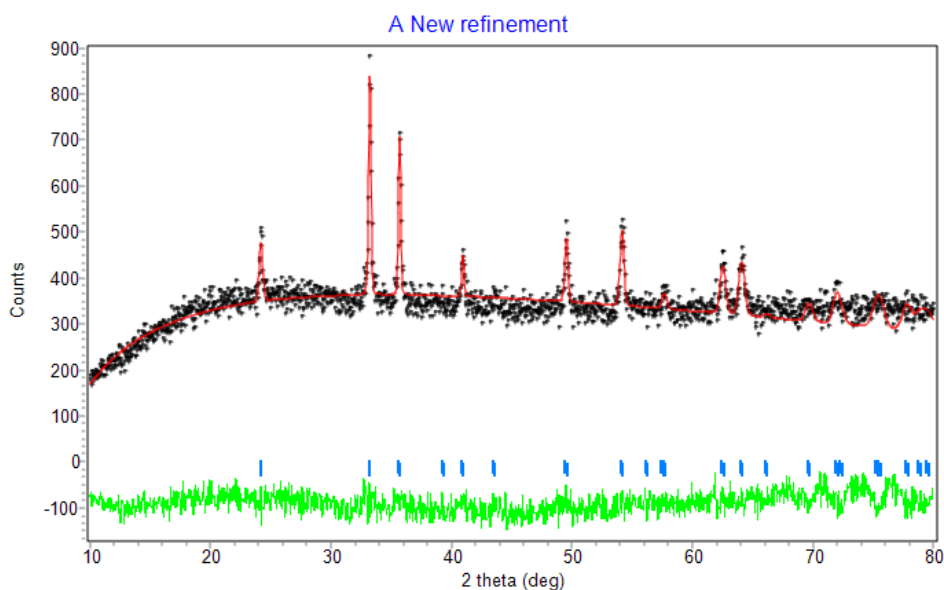
$$\cos \theta = 0,9583$$

Sehingga ukuran kristal hematit adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,89 \times 1,5406}{0,00383 \times 0,9583} = 372,791 \text{ \AA} = 37,279 \text{ nm}$$

Lampiran 7 Hasil Refinement dengan Metode Le Bail

L.7.1 Sampel Suhu Sintesis 50°C



```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
Phase: 1
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 5.034118 -0.003452 0.004745
                   = 5.034118 -0.003452 0.004745
                   = 13.748087 -0.009219 0.013195
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 120.000008 0.000000 0.000016
RECIPROCAL CELL    = 0.229 0.229 0.073 90.000 90.000 60.000
CELL VOLUME        = 301.730774 0.495628
SCALE * VOLUME     = 3.017308 0.004956
MOLECULAR WEIGHT   = 0.000
DENSITY            = 0.000

```

```

NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*ls/R = 0.000000

```

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
Histogram: 1
+-----+
SCALE FACTOR       = 1.0000    0.00000    0.00000
ZEROPOINT          = 0.00929  -0.05291  0.06754

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 586.963    0.946220E-01  3.23626
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -3.24378   -0.261053E-02  0.572049E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = -3849.99   -0.770708      34.7429
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000    0.00000    0.00000
ABSORPTION R       = 0.00000    0.00000    0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = -0.00459  -0.05581    0.06958

```



```

                                0.00000  0.00000  0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U      =      3.704076      0.189355      0.527486
                          V      =     -2.692519     -0.170576      0.418274
                          W      =      0.529151      0.039466      0.084863
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING =      0.000100      0.000000      0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 =      0.200000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =      0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =      0.000000  0.000000  0.000000
EXTINCTION PARAMETER      =      0.000000  0.000000  0.000000

```

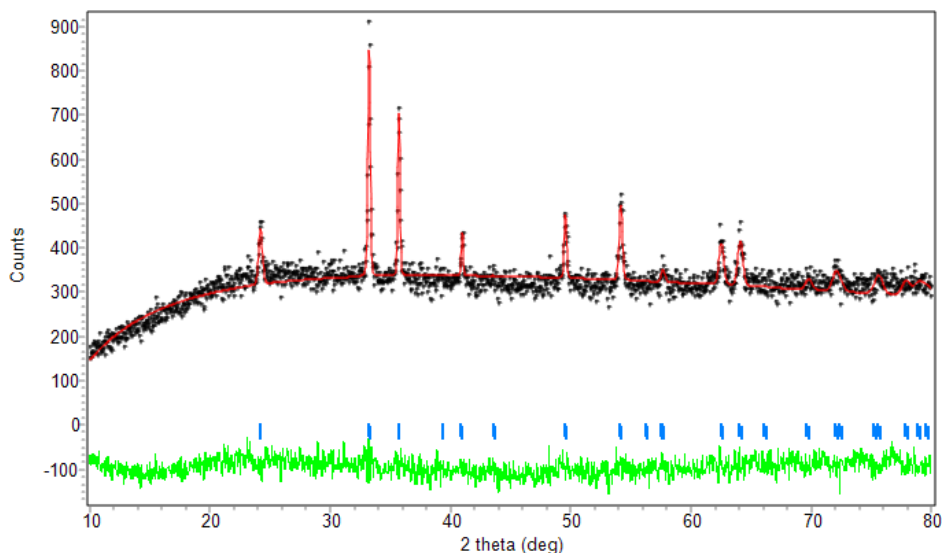
```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b)|Rwp(-b)| Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  |5.00| 5.89 | 14.62 |  6.24 | 9.20 |*****|      1.371 | 1740 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2974E+05| 0.5952E+06| 0.5942E+06| 0.2058E+06| 0.4104E+00| 0.6949E+15 |
+-----+

```

L.7.2 Sampel Suhu Sintesis 70°C

A New refinement



```

+-----+
|                               Phase:  1                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000  0.000000  0.000000
CELL PARAMETERS      =  5.031157 -0.001156  0.005568
                    =  5.031157 -0.001156  0.005568
                    = 13.741632 -0.003110  0.015255
                    = 90.000008  0.000000  0.000000
                    = 90.000008  0.000000  0.000000
                    = 120.000008 0.000000  0.000022
RECIPROCAL CELL     =  0.230  0.230  0.073  90.000  90.000  60.000
CELL VOLUME         = 301.234528  0.578009
SCALE * VOLUME      =  3.012345  0.005780
MOLECULAR WEIGHT    =  0.000
DENSITY             =  0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)

```

MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
 ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
 Then:
 INC*MASS*ls/R = 0.000000

```

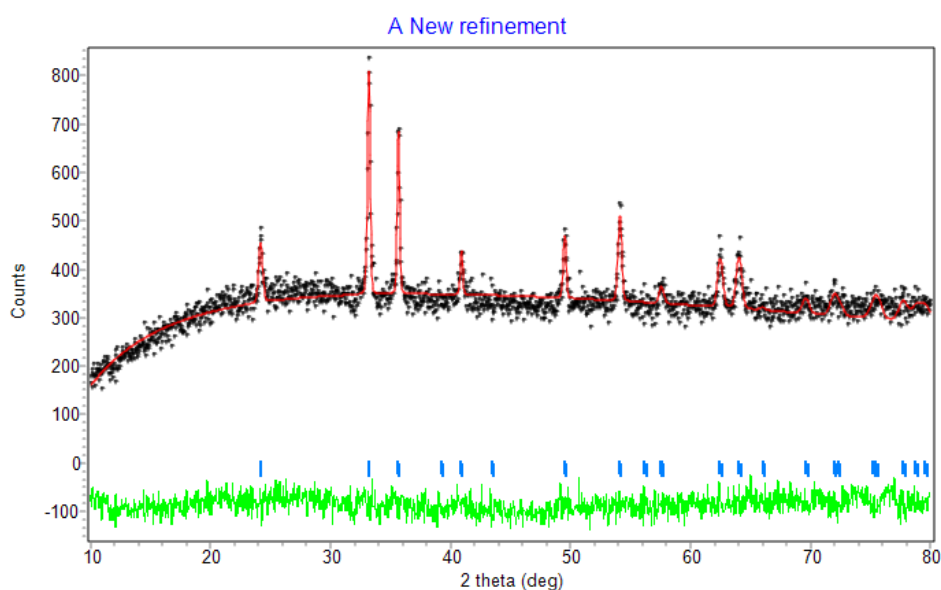
+-----+
|               Histogram: 1               |
+-----+
SCALE FACTOR          = 1.0000      0.00000  0.00000
ZEROPOINT             = 0.00430  -0.01703  0.07875

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 517.612      0.168026E-01  3.28460
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -2.32558     -0.445059E-03  0.580537E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = -3477.24     -0.139386      35.2630
PREFERRED ORIENTATION   = 1.00000  0.00000  0.00000
ABSORPTION R           = 0.00000  0.00000  0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS   = 0.00255  -0.01764  0.08109
                       = 0.00000  0.00000  0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 3.502724      0.020848      0.491671
                       V = -2.757770     -0.018047      0.378371
                       W = 0.561464      0.004097      0.071631
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.200000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000  0.000000  0.000000
EXTINCTION PARAMETER   = 0.000000  0.000000  0.000000

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 4.72 | 6.53 | 13.09 | 7.38 | 10.04 | ***** | 1.376 | 1740 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2640E+05 | 0.5596E+06 | 0.5597E+06 | 0.1724E+06 | 0.4229E+00 | 0.7746E+15 |
+-----+

```

L.7.3 Sampel Suhu Sintesis 90°C



```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 5.035873 0.001353 0.005696
                  5.035873 0.001353 0.005696
                  13.750513 0.003647 0.015694
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  120.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.229 0.229 0.073 90.000 90.000 60.000
CELL VOLUME = 301.994507 0.593417
SCALE * VOLUME = 3.019945 0.005934
MOLECULAR WEIGHT = 0.000
DENSITY = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*ls/R = 0.000000

+-----+
|           Histogram: 1           |
+-----+
SCALE FACTOR = 1.0000    0.00000    0.00000
ZEROPOINT = -0.01297    0.01993    0.07988

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 543.008    0.235251E-01    3.20949
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -2.62529    -0.661757E-03    0.567277E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = -3573.80    -0.193673    34.4560
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000    0.00000    0.00000
ABSORPTION R = 0.00000    0.00000    0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = -0.00490    0.02160    0.08533
                   0.00000    0.00000    0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 3.814595    0.036490    0.554511
                   V = -2.944767    -0.033232    0.432321
                   W = 0.605839    0.007629    0.082940
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.200000    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000    0.000000    0.000000
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000    0.000000    0.000000

+-----+
|Hist| Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b)| Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 4.50 | 6.11 | 11.98 | 6.56 | 9.62 |*****| 1.542 |1740 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2599E+05| 0.5781E+06| 0.5780E+06| 0.1882E+06| 0.4037E+00| 0.5218E+15 |
+-----+

```

Lampiran 8 Hasil Karakterisasi *Color Reader* dan Perhitungan C* dan H°

Hasil karakterisasi *color reader* diperoleh nilai L*, a*, dan b* seperti yang ditampilkan pada tabel L.8. Perhitungan nilai C* dan H° menggunakan persamaan 3.2 dan 3.3. Hasil perhitungan C* dan H° pada hasil sintesis dengan suhu 50°C adalah:

$$\begin{aligned} C^* &= [(10,67)^2 + (17,51)^2]^{1/2} \\ &= [420,26]^{1/2} \\ &= 20,5 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H^* &= \tan^{-1} \left(\frac{17,51}{10,67} \right) \\ &= 58,62 \end{aligned}$$

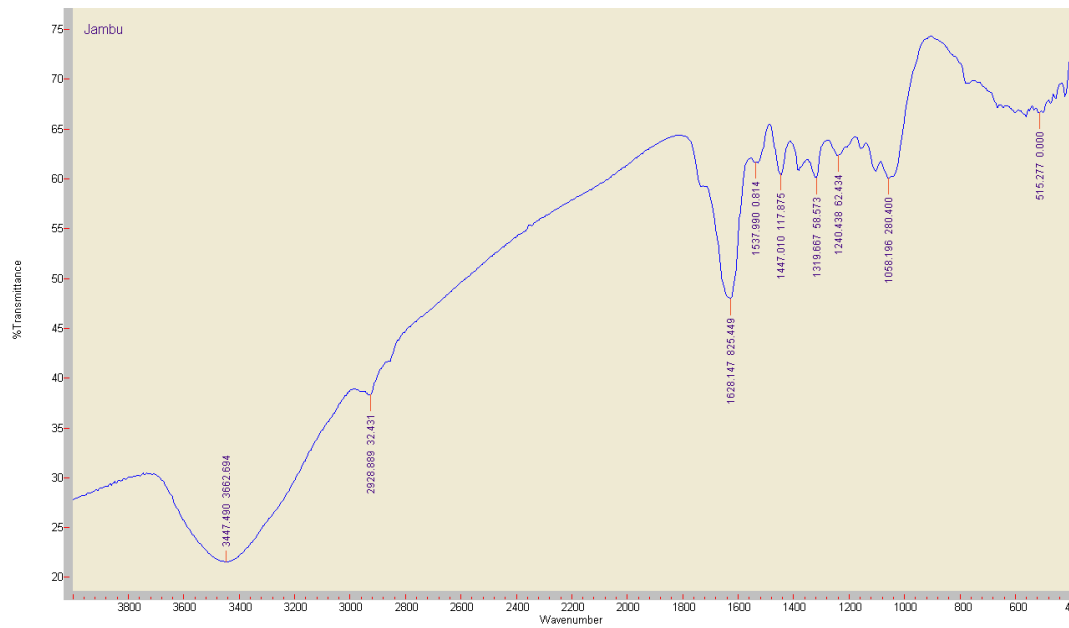
Perhitungan variasi lain dilakukan dengan cara yang sama sehingga diperoleh hasil perhitungan pada tabel L.8.

Tabel L.8 Data hasil *color reader*

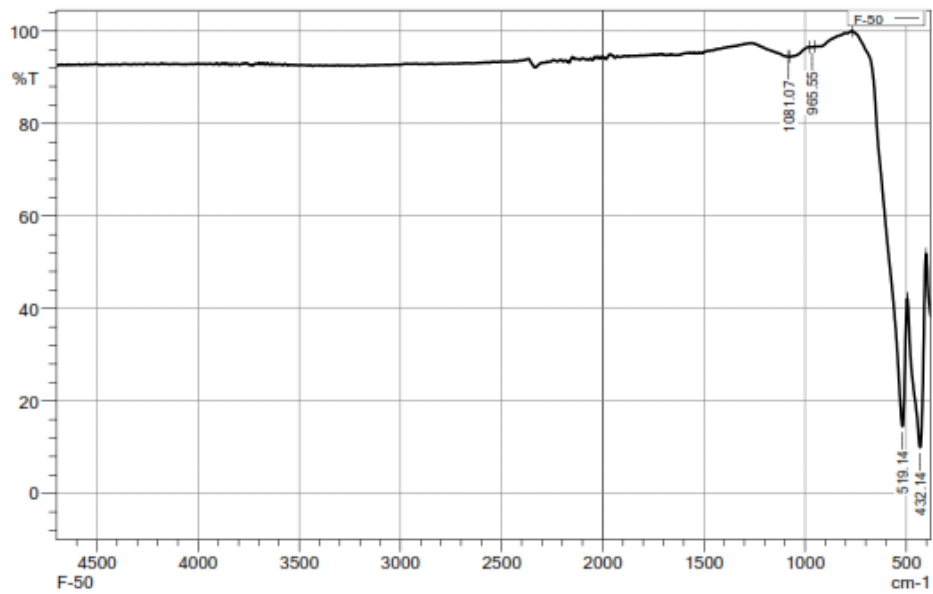
Suhu sintesis	a*	b*	L*	C*	H°
Suhu 50°C	10.67	17.51	41.86	20.5	58.62
Suhu 70°C	14.17	20.75	41.96	25.13	55.64
Suhu 90°C	14.12	23.59	39.22	27.49	59.14

Lampiran 9 Hasil Karakterisasi FTIR

L.9.1 Hasil karakterisasi FTIR Ekstrak Daun Jambu Biji

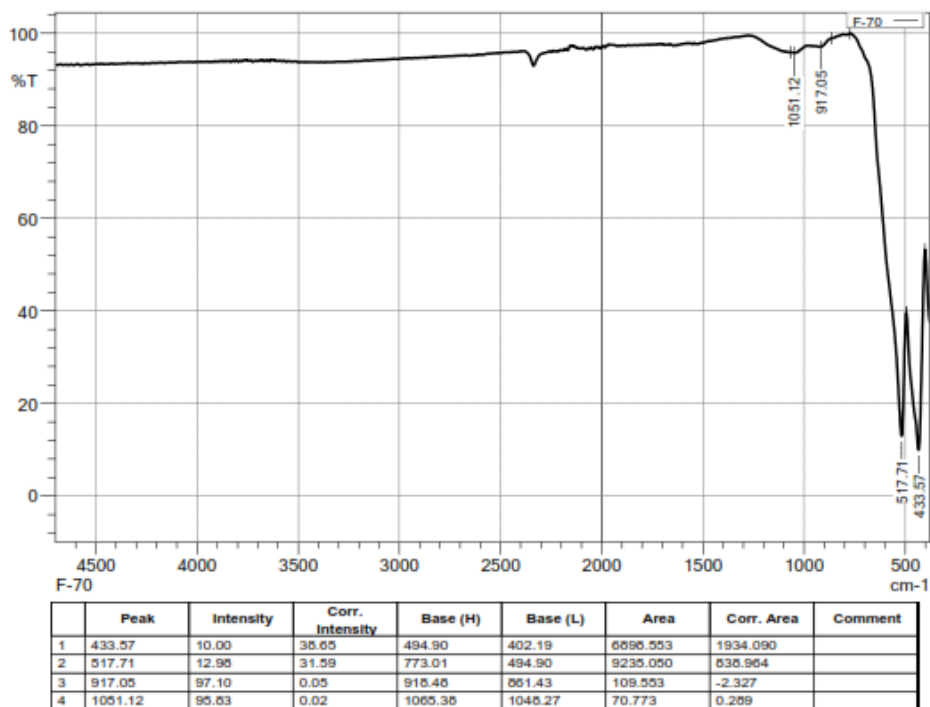


L.9.2 Hasil Karakterisasi FTIR Senyawa Hasil Sintesis pada suhu 50°C

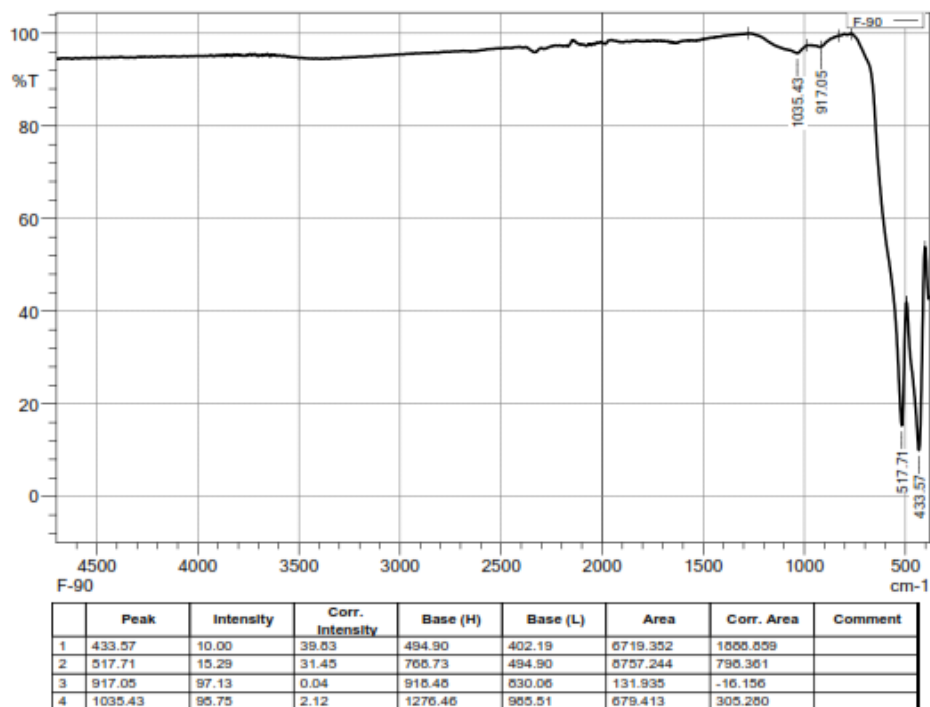


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	432.14	10.00	35.72	494.90	402.19	6930.885	2016.085	
2	519.14	14.51	32.76	766.73	494.90	6657.026	939.040	
3	965.55	96.55	0.06	975.53	951.28	82.666	0.716	
4	1081.07	94.48	0.04	1086.77	1076.79	54.907	0.179	

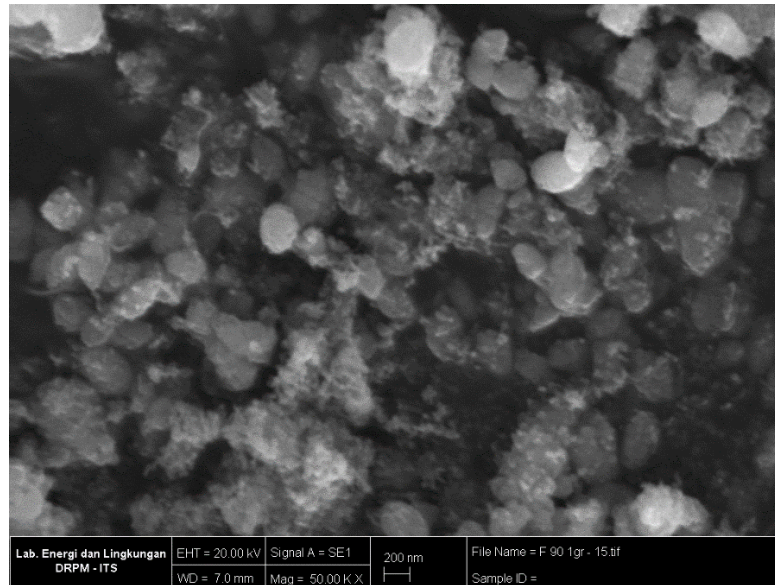
L.9.3 Hasil Karakterisasi FTIR Senyawa Hasil Sintesis pada suhu 70°C



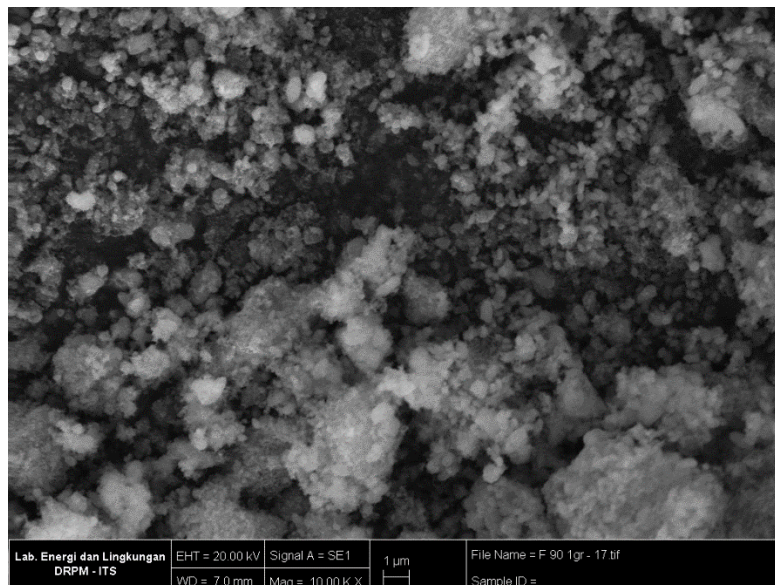
L.9.4 Hasil Karakterisasi FTIR Senyawa Hasil Sintesis pada suhu 90°C



Lampiran 10 Hasil Karakterisasi SEM



Gambar L.10.1 Mikrograf SEM hematit perbesaran 50.000x



Gambar L.10.2 Mikrograf SEM hematit perbesaran 10.000x

Lampiran 11 Dokumentasi Penelitian

L.11.1 Preparasi Sampel dan Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})



Limbah bubuk besi



Limbah bubuk besi setelah preparasi



Destruksi limbah bubuk besi dengan HNO_3 7 M



Penyaringan hasil destruksi



Pemanasan prekursor



Prekursor yang telah kering

L.11.2 Ekstraksi Daun Jambu Biji



Daun jambu setelah ditumbuk



Ekstraksi daun jambu biji



Ekstrak daun jambu biji

L.11.3 Sintesis Hematit dengan Variasi Suhu



Penambahan aquademineral pada prekursor



Penambahan ekstrak daun jambu biji pada larutan prekursor



Campuran larutan prekursor
dan ekstrak daun jambu biji



Pemanasan dengan variasi
suhu



Kalsinasi menggunakan
tanur



Hasil sintesis