

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN  
VARIASI WAKTU SINTESIS MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN  
PEPAYA**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
DANIFATUZ ZAKIYAH  
NIM. 18630103**



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

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN  
VARIASI WAKTU SINTESIS MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN  
PEPAYA**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
DANIFATUZ ZAKIYAH  
NIM. 18630103**

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

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

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN  
VARIASI WAKTU SINTESIS MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN  
PEPAYA**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
DANIFATUZ ZAKIYAH  
NIM. 18630103**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 26 Juni 2023**

**Pembimbing I**



**Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.  
NIP. 19831226 20190201 2 008**

**Pembimbing II**



**Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.  
NIDT. 19900906 20180201 2 239**

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi Kimia**



**Rachmawati Ningsih, M.Si.  
NIP. 19810811 200801 2 010**

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN  
VARIASI WAKTU SINTESIS MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN  
PEPAYA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**DANIFATUZ ZAKIYAH**  
NIM. 18630103

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana (S.Si)  
Tanggal: 26 Juni 2023

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

(.....)

**Anggota Penguji I : Rif'atul Mahmudah, M.Si**  
NIDT. 19830125 20160801 2 068

(.....)

**Anggota Penguji II : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si**  
NIP. 19831226 20190201 2 008

(.....)

**Anggota Penguji III : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc**  
NIDT. 19900906 20180201 2 239

(.....)

Mengetahui,  
Ketua Program Studi Kimia

  
**Rachmawati Yingsih, M.Si.**  
NIP. 19810811 200801 2 010

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Danifatuz Zakiyah

NIM : 18630103

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis Pigmen Hematit dari Limbah Bubut Besi dengan  
Variasi Waktu Sintesis Menggunakan Ekstrak Daun Pepaya

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

Malang, 09 Juni 2023  
Yang membuat pernyataan,



Danifatuz Zakiyah  
NIM. 18630103

## HALAMAN PERSEMBAHAN

*Alhamdulillah* rabbil'alamin, puji syukur kehadiran Allah Swt. yang telah melimpahkan rahmat, taufik, hidayah dan inayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Selawat dan salam selalu saya tujukan kepada Nabi Muhammad saw. yang menjadi panutan bagi seluruh umat Islam. Dengan ini penulis mempersembahkan tugas akhir ini kepada:

Kedua orang tua saya, Bapak Zainal Alim dan Ibu Sulalatul Fitriyah yang selalu mendo'akan dan mendampingi saya, memberikan dukungan serta nasihat sehingga saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Begitu juga adik saya, Iftinania Salsabila yang telah menjadi motivasi saya untuk melakukan yang terbaik.

Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen pembimbing yang dengan sabar dan tulus membimbing saya dalam proses penyusunan skripsi ini, juga memberikan dukungan serta nasehat kepada saya agar menjadi pribadi yang lebih baik lagi. Terima kasih kepada Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku pembimbing agama saya, Ibu Himmatul Barroroh, M.Si selaku penguji saya dan Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku penguji serta dosen wali saya yang senantiasa meluangkan waktu untuk membimbing dan memberikan masukan kepada saya. Terima kasih juga kepada seluruh dosen, laboran dan staf Program Studi Kimia yang telah mendukung keberhasilan penelitian ini.

Kepada sahabat-sahabat saya Wanda, Ayu dan Noen yang selalu memberikan dukungan dan menjadi tempat berkeluh kesah. Terima kasih juga kepada teman seperjuang *iron oxide*, Trisna, Zaed dan Nidayanti yang telah mendukung serta membantu saya selama penelitian. Tak lupa teruntuk teman-teman kelas C 2018 dan Krypton Angkatan 2018 terima kasih atas bantuan, dukungan dan motivasi selama masa perkuliahan ini. Semoga segala urusan kita diperlancar oleh Allah Swt.

## **MOTTO**

*"No-you are not failing at life. You are not falling behind because you are moving at a different pace than those around you. You are not odd, or delusional, if your dreams do not look like the ones society told you to have when you were younger. You are making your life your own. You are growing into your future. Never be ashamed of that"*

## KATA PENGANTAR



Puji syukur kehadiran Allah Swt. yang telah melimpahkan rahmat, taufiq, hidayah dan inayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul **“Sintesis Pigmen Hematit dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sintesis Menggunakan Ekstrak Daun Pepaya”**. Selawat dan salam semoga selalu dilimpahkan oleh Allah kepada Nabi Muhammad saw. yang menjadi panutan bagi seluruh umat Islam. Selama menyusun skripsi tidak lepas dari bimbingan dan dukungan dari berbagai pihak sehingga skripsi ini dapat selesai dengan baik dan tepat waktu. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA., selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si., selaku ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat selama proses penyusunan skripsi ini.



5. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc., selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat selama proses penyusunan skripsi ini.
6. Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si., selaku dosen wali yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat selama selama proses perkuliahan.
7. Seluruh dosen Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu, pengalaman serta wawasan sebagai pedoman dan bekal hidup penulis.
8. Kedua orang tua dan adik penulis yang selalu mendoakan serta memberikan semangat selama mengerjakan skripsi ini.
9. Teman-teman Program Studi Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Angkatan 2018 yang telah memberikan motivasi dan dukungan selama proses penyusunan proposal penelitian sampai dengan skripsi.
10. Kepada seluruh pihak yang turut memberikan bantuan, dukungan dan bimbingan yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan. Dengan penuh rasa syukur kehadiran Allah Swt. semoga skripsi ini dapat bermanfaat khususnya bagi penulis dan pembaca.

Malang, 30 Mei 2023



Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR PERSAMAAN</b> .....	<b>xiv</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xvi</b>
<b>المستخلص</b> .....	<b>xvii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	5
1.4 Batasan Masalah .....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>6</b>
2.1 Limbah Besi Sebagai Prekursor Besi Oksida .....	6
2.2 Besi Oksida Hematit Sebagai Material Pigmen .....	7
2.3 Sintesis Pigmen Hematit dengan Metode Presipitasi .....	9
2.4 Pengaruh Variasi Waktu Sintesis pada Hematit.....	11
2.5 Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> Sebagai Prekursor Sintesis Hematit.....	12
2.6 Peran Ekstrak Daun Pepaya Sebagai Reduktor .....	13
2.7 Pemanfaatan Besi Oksida Hematit Berdasarkan Perspektif Islam.....	18
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>20</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	20
3.2 Alat dan Bahan.....	20
3.2.1 Alat.....	20
3.2.2 Bahan .....	20
3.3 Rancangan Penelitian .....	21
3.4 Tahapan Penelitian .....	21
3.5 Prosedur Penelitian.....	21
3.5.1 Preparasi Sampel .....	21
3.5.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe <sup>3+</sup> ) .....	21
3.5.3 Ekstraksi Daun Pepaya dengan Metode Infusa .....	22
3.5.4 Identifikasi Kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Pepaya.....	22

3.5.5 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) dengan Variasi Waktu Sintesis.....	23
3.5.6 Karakterisasi Hasil Penelitian.....	23
3.5.5.1 XRD .....	23
3.5.5.2 FTIR .....	24
3.5.5.3 <i>Color Reader</i> .....	24
3.5.5.4 SEM.....	25
3.6 Analisis Data .....	25
3.6.1 Analisis Hasil XRD.....	25
3.6.2 Analisis Hasil FTIR .....	26
3.6.3 Analisis Hasil <i>Color Reader</i> .....	26
3.6.4 Analisis Hasil SEM.....	27
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>28</b>
4.1 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe <sup>3+</sup> ) .....	28
4.2 Ekstraksi Daun Pepaya dengan Metode Infusa .....	29
4.3 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) dengan Variasi Waktu Sintesis .....	31
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD .....	33
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR.....	36
4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i> .....	40
4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM .....	41
4.8 Kajian Penelitian Berdasarkan Perspektif Islam .....	43
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>47</b>
5.1 Kesimpulan.....	47
5.2 Saran.....	47
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>48</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>56</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Fasa besi oksida .....	7
Tabel 2.2 Data kristalografi hematit.....	8
Tabel 4.1 Hasil <i>refinement</i> hematit hasil sintesis dengan standar hematit.....	35
Tabel 4.2 Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis .....	36
Tabel 4.3 Interpretasi hasil spektra FTIR pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan ekstrak daun pepaya.....	37
Tabel 4.4 Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis variasi waktu 90 menit.....	39
Tabel 4.5 Hasil uji warna pigmen hematit.....	41

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal pada hematit.....	8
Gambar 2.2	Data XRD dari nanopartikel $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	10
Gambar 2.3	Hasil FESEM dari nanopartikel $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	11
Gambar 2.4	Variasi ukuran kristal sebagai fungsi waktu reaksi untuk konsentrasi 3, 5 dan 7 M.....	12
Gambar 2.5	Pola XRD dari nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> pada suhu ruang.....	12
Gambar 2.6	Struktur kimia senyawa tanin: (a) tanin terhidrolisis dan (b) tanin terkondensasi .....	15
Gambar 2.7	Kompleksasi dan reduksi untuk mekanisme pembentukan nanopartikel $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> oleh gugus galoil pada tanin.....	17
Gambar 4.1	Uji kualitatif prekursor ferri dengan NaOH.....	29
Gambar 4.2	Ekstrak daun pepaya: (a) sebelum ditambahkan FeCl <sub>3</sub> dan (b) sesudah ditambahkan FeCl <sub>3</sub> .....	30
Gambar 4.3	Reaksi antara tanin dengan FeCl <sub>3</sub> .....	30
Gambar 4.4	Ilustrasi proses pembentukan nanopartikel besi menggunakan ekstrak tumbuhan .....	32
Gambar 4.5	Hasil sintesis pigmen hematit dengan variasi waktu sintesis 60, 90 dan 120 menit: (a) sebelum dikalsinasi dan (b) sesudah dikalsinasi 33	
Gambar 4.6	Difraktogram hematit hasil sintesis .....	34
Gambar 4.7	Perbesaran beberapa puncak tertinggi pada hematit hasil sintesis ...	34
Gambar 4.8	Hasil spektra FTIR: (a) prekursor Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> , (b) ekstrak daun pepaya, (c) hasil sintesis sebelum kalsinasi dan (d) hasil sintesis sesudah kalsinasi .....	38
Gambar 4.9	Hasil SEM sampel hematit dengan waktu sintesis 90 menit: (a) perbesaran 5.000 kali dan (b) perbesaran 10.000 kali.....	42
Gambar 4.10	Histogram pola distribusi ukuran partikel sampel hematit dengan variasi waktu sintesis 90 menit.....	42

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian.....	56
Lampiran 2	Diagram Alir .....	57
Lampiran 3	Perhitungan .....	60
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi FTIR.....	61
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi XRD.....	63
Lampiran 6	Perhitungan Ukuran Kristal Hematit .....	66
Lampiran 7	Hasil Karakterisasi SEM.....	67
Lampiran 8	Dokumentasi .....	68

## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1	Persamaan Debye-Scherrer.....	25
Persamaan 3.2	Persamaan menghitung nilai $C^*$ .....	26
Persamaan 3.3	Persamaan menghitung nilai $H^\circ$ .....	26
Persamaan 4.1	Reaksi pembentukan prekursor.....	28
Persamaan 4.2	Reaksi pembentukan gas $\text{NO}_2$ .....	28
Persamaan 4.3	Reaksi uji kualitatif adanya ion $\text{Fe}^{3+}$ .....	29
Persamaan 4.4	Reaksi ionisasi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ .....	31

## ABSTRAK

Zakiyah, Danifatuz. 2023. **Sintesis Pigmen Hematit dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sintesis Menggunakan Ekstrak Daun Pepaya**. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, Pembimbing II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc

---

**Kata kunci:** Limbah bubut besi, nanopartikel, pigmen hematit, daun pepaya

Limbah bubut besi merupakan limbah B3 yang dihasilkan dari industri kerajinan besi yang umumnya langsung dibuang ke lingkungan dan berpotensi mencemari lingkungan. Limbah bubut besi mengandung unsur Fe yang sangat tinggi, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai prekursor dalam sintesis pigmen hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Pada penelitian ini, hematit disintesis menggunakan metode presipitasi dengan variasi waktu sintesis 60, 90 dan 120 menit serta menggunakan agen pereduksi ekstrak daun pepaya. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD dan *color reader*. Data XRD menunjukkan bahwa pada semua variasi sintesis yang dilakukan berhasil diperoleh fasa hematit dengan ukuran kristal yang dihasilkan secara berurutan ialah 25,11 nm; 24,39 nm dan 20,54 nm. Hasil *color reader* menunjukkan nilai warna  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $C^*$  dan  $H^\circ$  pada semua pigmen hasil sintesis sesuai dengan standar hematit. Hasil sintesis pada variasi 90 menit dikarakterisasi menggunakan FTIR dan SEM. Hasil identifikasi FTIR menunjukkan serapan gugus khas Fe-O dari hematit pada bilangan gelombang 520 dan  $437\text{ cm}^{-1}$ . Hasil SEM menunjukkan morfologi yang tidak seragam serta terdapat aglomerasi.



## ABSTRACT

Zakiah, Danifatuz. 2023. **Synthesis of Hematite Pigment from Iron Lathe Waste with Variations Synthesis Time Using Papaya Leaf Extract.** Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, Supervisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc

---

**Key words:** Iron lathe waste, nanoparticles, hematite pigment, papaya leaf

Iron lathe waste is B3 waste produced from the iron craft industry which is generally disposed of directly into the environment and has the potential to pollute the environment. Iron lathe waste contains very high Fe elements, so it can be used as a precursor in the synthesis of hematite pigment ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). In this study, hematite was synthesized using the precipitation method with varying synthesis times of 60, 90 and 120 minutes and using a reducing agent papaya leaf extract. The synthesis results were characterized using XRD and a color reader. XRD data showed that in all variations of the synthesis carried out, the hematite phase was successfully obtained with a crystal size produced sequentially, namely 25,11 nm; 24,39 nm and 20,54 nm. The color yield reader shows the color values of  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $C^*$  and  $H^\circ$  for all synthesized pigments according to the hematite standard. Synthesis results at 90 minutes variation were characterized using FTIR and SEM. The results of the FTIR support show the absorption of typical Fe-O groups from hematite at wave numbers 520 and 437 cm<sup>-1</sup>. SEM results show non-uniform morphology and agglomeration.

## المستخلص

الزراكية ، دانفة. ٢٠٢٣. توليف صبغة الهيماتيت من نفايات مخرطة الحديد مع تغير وقت التركيب باستخدام مستخلص أوراق البابايا. أطروحة. برنامج دراسة الكيمياء ، كلية العلوم والتكنولوجيا ، جامعة الدولة الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الاولى: ليليك مفتاح الخيرة ، الماجستير، المشرفة الثانية: لؤلؤة الحميدة العليا ، الماجستير

---

**الكلمات الرئيسية:** نفايات مخرطة الحديد ، الجسيمات النانوية ، صبغة الهيماتيت ، أوراق البابايا

نفايات مخرطة الحديد هي نفايات B3 الناتجة عن صناعة الحرف الحديدية والتي يتم التخلص منها بشكل عام مباشرة في البيئة ولديها القدرة على تلويث البيئة. تحتوي نفايات مخرطة الحديد على عناصر حديد عالية جدًا ، لذلك يمكن استخدامها كمقدمة في تخليق صبغة الهيماتيت ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). في هذه الدراسة ، تم تصنيع الهيماتيت باستخدام طريقة الترسيب بأوقات تخليق متفاوتة ٦٠ و ٩٠ و ١٢٠ دقيقة وباستخدام مستخلص أوراق البابايا المختزل. تم تمييز نتائج التوليف باستخدام XRD وقارئ الألوان. أظهرت بيانات XRD أنه في جميع أشكال التوليف التي تم إجراؤها ، تم الحصول على طور الهيماتيت بنجاح بحجم بلوري تم إنتاجه بالتتابع ، وهو ١١.٢٥ نانومتر ؛ ٣٩.٢٤ نانومتر و ٥٤.٢٠ نانومتر. أظهرت نتائج قارئ الألوان قيم ألوان \*L و \*a و \*b و \*C و \*H لجميع الأصباغ المركبة وفقًا لمعيار الهيماتيت. تم وصف نتائج التوليف بتباين ٩٠ دقيقة باستخدام FTIR و SEM. أظهرت نتائج تحديد FTIR امتصاص مجموعات Fe-O النموذجية من الهيماتيت بأرقام موجية ٥٢٠ و ٤٣٧ سم<sup>-1</sup>. تظهر نتائج SEM التشكل والتكتل غير المنتظم.

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Hematit merupakan fase besi oksida yang paling stabil di alam (Karade et al., 2019). Hematit umumnya ditemukan di alam dan juga dapat diproduksi secara sintesis dalam bentuk makrokristalin dan nanokristalin. Lee et al. (2014) menyatakan bahwa partikel hematit dapat diproduksi dalam berbagai morfologi, termasuk pelat dan cakram, batang, spindel, bola, elipsoid, kubus serta rombohedral. Menurut Sari (2020) hematit dapat disintesis dari limbah bubut besi yang bermanfaat sebagai pigmen serta memiliki nilai tinggi.

Limbah bubut besi mengandung unsur besi sebesar 97,11%, sehingga dapat digunakan sebagai bahan baku sintesis besi oksida yang dapat diperoleh dari bengkel alat-alat logam dan mesin bubut besi (Khalamudilah et al., 2017; Khoiroh et al., 2013). Limbah bubut besi termasuk salah satu limbah bahan berbahaya dan beracun yang mengandung logam berat, sehingga berpotensi menimbulkan pencemaran lingkungan serta berdampak negatif untuk kesehatan jika tidak diolah (Nisa et al., 2019). Manusia sebagai khalifah di muka bumi yang diberikan hak oleh Allah Swt. untuk mengelola sumber daya alam hendaknya tidak berbuat kerusakan di bumi, salah satunya dengan melakukan kegiatan-kegiatan yang dapat mencemari lingkungan. Sebagaimana firman Allah dalam surat Al-A'raf ayat 56.

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

Artinya: “Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah (diciptakan) dengan baik. Berdo'alah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang yang berbuat kebaikan.”

Tafsir Ibnu Katsir memberikan penjelasan bahwa pada ayat tersebut Allah Swt. melarang perbuatan yang menimbulkan kerusakan di bumi dan hal-hal yang membahayakan kelestariannya. Karena sesungguhnya apabila terjadi kerusakan di bumi, maka hal tersebut akan membahayakan semua hamba Allah (Abdullah, 2003). Kerusakan ini dapat berasal dari limbah bubut besi yang jika dibuang ke lingkungan dapat mencemari lingkungan. Oleh sebab itu, dalam penelitian ini akan menggunakan limbah bubut besi untuk disintesis menjadi besi oksida.

Besi oksida cukup luas pengaplikasiannya dalam industri termasuk nanokatalis, sensor gas, adsorben, biomedis, dan yang paling utama sebagai pigmen. Salah satu pigmen besi oksida yang paling banyak digunakan adalah pigmen hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Hal ini dikarenakan pigmen hematit memiliki beberapa keunggulan antara lain ketahanan yang tinggi terhadap korosi, warna merah yang khas, kekuatan pewarnaan yang tinggi, daya tahan yang tinggi dan baik, tahan terhadap suhu tinggi, biaya rendah, tidak beracun, serta ramah lingkungan (Rahmawati et al., 2020; Khalil et al., 2017).

Sintesis pigmen hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dari limbah bubut besi dapat dilakukan dengan metode presipitasi. Kelebihan menggunakan metode presipitasi diantaranya murah, waktu persiapan yang singkat, homogenitas tinggi, produk yang dihasilkan terkristalisasi dengan baik, dan suhu reaksi yang relatif rendah (Lassoued et al., 2017). Mohapatra & Anand (2010) juga menyatakan bahwa kelebihan menggunakan metode presipitasi ialah prosedur yang sederhana, menghasilkan produk yang banyak dan distribusi ukuran partikel yang seragam. Oleh karena itu, penelitian ini menggunakan metode presipitasi agar diperoleh produk hematit dengan kristalinitas tinggi, ukuran nanopartikel dan morfologi yang seragam.

Waktu sintesis dapat berpengaruh terhadap struktur kristal dan ukuran partikel pada hasil sintesis pigmen hematit. Semakin lama waktu reaksi maka ukuran kristal semakin besar. Morales-Morales (2017) menyatakan bahwa waktu reaksi yang digunakan dalam proses sintesis memainkan peran penting dalam menentukan ukuran partikel serta fasa besi oksida. Berdasarkan penelitian Salunkhe et al. (2015) yang mensintesis magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) menggunakan variasi waktu sintesis selama 30, 60 dan 120 menit ditemukan bahwa ukuran kristal rata-rata meningkat dari 4,1 nm menjadi 5 nm; 6,8 nm menjadi 7,8 nm dan 1,3 nm menjadi 2,8 nm untuk konsentrasi 3M, 5M dan 7M seiring bertambahnya waktu reaksi. Hasil kristal magnetit yang paling murni terdapat pada waktu reaksi 120 menit. Pada waktu reaksi 30 dan 60 menit sudah terbentuk kristal magnetit namun masih terdapat fasa maghemit. Selain itu, Fouad et al. (2019) juga telah mensintesis nanopartikel hematit dengan waktu sintesis 90 menit pada suhu  $85^\circ\text{C}$  menggunakan metode presipitasi menghasilkan kristal hematit murni dengan struktur heksagonal berukuran 14–26 nm.

Menurut Khalil et al. (2017) pembentukan kristal pada sintesis hematit juga dapat dipengaruhi oleh agen pereduksi. Ekstrak tumbuhan dapat digunakan sebagai zat pereduksi dan penstabil untuk sintesis logam dan oksida karena tumbuhan mengandung senyawa aktif dengan kemampuan yang sangat baik untuk mereduksi logam menjadi nanopartikel ( Akintelu et al., 2021; Soltys et al., 2021). Ahmmad et al. (2013) juga menyatakan bahwa alternatif untuk sintesis nanopartikel logam atau oksida logam dengan cara yang ramah lingkungan adalah dengan menggunakan ekstrak tumbuhan, dapat berasal dari bumbu rempah dan tumbuhan yang mengandung antioksidan tinggi karena sifat redoksnya. Sifat ini

memungkinkan tumbuhan untuk bertindak sebagai agen pereduksi yang sangat baik (Khor et al., 2021). Salah satu tumbuhan yang mengandung antioksidan tinggi adalah daun pepaya. Bhuiyan, et al (2020) menyatakan bahwa ekstrak daun pepaya mengandung berbagai fitokimia seperti polifenol, flavonoid, glikosida, dan tanin yang sama-sama bertindak sebagai agen pereduksi dan penstabil untuk sintesis nanopartikel. Bhuiyan, et al (2020) telah mensintesis hematit menggunakan reduktor ekstrak daun pepaya dan NaOH 1 M menghasilkan produk hematit dengan kristalinitas tinggi dan berukuran kristal rata-rata 4,58 nm. Latha & Gowri (2014) juga menggunakan ekstrak daun pepaya sebagai reduktor dalam sintesis nanopartikel magnetit dan menghasilkan kristal magnetit murni dengan struktur ortorombik berukuran rata-rata 33 nm.

Berdasarkan uraian yang telah dijelaskan, mengingat masih banyak limbah bubuk besi yang tidak diolah kembali dan tidak dimanfaatkan dengan baik yang menimbulkan dampak negatif, maka pada penelitian ini akan mensintesis hematit dari limbah bubuk besi menggunakan reduktor ekstrak daun pepaya. Metode yang digunakan adalah presipitasi dengan variasi waktu sintesis selama 60, 90 dan 120 menit. Prekursor yang telah dibuat dikarakterisasi dengan FTIR. Hasil sintesis yang berupa serbuk dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, *color reader* dan SEM.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana karakter dari hematit hasil sintesis menggunakan FTIR?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu sintesis terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hematit hasil sintesis?
3. Bagaimana morfologi dari hematit hasil sintesis terbaik?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui karakter dari hematit hasil sintesis menggunakan FTIR.
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi waktu sintesis terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hematit hasil sintesis.
3. Untuk mengetahui morfologi dari hematit hasil sintesis terbaik.

### 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah yang terdapat dalam penelitian ini, antara lain:

1. Limbah bubut besi yang digunakan sebagai sampel berasal dari industri kerajinan besi di Kota Malang.
2. Agen pereduksi yang digunakan adalah ekstrak daun pepaya yang diambil di Kota Malang.
3. Metode sintesis yang digunakan adalah metode presipitasi dengan suhu sintesis 90°C dan suhu kalsinasi 750°C selama 3 jam.
4. Karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, *color reader* dan SEM.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah dilakukannya penelitian ini adalah dapat mengurangi potensi pencemaran lingkungan oleh limbah bubut besi, dengan cara mengolahnya menjadi pigmen hematit yang bernilai tinggi. Penelitian ini juga bermanfaat untuk mengurangi limbah bahan kimia dikarenakan menggunakan ekstrak tumbuhan berupa ekstrak daun pepaya sebagai agen pereduksi.

## **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

### **2.1 Limbah Besi Sebagai Prekursor Besi Oksida**

Limbah besi merupakan limbah yang diperoleh dari bengkel bubut besi dan industri pelapisan logam. Sunardi & Wijayanti (2010) menyatakan bahwa sekitar 3-5 kg/bulan limbah besi dihasilkan oleh industri pelapisan logam yang dibuang langsung ke lingkungan, sedangkan limbah besi yang dihasilkan oleh bengkel bubut sekitar 10-20 kg/bulan yang terbagi menjadi 2 jenis, yaitu limbah besi bengkel bubut berukuran besar dan berukuran kecil. Limbah dengan ukuran besar akan dijual dan limbah berukuran kecil akan dibuang ke lingkungan sehingga berpotensi sangat besar dalam mencemari lingkungan apabila tidak mendapatkan penanganan. Dalam Peraturan Pemerintah No. 22 Tahun 2021 tentang pengelolaan limbah B3 telah disebutkan bahwa limbah yang mengandung besi dari kegiatan industri termasuk Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (Limbah B3). Kadar maksimum Fe yang diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan berdasarkan SNI 06-6989.49-2005 adalah sebesar 5 mg/L.

Limbah bubut besi dapat menyebabkan kesuburan tanah menurun karena sifatnya yang korosif. Selain itu limbah bubut besi yang bercampur dalam air akan menyebabkan biota dalam air mati dan keseimbangan ekologi terganggu karena mengandung Fe yang sangat tinggi (Sugiharto, 1997). Khoiroh et al. (2013) menyatakan bahwa Fe merupakan logam yang mendominasi dalam limbah bubut besi yakni sebesar 97,11%. Kadar Fe yang tinggi dalam limbah bubut besi membuktikan bahwa limbah bubut besi dapat digunakan sebagai bahan prekursor



besi oksida. Selain itu, limbah bubut besi juga mengandung logam lain seperti Eu, Rb, Mn, Ca, Cr, P, Re, Cu, dan lain-lain.

## 2.2 Besi Oksida Hematit Sebagai Material Pigmen

Besi oksida merupakan senyawa umum yang tersebar luas di alam dan mudah disintesis di laboratorium. Besi oksida tersusun dari Fe yang berikatan dengan O atau OH. Terdapat 16 fasa murni besi oksida yang teridentifikasi dalam bentuk oksida dan hidroksida atau oksihidroksida yang dirangkum dalam Tabel 2.1. (Cornell & Schwertmann, 2003). Diantara berbagai fase besi oksida, salah satu besi oksida yang paling banyak digunakan dan dipelajari adalah hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Karade et al., 2019).

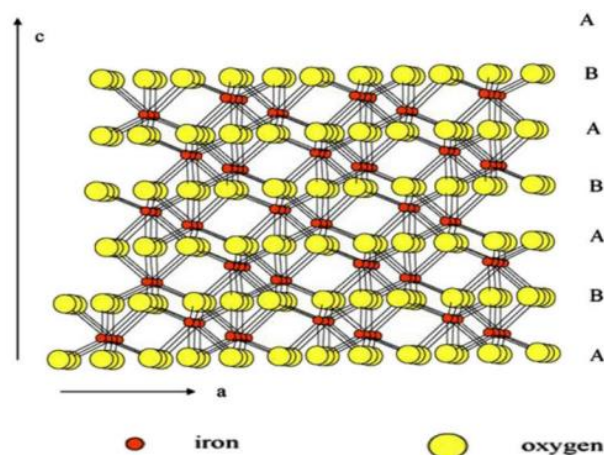
Tabel 2.1 Fasa besi oksida (Cornell & Schwertmann, 2003)

Oksi- hidroksida dan hidroksida	Lambang	Sistem kristalogra- fi	Oksida	Lamb ang	Sistem kristalografi
Geothit	$\alpha$ -FeOOH	Ortorombik	Hematit	$\alpha$ - Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Heksagonal Rombohedral
Lepidocrit	$\gamma$ -FeOOH	Ortorombik	Magneti t	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Kubik
Akagenit	$\beta$ -FeOOH	Monoklinik	Maghe mit	$\gamma$ - Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Kubik Tetragonal
Schwertman it	Fe <sub>16</sub> O- <sub>16</sub> (OH) <sub><math>\gamma</math></sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub><math>z</math></sub> . n H <sub>2</sub> O	Tetragonal	$\beta$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-
$\delta$ -FeOOH	$\delta'$ -FeOOH	Heksagonal	$\epsilon$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	Ortorombik
Feroxyhyte	-	Heksagonal	Wustite	FeO	
FeOOH tekanan tinggi	-	Ortorombik			
Ferrihydrit	Fe <sub>5</sub> HO <sub>8</sub> . 4H <sub>2</sub> O	Heksagonal			
Bernalit	Fe(OH) <sub>3</sub>	Ortorombik			
Fe(OH) <sub>2</sub>	-	Heksagonal			
Green ruts	Fe <sub><math>x</math></sub> <sup>III</sup> Fe <sub><math>y</math></sub> <sup>II</sup> (OH) ) <sub>3<math>x</math>+2<math>y</math>-<math>z</math></sub> (A <sup>-</sup> ) <sub><math>z</math></sub> ; A <sup>-</sup> - Cl <sup>-</sup> ; 1/2 SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	-			

Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) merupakan mineral besi oksida yang tersebar luas di batuan dan tanah. Hematit adalah besi oksida yang stabil secara termodinamika dan memiliki struktur korondum dengan ion oksigen yang tersusun dalam susunan *hexagonal close packed* (hcp) seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.1. Hematit memiliki grup ruang R3c (simetris rombohedral) dan parameter kisi yang berbentuk unit heksagonal  $a=5,0346 \text{ \AA}$  dan  $c=13,752 \text{ \AA}$  (Cornell & Schwertmann, 2003). Data kristalografi hematit telah dirangkum dalam Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Data kristalografi hematit (Cornell & Schwertmann, 2003)

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rombohedral, heksagonal
Grup ruang	R3c
Stacking of closepacked anions	ABAB [001]
Struktur kristal	Korondum
Parameter kisi (nm)	$a=0,50346$ , $c=1,3752$ (heksagonal) $a_{Rh}=0,5427$ , $\alpha=55,3^\circ$ (rombohedral)
Formula unit per unit sel (Z)	6
Warna	Merah
Kekerasan	$6 \frac{1}{2}$
Titik leleh ( $^\circ\text{C}$ )	1350
Kemagnetan	Feromagnetik yang lemah atau antiferomagnetik
Kelarutan produk ( $\text{pFe} + 3\text{pOH}$ )	42.2-43.3
Kelas (H-M)	$3m (3 2/m)$ -Heksagonal Scalen
Rasio $a : c$	1 : 2,734



Gambar 2.1 Struktur kristal pada hematit (Noqta et al., 2019)

Hematit merupakan salah satu besi oksida yang paling banyak diaplikasikan sebagai pigmen. Hal ini disebabkan karena pigmen hematit memiliki beberapa keunggulan antara lain lebih ramah lingkungan, tidak beracun, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan daya tahan baik (Septityana et al., 2013), warna merah yang khas, serta tahan terhadap suhu tinggi (Rahmawati et al., 2020). Cornell & Schwertmann (2003) menyatakan bahwa standar pigmen hematit yaitu mempunyai distribusi ukuran partikel yang kecil dan seragam, sedangkan standar nilai warna hematit diukur berdasarkan nilai derajat kecerahan *Value* ( $L^*$ ), intensitas kemurnian *chroma* ( $C^*$ ) dan corak warna *hue* ( $H^\circ$ ). Nilai standar  $L^*$  hematit berkisar 25-45, dengan  $C^*$  berkisar 9-42 dan  $H^\circ$  berkisar 21-57. Nilai rata-rata  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  dari standar warna hematit berturut-turut adalah 37, 29, 42. Warna pigmen hematit dipengaruhi oleh distribusi ukuran partikel (Cornell & Schwertmann, 2003).

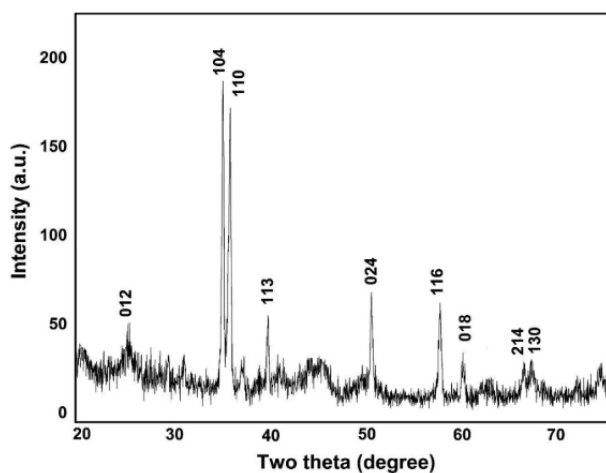
### **2.3 Sintesis Pigmen Hematit dengan Metode Presipitasi**

Berbagai macam metode untuk mensintesis nanopartikel hematit telah banyak dilakukan, salah satunya adalah metode presipitasi. Abdulkadir & Aliyu (2013) menyatakan bahwa metode presipitasi (pengendapan) mengacu pada penambahan alkali ke dalam larutan garam logam terlarut untuk membentuk endapan yang kemudian didiamkan pada suhu tertentu untuk mendapatkan produk yang dibutuhkan.

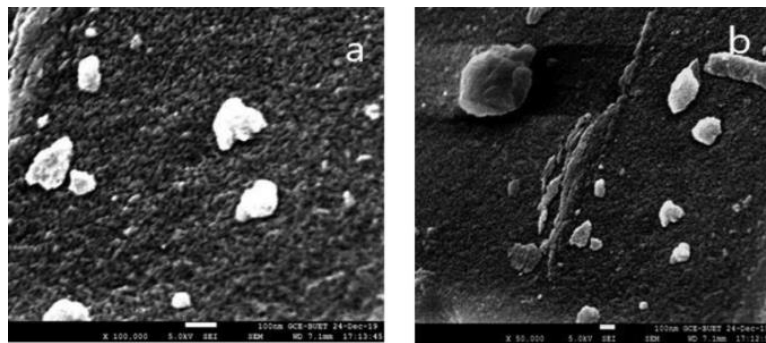
Beberapa sifat dari material dasar besi oksida seperti impuritas, fasa yang terbentuk dan aglomerasi dapat dipengaruhi oleh metode presipitasi yang digunakan dalam sintesis pigmen hematit. Menurut Lassoued et al. (2017) metode presipitasi memiliki beberapa kelebihan yaitu murah, waktu persiapan yang singkat,

homogenitas tinggi, kristalinitas yang tinggi dan suhu reaksi yang relatif rendah. Selain itu Mohapatra & Anand (2010) juga menyebutkan bahwa sintesis hematit menggunakan metode presipitasi merupakan prosedur yang sederhana, menghasilkan produk yang banyak serta distribusi ukuran partikel yang seragam.

Prinsip metode presipitasi yaitu pemisahan unsur-unsur berdasarkan perbedaan besarnya hasil kali kelarutan ( $K_{sp}$ ) (Suyanti & Aw, 2008). Pengendapan dapat terjadi saat nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga  $K_{sp}$  senyawa tersebut (Wasito & Biyantoro, 2009). Bhuiyan et al. (2020) dalam penelitiannya yang mensintesis nanopartikel hematit menggunakan prekursor  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  dengan reduktor ekstrak daun pepaya dan  $NaOH$  1 M menghasilkan produk hematit dengan kristalinitas dan kemurnian tinggi berdasarkan puncak yang intens dan tajam pada data XRD dengan ukuran kristal rata-rata 4,58 nm. Pada data FESEM menunjukkan bahwa nanopartikel yang disintesis tidak seragam dan teraglomerasi. Hal ini dapat terjadi karena kemampuan *capping* yang lebih rendah dari ekstrak tumbuhan serta adanya interaksi magnetik. Data XRD telah dijelaskan pada Gambar 2.2 dan FESEM pada Gambar 2.3.



Gambar 2.2 Data XRD dari nanopartikel  $\alpha$ - $Fe_2O_3$  (Bhuiyan et al., 2020)



Gambar 2.3 Hasil FESEM dari nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Bhuiyan et al., 2020)

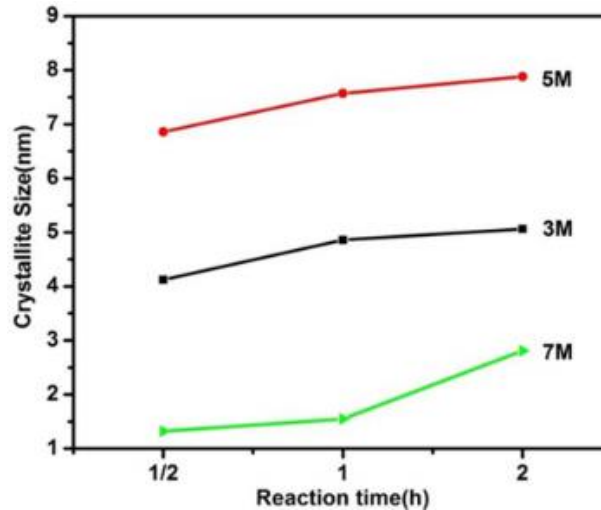
Sahoo et al. (2010) menyatakan bahwa kalsinasi pada suhu tinggi dapat menurunkan aglomerasi. Selain itu, aglomerasi dapat dikurangi dengan meningkatkan konsentrasi ekstrak tumbuhan karena ekstrak tumbuhan dapat berperan sebagai *capping agent* yang dapat menstabilkan nanopartikel dan mencegah aglomerasi (Yunita et al., 2020).

#### 2.4 Pengaruh Variasi Waktu Sintesis pada Hematit

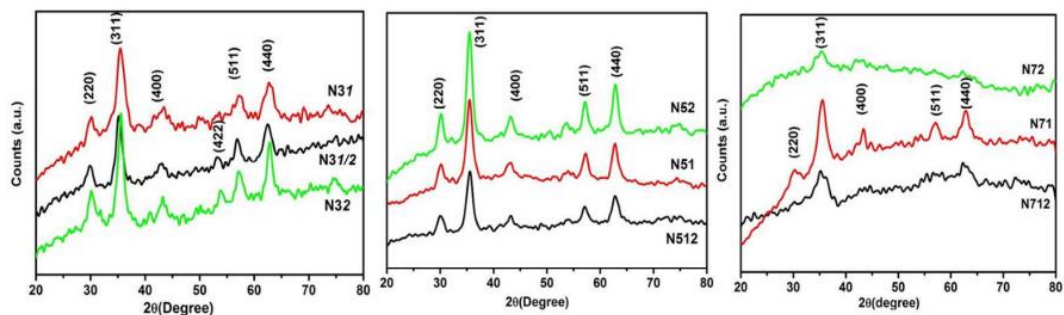
Singh et al. (2020) menyatakan bahwa seiring dengan suhu dan pH, waktu reaksi juga menjadi salah satu faktor utama yang mempengaruhi morfologi nanopartikel. Menurut Morales-Morales (2017) waktu reaksi yang digunakan dalam proses sintesis berpengaruh terhadap ukuran partikel serta fasa besi oksida yang dihasilkan. Semakin lama waktu reaksi maka ukuran kristal semakin besar.

Salunkhe et al. (2015) telah mensintesis magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) menggunakan variasi waktu sintesis selama 30, 60 dan 120 menit ditemukan bahwa ukuran kristal rata-rata meningkat seiring dengan bertambahnya waktu reaksi. Ukuran kristal rata-rata meningkat dari 4,1 nm menjadi 5 nm; 6,8 nm menjadi 7,8 nm dan 1,3 nm menjadi 2,8 nm untuk konsentrasi 3M, 5M dan 7M seiring bertambahnya waktu reaksi dari 30 menit menjadi 120 menit. Pada data XRD menunjukkan bahwa hasil kristal magnetit yang paling murni terdapat pada waktu reaksi 120 menit karena

tanpa adanya fasa lain. Pada waktu reaksi 30 dan 60 menit sudah terbentuk kristal magnetit namun masih terdapat fasa maghemit.



Gambar 2.4 Variasi ukuran kristal sebagai fungsi waktu reaksi untuk konsentrasi 3, 5 dan 7M (Salunkhe et al., 2015)



Gambar 2.5 Pola XRD dari nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada suhu ruang (Salunkhe et al., 2015)

## 2.5 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ Sebagai Prekursor Sintesis Hematit

Prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dapat terbentuk dari proses destruksi limbah bubuk besi dengan asam kuat. Destruksi merupakan suatu perlakuan untuk melarutkan atau mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan unsur-unsur didalamnya dapat dianalisis (Asmorowati et al., 2020). Vogel (1990) menyebutkan bahwa besi yang ditambahkan dengan asam nitrat pekat akan

menghasilkan ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ). Asam nitrat merupakan asam kuat dan oksidator kuat, oleh sebab itu asam nitrat akan melarutkan sebagian besar logam dan dapat mengoksidasi Fe dari bilangan oksidasi 0 menjadi 3+ (Kurushkin, 2015). Pembentukan ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) lebih dipilih dari pada ion ferrous ( $\text{Fe}^{2+}$ ) karena ion ferri lebih stabil dari pada ion ferrous (Vogel, 1990). Jika material besi ditambahkan dengan asam nitrat pekat maka akan menghasilkan ion ferri dan gas nitrogen oksida sesuai dengan persamaan reaksi 4.1.

Asam nitrat merupakan asam pengoksidasi yang mampu melarutkan sebagian besar logam dan mengubahnya menjadi nitrat logam. Asam nitrat memiliki kekuatan pengoksidasi yang rendah pada konsentrasi dibawah 2 M, namun asam nitrat pekat termasuk asam pengoksidasi yang kuat (Adisyahputra et al., 2021). Besi yang ditambahkan dengan asam nitrat pekat dapat menyebabkan besi menjadi pasif, tetapi dengan menggunakan campuran asam atau larutan nitrat encer besi tersebut dapat larut (Adisyahputra et al., 2021; Vogel, 1990). Asam nitrat dibagi menjadi tiga kelompok, yaitu asam nitrat sangat encer dengan konsentrasi kurang dari 10%, asam nitrat encer dengan konsentrasi 10-30%, dan asam nitrat pekat 60-70% (Kurushkin, 2015; Sulcius, 2015).

## **2.6 Peran Ekstrak Daun Pepaya Sebagai Reduktor**

Daun pepaya mengandung senyawa bioaktif seperti alkaloid termasuk karpain dan pseudo-karpain, enzim (papain, kimopapain, cystatin), tanin, flavonoid, tokoferol, asam nikotinat, saponin dan senyawa fenolik lainnya sehingga memiliki potensi sebagai antioksidan yang sangat baik yaitu sebesar 90% (Ikram et al., 2015; Sharma et al., 2022). Kapasitas antioksidan senyawa fenolik pada daun pepaya memungkinkan mereka untuk bertindak sebagai reduktor yang sangat baik dalam

sintesis nanopartikel (Khor et al., 2021). Ebrahiminezhad et al. (2018) menyatakan bahwa secara umum, aktivitas antioksidan yang tinggi dari tanaman menghasilkan ekstrak dengan kapasitas reduksi tinggi yang meningkatkan efisiensi nanopartikel yang disintesis.

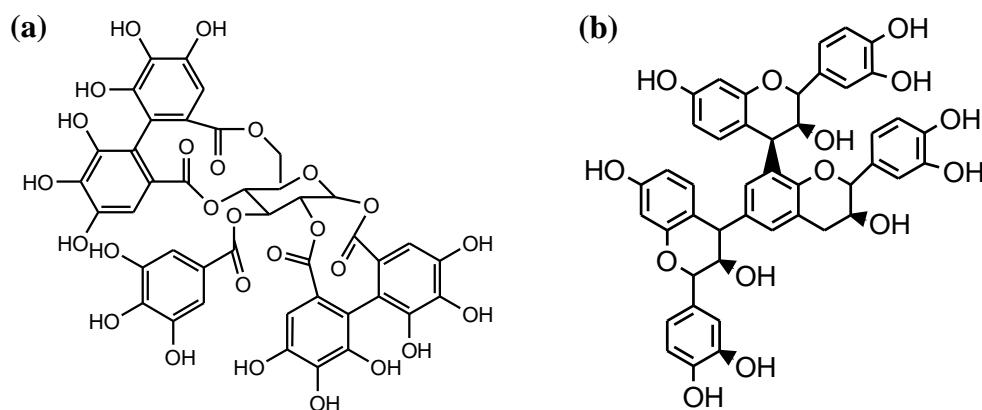
Berbagai fitokimia yang terkandung dalam ekstrak daun pepaya seperti polifenol, flavonoid, glikosida, dan tanin dapat bertindak sebagai agen pereduksi dan penstabil untuk sintesis nanopartikel (Bhuiyan et al., 2020). Bagian daun pepaya yang dijadikan sebagai reduktor adalah daun pepaya tua yang terletak ditengah dimulai pada daun ke-6 dan selebihnya dari pucuk (Ramayanti & Febriani, 2016). Hal tersebut disebabkan daun pepaya tua lebih dominan mengandung senyawa polifenol, sedangkan daun pepaya muda lebih dominan mengandung enzim papain (Glio, 2017).

Pada sintesis nanopartikel, ekstrak tumbuhan dapat bertindak sebagai agen pereduksi dan *capping* (Ebrahiminezhad et al., 2018). *Capping agent* memainkan peran penting dalam pembentukan nanopartikel. Peran utama *capping agent* adalah untuk menstabilkan nanopartikel (Bukhari et al., 2021). *Capping* merupakan proses adsorpsi senyawa organik yang memiliki sifat hidrofobik dan efek sterik pada permukaan logam (Arief et al., 2015). Senyawa-senyawa organik yang terikat pada permukaan logam akan menyebabkan tolakan antar partikel (*steric exclusion*), yang dapat mengontrol pertumbuhan partikel dan juga dapat mencegah terjadinya aglomerasi partikel logam selama proses sintesis berlangsung (Daimon, 2015). Sejauh ini, beberapa *capping agent* telah digunakan salah satunya adalah tanin. Tanin merupakan salah satu golongan senyawa polifenol yang terbentuk secara alami, tidak beracun dan dapat terurai secara hayati, yang sering terakumulasi



dalam biomassa tanaman dengan konsentrasi dan kualitas yang bervariasi, terutama pada daun (Rufus et al., 2019; Nurwahyuwono et al., 2021).

Das et al. (2020) menyatakan bahwa secara garis besar tanin diklasifikasikan menjadi dua kelompok utama, yaitu tanin terhidrolisis dan tanin terkondensasi. Tanin terhidrolisis diklasifikasikan sebagai galotanin atau ellagitanin, dan merupakan poliester dari asam fenolik seperti asam galat atau asam ellagic atau turunannya dan D-glukosa. Tanin terkondensasi juga dikenal sebagai proantosianidin yang merupakan polimer dari flavan-3-ols (katekin) dan flavan-3,4-diol (leukoantosianidin) (Zhang et al., 2022). Struktur kimia senyawa tanin ditampilkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Struktur kimia senyawa tanin: (a) tanin terhidrolisis dan (b) tanin terkondensasi (Raja et al., 2014)

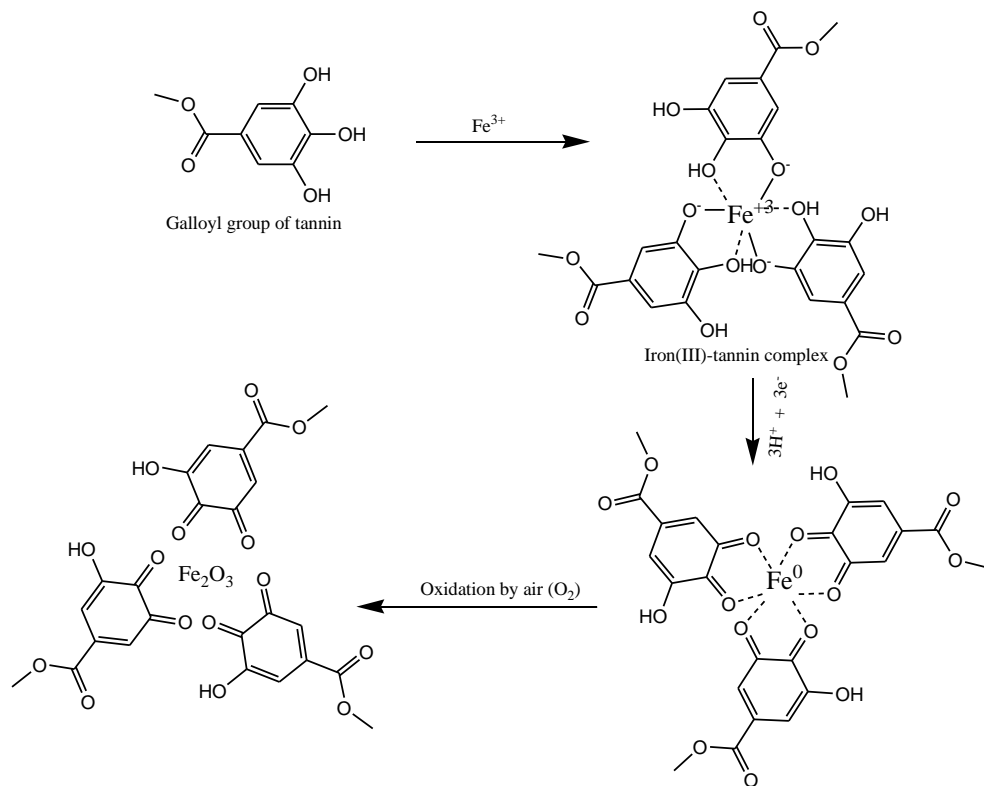
Senyawa tanin memiliki banyak gugus fenolik (OH), sehingga memiliki kemampuan untuk membentuk kompleks (khelat) dengan besi dan kation logam lainnya. Besi berikatan dengan tanin melalui gugus trihidroksi benzene (galoil) atau orto-dihidroksi (katekol). Dalam sintesis nanopartikel besi oksida oleh tanin, pasangan gugus galoil atau katekol pada senyawa tanin mampu mengambil bagian dalam reaksi redoks untuk membentuk kuinon dan menyumbangkan elektron.

Oksidasi tanin melalui reaksi redoks ini memungkinkan garam besi direduksi membentuk nanopartikel besi oksida karena kemampuan mengkhelat dari gugus hidroksil yang berdekatan dalam tanin menyebabkan nanopartikel besi oksida distabilkan dari agregasi. (Herrera-Becerra et al., 2010).

Akintelu et al. (2021) menyatakan bahwa sintesis nanopartikel besi oksida menggunakan ekstrak tumbuhan melalui tiga tahap, yaitu tahap aktivasi, pertumbuhan dan terminasi. Pada tahap aktivasi selama sintesis, ion besi bereaksi dengan konstituen kimia seperti flavonoid, polifenol dan tanin melalui reaksi reduksi dan oksidasi. Biomolekul kaya elektron dengan gugus fungsi (-OH) memiliki efisiensi mereduksi ion besi ( $Fe^{2+}$  atau  $Fe^{3+}$ ) dari keadaan oksidasi divalen atau trivalen tergantung pada prekursor besi yang digunakan untuk membentuk logam  $Fe^0$ . Besi bervalensi nol ini kemudian akan diubah menjadi nanopartikel besi oksida karena beberapa reaktivitas kimia. Fase pertumbuhan terjadi selama anil dan atom besi yang terpisah secara bertahap bergabung untuk menghasilkan nanopartikel besi oksida. Tahap terminasi meliputi stabilisasi nanopartikel besi oksida yang disintesis, terjadi ketika gugus fungsi yang ditemukan dalam ekstrak berikatan dengan permukaan nanopartikel besi oksida.

Selain itu, Shtewi et al. (2021) juga menyebutkan bahwa ekstrak daun mengandung polifenol yang tinggi salah satunya tanin yang memiliki banyak gugus fenolik -OH dari galoil. Gugus fungsi tersebut dapat membentuk kompleks yang kuat dengan ion  $Fe^{3+}$ , selanjutnya gugus hidroksil dari senyawa polifenol mengalami deprotonasi dan bertindak untuk mereduksi ion  $Fe^{3+}$ . Dengan demikian, ion  $Fe^{3+}$  mengoksidasi gugus hidroksil menjadi gugus karbonil dalam reaksi reduksi-oksidasi karena  $Fe^{3+}$  direduksi menjadi  $Fe^0$  dan selanjutnya dioksidasi oleh

oksigen di atmosfer atau air menghasilkan nanopartikel  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  seperti pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Kompleksasi dan reduksi untuk mekanisme pembentukan nanopartikel  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  oleh gugus galoil pada tanin (Shtewi et al., 2021)

Metode yang digunakan untuk mengekstrak tanin adalah metode infusa. Metode infusa merupakan cara mengekstrak kandungan metabolit sekunder pada tanaman dengan air. Ekstraksi daun pepaya menggunakan pelarut aquademineral dikarenakan tanin merupakan metabolit sekunder yang bersifat polar dan berdasarkan prinsip *like dissolves like*, pelarut akan melarutkan senyawa tanin yang memiliki tingkat kepolaran yang sama (Mardhiyyah, 2021). Bere et al. (2019) menyatakan bahwa tanin memiliki gugus hidroksil (OH) dan karbonil (CO) yang dapat mengikat logam dan sebagai agen penstabil untuk mencegah aglomerasi. Berdasarkan hasil analisa menggunakan FTIR, tanin pada daun pepaya

mengandung gugus fungsional C=O karbonil dengan serapan  $1669\text{ cm}^{-1}$  dan gugus O-H pada serapan  $3435\text{ cm}^{-1}$  (Usha et al., 2022).

## 2.7 Pemanfaatan Besi Oksida Hematit Berdasarkan Perspektif Islam

Limbah bubut besi merupakan salah satu limbah berbahaya yang umumnya langsung dibuang di lingkungan dan tidak dimanfaatkan kembali, sehingga berpotensi mencemari lingkungan yakni air dan tanah (Sugiharto, 1997). Pencemaran ini dapat dihindari dengan memanfaatkan limbah bubut besi sebagai bahan baku sintesis besi oksida. Dalam Al-Qur'an surat Al-Hadid ayat 25 Allah Swt. telah menyebutkan secara khusus manfaat besi bagi kehidupan manusia.

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

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

Dalam surat tersebut Allah Swt. menerangkan karakter dan fungsi besi melalui kalimat “*dan Kami turunkan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia*”. Shihab (2002) dalam tafsirannya al-Misbah menjelaskan bahwa dalam ayat diatas besi mempunyai kekuatan dan manfaat bagi kehidupan manusia. Pada saat ini, besi telah banyak diolah dan dimanfaatkan sebagai kendaraan, peralatan rumah tangga dan lain-lain yang bermanfaat bagi kehidupan manusia. Pemanfaatan besi ini menghasilkan banyak limbah besi yang umumnya tidak diolah terlebih dahulu dan langsung dibuang ke

lingkungan. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan memanfaatkan limbah bubuk besi untuk diolah menjadi pigmen besi oksida hematit yang ramah lingkungan dan bernilai tinggi. Allah Swt. menciptakan segala sesuatu yang ada di langit dan bumi ini tidaklah sia-sia, melainkan mengandung hikmah bagi umat manusia. Hal tersebut dapat ditunjukkan dalam firman Allah Swt. surat Shad ayat 27.

﴿٢٧﴾ وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۗ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: *“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang yang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka”*.

Tafsir Al-Maraghi memberikan penjelasan bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah Swt. ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaan-Nya mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat yang besar (Al-Maraghi, 1986). Tumbuhan mempunyai banyak manfaat bagi manusia diantaranya sumber makanan, obat-obatan, fotosintesis, menyerap polusi udara dan pembuat pakaian. Daun pepaya umumnya dikenal sebagai salah satu sumber makanan dan obat-obatan herbal, namun seiring berjalannya waktu peneliti menemukan bahwa daun pepaya dapat digunakan sebagai reduktor dalam proses sintesis nanopartikel. Hal ini dikarenakan daun pepaya mengandung senyawa polifenol berupa tanin yang dapat mengendapkan larutan.

## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

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

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan November 2022 – Maret 2023 di Laboratorium Riset Kimia Fisika, Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di Greenlabs (PT. Inovasi Hijau Indonesia) Bandung. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium UIN Maulana Malik Ibrahim Malang dan karakterisasi *color reader* di Laboratorium Pengujian Mutu dan Keamanan Pangan Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Brawijaya. Adapun Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS).

### **3.2 Alat dan Bahan**

#### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, *magnetic separator*, *hot plate*, penangas air, termometer, lemari asam, pH meter, corong Buchner, erlenmeyer vakum, kertas saring, *magnetic stirrer*, neraca analitik, tanur, *freeze dryer*, XRD, SEM, FTIR dan *color reader*.

#### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah bubut besi, aquademineral,  $\text{HNO}_3$  65%,  $\text{HNO}_3$  7M, NaOH 1M,  $\text{FeCl}_3$  1% dan ekstrak daun pepaya.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis pigmen hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) menggunakan metode presipitasi dengan variasi waktu sintesis 60, 90 dan 120 menit (Fouad et al., 2019; Salunkhe et al., 2015). Reduktor yang digunakan ialah daun pepaya yang diekstraksi menggunakan metode infusa. Limbah bubuk besi didestruksi menggunakan HNO<sub>3</sub>. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD dan *color reader*. Hasil terbaik dari pola difraksi XRD akan dikarakterisasi dengan SEM dan FTIR.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi sampel limbah bubuk besi
2. Pembuatan prekursor ferri (Fe<sup>3+</sup>)
3. Ekstraksi daun pepaya dengan metode infusa
4. Sintesis pigmen hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan variasi waktu sintesis
5. Karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, *color reader* dan SEM
6. Analisis data

### 3.5 Prosedur Penelitian

#### 3.5.1 Preparasi Sampel

Limbah bubuk besi yang masih bercampur dengan pengotor dipisahkan menggunakan *magnetic separator*. Sampel besi yang telah terpisah dengan pengotor selanjutnya diambil dan digunakan sebagai bahan dasar prekursor.

#### 3.5.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe<sup>3+</sup>)

Sebanyak 50 gram sampel limbah bubuk besi dimasukkan ke dalam beaker

glass lalu ditambahkan 50 mL HNO<sub>3</sub> 65% dan 100 mL HNO<sub>3</sub> 7 M. Campuran tersebut didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang agar terlarut sempurna. Kemudian disaring menggunakan kertas saring untuk menghilangkan pengotor. Filtrat dipanaskan di atas *hot plate* untuk memaksimalkan pelarutan sembari diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga larutan menjadi *slurry* (Khoiroh et al., 2013). Sampel hasil preparasi kemudian dianalisis menggunakan FTIR.

### **3.5.3 Ekstraksi Daun Pepaya dengan Metode Infusa**

Ekstraksi daun pepaya dilakukan menggunakan metode infusa. Daun pepaya yang telah dipetik, dicuci dengan air mengalir serta dibilas dengan aquades. Daun pepaya yang telah dicuci kemudian dipotong dan dihaluskan (Biswal et al., 2020). Daun pepaya yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 50 gram menggunakan neraca analitik, selanjutnya dimasukkan ke dalam beaker glass dan ditambahkan aquades sebanyak 250 mL dan diaduk sampai homogen. Beaker glass yang berisi larutan pepaya ditutup menggunakan aluminium foil selanjutnya dipanaskan diatas penangas air selama 30 menit, waktu pemanasan mulai dihitung pada suhu 80°C. Kemudian, larutan didiamkan hingga mengendap lalu disaring dengan kertas saring sehingga didapatkan filtrat yang digunakan sebagai reduktor. Selanjutnya, dianalisis menggunakan FTIR.

### **3.5.4 Identifikasi Kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Pepaya**

Filtrat yang diperoleh dari ekstraksi daun pepaya dipipet sebanyak 1 mL dan dipindahkan kedalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 2-3 tetes larutan FeCl<sub>3</sub> 1%. Hasil positif ditunjukkan dengan terbentuknya warna biru tua atau hijau



kehitaman. Uji kualitatif dilakukan untuk mengetahui adanya senyawa tanin pada ekstrak daun pepaya (A'yun & Laily, 2015).

### **3.5.5 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan Variasi Waktu Sintesis**

Sebanyak 10 gram padatan prekursor ditambahkan aquademineral sebanyak 100 mL dengan perbandingan 1:10 dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah campuran homogen, ditambahkan ekstrak daun pepaya sebanyak 100 mL sedikit demi sedikit agar merata serta tetap diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian, ditambahkan NaOH sedikit demi sedikit sampai pH 6. Selanjutnya, dipanaskan pada suhu 90°C selama 60 menit dengan kecepatan pengadukan 850 rpm dan distirrer. Kemudian, didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam. Setelah terbentuk endapan dan filtrat. Endapan kemudian disaring menggunakan corong buchner dan dicuci dengan aquades, kemudian dicek pH. Endapan di *freezer* hingga beku, lalu di *freeze drying*. Hasil *freeze drying* dipanaskan dalam tanur pada suhu 750°C selama 3 jam (Legodi & de Waal, 2007). Hal yang sama dilakukan untuk waktu sintesis 90 dan 120 menit.

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, *color reader* dan SEM. Karakterisasi XRD diperoleh struktur, ukuran kristal dan intensitas. Adapun analisis FTIR untuk mendeteksi gugus fungsi dan mengidentifikasi senyawa. Analisis *color reader* untuk memperoleh hasil distribusi warna, sedangkan karakterisasi SEM diperoleh morfologi dan ukuran partikel (Rahmawati et al., 2020).

### **3.5.6 Karakterisasi Hasil Sintesis**

#### **3.5.5.1 XRD**

Sampel hematit dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui ukuran kristal, struktur kristal dan parameter kisi hematit. Mula-mula serbuk hematit dipress dengan alat pengepres. Kemudian, sampel ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X. Sumber radiasi yang digunakan adalah  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda=1,54060 \text{ \AA}$ ) dengan daya sebesar 30 kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang  $2\theta$  ( $^\circ$ ) =20-90.

### **3.5.5.2 FTIR**

Hematit hasil sintesis dengan variasi waktu dikarakterisasi menggunakan FTIR. Karakterisasi FTIR mempunyai 3 fungsi yaitu untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, menentukan kualitas atau konsistensi sampel dan menentukan intensitas suatu komponen dalam sebuah campuran (Thermo, 2001). Tujuan lain dari FTIR adalah untuk mengetahui gugus fungsional dan jenis vibrasi pada sampel hematit serta mengetahui adanya ikatan logam-oksigen pada produk yang dihasilkan melalui vibrasi molekul dengan adanya pita penyerapan pada frekuensi tertentu. Sinar inframerah memiliki rentang panjang gelombang dari 2.5  $\mu\text{m}$  sampai 25  $\mu\text{m}$ . Pelet KBr digunakan dalam rentang frekuensi sinar infrared dari  $400 \text{ cm}^{-1}$  sampai  $4000 \text{ cm}^{-1}$ .

### **3.5.5.3 Color Reader**

Hematit hasil sintesis disiapkan kemudian dinyalakan *color reader* menggunakan system  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  lalu dikalibrasi dengan memilih warna putih pada alat dan hasil kalibrasi disimpan. Selanjutnya, ujung reseptor ditempelkan pada sampel hingga lampunya hidup. Angka yang ditampilkan kemudian diukur pada

grafik untuk mengetahui spesifikasi warna. Data hasil pengukuran dapat berupa nilai  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  yang dianalisis dengan sistem notasi Hunter (Zanur et al., 2017).

### 3.5.5.4 SEM

Produk terbaik dari hasil difraksi sinar-X yang berupa serbuk kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran partikel. Sampel ditempatkan di tempat sampel lalu ditembakkan dengan seberkas elektron berenergi tinggi dan dipantulkan sehingga objek akan terlihat. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 20.000-200.000x sehingga terlihat morfologi dan ukuran partikel.

## 3.6 Analisis Data

### 3.6.1 Analisis Hasil XRD

Analisis XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristal, perubahan fasa dan derajat kristalinitas. Hasil sintesis hematit yang dianalisis oleh XRD berupa difraktogram. Data difraktogram ini diperoleh nilai  $2\theta$  dan  $\beta$  (lebar setengah puncak) yang digunakan untuk menghitung ukuran kristal ( $D$ ) menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditulis seperti persamaan 3.1. (Lassoued, 2017).

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

Keterangan:

$D$  = ukuran kristal (nm)

$K$  = nilai konstanta faktor (0,9)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X (1,54059 Å)

$\beta$  = nilai FWHM dalam radian

$\theta$  = sudut Bragg.

### 3.6.2 Analisis Hasil FTIR

Analisis dengan FTIR bertujuan untuk mengetahui adanya ikatan logam-oksigen pada sampel. Hasil yang diperoleh berupa spektrum absorbansi dengan sumbu x berupa bilangan gelombang sedangkan sumbu y berupa absorbansi. Pengujian FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang ada dalam sampel. Kemudian, ditentukan karakteristik puncak dan gugus fungsi yang diperlukan untuk membaca spektrum. Lalu dicocokkan hasil spektrum yang diperoleh dengan standar FTIR hematit di SDDBS. Data pita absorpsi pada senyawa hematit terdapat pada Fe-O stretching dengan bilangan gelombang 465 dan 544  $\text{cm}^{-1}$  (Darezereshki, 2012).

### 3.6.3 Analisis Hasil Color Reader

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

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

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

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

Berdasarkan sistem Hunter nilai  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  dapat diartikan sebagai berikut:

1. Notasi  $L^*$ : 0 (hitam); 100 (putih) menyatakan cahaya pantul yang menghasilkan warna kromatik putih, abu-abu dan hitam.

2. Notasi  $a^*$ : warna kromatik campuran merah-hijau dengan nilai  $+a^*$  (positif) dari 0 sampai +80 untuk warna merah dan nilai  $-a^*$  (negatif) dari 0 sampai -80 untuk warna hijau.
3. Notasi  $b^*$ : warna kromatik campuran biru-kuning dengan nilai  $+b^*$  (positif) dari 0 sampai +70 untuk warna kuning nilai  $-b^*$  (negatif) dari 0 sampai -70 untuk warna biru (Zanur et al., 2017).

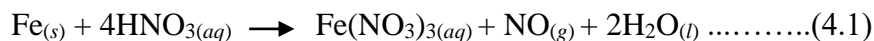
#### **3.6.4 Analisis Hasil SEM**

Analisis menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui informasi mengenai topografi (ciri-ciri permukaan) dan morfologi (bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek). Hasil karakterisasi SEM diperoleh gambar digital partikel yang akan diolah kembali di Image-J. Penggunaan Image-J membutuhkan *background* untuk analisis partikel yang disebut dengan segmentasi gambar. *Background* diperoleh dengan cara *Image > Adjust > Threshold*, dengan mengatur *threshold* maka dapat diatur tingkat kecerahan gambar untuk definisi partikel dan background. Penyesuaian *threshold* di maksudkan untuk mengukur luas artikel pada Image-J sehingga diperoleh distribusi ukuran partikel.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

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

Sampel yang digunakan dalam pembuatan prekursor ferri adalah limbah bubuk besi yang berbentuk serbuk dan berwarna abu-abu gelap. Limbah bubuk besi yang digunakan berasal dari bengkel bubuk besi yang berada di Jl. Mertojoyo Selatan Kota Malang. Pembuatan prekursor ferri ini dilakukan dengan cara mendestruksi sampel limbah bubuk besi menggunakan asam nitrat. Destruksi pada sampel menggunakan asam nitrat berfungsi untuk memutus ikatan antar senyawa organik dengan logam, setelah proses destruksi diharapkan yang tertinggal hanya logam-logam saja dalam bentuk ion (Asmorowati et al., 2020). Penggunaan asam nitrat dalam proses destruksi dapat mengoksidasi Fe dari bilangan oksidasi 0 menjadi  $3+$  dalam bentuk garam  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  karena asam nitrat merupakan asam kuat dan oksidator kuat, hal ini sesuai dengan persamaan reaksi 4.1 (Kurushkin, 2015; Vogel, 1990).



Limbah bubuk besi yang dilarutkan dengan asam nitrat menghasilkan gas NO yang tidak berwarna, namun ketika gas tersebut keluar maka akan segera bereaksi dengan oksigen yang ada di udara membentuk gas nitrogen dioksida ( $\text{NO}_2$ ) yang berwarna merah, sesuai dengan persamaan reaksi 4.2 (Vogel, 1990).



Prekursor hasil destruksi selanjutnya dipanaskan hingga kering dan membentuk padatan. Pemanasan ini berfungsi untuk mempercepat reaksi

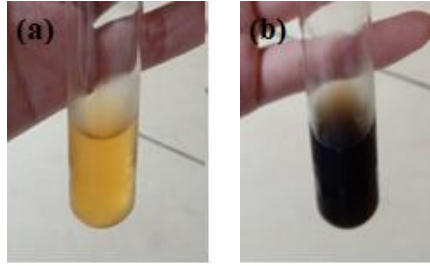
desktruksi, menghilangkan sisa gas NO<sub>2</sub> dan menghilangkan air pada prekursor. Hasil prekursor kemudian dilakukan uji kualitatif dengan meneteskan NaOH yang bertujuan untuk mengetahui adanya ion ferri (Fe<sup>3+</sup>). Terbentuknya endapan berwarna merah kecoklatan mengindikasikan adanya ion ferri (Fe<sup>3+</sup>) pada hasil prekursor, sebagaimana persamaan reaksi 4.3 dan Gambar 4.1 (Bariyah et al., 2010; Vogel, 1990).



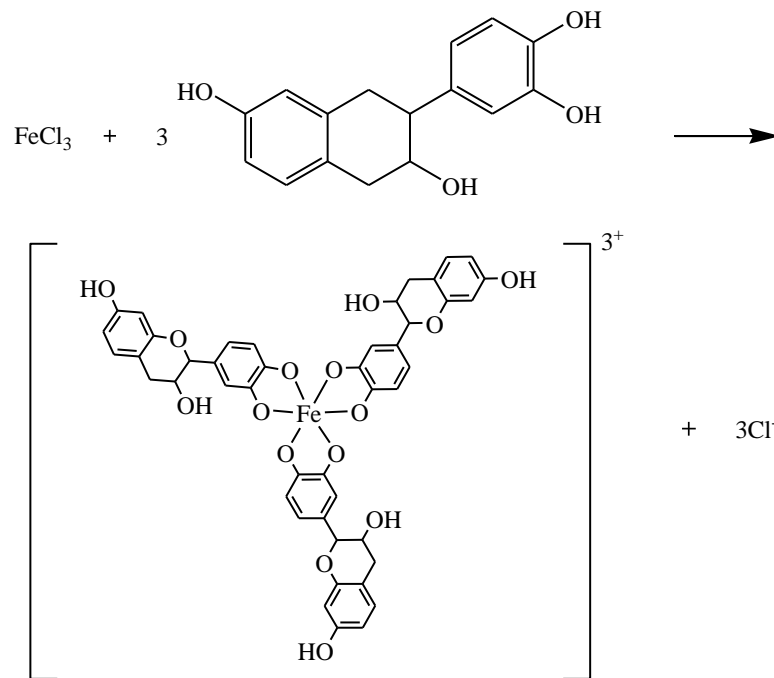
Gambar 4.1 Uji kualitatif prekursor ferri dengan NaOH

#### 4.2 Ekstraksi Daun Pepaya dengan Metode Infusa

Daun pepaya yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari salah satu perkebunan pepaya di Joyo Grand Kota Malang. Daun pepaya yang telah dibersihkan kemudian dihaluskan untuk memperluas kontak dengan pelarut, sehingga ekstraksi senyawa aktif yang terdapat pada daun pepaya lebih maksimal. Cahyati et al. (2017) menyatakan bahwa ekstrak daun pepaya menggunakan pelarut air mengandung senyawa aktif diantaranya ialah tanin, flavonoid, alkaloid, saponin dan steroid. Dalam penelitian tersebut diperoleh kadar tanin yang lebih tinggi dibandingkan senyawa lain.



Gambar 4.2 Ekstrak daun pepaya: (a) sebelum ditambahkan  $\text{FeCl}_3$  dan (b) sesudah ditambahkan  $\text{FeCl}_3$



Gambar 4.3 Reaksi antara tanin dengan  $\text{FeCl}_3$  (Sulasmi et al., 2019)

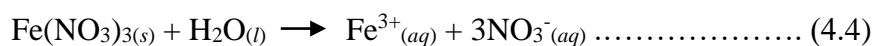
Adanya tanin pada ekstrak daun pepaya dapat diketahui melalui uji kualitatif pada ekstrak dengan cara meneteskan larutan  $\text{FeCl}_3$  dan diperkuat dengan uji FTIR sebagaimana Gambar 4.8. Terjadinya perubahan warna dari coklat menjadi hijau kehitaman yang mengindikasikan bahwa ekstrak daun pepaya positif mengandung tanin, sebagaimana Gambar 4.2 (A'yun & Laily, 2015). Perubahan warna menjadi hijau kehitaman ini disebabkan oleh reaksi  $\text{FeCl}_3$  yang berikatan dengan senyawa tanin hingga terbentuk senyawa kompleks. Hal ini terjadi dikarenakan adanya ion  $\text{Fe}^{3+}$  sebagai atom pusat dan tanin memiliki atom O yang



memiliki pasangan elektron bebas yang dapat berkoordinasi dengan atom pusat sebagai ligan. Reaksi antara tanin dengan  $\text{FeCl}_3$  dapat dilihat pada Gambar 4.3 (Akbar et al., 2022; Sulasmi et al., 2019).

### 4.3 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan Variasi Waktu Sintesis

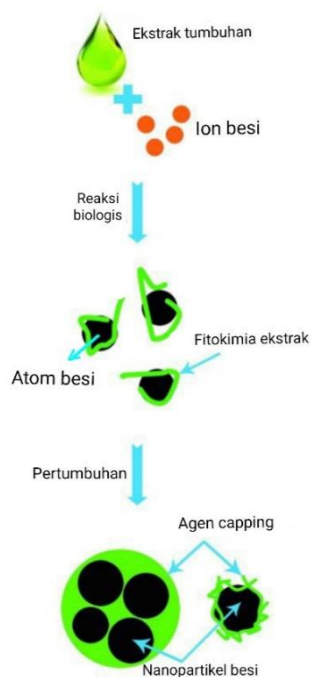
Proses sintesis pigmen hematit dengan metode presipitasi diawali dengan melarutkan prekursor menggunakan aquademineral yang bertujuan untuk menguraikan prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  menjadi ion-ionnya sehingga akan lebih mudah bereaksi dengan agen pereduksi, sebagaimana persamaan reaksi 4.4.



Langkah berikutnya yaitu penambahan ekstrak daun pepaya yang berfungsi sebagai agen pereduksi dan penstabil. Menurut Ebrahiminezhad et al. (2018) proses pembentukan nanopartikel besi menggunakan ekstrak tumbuhan diawali dengan ion besi yang mengikat senyawa aktif dan direduksi menjadi atom besi sehingga pembentukan inti besi terjadi. Inti besi selanjutnya tumbuh menjadi nanopartikel besi yang stabil dengan adanya proses *capping* yang ditampilkan pada Gambar 4.4. *Capping* merupakan proses adsorpsi senyawa organik yang memiliki sifat hidrofobik dan efek sterik pada permukaan logam (Arief et al., 2015). Senyawa-senyawa organik yang terikat pada permukaan logam akan menyebabkan tolakan antar partikel (*steric exclusion*), yang dapat mengontrol pertumbuhan partikel dan juga dapat mencegah terjadinya aglomerasi partikel logam selama proses sintesis berlangsung (Daimon, 2015).

Shtewi et al. (2021) menjelaskan bahwa tanin yang memiliki banyak gugus hidroksil (-OH) dari galoil dapat membentuk kompleks kuat dengan ion  $\text{Fe}^{3+}$ .

Gugus hidroksil tersebut terdeprotonasi dan bertindak untuk mereduksi ion  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^0$ .  $\text{Fe}^0$  tersebut selanjutnya dioksidasi oleh oksigen di atmosfer atau air menghasilkan nanopartikel  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  yang ditampilkan pada Gambar 2.7, saat adanya pemanasan dengan variasi waktu.



Gambar 4.4 Ilustrasi proses pembentukan nanopartikel besi menggunakan ekstrak tumbuhan (Ebrahiminezhad et al., 2018)

Proses selanjutnya adalah pemanasan dengan variasi waktu sintesis 60, 90 dan 120 menit bertujuan untuk mengetahui waktu optimal pembentukan pigmen hematit. Campuran yang telah dipanaskan dibiarkan selama 24 jam untuk memaksimalkan pembentukan kristal. Endapan yang terbentuk selanjutnya disaring menggunakan corong *buchner* yang bertujuan untuk mengurangi kadar air dalam sampel. Langkah terakhir dari proses sintesis hematit yaitu kalsinasi pada suhu  $750^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam yang bertujuan untuk memaksimalkan pembentukan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) serta menghilangkan beberapa senyawa organik yang tersisa dalam

sampel. Proses kalsinasi ini mengubah warna serbuk hasil sintesis dari warna coklat menjadi merah yang ditampilkan pada Gambar 4.5.

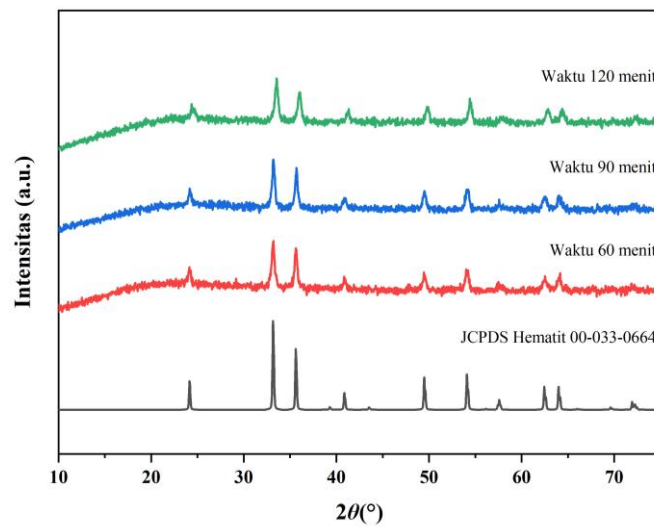


Gambar 4.5 Hasil sintesis pigmen hematit dengan variasi waktu sintesis 60, 90 dan 120 menit: (a) sebelum dikalsinasi dan (b) sesudah dikalsinasi

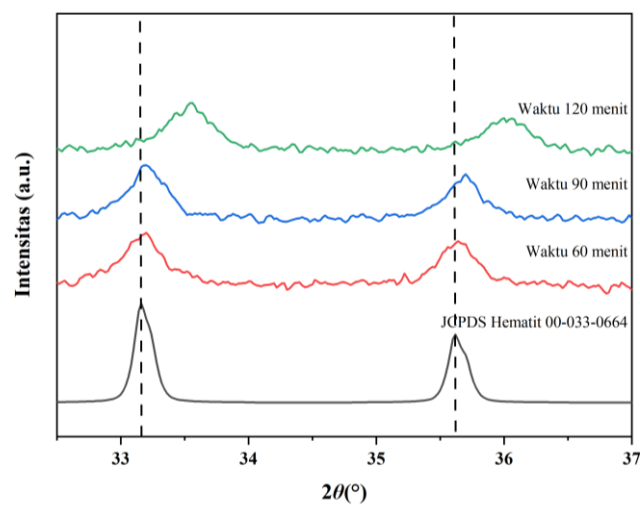
#### 4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

Karakterisasi sampel hasil sintesis menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Data sampel yang diperoleh selanjutnya akan dibandingkan dengan standar JCPDS hematit (00-033-0664) dengan cara membandingkan posisi puncak  $2\theta$ . Sampel yang dikarakterisasi meliputi 3 variasi waktu sintesis yaitu 60, 90 dan 120 menit. Hasil analisis XRD ditampilkan pada Gambar 4.6 yang menunjukkan bahwa puncak-puncak difraksi dari ketiga sampel hasil sintesis sesuai dengan standar hematit. Hematit pada waktu sintesis 60 dan 120 menit memiliki intensitas yang rendah dengan puncak difraksi yang lebar mengindikasikan derajat kristalinitas yang rendah. Adapun hematit pada waktu sintesis 90 menit menunjukkan intensitas dan puncak difraksi yang lebih tinggi dan tajam. Hal ini menunjukkan kristalinitas yang semakin meningkat.

Perbesaran posisi puncak  $2\theta = 33^\circ$  dan  $35^\circ$  ditampilkan pada Gambar 4.7. Dari perbesaran tersebut, dapat diketahui bahwa pada posisi puncak difraktogram hematit hasil sintesis dengan waktu sintesis 120 menit mengalami pergeseran ke arah kanan. Pergeseran tersebut menandakan ukuran kristal yang dihasilkan semakin kecil. Terjadinya pergeseran puncak dimungkinkan karena terdapat pergeseran parameter sel kisi yang berpengaruh pada ukuran kristal dan beberapa cacat dalam kisi kristal hematit (Müller et al., 2015).



Gambar 4.6 Difraktogram hematit hasil sintesis



Gambar 4.7 Perbesaran beberapa puncak tertinggi pada hematit hasil sintesis

Analisis *Rietveld* struktur kristal hematit hasil sintesis dengan metode *Le Bail* menggunakan *refinement* disajikan pada Tabel 4.1. Proses analisa dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi data terhitung dan terukur dari JCPDS hematit No. 00-033-0664. Keberhasilan proses *refinement* dapat dilihat dari nilai indeks kecocokan, yakni *Error* seminimal mungkin yang dinyatakan dengan indeks R seperti Rwp (indeks kecocokan bobot), Rp (indeks kecocokan seluruh hasil *fitting*) dan GOF (indeks pencocokan) yang menunjukkan sukses atau tidaknya *refinement* (Mukminin, 2019). Tabel 4.1 menunjukkan bahwa *Rietveld refinement* dapat diterima menurut kriteria yang disyaratkan yaitu  $GOF < 4\%$  dan  $Rwp < 20\%$  (Mukminin, 2019). Dengan demikian, parameter-parameter hasil *refinement* dapat dianalisis lebih lanjut. Sampel hematit pada variasi waktu 90 menit selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM karena menunjukkan nilai Rp, Rwp dan GOF yang paling rendah dibandingkan dengan variasi lain.

Tabel 4.1 Hasil *refinement* hematit hasil sintesis dengan standar hematit

Parameter	Standar Hematit	Variasi Waktu Sintesis		
		60 menit	90 menit	120 menit
Rp		6,78	6,09	7,41
Rwp		7,47	7,36	9,82
GOF		0,4503	0,3869	0,6318
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	5,0356	5,0356	3,0356
b (Å)	5,0356	5,0356	5,0356	3,0356
c (Å)	13,7489	13,7489	13,7489	13,7488

Perhitungan untuk ukuran kristal hematit dilakukan pada puncak dengan intensitas tertinggi yang terletak pada  $2\theta = 33,19^\circ$  dan  $33,53^\circ$  sesuai dengan bidang hkl (104) dari struktur kristal hematit dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis ditampilkan pada Tabel 4.2

dan diketahui bahwa sintesis yang dilakukan menghasilkan kristal hematit dalam ukuran nano dengan kisaran 20-25 nm. Berdasarkan tabel tersebut, dapat diketahui bahwa ukuran kristal yang dihasilkan berbanding terbalik dengan nilai FWHM. Ukuran kristal terkecil diperoleh pada variasi waktu 120 menit dengan nilai FWHM yang terbesar. Hal ini sesuai dengan persamaan Debye-Scherrer, di mana semakin besar nilai FWHM, maka ukuran kristal yang dihasilkan semakin kecil. Pada penelitian Fakhruddin (2019) yang mensintesis hematit menggunakan agen pengendap urea menghasilkan senyawa hematit dengan ukuran kristal 27-41 nm.

Tabel 4.2 Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis

Sampel Hematit	$2\theta$ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)
Waktu 60 menit	33,19	0,34	24,39
Waktu 90 menit	33,19	0,33	25,11
Waktu 120 menit	33,53	0,40	20,54

#### 4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR

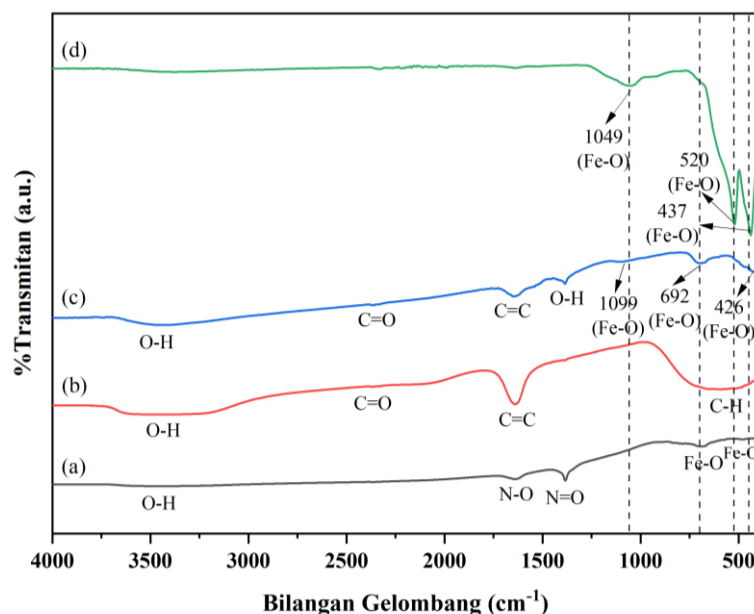
Karakterisasi dengan FTIR pada bilangan gelombang 400-4000  $\text{cm}^{-1}$  bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi dari prekursor serta ekstrak daun pepaya yang terlibat dalam pembentukan hematit. Berdasarkan hasil spektra FTIR yang ditampilkan pada Gambar 4.8 spektrum dari prekursor ferri menunjukkan puncak serapan pada bilangan gelombang 3445  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan serapan O-H *stretching* yang tumpul dan melebar. Adanya gugus O-H ini berasal dari pengotor  $\text{H}_2\text{O}$  yang dimungkinkan masih tertinggal di permukaan sampel. Bilangan gelombang 1640  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus fungsional N-O *stretching* dan bilangan gelombang 1383  $\text{cm}^{-1}$  yang mengindikasikan gugus N=O *symmetric* yang berasal dari asam nitrat (Siregar & Ansari, 2020). Adanya serapan pada bilangan gelombang 689 dan 474  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan ikatan vibrasi pada Fe-O.

Hasil FTIR dari ekstrak daun pepaya menunjukkan puncak serapan 3553  $\text{cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya gugus O-H *stretching* dari molekul air (Shriner, 2004). Serapan 1638  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan gugus C=C *stretching* dari cincin aromatik dalam senyawa polifenol (Shriner, 2004). Serapan 2363  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus C=O *stretching* dengan intensitas rendah yang berasal dari CO<sub>2</sub> di atmosfer (Ghosh et al., 2012). Serapan 666  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya gugus fungsi C-H aromatik *out of plane bending* dari senyawa tanin (Bharudin et al., 2013). Berdasarkan spektra ekstrak daun pepaya, terdapat gugus fungsi pada tanin yang tidak muncul yaitu gugus C-O pada bilangan gelombang 1100  $\text{cm}^{-1}$  dan O-H pada bilangan gelombang 1400  $\text{cm}^{-1}$  (Bhuiyan et al., 2020). Hal ini dimungkinkan karena kecilnya komposisi senyawa metabolit sekunder pada ekstrak daun pepaya. Interpretasi hasil spektra FTIR pada prekursor Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dan ekstrak daun pepaya dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Interpretasi hasil spektra FTIR pada prekursor Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dan ekstrak daun pepaya

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )
	Prekursor Ferri	Ekstrak Daun Pepaya	
O-H <i>stretching</i>	3445	3553	3200-3550 (Shriner, 2004)
C=O <i>stretching</i>	-	2363	2356 (Ghosh et al., 2012)
N-O <i>stretching</i>	1640	-	1625-1660 (Shriner, 2004)
C=C <i>stretching</i>	-	1638	1610-1660 (Shriner, 2004)
N=O <i>stretching</i>	1383	-	
C-H aromatik <i>out of plane bending</i>	-	666	663 (Rufus et al., 2019)
Ikatan vibrasi Fe-O	689 dan 474	-	665 dan 573 (Kumar et al., 2022), 434 dan 527 (Lassoued et al., 2017)

Hasil sintesis hematit sebelum dan sesudah kalsinasi pada variasi waktu 90 menit diidentifikasi menggunakan spektroskopi FTIR. Hasilnya ditampilkan pada Gambar 4.8 dan interpretasinya disajikan pada Tabel 4.4. Adanya proses kalsinasi ini bertujuan untuk menghilangkan beberapa senyawa organik dan memaksimalkan pembentukan hematit. Pada hasil FTIR hematit sebelum kalsinasi terdapat serapan  $3442\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus O-H *stretching* dari molekul air dengan intensitas yang masih kuat. Serapan  $2363\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi C=O *stretching* pada  $\text{CO}_2$  di atmosfer. Serapan pada bilangan gelombang  $1648\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya gugus dari C=C *stretching*, sedangkan serapan  $1385\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi dari O-H *bending* tersier yang berasal dari agen pereduksi daun pepaya. Serapan  $1099\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi Fe-O *bending* pada  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , sedangkan serapan  $692$  dan  $426\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan vibrasi Fe-O *stretching*.



Gambar 4.8 Hasil spektra FTIR: (a) prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , (b) ekstrak daun pepaya, (c) hasil sintesis sebelum kalsinasi dan (d) hasil sintesis sesudah kalsinasi



Tabel 4.4 Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis variasi waktu 90 menit

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )
	Sebelum Kalsinasi	Sesudah Kalsinasi	
O-H <i>stretching</i>	3442	-	3200-3550 (Shriner, 2004)
C=O <i>stretching</i>	2363	-	2360 (Darezereshki, 2012)
C=C <i>stretching</i>	1648	-	1610-1660 (Shriner, 2004)
O-H <i>bending</i> tersier	1385	-	1330-1420 (Shriner, 2004)
Fe-O <i>bending</i> pada Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1099	1049	1070-1080 (Bepari et al., 2017)
Vibrasi Fe-O <i>stretching</i>	692 dan 426	520 dan 437	665 dan 573 (Kumar et al., 2022), 434 dan 527 (Lassoued et al., 2017)

Berdasarkan Tabel 4.4 beberapa gugus yang terdeteksi pada sampel sebelum kalsinasi menghilang sesudah dilakukan kalsinasi. Gugus yang menghilang diantaranya yaitu: gugus O-H *stretching* dari molekul air, C=O *stretching* dari CO<sub>2</sub> di atmosfer, gugus C=C serta O-H *bending* tersier dari ekstrak daun pepaya. Spektrum sesudah kalsinasi menunjukkan intensitas serapan Fe-O khas hematit yang lebih tinggi dibandingkan dengan intensitas sebelum kalsinasi. Serapan gugus khas senyawa hematit yaitu Fe-O sesudah kalsinasi terdeteksi pada bilangan gelombang 520 dan 437 cm<sup>-1</sup> dengan intensitas yang tajam dan kuat. Hal ini mengindikasikan kuatnya ikatan kimia pada gugus Fe-O yang terdapat pada sampel. Kekuatan ikatan kimia ini dapat dipengaruhi oleh momen dipol. Secara umum, semakin besar perubahan dipol, semakin kuat intensitas pita dalam spektrum IR (McNeil, 2012). Larkin (2011) menyatakan bahwa dua komponen penting dalam proses penyerapan IR adalah frekuensi radiasi dan momen dipol molekul. Serapan lain yang masih tersisa sesudah kalsinasi terdapat pada bilangan gelombang 1049 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya Fe-O *bending* dari senyawa

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Bepari et al. (2017) menyatakan bahwa serapan pada rentang 1070-1080 tidak dapat digunakan untuk membedakan dengan jelas antara fasa hematit dan maghemit, sehingga ada kemungkinan terbentuknya fasa maghemit pada hasil sintesis.

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

Karakterisasi dengan *color reader* bertujuan untuk menentukan tingkat warna sampel hematit hasil sintesis. Hasil pengujian diperoleh beberapa parameter yaitu nilai  $L^*$  (*bright*) menunjukkan kecerahan,  $C^*$  (*chroma*) menunjukkan intensitas kemurnian warna,  $H^\circ$  (*hue*) menunjukkan corak warna dari pigmen,  $a^*$  menunjukkan koordinat variasi warna hijau hingga merah dan  $b^*$  menunjukkan koordinat variasi warna biru hingga kuning. Hasil pengujian seluruh sampel selanjutnya dibandingkan dengan parameter nilai dari standar hematit. Nilai standar  $L^*$  hematit berkisar 25-45, dengan  $C^*$  berkisar 9-42 dan  $H^\circ$  berkisar 21-57 (Cornell & Schwertmann, 2003).

Berdasarkan hasil karakterisasi *color reader* yang ditunjukkan pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa perlakuan variasi waktu sintesis selama proses sintesis tidak berpengaruh secara signifikan terhadap semua parameter nilai yang dihasilkan. Parameter nilai  $L^*$  yang menunjukkan derajat kecerahan pigmen hasil sintesis mengalami penurunan serta kenaikan seiring dengan bertambahnya waktu sintesis. Penurunan nilai  $L^*$  ini menunjukkan kualitas warna pigmen yang semakin menurun.

Adapun nilai  $H^\circ$  merupakan karakter warna berdasarkan cahaya yang dipantulkan. Nilai  $H^\circ$  pigmen hematit yang dihasilkan melebihi *range* standar hematit, namun tidak terlalu jauh sehingga masih tergolong pigmen hematit.

Berdasarkan Tabel 4.4 ketajaman warna yang dihasilkan sesuai dengan standar hematit dilihat dari nilai  $C^*$ . Adapun pigmen hematit dengan variasi waktu 90 menit menunjukkan warna pigmen yang lebih mencolok dengan nilai  $C^*$  yang lebih tinggi. Pigmen hematit yang dihasilkan memiliki derajat kemerahan ( $a^*$ ) serta derajat kekuningan ( $b^*$ ) yang tinggi, sehingga pigmen yang dihasilkan memiliki warna merah-kekuningan.

Tabel 4.5 Hasil uji warna pigmen hematit

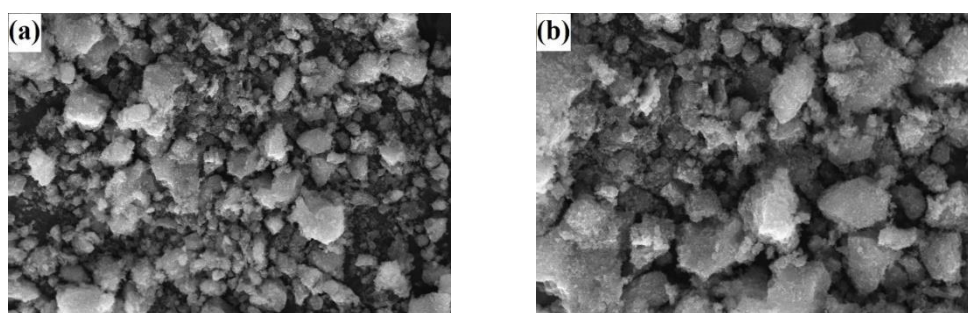
Variasi Waktu Sintesis	Uji Warna				
	$L^*$	$C^*$	$H^\bullet$	$a^*$	$b^*$
Standar Hematit	25-45	9-42	21-57		
60	42,96	24,44	59,24	12,50	21,00
90	40,3	32,32	59,32	16,48	27,8
120	41,28	28,06	59,44	14,26	24,17

#### 4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM

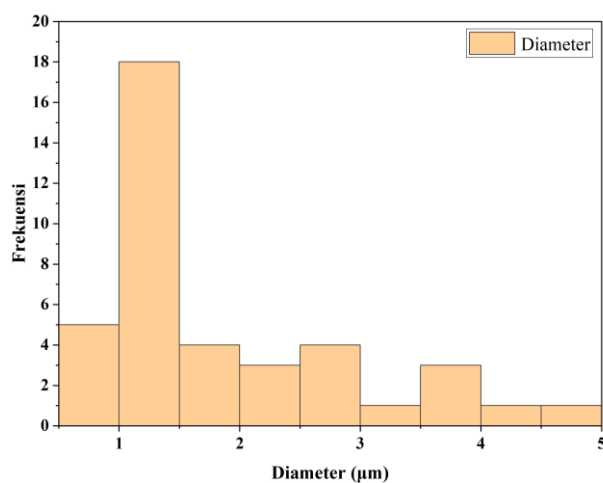
Senyawa hematit hasil sintesis dengan variasi waktu sintesis 90 menit selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM yang bertujuan untuk mengetahui morfologi serta ukuran partikelnya. Hasil karakterisasi SEM yang ditampilkan pada Gambar 4.9 menunjukkan bahwa senyawa hematit yang dihasilkan memiliki morfologi tidak seragam serta terdapat aglomerasi. Aglomerasi dapat disebabkan oleh kelembaban akibat keberadaan  $H_2O$  pada permukaan nanopartikel. Selain itu Kadarisman & Nurhasanah (2020) juga menyatakan bahwa partikel berukuran nano memiliki energi total yang besar dan cenderung membentuk aglomerat.

Ukuran partikel dapat diketahui dari hasil SEM dengan pengolahan menggunakan aplikasi *ImageJ* yang hasil pengukurannya ditampilkan pada Gambar 4.10. Ukuran rata-rata partikel yang diperoleh sebesar  $1,17307 \mu\text{m}$ . Sari (2020) telah mensintesis hematit menggunakan agen pengendap ekstrak daun teh hijau

menghasilkan hematit dengan ukuran rata-rata partikel 0,28-0,33  $\mu\text{m}$ . Pada penelitian Fakhruddin (2019) yang mensintesis hematit menggunakan agen pengendap urea menghasilkan hematit dengan ukuran rata-rata partikel yang lebih kecil yaitu 0,26076-0,28433  $\mu\text{m}$ . Hal ini disebabkan hematit yang dihasilkan pada penelitian ini mengalami aglomerasi, sehingga ukuran partikel yang dihasilkan lebih besar. Berdasarkan ukuran partikel dapat diketahui bahwa hematit yang dihasilkan pada penelitian ini bukan termasuk nanopartikel, sebab nanopartikel merupakan suatu partikel dengan ukuran nanometer, yaitu sekitar 1-100 nm (Apriandanu et al., 2013).



Gambar 4.9 Hasil SEM sampel hematit dengan waktu sintesis 90 menit: (a) perbesaran 5.000 kali dan (b) perbesaran 10.000 kali



Gambar 4.10 Histogram pola distribusi ukuran partikel sampel hematit dengan variasi waktu sintesis 90 menit

#### 4.8 Kajian Penelitian Berdasarkan Perspektif Islam

Pemanfaatan limbah bubuk besi sebagai bahan baku dalam sintesis hematit menggunakan metode presipitasi dengan penambahan ekstrak daun pepaya pada penelitian ini telah menghasilkan kristal hematit berwarna merah yang dapat diaplikasikan sebagai pigmen yang ramah lingkungan. Umumnya limbah bubuk besi tidak diolah terlebih dahulu dan langsung dibuang ke lingkungan, sehingga dapat menyebabkan kerusakan serta pencemaran lingkungan yang akan memicu bencana alam. Hal ini dikarenakan besi memiliki sifat yang korosif dan dapat menurunkan kesuburan tanah (Sugiharto, 1997). Kerusakan yang terjadi di muka bumi ini disebabkan oleh ulah manusia dan Allah Swt. mendatangkan bencana supaya manusia mengetahui akibat dari perbuatannya, sebagaimana firman Allah Swt. dalam surat Ar-Rum ayat 41.

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ مِمَّا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

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

Syaikh As-Sa'di (1433) menyatakan bahwa berbuat kerusakan di muka bumi dapat menyebabkan kerusakan pada makhluk hidup yang lain seperti tumbuhan dan hewan. Oleh sebab itu, Allah Swt. menciptakan manusia yang diberi akal agar dapat berpikir serta menganalisis untuk membedakan mana yang baik dan benar. Manusia juga diciptakan dengan dilengkapi kekuatan yang mampu membuat mereka dapat mengelola serta menata demi terciptanya kemakmuran di bumi. Salah satu upaya untuk menciptakan kemakmuran di bumi yaitu dengan mengurangi pencemaran lingkungan yang diakibatkan dari limbah bubuk besi dengan cara

mengolahnya menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat. Sesungguhnya Allah tidak menciptakan sesuatu di bumi ini melainkan ada manfaat yang dapat diambil walaupun sudah dalam bentuk limbah. Hal tersebut ditunjukkan dalam firman Allah surat Ali Imran ayat 190-191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ  
 اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا  
 سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

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

Ayat di atas menunjukkan bahwa Allah tidak menciptakan langit dan bumi beserta semua isinya dengan sia-sia tanpa ada manfaatnya. Seperti pigmen hematit yang dihasilkan dari penelitian ini dapat digunakan sebagai pewarna dalam pembuatan cat karena memiliki karakter unggul dalam daya tahan yang baik, kuat dalam pewarnaan, serta *nontoxic* (Septityana et al., 2013). Menurut Al-Baghdadi (865) dalam Tafsir Khozin menyatakan bahwa ayat diatas memerintahkan agar manusia berpikir dan mengambil pelajaran disetiap kejadian. Melalui berpikir manusia dapat mengetahui hakikat serta manfaat dari suatu hal, untuk memperoleh hal tersebut juga harus disertai dengan pengaplikasian dalam kehidupan nyata. Oleh karena itulah hanya orang-orang yang takut kepada Allah-lah yang dapat mengambil manfaat darinya, dan dengan pikirannya yang lurus dapat membuatnya mengetahui hikmahnya, sebagaimana firman Allah dalam surat Al-Jatsiyah ayat 13 yang berbunyi:

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَاٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ ﴿١٣﴾

Artinya: “Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir”.

Kata “*sakhkhara*” (menundukkan) yang dimaksud dalam ayat di atas adalah Allah menundukkan semua ciptaan-Nya untuk kepentingan manusia sesuai dengan sunnatullah, sehingga manusia dapat mengambil manfaat selama manusia menggunakan akal serta pikirannya. Manusia telah diberi dua potensi penting yaitu potensi fitriyah (di dalam diri) dan potensi sumber daya alam untuk memahami sunnatullah (Fakhri, 2010). Seiring berjalannya waktu sumber daya alam yang berasal dari tumbuhan tidak hanya dimanfaatkan sebagai obat-obatan saja, namun tumbuhan juga dapat dimanfaatkan sebagai agen pereduksi dalam sintesis besi oksida (Saif et al., 2016). Salah satu tumbuhan yang dapat dimanfaatkan sebagai agen pereduksi adalah daun pepaya. Daun pepaya mengandung berbagai senyawa aktif yang memiliki aktivitas antioksidan tinggi yang dapat mereduksi ion besi salah satunya adalah tanin (Bhuiyan et al., 2020; Ebrahiminezhad et al., 2018). Penggunaan tumbuhan pepaya sebagai agen pereduksi dalam sintesis pigmen hematit ini dapat meminimalisir banyaknya limbah kimia yang dihasilkan selama proses sintesis.

Hematit yang telah berhasil disintesis pada penelitian ini menghasilkan warna dan ukuran kristal yang berbeda-beda pada masing-masing sampel. Hal ini dapat diketahui melalui hasil karakterisasi menggunakan *color reader* dan XRD. Hasil *color reader* menunjukkan nilai warna yang beragam pada setiap variasi, seperti hematit pada variasi waktu 60 menit yang menunjukkan nilai derajat

kecerahan yang lebih tinggi dibandingkan variasi lain. Adapun hasil XRD menunjukkan bahwa semua kristal hematit memiliki ukuran nanokristal dengan ukuran terbesar sebesar 25,11 nm yang diperoleh pada variasi waktu 90 menit. Hematit pada variasi waktu 90 menit merupakan hasil terbaik diantara lainnya karena lebih sesuai dengan standar hematit.



## **BAB V PENUTUP**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

1. Identifikasi hematit setelah kalsinasi menggunakan FTIR menghasilkan serapan gugus khas hematit yaitu ikatan vibrasi Fe-O pada bilangan gelombang 520 dan 437  $\text{cm}^{-1}$ .
2. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa variasi waktu sintesis tidak berpengaruh terhadap ukuran kristal serta warna hematit hasil sintesis, namun semua variasi menghasilkan struktur hematit.
3. Hasil karakterisasi SEM pada waktu sintesis 90 menit diperoleh morfologi yang tidak seragam serta terdapat aglomerasi dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 1,17307  $\mu\text{m}$ .

### **5.2 Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu perlu dikaji lebih lanjut mengenai perbandingan penggunaan pelarut dengan daun pepaya saat ekstraksi serta penyimpanan sampel, sehingga dapat mengurangi aglomerasi dan partikel yang dihasilkan lebih seragam.

## DAFTAR PUSTAKA

- A'yun, Q., & Laily, A. N. (2015). Analisis Fitokimia Daun Pepaya (*Carica papaya* L.) di Balai Penelitian Tanaman Aneka Kacang dan Umbi, Kendalpayak, Malang. *Seminar Nasional Konservasi Dan Pemanfaatan Sumber Daya Alam*, 134–137.
- Abdulkadir, I., & Aliyu, A. B. (2013). Some Wet Routes for Synthesis of Hematite Nanostructures. *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, 7(3), 114–121. <https://doi.org/10.5897/AJPAC12.002>
- Abdullah. (2003). *Tafsir Ibnu Katsir* (Jilid 6). Pustaka Imam Asy Syafi'i.
- Adisyahputra, Sari, F. I. P., Mahardika, R. G., & Afriza, G. (2021). Solubility of Metals Content Bangka Tin Tailings Sand Using Inorganic Acids. *IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science*, 926(012105). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/926/1/012105>
- Ahmmad, B., Leonard, K., Shariful Islam, M., Kurawaki, J., Muruganandham, M., Ohkubo, T., & Kuroda, Y. (2013). Green Synthesis of Mesoporous Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles and Their Photocatalytic Activity. *Advanced Powder Technology*, 24, 160–167. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2012.04.005>
- Akbar, M. K., Hajrah, & Sastyarina, Y. (2022). Identifikasi Metabolit Sekunder Air Seduhan Daun Kelor (*Moringa oleifera* Lam.) dan Bawang Dayak (*Sisyrinchium palmifolium* L.) yang Berpotensi sebagai Inhibitor  $\alpha$ -Glukosidase. *Proceeding of Mulawarman Pharmaceuticals Conferences*, 116–121. <http://prosiding.farmasi.unmul.ac.id/index.php/mpc/article/view/416/399>
- Akintelu, S. A., Oyebamiji, A. K., Olugbeko, S. C., & Folorunso, A. S. (2021). Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Application and Environmental Remediation : A Review. *Eclética Química Journal*, 46(4), 17–37. <https://doi.org/10.26850/1678-4618eqj.v46.4.2021.p>
- Al-Baghdadi, A. A. bin M. (865). *Tafsir Khozin*. Darul Kutub Al 'Ilmiyah.
- Al-Maraghi, A. M. (1986). *Terjemahan Tafsir al-Maraghi juz 6*. CV. Toba Putra.
- Apriandanu, D., Wahyuni, S., & Hadisaputro, S. (2013). Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Metode Poliol Dengan Agen Stabilisator Polivinilalkohol (PVA). *Jurnal MIPA*, 36(2), 157–168. <http://journal.unnes.ac.id/nju/index.php/JM>
- Arief, S., Gustia, V., Wellia, D. V., Zulhadjri, Ban, T., & Ohya, Y. (2015). Hydrothermal Synthesized Ag Nanoparticles Using Bioreductor of Gambier Leaf Extract (*Uncaria gambier* Roxb). *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(9), 189–192.

- As-Sa'di, A. bin N. (1433). *Tafsir As-Sa'di (Tafsir Al-Karim Ar-Rahman)* (Edisi 2). Muassasah Ar-Risalah.
- Asmorowati, D. S., Sumarti, S. S., & Kristanti, I. (2020). Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering untuk Analisis Timbal dalam Tanah di Sekitar Laboratorium Kimia FMIPA UNNES. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 9(3), 169–173. <http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>
- Bariyah, K., Nuryanto, R., & Suyati, L. (2010). Pengaruh Kation  $Fe^{2+}$  terhadap Proses Elektrokimiawi Magnesium pada Model Larutan Pekatan Air Laut (Bittern). *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 13(3), 95–100. <https://doi.org/10.14710/jksa.13.3.95-100>
- Bepari, R. A., Bharali, P., & Das, B. K. (2017). Controlled Synthesis of  $\alpha$ - and  $\gamma$ - $Fe_2O_3$  Nanoparticles Via Thermolysis of PVA Gels and Studies on  $\alpha$ - $Fe_2O_3$  Catalyzed Styrene Epoxidation. *Journal of Saudi Chemical Society*, 21, S170–S178. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2013.12.010>
- Bere, M. L., Sibarani, J., & Manurung, M. (2019). Sintesis Nanopartikel Perak (NPAg) Menggunakan Ekstrak Air Daun Kemangi (*Ocimum Sanctum* Linn.) dan Aplikasinya Dalam Fotodegradasi Zat Warna Metilen Biru. *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)*, 7(2), 155–164.
- Bharudin, M. A., Zakaria, S., & Chia, C. H. (2013). Condensed Tannins from Acacia Mangium Bark: Characterization by Spot Tests and FTIR. *AIP Conference Proceedings*, 1571(1), 153–157. <https://doi.org/10.1063/1.4858646>
- Bhuiyan, M. S. H., Miah, M. Y., Paul, S. C., Aka, T. Das, Saha, O., Rahaman, M. M., Sharif, M. J. I., Habiba, O., & Ashaduzzaman, M. (2020). Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticle Using Carica Papaya Leaf Extract: Application for Photocatalytic Degradation of Remazol Yellow RR Dye and Antibacterial Activity. *Heliyon*, 6, 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e04603>
- Biswal, S. K., Panigrahi, G. K., & Sahoo, S. K. (2020). Green Synthesis of  $Fe_2O_3$ -Ag Nanocomposite using Psidium guajava Leaf Extract: An Eco-friendly and Recyclable Adsorbent for Remediation of Cr(VI) from Aqueous Media. *Biophysical Chemistry*, 263, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.bpc.2020.106392>
- Bukhari, A., Ijaz, I., Gilani, E., Nazir, A., Zain, H., Saeed, R., Alarfaji, S. S., Hussain, S., Aftab, R., & Naseer, Y. (2021). Green Synthesis of Metal and Metal Oxide Nanoparticles Using Different Plants ' Parts for Antimicrobial Activity and Anticancer Activity : A Review Article. *Coatings*, 11(11).
- Cahyati, W. H., Asmara, W., Umniyati, S. R., & Mulyaningsih, B. (2017). The Phytochemical Analysis of Hay Infusions and Papaya Leaf Juice as an Attractant Containing Insecticide for *Aedes Aegypti*. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*, 12(2), 96–102. <https://doi.org/10.15294/kemas.v12i2.6223>

- Cornell, R. M., & Schwertmann, U. (2003). *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses* (2nd Editio). Wiley-VCH.
- Daimon, H. (2015). Progress in Cathode Catalysts for PEFC. In *Advance Materials dor Clean Energy* (pp. 549–559). CRC press LLC.
- Darezereshki, E. (2012). Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 91–97.
- Das, A. K., Islam, M. N., Faruk, M. O., Ashaduzzaman, M., & Dungani, R. (2020). Review on Tannins: Extraction Processes, Applications and Possibilities. *South African Journal of Botany*, 135, 58–70. <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2020.08.008>
- Ebrahiminezhad, A., Zare-Hoseinabadi, A., Sarmah, A. K., Taghizadeh, S., Ghasemi, Y., & Berenjian, A. (2018). Plant-Mediated Synthesis and Applications of Iron Nanoparticles. *Molecular Biotechnology*, 60(2), 154–168. <https://doi.org/10.1007/s12033-017-0053-4>
- Fakhri, J. (2010). Sains dan Teknologi dalam Al-Qur'an dan Implikasinya dalam Pembelajaran. *TA'DIB*, 17(1).
- Fakhrudin, M. J. (2019). Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sonikasi dan Aplikasinya Sebagai Anti Swelling pada Kayu. In *Skripsi*.
- Fouad, D. E., Zhang, C., El-Didamony, H., Yingnan, L., Mekuria, T. D., & Shah, A. H. (2019). Improved Size, Morphology and Crystallinity of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles Synthesized Via The Precipitation Route Using Ferric Sulfate Precursor. *Results in Physics*, 12(January), 1253–1261. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2019.01.005>
- Ghosh, M. K., Poinern, G. E. J., Issa, T. B., & Singh, P. (2012). Arsenic Adsorption on Goethite Nanoparticles Produced Through Hydrazine Sulfate Assisted Synthesis Method. *Korean J. Chem. Eng.*, 29(1), 95–102. <https://doi.org/10.1007/s11814-011-0137-y>
- Glio, M. T. (2017). *Membuat Pestisida Nabati untuk Hidroponik, Akuaponik, Vertikultur, dan Sayuran Organik*. PT AgroMedia Pustaka.
- Herrera-Becerra, R., Rius, J. L., & Zorrilla, C. (2010). Tannin Biosynthesis of Iron Oxide Nanoparticles. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 100(2), 453–459. <https://doi.org/10.1007/s00339-010-5903-x>
- Ikram, E. H. K., Stanley, R., Netzel, M., & Fanning, K. (2015). Phytochemicals of Papaya and Its Traditional Health and Culinary Uses - A Review. *Journal of Food Composition and Analysis*, 41, 201–211. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2015.02.010>

- Kadarisman, & Nurhasanah, I. (2020). Analisis Permukaan Nanopartikel Ferit Seng Berdasarkan Adsorpsi Isoterm Gas Nitrogen. *Berkala Fisika*, 23(3), 78–82.
- Karade, V. C., Parit, S. B., Dawkar, V. V, Devan, R. S., Choudhary, R. J., Kedge, V. V, Pawar, N. V, Kim, J. H., & Chougale, A. D. (2019). A Green Approach for The Synthesis of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles from Gardenia resinifera Plant and it's In Vitro Hyperthermia Application. *Heliyon*, 5, 1–5. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02044>
- Khalamudilah, F. A., Suhendar, D., & Supriadin, A. (2017). Sintesis Dan Karakterisasi Pigmen Merah Besi ( III ) Oksida. *Al-Kimiya*, 4(1), 45–50.
- Khalil, M., Liu, N., & Lee, R. L. (2017). Synthesis and Characterization of Hematite Nanoparticles Using Ultrasonic Sonochemistry Method. *International Journal of Technology*, 4, 582–590. <https://doi.org/10.14716/ijtech.v8i4.7285>
- Khoiroh, L. M., Mardiana, D., Sabarudin, A., & Ismuyanto, B. (2013). Synthesis of Hematite Pigments ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) by Thermal Transformations of FeOOH. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, 2(1), 27–34. <https://doi.org/10.21776/ub.jpacr.2013.002.01.120>
- Khor, B. K., Chear, N. J. Y., Azizi, J., & Khaw, K. Y. (2021). Chemical Composition, Antioxidant and Cytoprotective Potentials of Carica papaya Leaf Extracts: A comparison of Supercritical Fluid and Conventional Extraction Methods. *Molecules*, 26(5), 1–18. <https://doi.org/10.3390/molecules26051489>
- Kumar, I., Nayak, R., Chaudhary, L. B., Pandey, V. N., Mishra, S. K., Singh, N. K., Srivastava, A., Prasad, S., & Naik, R. M. (2022). Fabrication of  $\alpha$  - Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanostructures : Synthesis , Characterization , and Their Promising Application in the Treatment of Carcinoma A549 Lung Cancer Cells. *ACS Omega*, 7, 21882–21890. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c02083>
- Kurushkin, M. (2015). Writing Reactions of Metals with Nitric Acid: A Mnemonic Device for Introductory Chemistry Students. *Journal of Chemical Education*, 92(6), 1125–1126. <https://doi.org/10.1021/ed5006773>
- Larkin, P. J. (2011). *IR and Raman Spectroscopy: Principles and Spectral Interpretation*. Elsevier Inc.
- Lassoued, A., Dkhil, B., Gadri, A., & Ammar, S. (2017). Control of the Shape and Size of Iron Oxide ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles Synthesized Through the Chemical Precipitation Method. *Results in Physics*, 7, 3007–3015. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2017.07.066>
- Latha, N., & Gowri, M. (2014). Bio Synthesis and Characterisation of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles Using Caricaya Papaya Leaves Extract. *International Journal of Science and Research (IJSR)*, 3(11), 1551–1556.
- Lee, J. B., Kim, H. J., Luznik, J., Jelen, A., Pajic, D., Wencka, M., Jaglicic, Z.,

- Meden, A., & Dolinšek, J. (2014). Synthesis and Magnetic Properties of Hematite Particles in a “Nanomedusa” Morphology. *Journal of Nanomaterials*, 1–9. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/902968>
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2006.01.038>
- Mardhiyyah, A. ul. (2021). *Studi Literatur Uji Aktivitas Antioksidan pada Bagian Tanaman Pepaya (Carica papaya L.)*. Electronic Thesis or Dissertation. <https://localhost/setiadi>
- McNeil, H. (2012). *Handbook for Organic Chemistry*. University of Colorado at Boulder.
- Mohapatra, M., & Anand, S. (2010). Synthesis and Applications of Nano-structured Iron Oxides / Hydroxides – A Review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8), 127–146.
- Morales-Morales, J. A. (2017). Synthesis of Hematite  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano Powders by The Controlled Precipitation Method. *Ciencia En Desarrollo*, 8(1), 99–107. <https://doi.org/10.19053/01217488.v8.n1.2017.4494>
- Mukminin, A. (2019). Analisis Komposisi Fasa dan Parameter Unit Sel Kristal Hasil Kalsinasi Suhu Tinggi Abu Cangkang (Paguroidea) dengan Metode Rietveld. *JST (Jurnal Sains Terapan)*, 5(1), 43–48. <https://doi.org/10.32487/jst.v5i1.635>
- Müller, M., Villalba, J. C., Mariani, F. Q., Dalpasquale, M., Lemos, M. Z., Huila, M. F. G., & Anaissi, F. J. (2015). Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments Through the Method of the Forced Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dyes and Pigments*, 120(3), 271–278. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2015.04.026>
- Nisa, C., Aini, N., & Khoiroh, L. M. (2019). Sintesis Pigmen Geothit ( $\alpha$ -FeOOH) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Presipitasi. *ALCHEMY: Journal of Chemistry*, 7(2), 40–45. <https://doi.org/10.18860/al.v4i1.3176>
- Noqta, O. A., Aziz, A. A., Usman, I. A., & Bououdina, M. (2019). Recent Advances in Iron Oxide Nanoparticles (IONPs): Synthesis and Surface Modification for Biomedical Applications. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 32(4), 779–795. <https://doi.org/10.1007/s10948-018-4939-6>
- Rahmawati, D. E., Khoiroh, L. M., Ningsih, R., Yusniyanti, F., Solawati, W., & Puspasari. (2020). Synthesis of Hematite Pigment (A- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) from Iron Lathe Waste using Precipitation-Sonication Method as Anti-Swelling on Wood. *International Journal of Mechanical Engineering Technologies and Application*, 1(5), 69–76.

- Raja, P. B., Rahim, A. A., Qureshi, A. K., & Awang, K. (2014). Green Synthesis of Silver Nanoparticles using Tannins. *Materials Science- Poland*, 32(3), 408–413. <https://doi.org/10.2478/s13536-014-0204-2>
- Ramayanti, I., & Febriani, R. (2016). Uji Efektivitas Larvasida Ekstrak Daun Pepaya (*Carica papaya* Linn) Terhadap Larva *Aedes aegypti*. *Syifa 'MEDIKA*, 6(2), 79–88.
- Rufus, A., Sreeju, N., & Philip, D. (2019). Size Tunable Biosynthesis and Luminescence Quenching of Nanostructured Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) for Catalytic Degradation of Organic Pollutants. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 124, 221–234. <https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2018.09.026>
- Sahoo, S. K., Agarwal, K., Singh, A. K., Polke, B. G., & Raha, K. C. (2010). Characterization of  $\gamma$ - and  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8), 118–126.
- Saif, S., Tahir, A., & Chen, Y. (2016). Green Synthesis of Iron Nanoparticles and Their Environmental Applications and Implications. *Nanomaterials*, 6(11), 1–26. <https://doi.org/10.3390/nano6110209>
- Salunkhe, A. B., Khot, V. M., Ruso, J. M., & Patil, S. I. (2015). Synthesis and Magnetostructural Studies of Amine Functionalized Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles. *RSC Advances*, 5(24), 18420–18428.
- Sari, Z. D. (2020). Green Synthesis Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Menggunakan Ekstrak Daun Teh Hijau (*Camellia Sinensis*) dengan Metode Presipitasi. In *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Septityana, K. D., Priyono, Rochman, N. T., Yuswono, Rahman, T. P., Nugroho, D. W., Ikono, R., Nofrizal, & Maulana, N. N. (2013). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*, 1(4), 95–100.
- Shihab, Q. M. (2002). *Tafsir al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Lentera Hati.
- Shriner, R. L. (2004). *The Systematic Identification of Organic Compound*. Wiley: John Wiley and Sons, Inc.
- Shtewi, F. A., Barag, W. M., & Tarroush, A. A. (2021). Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using MenthaPiperita Leaves Extract. *International Science and Technology Journal*, 24, 1–18. <https://doi.org/10.13005/ojc/340547>
- Singh, A., Gautam, P. K., Verma, A., Singh, V., Shivapriya, P. M., Shivalkar, S., Sahoo, A. K., & Samanta, S. K. (2020). Green Synthesis of Metallic Nanoparticles as Effective Alternatives to Treat Antibiotics Resistant Bacterial Infections: A Review. *Biotechnology Reports*, 25, 1–11.

<https://doi.org/10.1016/j.btre.2020.e00427>

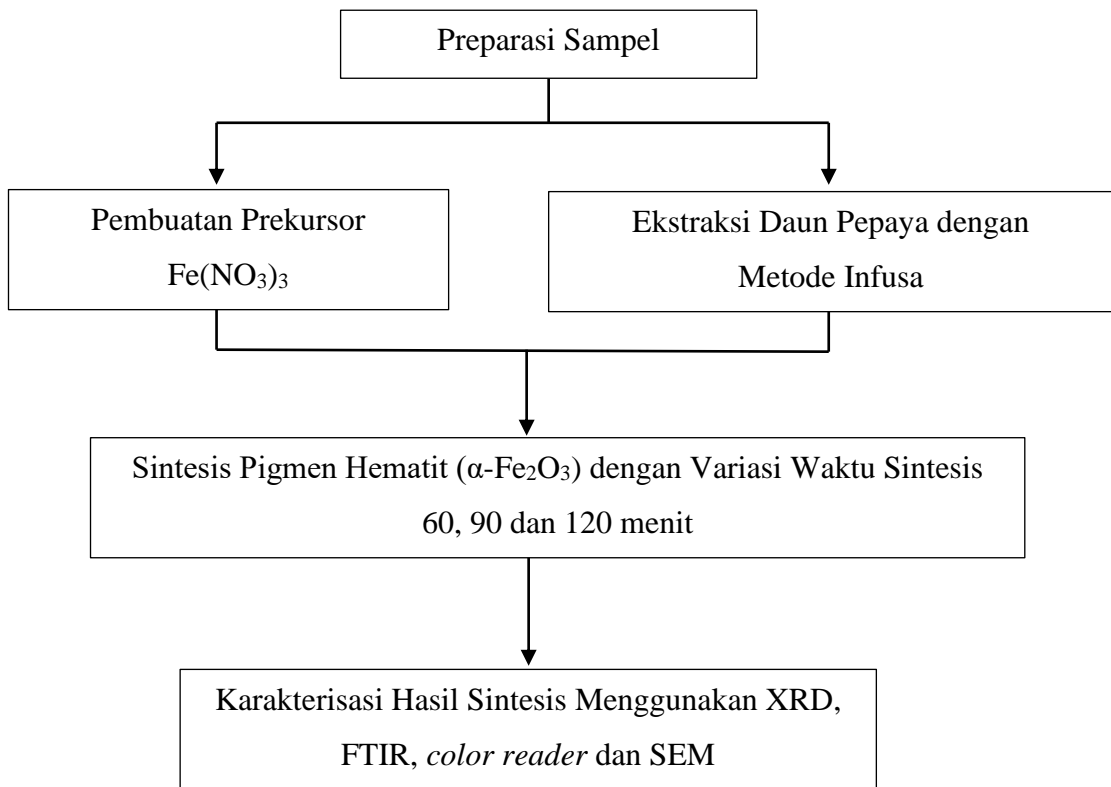
- Siregar, M. Z., & Ansari. (2020). Penggunaan Katalis Fe Terhadap Karbon Aktif Cangkang Kelapa Sawit dan Karbon Aktif Sekam Padi pada Proses Impregnasi. *Jurnal VORTEKS*, 1(1), 13–19. <https://doi.org/10.54123/vorteks.v1i1.12>
- Soltys, L., Olkhovyy, O., Tatarchuk, T., & Naushad, M. (2021). Green Synthesis of Metal and Metal Oxide Nanoparticles: Principles of Green Chemistry and Raw Materials. *Magnetochemistry*, 7(145), 1–34. <https://doi.org/10.3390/magnetochemistry7110145>
- Sugiharto. (1997). *Dasar-dasar Pengolahan Air Limbah* (Edisi 1). UI Press.
- Sulasmi, E. S., Saptasari, M., Mawaddah, K., & Zulfia, F. A. (2019). Tannin Identification of 4 Species Pterydophyta from Baluran National Park. *Journal of Physics: Conference Series*, 1241(1), 1–7. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1241/1/012002>
- Sulcius, A. (2015). Reactions of Metals in Nitric Acid: Writing Equations and Calculating Electromotive Force of Redox Reaction. *Journal of Chemical Education*, 92(12), 1971–1972. <https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.5b00328>
- Sunardi, & Wijayanti, K. (2010). Pengolahan Limbah Besi Bengkel Bubut Menjadi Koagulan Untuk Penjernihan Air. *Makalah Pendamping: Kimia*, 417–422.
- Suyanti, P. M. V., & Aw, M. (2008). Peningkatan Neodimium Secara Proses Pengendapan Bertingkat Memakain Amonia. *Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir*, 429–438.
- Thermo, N. (2001). *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. Thermo Nicolet Corporation.
- Usha, V., Amutha, E., Pushpalaksmi, E., Samraj, J. J., Rajaduraipandian, S., Gandhimathi, S., & Annadurai, G. (2022). Green Synthesis and Characterization of Antibacterial Studies by Iron Oxide Nanoparticles using Carica papaya Leaf Extract. *J. Appl. Sci. Environ. Manage*, 26(3), 421–427. <https://doi.org/10.4314/jasem.v26i3.8>
- Vogel, A. I. (1990). *Vogel's Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis 5th Ed.* Longman.
- Wasito, B., & Biyantoro, D. (2009). Optimasi Proses Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Pasir Senotim dan Analisis Produk dengan Spektrometer Pendar Sinar-X. *Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir*, 677–686.
- Yunita, Y., Nurlina, N., & Syahbanu, I. (2020). Sintesis Nanopartikel Zink Oksida (ZnO) dengan Penambahan Ekstrak Klorofil dari Daun Suji sebagai Capping Agent. *Positron*, 10(2), 123–130. <https://doi.org/10.26418/positron.v10i2.42136>



- Zanur, H., Putra, A., & Astuti. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bijih Besi di Jorong Kepalo Bukik Kabupaten Solok Selatan Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 6(2), 149–155. <https://doi.org/10.25077/jfu.6.2.149-155.2017>
- Zhang, L., Zhang, H., Tang, L., Hu, X., & Xu, M. (2022). Isolation, Characterization, Antioxidant Activity, Metal-Chelating Activity, and Protein-Precipitating Capacity of Condensed Tannins from Plum (*Prunus salicina*) Fruit. *Antioxidants*, 11(4). <https://doi.org/10.3390/antiox11040714>

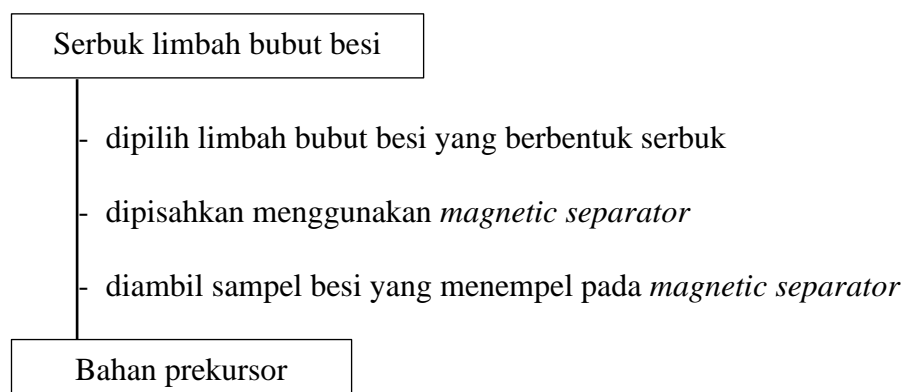
## LAMPIRAN

### Lampiran 1 Rancangan Penelitian

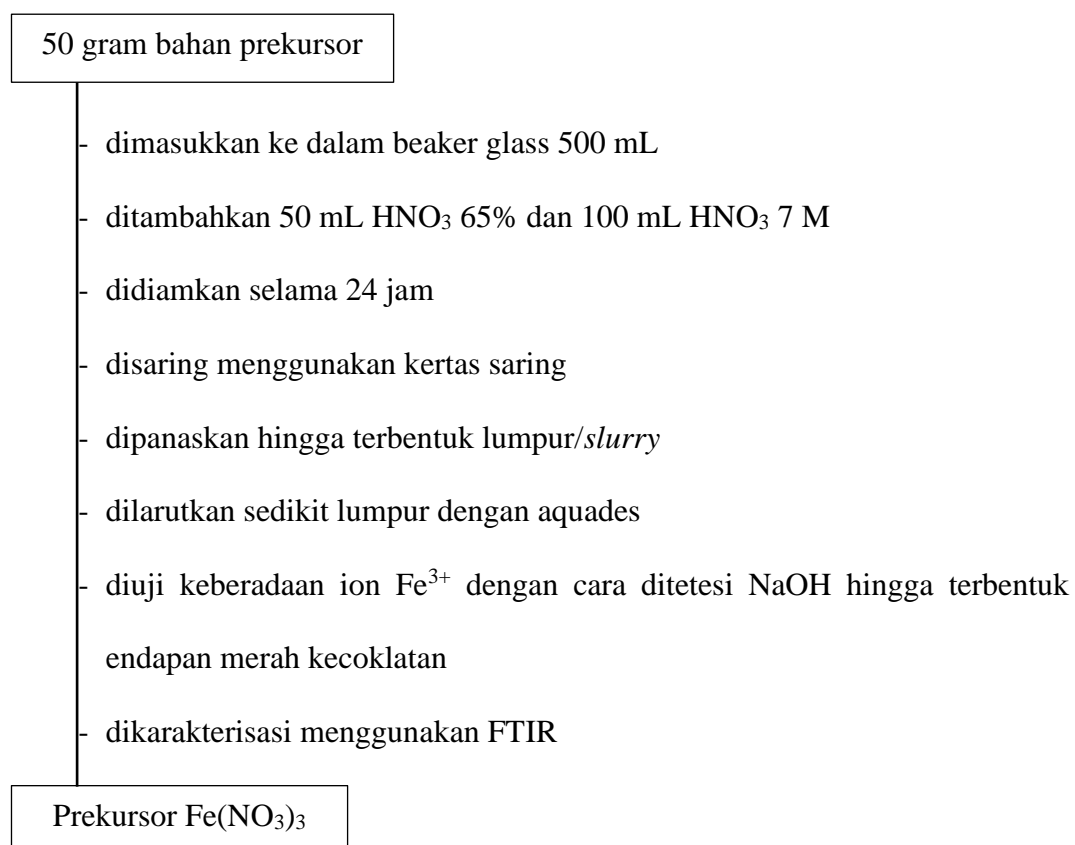


## Lampiran 2 Diagram Alir

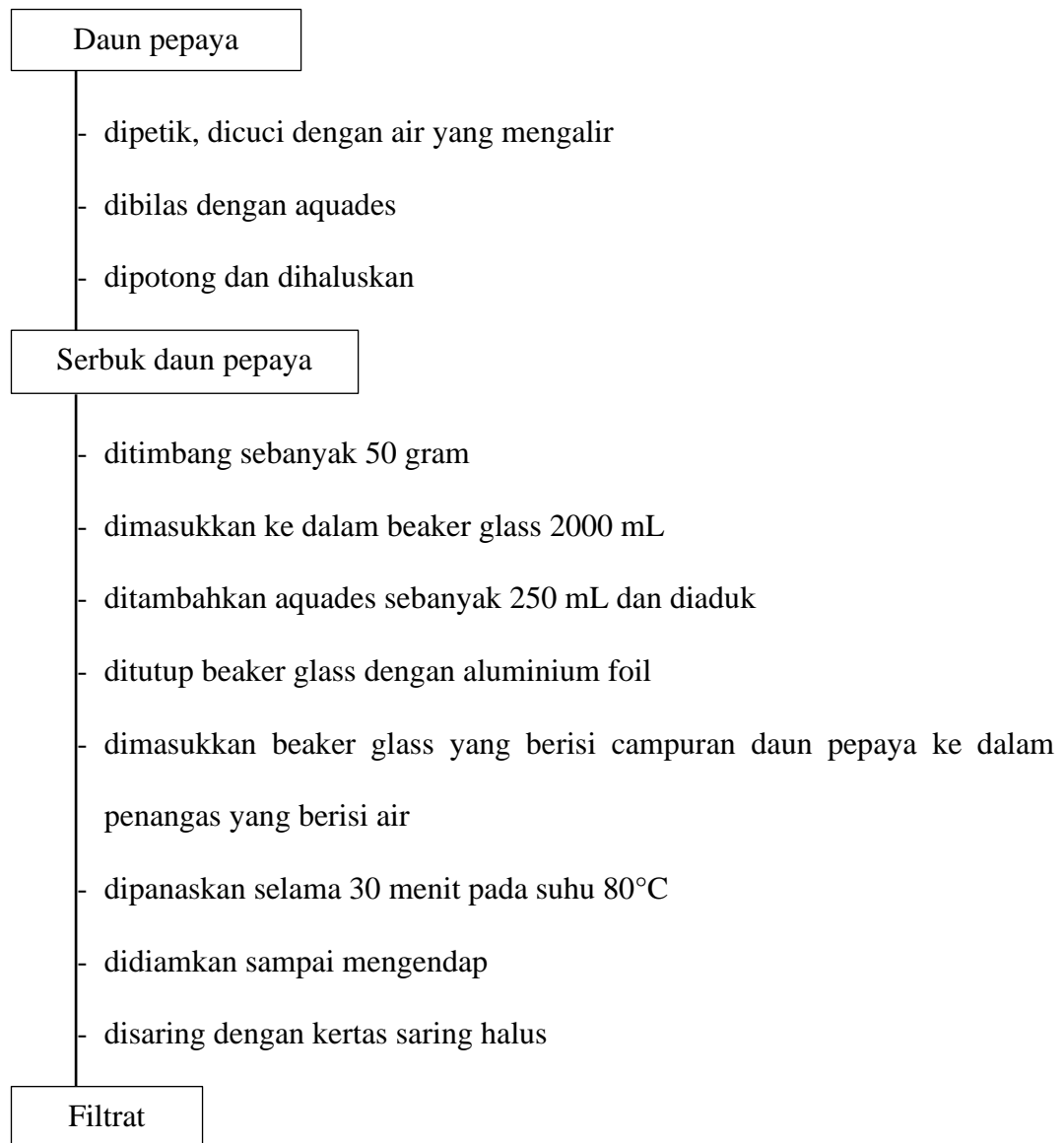
### L.2.1 Preparasi Sampel



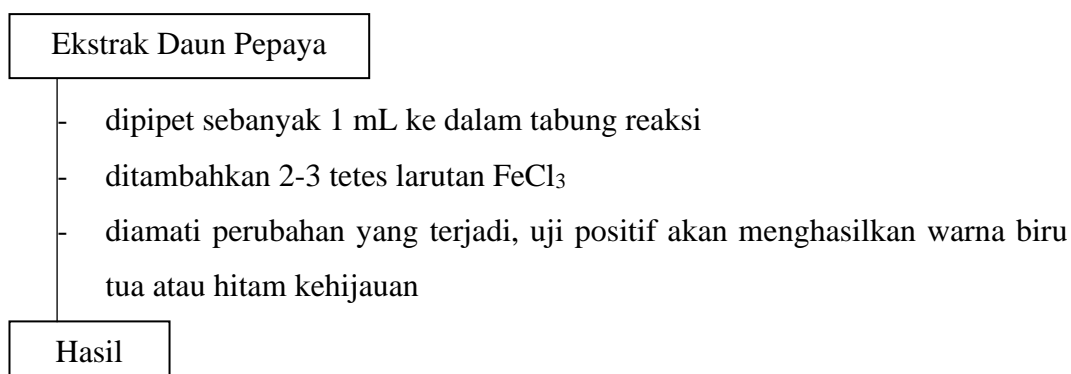
### L.2.2 Pembuatan Prekursor Ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ )



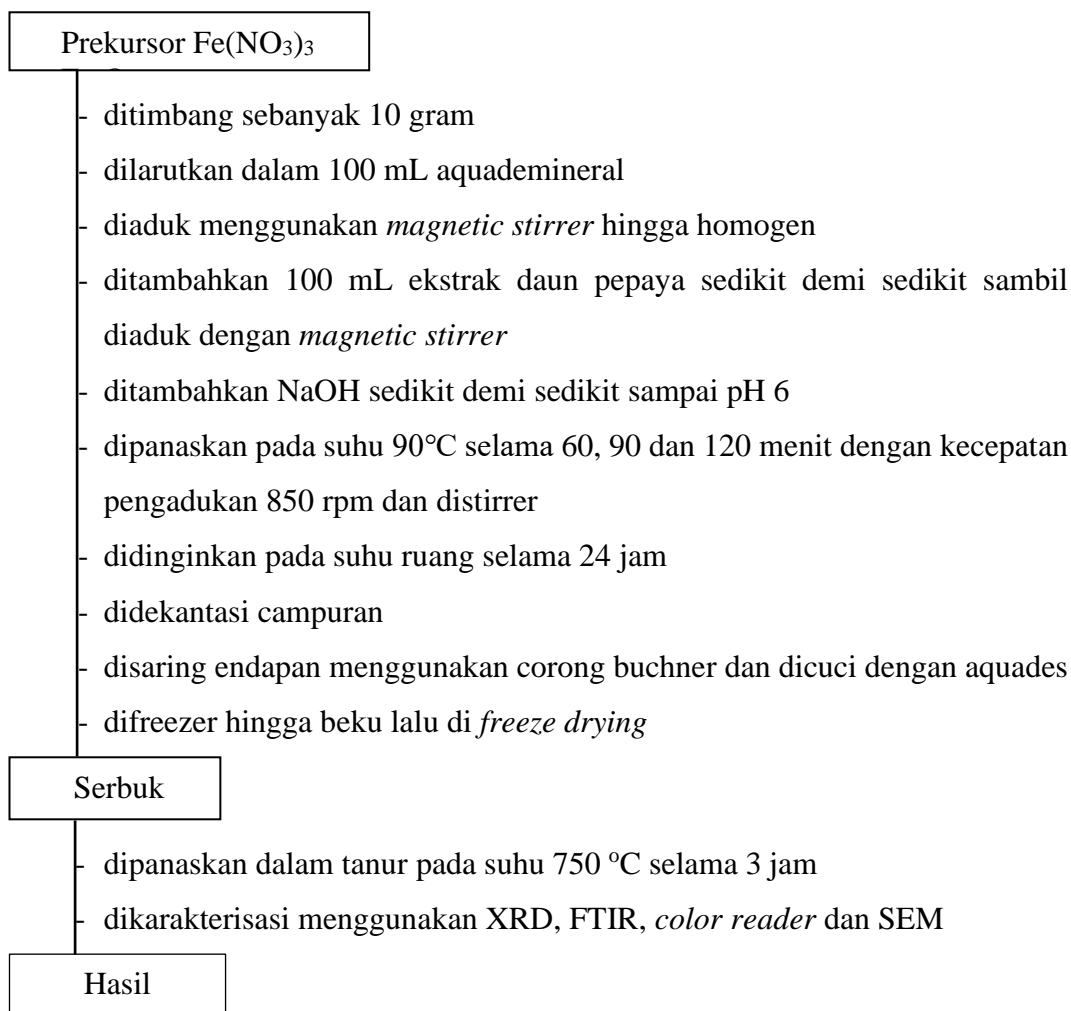
### L.2.3 Ekstraksi Daun Pepaya dengan Metode Infusa



#### L.2.4 Identifikasi Kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Pepaya



#### L.2.5 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan Variasi Waktu Sintesis



### Lampiran 3 Perhitungan

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

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

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

$$\begin{aligned} \text{Molaritas} &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{v} \\ &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{m/\rho} \\ &= \frac{m \text{ (gram)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000 \rho}{m} \\ &= \frac{\frac{65}{100} \times 1000 \times \rho}{\text{Mr}} \\ &= \frac{0,65 \times 1000 \times 1,4 \text{ gram/mL}}{63 \text{ gram/mol}} \\ &= 14,444 \text{ M} \end{aligned}$$

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

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

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

#### L.3.2 Larutan NaOH 1 M dalam 100 mL

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

$$M = \frac{\text{mol}}{V \text{ (l)}}$$

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

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

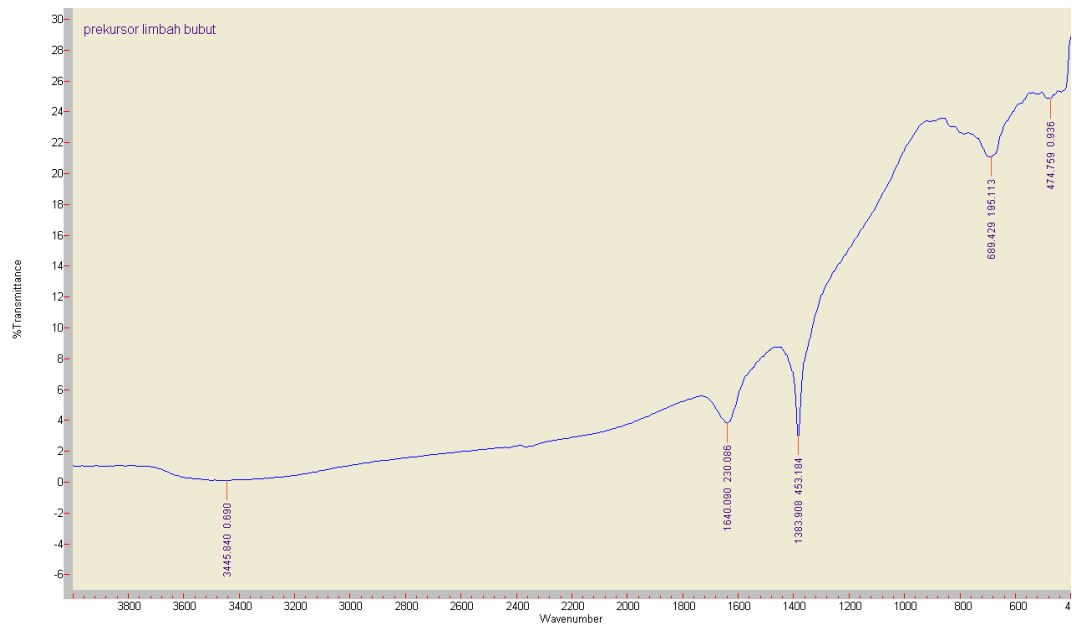
$$\text{mol} = \frac{m \text{ (g)}}{\text{Mr}}$$

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

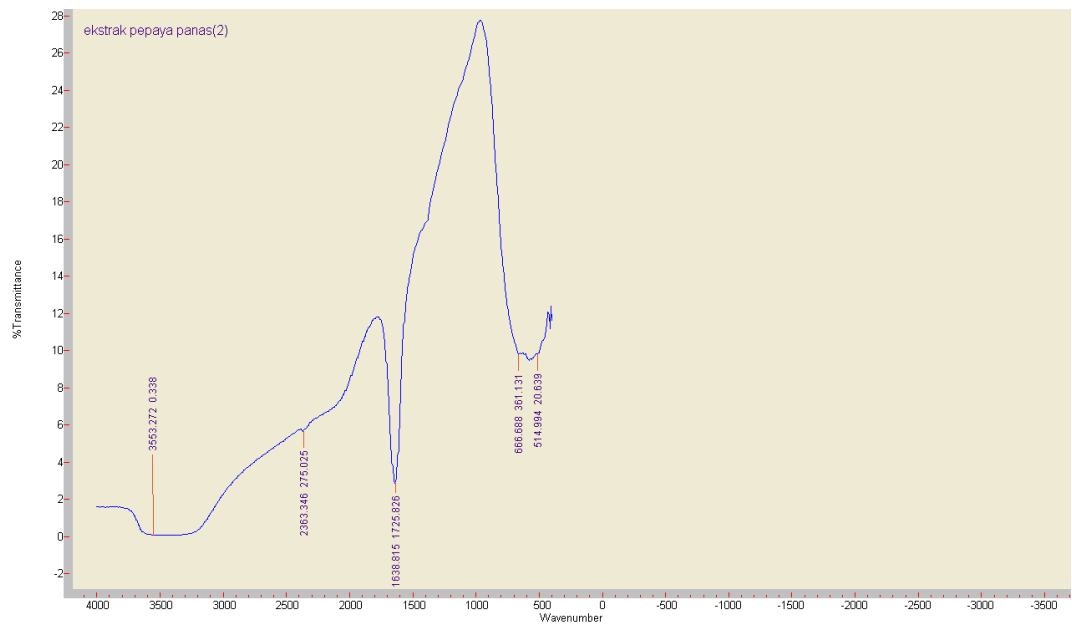
$$m = 4 \text{ gram}$$

## Lampiran 4 Hasil Karakterisasi FTIR

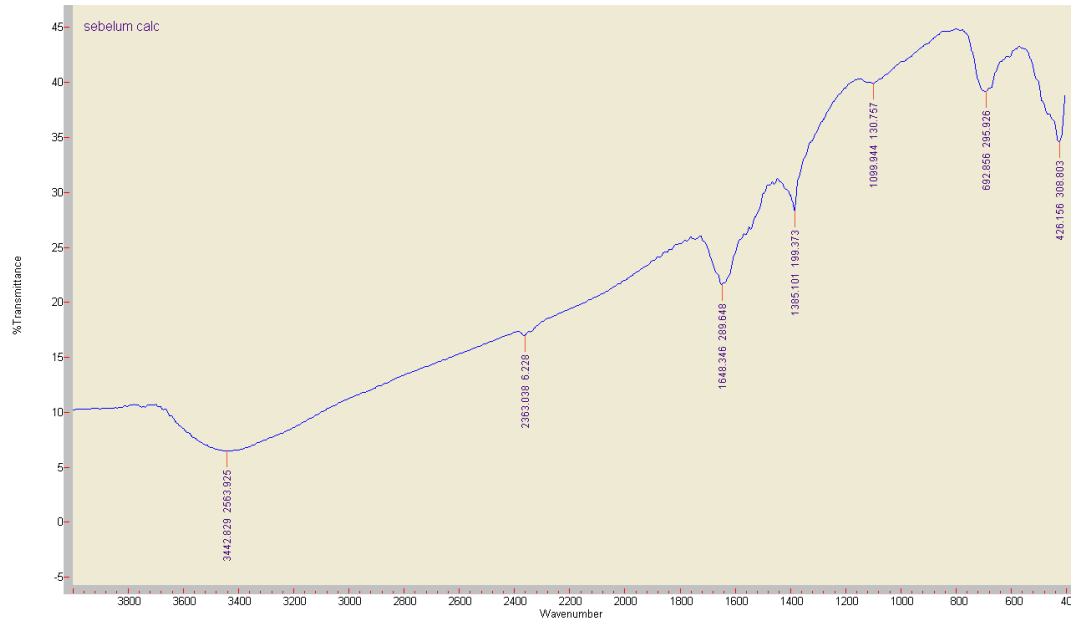
### L.4.1 Hasil FTIR Prekursor Limbah Bubut Besi



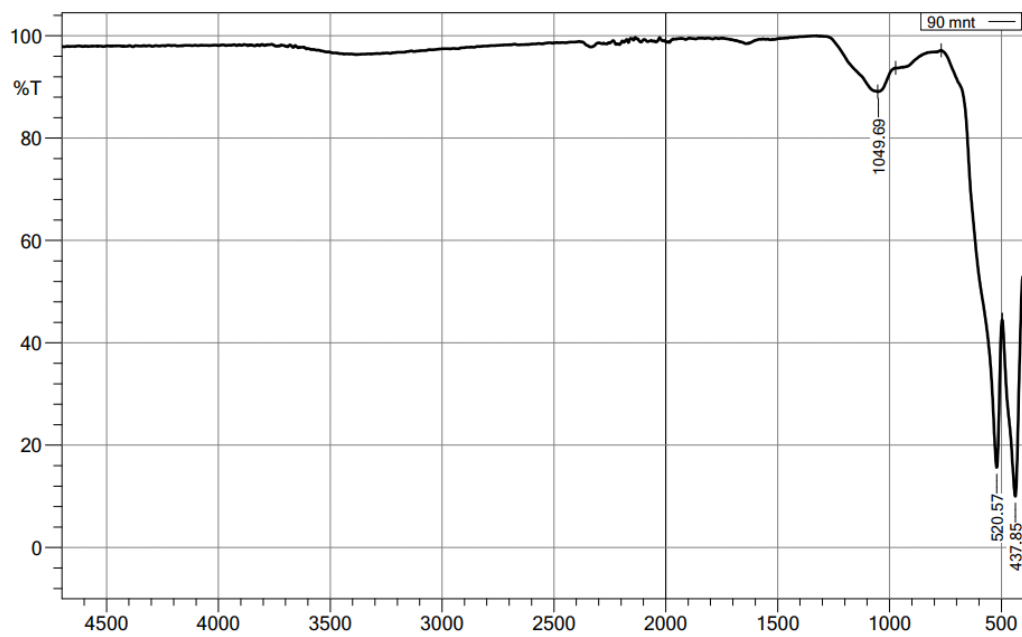
### L.4.2 Hasil FTIR Ekstrak Daun Pepaya



#### L.4.3 Hasil FTIR Sebelum Kalsinasi pada Variasi Waktu 90 Menit



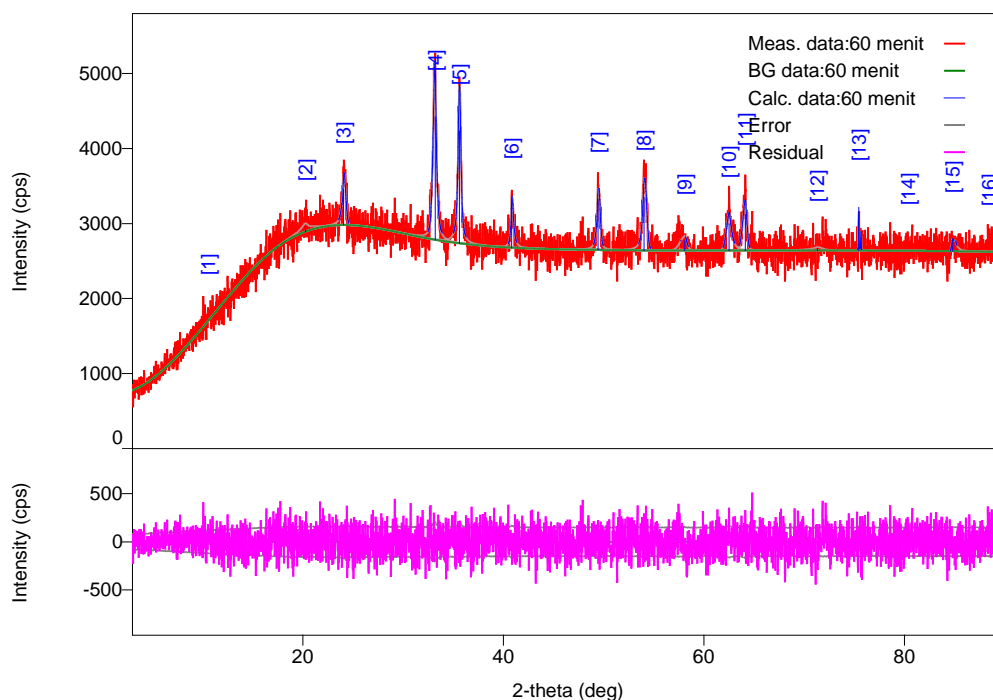
#### L.4.4 Hasil FTIR Sesudah Kalsinasi pada Variasi Waktu 90 Menit





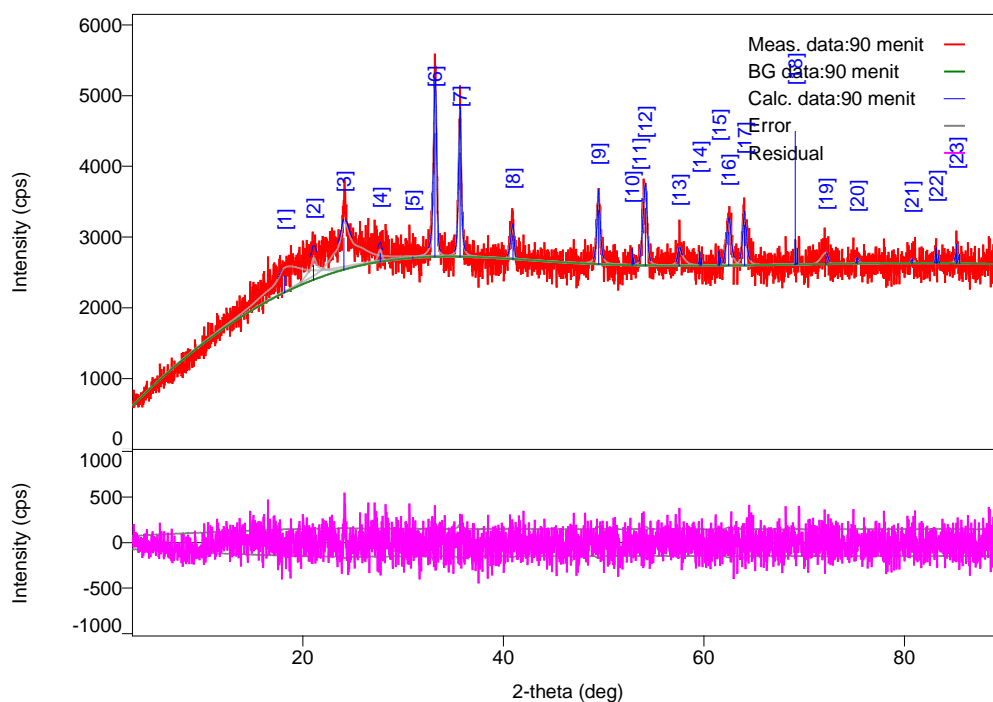
## Lampiran 5 Hasil Karakterisasi XRD

### L.5.1 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Waktu Sintesis 60 Menit



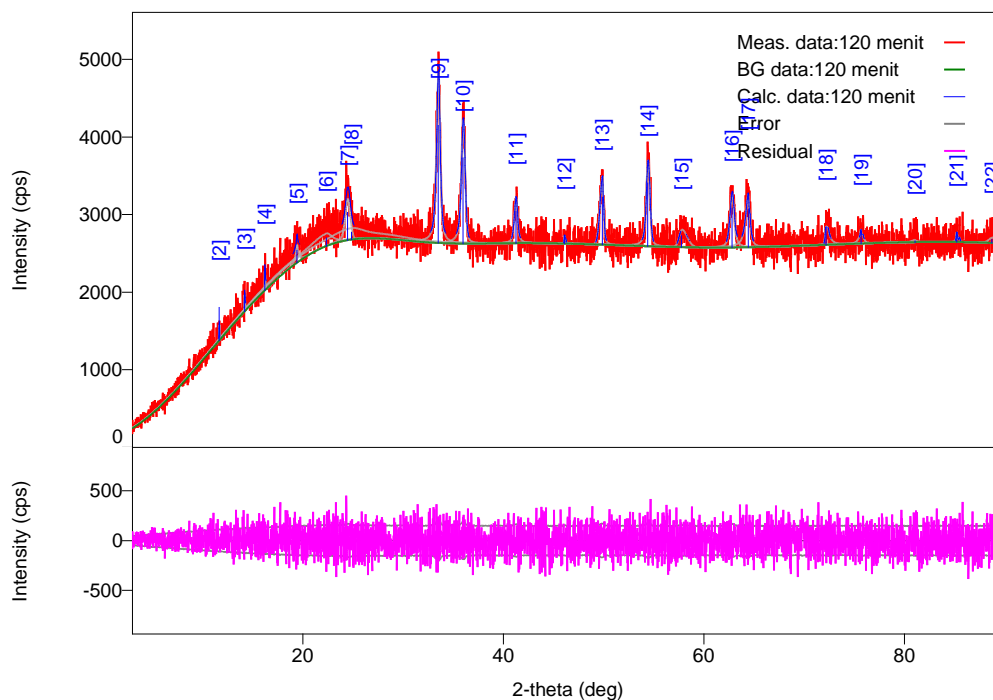
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	11(3)	8.4(18)	0(2)	1(9)	0(17)	1(39)	1(100)
2	20.3(3)	4.38(6)	73(25)	0.9(5)	127(37)	1.7(11)	1.3(19)
3	24.080(17)	3.693(3)	478(63)	0.33(5)	227(24)	0.47(11)	0.6(4)
4	33.199(10)	2.6963(8)	1644(117)	0.340(16)	813(27)	0.49(5)	2.6(3)
5	35.61(3)	2.5189(18)	1502(112)	0.30(2)	680(24)	0.45(5)	1.1(5)
6	40.85(2)	2.2071(12)	570(69)	0.17(5)	194(18)	0.34(7)	0.6(7)
7	49.445(14)	1.8418(5)	675(75)	0.27(4)	281(21)	0.42(8)	0.5(3)
8	54.047(11)	1.6954(3)	711(77)	0.41(4)	374(26)	0.53(9)	0.8(5)
9	58.12(15)	1.586(4)	131(33)	0.8(4)	114(24)	0.9(4)	3(13)
10	62.53(5)	1.4841(10)	357(55)	0.49(7)	243(31)	0.68(19)	2.2(7)
11	64.144(14)	1.4507(3)	480(63)	0.43(4)	234(16)	0.49(10)	3(2)
12	71.3(3)	1.321(4)	31(16)	1.1(9)	61(40)	2(2)	1(5)
13	75.477(12)	1.25854(17)	581(70)	0.05(4)	39(13)	0.07(3)	4(5)
14	80(149)	1.2(3)	0.0(5)	1(437)	0(33)	2(1187)	1(3461)
15	84.8(4)	1.142(4)	169(38)	0.3(7)	72(47)	0.4(4)	0.8(16)
16	88(38)	1.1(2)	0.1(10)	3(147)	0(84)	4(798)	1(500)

### L.5.2 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Waktu Sintesis 90 Menit



No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	18.20(11)	4.87(3)	235(44)	3.3(3)	1370(136)	5.8(17)	0.5(3)
2	21.07(5)	4.212(10)	210(42)	0.8(3)	363(119)	1.7(9)	0.8(9)
3	24.12(4)	3.686(5)	449(61)	1.54(16)	1475(129)	3.3(7)	0.7(3)
4	27.7367	3.2137	117.139	0.390221	67.8983	0.57964	2.04634
5	30.96(12)	2.886(11)	14(11)	0.2(3)	4(12)	0.3(11)	1(72)
6	33.191(17)	2.6970(14)	1749(121)	0.337(15)	754(26)	0.43(4)	1.1(3)
7	35.705(17)	2.5126(12)	1473(111)	0.28(2)	563(25)	0.38(5)	2.5(11)
8	40.97(2)	2.2013(10)	338(53)	0.39(6)	144(27)	0.43(15)	3(3)
9	49.51(2)	1.8395(8)	764(80)	0.30(5)	349(28)	0.46(8)	2.2(4)
10	52.863(14)	1.7305(4)	240(45)	0.02(3)	8(9)	0.03(4)	1(25)
11	53.6046	1.7083	0.00000000(	18.4138	0(148)	0.00000	2.04634
12	54.17(4)	1.6917(13)	812(82)	0.45(4)	436(35)	0.54(10)	2.1(10)
13	57.54(15)	1.600(4)	201(41)	0.4(2)	152(32)	0.8(3)	0.8(14)
14	59.61(3)	1.5499(7)	192(40)	0.05(6)	14(10)	0.07(7)	5(87)
15	61.519(16)	1.5061(4)	202(41)	0.07(4)	15(11)	0.07(7)	4(18)
16	62.51(8)	1.4847(16)	476(63)	0.50(8)	293(23)	0.62(13)	1.7(14)
17	64.062(17)	1.4524(3)	574(69)	0.33(4)	290(22)	0.51(10)	2.2(4)
18	69.1292(1)	1.35775(2)	1888(125)	0.010(11)	23(10)	0.012(6)	1(10)
19	72.19(8)	1.3075(12)	114(31)	0.7(2)	91(36)	0.8(5)	4(8)
20	75.29(7)	1.2612(10)	87(27)	0.19(16)	17(19)	0.2(3)	1(2)
21	80.8(5)	1.189(6)	61(23)	0.2(6)	12(22)	0.2(4)	2(8)
22	83.187(15)	1.16036(1)	218(43)	0.10(5)	23(15)	0.11(9)	3(9)
23	85.217(15)	1.13783(1)	258(46)	0.08(6)	39(14)	0.15(8)	3(9)
24	90(1240)	1.1(11)	0.0(4)	5(3241)	0(114)	7(4954)	2(38820)

### L.5.3 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Waktu Sintesis 120 Menit



No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	-22(3711)	0.0(11)	1(2)	177(3792)	166(2756)	319(6556)	4(139212)
2	11.673(2)	7.5751(15)	432(60)	0.011(11)	7(3)	0.017(9)	1(45)
3	14.20(2)	6.233(9)	212(42)	0.04(5)	14(8)	0.07(5)	1(3)
4	16.22(4)	5.459(12)	259(46)	0.03(9)	12(7)	0.05(4)	1(5)
5	19.41(3)	4.568(8)	168(37)	0.21(16)	74(23)	0.4(2)	0.9(19)
6	22.4(5)	3.97(9)	108(30)	3.2(8)	692(391)	6(5)	4(4)
7	24.47(8)	3.635(12)	360(55)	0.57(8)	250(114)	0.7(4)	0.9(6)
8	24.9(10)	3.58(13)	98(29)	5(2)	1123(476)	11(8)	1.5(19)
9	33.53(2)	2.6706(16)	1520(113)	0.404(19)	866(30)	0.57(6)	1.3(3)
10	35.99(3)	2.4931(18)	1106(96)	0.42(2)	615(28)	0.56(7)	1.1(3)
11	41.27(6)	2.186(3)	417(59)	0.35(6)	203(24)	0.49(13)	1.5(4)
12	46.11(5)	1.9668(19)	105(30)	0.11(10)	12(13)	0.12(16)	1(3)
13	49.89(4)	1.8264(14)	615(72)	0.40(4)	287(26)	0.47(10)	4(3)
14	54.42(5)	1.6848(13)	819(83)	0.38(4)	419(26)	0.51(8)	1.0(5)
15	57.77(5)	1.5947(14)	154(36)	0.91(16)	149(40)	1.0(5)	0.5(5)
16	62.82(3)	1.4780(6)	512(65)	0.45(5)	315(26)	0.62(13)	1.5(4)
17	64.43(5)	1.4449(9)	495(64)	0.44(8)	339(33)	0.69(16)	3(2)
18	72.19(4)	1.3076(6)	231(44)	0.29(15)	106(22)	0.46(18)	0.5(8)
19	75.68(10)	1.2557(13)	153(36)	0.21(18)	69(21)	0.4(2)	1(3)
20	81.1(3)	1.185(3)	21(13)	0.5(6)	11(21)	0.5(13)	5(20)
21	85.23(13)	1.1377(14)	126(32)	0.15(13)	23(16)	0.18(18)	1(3)
22	88.7(8)	1.102(8)	49(20)	0.8(6)	40(38)	0.8(11)	1(5)

### Lampiran 6 Perhitungan Ukuran Kristal Hematit

Ukuran kristal dapat diukur menggunakan persamaan Debye-Scherrer (persamaan 3.1). Data untuk perhitungan ukuran kristal pada salah satu hasil sintesis hematit pada waktu 90 menit adalah:

$$\lambda = 1,54059 \text{ \AA}$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,33 \text{ rad} \longrightarrow \frac{FWHM \times \pi}{180} = \frac{0,33 \times 3,14}{180} = 0,00576$$

$$2\theta = 33,19$$

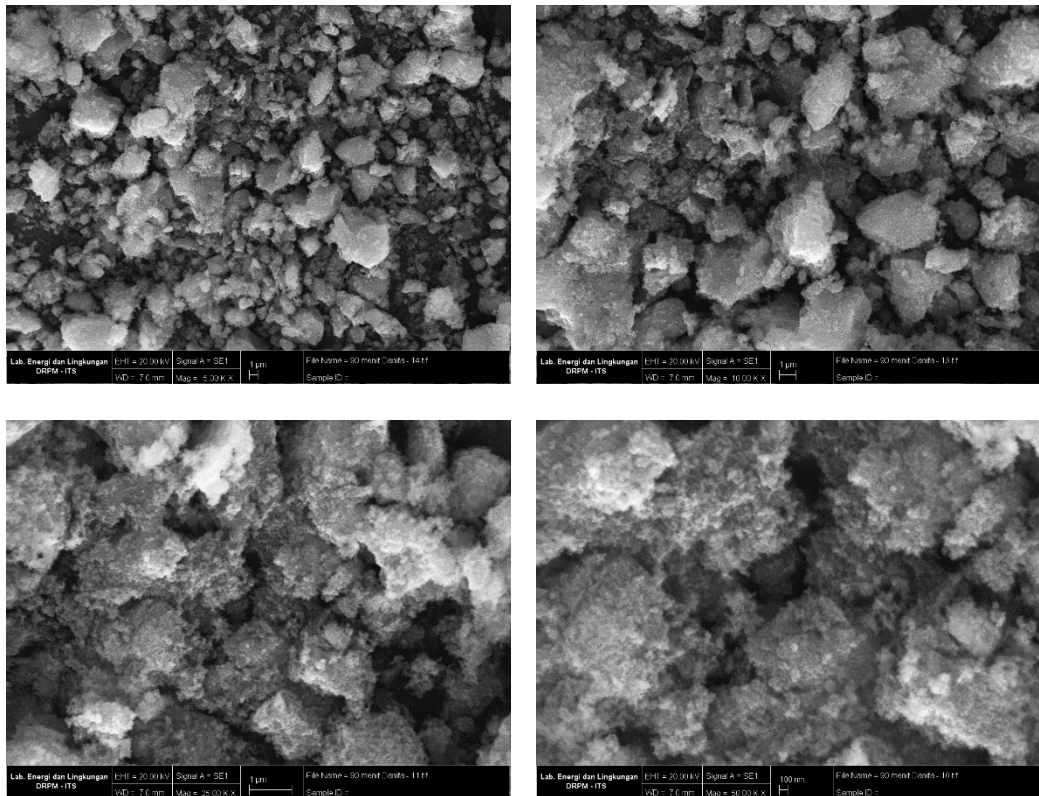
$$\theta = \frac{33,19}{2} = 16,595$$

$$\cos \theta = 0,95834$$

sehingga ukuran kristal hematit sebesar:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54059 \text{ \AA}}{0,00576 \times 0,95834} = 251,1814 \text{ \AA} = 25,11 \text{ nm}$$

## Lampiran 7 Hasil Karakterisasi SEM



Gambar Hasil SEM hematit variasi waktu 90 menit dengan perbesaran: (a) 5.000, (b) 10.000, (c) 25.000 dan (d) 50.000 kali

## Lampiran 8 Dokumentasi

### L.8.1 Preparasi Limbah



Pemilihan limbah berbentuk serbuk



Pemisahan besi dengan magnetic



Pencucian limbah dengan aquademin



Limbah besi setelah preparasi

### L.8.2 Pembuatan Prekursor



Limbah besi 10 gram



Destruksi limbah besi dengan  $\text{HNO}_3$



Prekursor yang kering



Uji kualitatif dengan NaOH

### L.8.3 Ekstraksi Daun Pepaya



Preparasi daun pepaya



Daun pepaya yang ditumbuk



Proses ekstraksi selama 30 menit



Uji kualitatif dengan  $\text{FeCl}_3$

#### L.8.4 Sintesis Pigmen Hematit



Larutan prekursor dalam aquademin



Prekursor + ekstrak daun pepaya



Penyaringan dengan corong buchner



Proses kalsinasi