

**SYNTHESIS PIGMEN HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN PENGENDAP ALAMI DARI EKSTRAK DAUN
JAMBU BIJI DENGAN VARIASI LAMA SINTESIS**

SKRIPSI

**Oleh:
LAILA NUR MAGHFIROH
NIM. 19630081**



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

LEMBAR PENGESAHAN

**SYNTHESIS PIGMEN HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN PENGENDAP ALAMI DARI EKSTRAK DAUN
JAMBU BIJI DENGAN VARIASI LAMA SINTESIS**

SKRIPSI

Oleh :

**LAILA NUR MAGHFIROH
NIM. 19630081**

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

Pembimbing I



**Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.
NIP. 19831226 2019203 2 008**

Pembimbing II



**Oky Bagus Prasetyo, M.Pdi
NIDT. 19890113 20180201 2 244**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



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



**SYNTHESIS PIGMEN HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN PENGENDAP ALAMI DARI EKSTRAK DAUN
JAMBU BIJI DENGAN VARIASI LAMA SINTESIS**

SKRIPSI

Oleh:

**LAILA NUR MAGHFIROH
NIM. 19630081**

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

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M.Si. NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Ketua Penguji	: Elok Kamilah Hayati, M.Si. NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Sekretaris Penguji	: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si. NIP. 19831226 2019203 2 008	(.....)
Anggota Penguji	: Oky Bagas Prasetyo, M.Pdi NIDT. 19890113 20180201 2 244	(.....)

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**

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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Laila Nur Maghfiroh
NIM : 19630081
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul penelitian : *Synthesis* Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Pengendap Alami Dari Ekstrak Daun Jambu Biji Dengan Variasi Lama Sintesis

Menyatakan dengan sebenarnya 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 cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 26 Juni 2023
Yang membuat pernyataan,



Laila Nur Maghfiroh
NIM. 19630081

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil' alamin , atas limpahan rahmat dan nikmat dari Allah SWT, akhirnya penulisan skripsi ini dapat terselesaikan. Penulis mempersembahkan karya ini kepada:

1. Orang tua saya tercinta, Bapak Mohammad Sokeh dan Ibu Suparlik yang selalu memberikan support, doa dan nasihat dalam setiap waktu sampai akhirnya penulis dapat menempuh studi S1 ini.
2. Adik saya tercinta Dwi Annisa Putri dan Naila Makhya Rohmatika yang telah memberikan doa dan perhatian.
3. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si dan Bapak Oky Bagus Prasetyo, M.Pdi selaku pembimbing yang telah memberikan arahan, nasihat dan ilmunya. Ibu Eny Yulianti, M.Si dan Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku dosen penguji atas ilmu, kritik dan sarannya. Semoga Allah SWT membalas segala kebaikan Bapak/ibu.
4. Teman-teman kimia angkatan 2019 dan team riset besi oksida, Dita Aidatunnisa, Fifi Dewi Maharani, Bila, Silvi Oentoro yang selalu membantu dan memberikan dukungan selama proses penelitian hingga ujian akhir skripsi.
5. Sahabat saya tersayang Izza Aulia Michellia Alba, Ria Dwi Oktavianti, Lailatul Husnah, Diana Qayyumi Purnamasari, Zulfa dan Millati Fitri Syamila yang telah memberikan doa, support, nasihat dan pengalaman.
6. Seluruh dosen jurusan kimia dan laboran kimia yang telah banyak memberikan ilmu dan pengalamannya selama ini.

MOTTO

Keberhasilan Terbesar Dalam Hidup Bukanlah Ketika Kamu Tidak Pernah Gagal.

Namun Ketika Gagal Kamu Masih Punya Semangat Untuk Bangkit.

-Nelson Mandela-

لَا يُكَلِّفُ اللَّهُ نَفْسًا إِلَّا وُسْعَهَا

Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya.

(Al-Baqarah: 286)

Happy Life

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur kehadiran Allah SWT, yang telah memberikan rahmat, hidayah, taufiq, dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “***Synthesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Pengendap Alami dari Ekstrak Daun Jambu Biji dengan Variasi Lama Sintesis***”. Sholawat dan salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW, yang telah membawa cahaya iman dan islam untuk menerangi dunia. Penyusunan proposal ini tidak akan terlaksana tanpa adanya bantuan, dukungan serta kerja sama dari berbagai pihak yang terlibat. Untuk itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. H.M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku ketua Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, selaku dosen pembimbing yang senantiasa menuntun penulis sehingga proposal penelitian ini selesai dengan baik
5. Bapak Oky Bagus Prasetyo, M.PdI selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan kepada penulis
6. Seluruh dosen dan laboran Program Studi Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
7. Orang tua tercinta, serta keluarga besar yang selalu memberi dukungan baik secara moril maupun material

8. Teman-teman Angkatan 2019 serta teman sebangkian kimia fisik yang telah memberikan dukungan serta motivasi
9. Seluruh pihak yang ikut membantu dalam penyusunan proposal ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu

Dengan keterbatasan pengetahuan maupun pengalaman, penulis yakin masih banyak kekurangan dalam proposal ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi kesempurnaan skripsi ini. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi para pembaca.

Malang, 26 Juni 2023

Laila Nur Maghfiroh

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
مستخلص البحث.....	xvii
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian.....	7
1.4 Batasan Masalah.....	7
1.5 Manfaat Penelitian.....	8
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 9
2.1 Limbah Bubut Besi.....	9
2.2 Oksida Besi Hematit sebagai Pigmen	10
2.3 Peran Ekstrak Daun Jambu Biji.....	12
2.4 Sintesis Pigmen Hematit Menggunakan Metode Presipitasi.....	17
2.5 Pengaruh Variasi Lama Sintesis pada Pigmen Hematit	18
 BAB III METODE PENELITIAN	 22
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	22
3.2 Alat dan Bahan	22
3.2.1 Alat.....	22
3.2.2 Bahan	22
3.3 Desain Penelitian.....	22
3.4 Prosedur Penelitian.....	23
3.4.1 Preparasi Sampel.....	23
3.4.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+}).....	23
3.4.3 Ekstraksi Daun Jambu Biji dengan Metode Infusa.....	24
3.4.4. Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Lama Sintesis.....	24
3.5 Karakterisasi Hasil Sintesis	25
3.5.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	25
3.5.2 Color Reader	25
3.5.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)	25

3.5.4 FTIR.....	26
3.5.5 XRF.....	26
3.6 Analisis Data	26
3.6.1 Analisis Data XRD	26
3.6.2 Analisis Data <i>Color Reader</i>	27
3.6.3 Analisis Data SEM.....	27
3.6.4 Analisis Data FTIR	28
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	29
4.1 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Besi	29
4.1.1 Pembuatan Prekursor <i>Ferri</i> (Fe^{3+}).....	29
4.1.2 Ekstraksi Daun Jambu Biji dengan Metode Infusa	31
4.1.3 Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Lama Sintesis	34
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD	37
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan <i>Color Reader</i>	40
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Terbaik	41
4.4.1 Karakterisasi SEM.....	41
4.4.2 Karakterisasi FTIR	42
4.5 Pemanfaatan Limbah Bubut Besi	44
BAB V PENUTUP.....	48
5.2 Kesimpulan.....	48
5.2 Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN.....	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2 1 Struktur hematit .	11
Gambar 2 2 Struktur Tanin	14
Gambar 2 3 Hasil XRD dan SEM pada sintesis hematit	16
Gambar 2 4 Hasil XRD sintesis hematit pada suhu kalsinasi 750°C dan 850°C	18
Gambar 2 5 Hasil SEM hematit dengan lama sintesis 1 jam	19
Gambar 2 6 Hasil XRD dan SEM hematit dengan lama sintesis 2 jam	20
Gambar 2 7 Hasil XRD dan SEM hematit dengan lama sintesis 3 jam	21
Gambar 4 1 (a) Reaksi prekursor saat destruksi (b) Hasil setelah destruksi	30
Gambar 4 2 Hasil reaksi prekursor ferri dengan NaOH	31
Gambar 4 3 (a) Daun jambu biji setelah dicuci (b) Daun jambu biji setelah dihaluskan	32
Gambar 4 4 Proses ekstraksi daun jambu biji dengan metode infusa (a) Pemanasan dengan suhu 80°C selama 30 menit (b) Penyaringan ekstrak daun jambu biji	32
Gambar 4 5 (a) Ekstrak Daun Jambu Biji (b) Estrak Daun Jambu Biji setelah ditambahkan FeCl ₃	33
Gambar 4 6 Reaksi antara Tanin dan FeCl ₃	33
Gambar 4 7 Penambahan aquademineral pada prekursor Fe(NO ₃) ₃	35
Gambar 4 8 Penambahan ekstrak daun jambu biji pada prekursor Fe(NO ₃) ₃	35
Gambar 4 9 Mekanisme pembentukan nanopartikel α -Fe ₂ O ₃ oleh gugus galloyl tanin	36
Gambar 4 10 (a) Produk sebelum kalsinasi (b) Produk setelah kalsinasi	37
Gambar 4 11 Difaktogram hasil sintesis dengan variasi lama sintesis 1, 2, 3 dan 4 jam	38
Gambar 4 12 Difaktogram hasil sintesis dengan variasi lama sintesis 1, 2, 3 dan 4 jam	38
Gambar 4 13 Pigmen hasil sintesis dengan variasi lama sintesis	41
Gambar 4 14 Hasil SEM lama sintesis 1 jam dengan perbesaran 10.000 kali	42
Gambar 4 15 Hasil spektra FTIR daun jambu biji dan hematit	44
Gambar L 4 1 Unsur kimia yang terkandung dalam prekursor Fe(NO ₃) ₃	59
Gambar L 5 1 Hasil Spektra FTIR pada Prekursor Limbah Bubut Besi Variasi 1 Jam	60
Gambar L 5 2 Hasil Spektra FTIR pada Ekstrak Daun Jambu Bij	60
Gambar L 6 1 Difaktogram Besi Oksida hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 1 Jam	61
Gambar L 6 2 Difaktogram Besi Oksida hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 2 Jam	62
Gambar L 6 3 Difaktogram Besi Oksida hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 3 Jam	63
Gambar L 6 4 Difaktogram Besi Oksida hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 4 Jam	64
Gambar L 7 1 Hasil Refinement Variasi Lama Sintesis 1 Jam	65
Gambar L 7 2 Hasil Refinement Variasi Lama Sintesis 2 Jam	65
Gambar L 7 3 Hasil Refinement Variasi Lama Sintesis 3 Jam	66
Gambar L 7 4 Hasil Refinement Variasi Lama Sintesis 4 Jam	66

Gambar L 9 1 Mikrograf SEM hematit perbesaran 10.000 x.....	68
Gambar L 9 2 Mikrograf SEM hematit perbesaran 25.000 x.....	68

DAFTAR TABEL

Tabel 2 1 Komposisi Limbah Bubut Besi	9
Tabel 2 2 Data kristalografi hematit α -Fe ₂ O ₃	11
Tabel 2 3 Klasifikasi Daun Jambu Biji	14
Tabel 2 4 Karakteristik senyawa tanin	15
Tabel 3 1 Data absorbansi senyawa hematit	28
Tabel 4 1 Kandungan unsur pada prekursor.....	29
Tabel 4 2 Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis	39
Tabel 4 3 Data Rp/Rwp senyawa hematit	39
Tabel 4 4 Hasil analisa warna pigmen hematit dengan variasi lama sintesis.....	41
Tabel 4 5 Interpretasi hasil spektra FTIR pada hematit dan ekstrak daun jambu biji.....	43
Tabel L 6 1 Daftar Puncak yang Muncul Pada Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 1 Jam	61
Tabel L 6 2 Daftar Puncak yang Muncul Pada Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 2 Jam	62
Tabel L 6 3 Daftar Puncak yang Muncul Pada Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 3 Jam	63
Tabel L 6 4 Daftar Puncak yang Muncul Pada Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 4 Jam	64
Tabel L 10 1. Data Hasil Uji Warna Pigmen Hematit	69
Tabel L 10 2 Nilai Warna Pigmen Hematit pada Variasi Lama Sintesis.....	70

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	54
Lampiran 2. Diagram Alir.....	55
Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan.....	58
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor.....	59
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi FTIR.....	60
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD	61
Lampiran 7. Hasil Refinement Produk Sintesis	65
Lampiran 8. Data Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis	67
Lampiran 9. Hasil Karakterisasi SEM	68
Lampiran 10. Hasil Karakterisasi Color Reader	69
Lampiran 11. Dokumentasi.....	71

ABSTRAK

Maghfiroh, Nur Laila. 2023. ***Synthesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Pengendap Alami dari Ekstrak Daun Jambu Biji dengan Variasi Lama Sintesis***. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Dosen Pembimbing I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.PdI

Kata Kunci: Limbah, daun jambu biji, hematit

Limbah bubut besi yang dihasilkan dari industri kerajinan besi merupakan salah satu limbah yang dapat mencemari lingkungan. Kandungan besi pada limbah bubut besi sebesar 96,3%, sehingga sangat berpotensi untuk dijadikan prekursor dalam proses sintesis pigmen hematit dengan metode presipitasi variasi lama sintesis 1, 2, 3 dan 4 jam. Sintesis hematit dilakukan dengan menggunakan zat pereduksi berupa ekstrak daun jambu biji. Hasil sintesis dikalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam dan produk yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD dan *Color Reader*, sedangkan hasil terbaik akan dikarakterisasi menggunakan FTIR dan SEM. Hasil XRD menunjukkan bahwa terbentuk fasa hematit dan pada variasi lama sintesis 1 jam mempunyai derajat kristanilitas yang paling tinggi dengan ukuran kristal sebesar 42,9 nm. Data hasil *Color Reader* yang menunjukkan nilai warna L*, a*, b*, C* dan H° pada semua pigmen hasil sintesis sesuai dengan standart hematit. Hasil SEM pada lama sintesis 1 jam menunjukkan morfologi yang dihasilkan berbentuk bulat dan masih ditemukan banyak pertikel yang teraglomerasi. Hasil identifikasi FTIR pada sampel variasi lama sintesis 1 jam terdapat adanya gugus khas Fe-O pada bilangan gelombang 430 dan 519 cm⁻¹.

ABSTRACT

Maghfiroh, Nur Laila. 2023. **Synthesis of Hematite Pigment (α -Fe₂O₃) from Iron Lathe Waste Using Natural Precipitators from Guava Leaf Extract with Variation of Synthesis Time.** Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Supervisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.PdI

Keywords: Waste, guava leaf, hematite

The iron lathe waste that produced by iron craft industries is one of the wastes that can pollute the environment. The iron content in iron lathe waste is 97% that is very possible to be used as a precursor in the hematite pigment synthesis process by precipitation method with variations in synthesis time of 1, 2, 3 and 4 hours. Hematite was synthesized using a reducing agent, that is guava leaf extracts. The synthesis results were calcined at 750°C for 3 hours and the resulting product were characterized by XRF, XRD and Color Reader, while the best results were characterized by FTIR and SEM. The XRD results showed that the hematite phase was formed and at a variation of synthesis time of 1 hour it had the highest degree of crystallinity with a crystal size of 42,9 nm. Color Reader results data showing the color values of L*, a*, b*, C* and H° for all synthesized pigments according to hematite standards. The SEM results at 1 hour of synthesis showed that the resulting morphology was round in shape and many agglomerated particles were still found. The results of the FTIR identification on the sample of the variation of the synthesis time of 1 hour showed the presence of a typical Fe-O group at wave number 430 and 519 cm⁻¹.

مستخلص البحث

مغفرة، نور ليل. ٢٠٢٣. تستخدم صناعية الصبغة الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) من زبالة المخروط الحديد تسلل الطبيعي من خلاصة الورقة الجوافة بلون طول الصياغة. البحث العلمي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة ١: ليلئ مفتاح الخير الماجستير، المشرف ٢: أوكي باغاس فراستيو الماجستير.

الكلمات المفتاحية: زبالة، الورقة الجوافة، الهيماتيت.

زبالة المخروط الحديد التي تحصل من شاركة حرفة الحديد هي إحدى الزبالة التي تستطيع ان توسخ البيئة. تحميل الحديد في زبالة المخروط الحديد ٩٦،٣٪، حتى يهتمل شديدا لجعل السلف في عملية صناعية الصبغة الهيماتيت بمنهج تساقط لون طول الصياغة ١،٢،٣، و ٤ ساعة. تفعل صناعية الهيماتيت باستخدام باب (ivtor) خلاصة الورقة الجوافة. تكلس حصيلة الخلاصة في درجة المثوية ٧٥٠ خلال ٣ ساعة ونتاج الذي يحصل. ثم، يمثل ان يستخدم (XRF, XRD) و (Color Reader). أما حصيلة الخير ستمل ان تستخدم (FTIR) و (SEM). تدل حصيلة (XRD) أن تشكل الإختفاء الهيماتيت وفي لون طول الصياغة ١ ساعة لدى درجة التبلور الأعلى بقياس البلور ٤٢،٩ ن م. بيانات حصيلة (Color Reader) التي تدل قيمة لون (L^* , a^* , b^* , C^*) و (H°) في كل الصبغات حصيلة الصناعية تتناسب بقياس الهيماتيت. تدل حصيلة (SEM) في لون طول الصياغة ١ ساعة مورفولوجيا الذي يحصل تشكل الكروي ومازله يكاشف كثير الذرات التجمعات. تكون حصيلة التعرف (FTIR) في نموذج لون طول الصياغة ١ ساعة قوة الخاص (Fe-O) في عدد موج ٥١٩ ج م^{-١}.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah bubut besi yang dihasilkan oleh industri kerajinan besi merupakan salah satu limbah yang dapat mencemari lingkungan. Menurut Peraturan Pemerintah No. 85 tahun 1999, limbah bubut besi ditetapkan sebagai limbah bahan beracun dan berbahaya (B3) (Nisa, dkk 2019) Limbah bubut besi diklasifikasikan sebagai limbah B3 karena mengandung logam berat yang dapat menyebabkan efek negatif pada kesehatan manusia maupun lingkungan. Secara terus menerus paparan debu yang terdapat pada limbah bubut besi berpotensi menyebabkan gangguan pernapasan dan iritasi kulit. Sebaliknya, apabila pembuangan bubut besi tanpa adanya pengolahan maka akan menyebabkan kerusakan ekosistem di sekitarnya seperti atmosfer, laut, dan daratan (Sunardi dkk, 2015). Hal ini telah dijelaskan dalam Al-Qur'an surat Ar-Rum ayat 41 yang berbunyi:

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

Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia; Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”. (QS Ar-Rum: ayat 41).

Kata *ظَهَرَ* pada mulanya berarti terjadinya sesuatu di permukaan bumi, sehingga karena di permukaan dia menjadi tampak dan terang serta diketahui dengan jelas. Kata *الْفَسَادُ* menurut al-Ashfahani adalah keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit maupun banyak. Kata ini digunakan menunjukkan apa saja, baik jasmani, jiwa, maupun hal-hal lain. Ia juga diartikan antonim dari *mushlih* yang berarti manfaat atau berguna (Muzakkir dkk, 2020).

Dalam Tafsir al-Mishbah menuliskan arti *fasad* dalam Q.S *ar-Rum* ayat 41 berdasarkan pendapat mayoritas ulama' kontemporer yang memahaminya dalam arti kerusakan lingkungan, karena ayat ini mengkaitkan lafadz *al-fasad* dengan kata darat dan laut. Dalam ayat ini darat dan laut disebutkan sebagai tempat terjadinya *fasad* tersebut. Hal ini dapat menunjukkan bahwa daratan dan lautan adalah karena terjadinya kerusakan, misalnya dengan terjadinya pembunuhan, perampokan dikedua tempat itu. Juga dapat berarti bahwa darat dan laut sendiri telah mengalami kerusakan, ketidakseimbangan serta kekurangan manfaat. Seperti contoh laut yang tercemar sehingga ikan banyak yang mati dan hasil laut berkurang, kemudian daratan semakin panas sehingga terjadi kemarau panjang. Dengan begitu keseimbangan lingkungan menjadi kacau. Hal inilah yang menyebabkan beberapa ulama' kontemporer memahami ayat ini sebagai isyarat tentang kerusakan lingkungan (Zidni & Erwanto, 2023).

Dalam fatwa NU dengan tegas mengatakan kerusakan pemanfaatan sumber daya alam yang membawa kerusakan lingkungan adalah perbuatan kriminal. "Hukum mencemarkan lingkungan, baik udara air maupun tanah, apabila menimbulkan *dharar*, maka hukumnya haram dan termasuk perbuatan kriminal (*jinayat*)" (Suryadi, 2023). Oleh karena itu peran manusia sebagai subjek atas alam tidak mempengaruhi keharusan manusia dalam kebergantungannya pada lingkungan. Ini artinya, melestarikan lingkungan sama nilainya dengan memelihara kelangsungan hidup manusia. Untuk mengatasi dampak buruk yang ditimbulkan oleh limbah kerajinan besi pada penelitian ini digunakan limbah bubut besi sebagai komponen utama sintesis besi oksida.

Bubut besi terdiri dari logam besi oksida yang dominan. Khoiroh et al (2018) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa kandungan besi dalam limbah bubut berkisar antara 97% dan 96,08% (Chabib, 2017), sehingga memiliki kemampuan untuk digunakan sebagai prekursor dalam proses sintesis senyawa besi. Penggunaan besi di berbagai bidang industri sangat luas. Misalnya sintetis besi oksida yang dapat digunakan sebagai pigmen dan katalis dalam proses redoks. Pigmen besi oksida digunakan sebagai zat pewarna pada plastik, material konstruksi dan semen. Beberapa karakteristik pigmen besi oksida antara lain hiding power yang baik, anti korosi, ketahanan pada permukaan panas, tidak beracun, dan warna yang stabil (Nisa, 2019).

Besi adalah logam yang terbentuk dari bijih besi dan kebanyakan besi terdapat dalam batuan dan tanah sebagai oksida besi, salah satunya yaitu hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) yang mengandung 60 - 75% besi (Khalamudillah, 2017). Hematit dapat digunakan sebagai pigmen dengan beberapa kelebihan, antara lain lebih ramah lingkungan, stabilitas kimia yang baik, kekuatan yang tinggi dalam pewarnaan, serta daya penutup dan ketahanan terhadap suhu tinggi (Sobirin et al., 2015; Rahmawati et al., 2020). Khoiroh et al (2013) menjelaskan bahwa standar pigmen hematit memiliki ukuran partikel sebesar 0,1-0,5 μm dengan distribusi ukuran partikel yang seragam, sedangkan pada standar nilai warna hematit L^* berkisar 25-45, C^* berkisar 9-42 dan H° berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata L^* , C^* , H° berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell, R.M & Schwertmann, 2003). Berdasarkan keunggulan yang terdapat pada senyawa hematit, maka hematit berpotensi untuk dijadikan pigmen (Zori et al., 2008).

Sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dapat dilakukan dengan menggunakan metode presipitasi. Karena prosesnya yang mudah, murah, dan efisien, metode presipitasi merupakan metode yang paling sering digunakan dalam sintesis hematit (Zanur, 2017). Selain itu, dengan proses yang sederhana dapat menghasilkan partikel dengan ukuran nanometer serta menghasilkan produk dengan kemurnian, homogenitas dan kristanilitas yang tinggi (Lassoued, A., 2017). Hal ini dibuktikan pada penelitian yang telah dilakukan oleh Supattarasakda et al (2013) menghasilkan puncak yang tajam dan sempit yang menunjukkan bahwa produk senyawa hematit sangat kristal berdasarkan data XRD-nya. Sedangkan pada penelitian yang telah dilakukan oleh (Fouad et al., 2019) data XRD yang diperoleh menunjukkan bahwa puncak yang dihasilkan tajam dan memiliki kemurnian yang tinggi. Hasil SEM menunjukkan morfologi partikel berupa polygonal dengan ukuran partikel 16-44 nm. Oleh karena itu pada penelitian kali ini menggunakan metode presipitasi berbasis green chemistry.

Metode green chemistry atau kimia hijau dapat berpotensi untuk mensintesis logam nanopartikel. Salah satu metode yang dapat menghasilkan nanopartikel logam yaitu dengan menggunakan ekstrak tanaman. Tanaman sangat cocok untuk biosintesis berskala besar nanopartikel karena proses ini lebih menghemat biaya (Willian, 2018). Menurut Sari (2016) sumber antioksidan alami dapat ditemui dengan mudah pada tanaman. Ekstrak pada tanaman dapat bertindak sebagai agen pereduksi dan capping dalam sintesis nanopartikel serta bersifat ramah lingkungan (Willian, 2018). Bahan alami yang berpotensi sebagai antioksidan adalah daun jambu biji. Kandungan senyawa yang terdapat pada daun jambu biji (*Psidium guajava*) yaitu steroid, fenol, flavonoid, kuinon, dan tanin (Ariyani et al., 2012).

Ekstrak daun jambu biji telah digunakan sebagai ligan capping dan stabilisator dalam pembuatan nanopartikel perak, nanopartikel tembaga dan nanopartikel oksida logam lainnya (Santhoshkumar et al., 2014; Capangpangan et al., 2018). Selain itu, senyawa polifenol yang terdiri atas flavonoid dan tanin dapat dimanfaatkan sebagai ligan penstabil dalam pembuatan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (Capangpangan, 2018).

Jenis agen pengendap dalam proses presipitasi berpengaruh terhadap pembentukan nanopartikel hematit. Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Rufus et al (2016) telah mensintesis nanopartikel hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan menggunakan ekstrak daun jambu biji. Diperoleh ukuran kristal rata-rata sebesar 3,41 nm. Hasil analisis menggunakan SEM nanopartikel yang disintesis memiliki bentuk kuasi-bola. Hasil analisis menggunakan X-ray (EDX) sampel menunjukkan adanya Fe dan O dalam nanopartikel ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) yang disintesis dengan masing-masing persentasi sebanyak 62,55% dan 37,45%. Pada data EDX hanya menampilkan puncak atom F dan O yang menegaskan bahwa tidak terdapat pengotor selama sintesis bahan yang diinginkan. Maka dalam penelitian kali ini digunakan ekstrak daun jambu biji sebagai agen pereduksi menggunakan metode infusa.

Dalam penelitian (Tussa'adah, 2015) menjelaskan bahwa semakin lama waktu sintesis, maka akan menyebabkan terjadinya aglomerasi (penggumpalan) partikel. Perbedaan waktu sintesis yang diberikan akan mempengaruhi diameter partikel yang dihasilkan. Borsing et al (2017) telah mensintesis senyawa hematit dengan lama sintesis 1 jam. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM menghasilkan bahwa

hematit yang terdiri atas partikel besar agregat dengan ukuran partikel sebesar 50-100 nm.

Miri et al (2020) telah melakukan sintesis hematit dengan lama sintesis 2 jam menghasilkan pola XRD dengan puncak yang tajam. Selain itu hasil XRD menunjukkan senyawa hematit murni tanpa adanya pengotor. Bentuk partikel pada hasil SEM seragam dan berbentuk spheric dengan ukuran partikel 15-20 nm. (Lassoued, A., 2017) telah mensintesis senyawa hematit dengan lama sintesis 3 jam. Hasil XRD menunjukkan bahwa senyawa hematit murni tanpa adanya pengotor. Pada hasil SEM menunjukkan bahwa kristalit hematit menunjukkan sifat halus dan bentuk hampir bulat dengan ukuran partikel sebesar 61 nm.

Semakin kecil ukuran partikel maka semakin merata luas dan volume permukaan partikel sehingga dapat meningkatkan kestabilan warna pada pigmen hematit (Fakhruddin, 2019). Cornell & Schwertmann (2003) menyatakan bahwa semakin kecil ukuran kristal hematit maka menghasilkan pigmen hematit yang semakin cerah. Oleh karena itu variasi lama sintesis dapat berpengaruh terhadap ukuran partikel, ukuran kristal dan pigmen hematit.

Berdasarkan uraian diatas, untuk meminimalisir pencemaran lingkungan maka digunakan kembali limbah bubut besi sebagai bahan utama dalam mensintesis senyawa pigmen hematit menggunakan metode presipitasi variasi lama sintesis 1, 2,3 dan 4 jam. Dengan menggunakan agen pengendap berupa ekstrak daun jambu biji berbasis green synthesis untuk mengurangi limbah kimia dan ramah lingkungan. Hasil sintesis yang diperoleh berupa serbuk akan di karakterisasi menggunakan XRF, XRD, *Color reader*, FTIR dan SEM.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi lama sintesis terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hasil sintesis?
2. Bagaimana hasil karakterisasi menggunakan SEM dan FTIR dari hasil sintesis terbaik?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi lama sintesis terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui hasil karakterisasi SEM dan FTIR dari hasil sintesis terbaik.

1.4 Batasan Masalah

1. Limbah bubut besi dari industri kerajinan besi di Kota Malang
2. Metode ekstraksi yang digunakan yaitu dengan metode infusa
3. Metode sintesis yang digunakan yaitu presipitasi dengan suhu 90°C dan dilanjutkan dengan kalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C
4. Karakterisasi yang digunakan yaitu XRF, XRD, SEM, FTIR dan *colour reader*

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah dilakukannya penelitian ini yaitu dapat mengurangi limbah B3, khususnya limbah bubut besi yang dapat diolah kembali menjadi pigmen hematit. Menggunakan agen pengendap berupa ekstrak daun jambu biji yang dapat mengurangi limbah kimia. Penelitian ini juga bermanfaat untuk memperoleh pigmen yang berkualitas dari bahan prekursor yang tidak murni.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Bubut Besi

Limbah besi merupakan jenis limbah yang sering ditemui pada industri pengolahan logam seperti industri pembuatan paku, alat rumah tangga dan alat mekanik (Aladin, 2010). Menurut Peraturan Pemerintah No. 85 tahun 1999, limbah bubut besi ditetapkan sebagai limbah bahan beracun dan berbahaya (B3). Paparan serbuk besi secara terus menerus berpotensi menyebabkan kulit iritasi, gangguan pernapasan bahkan silikosis. Limbah serbuk besi akan menyebabkan pencemaran yang terjadi di lingkungan sekitar, termasuk pada permukaan air, udara dan tanah apabila tidak memperoleh penanganan secara khusus (Arum & Herawati, 2020; Sunardi et al., 2015).

Tabel 2 1 Komposisi Limbah Bubut Besi (L. M. et al Khoiroh, 2013)

Kandungan limbah bubut besi	Jumlah (%)
Besi (Fe)	97,11
Europium (Eu)	0,67
Rubidium (Rb)	0,65
Mangan (Mn)	0,54
Kalsium (Ca)	0,30
Kromium (Cr)	0,26
Fosfor (P)	0,2
Renium (Re)	0,2
Tembaga (Cu)	0,13
Skandium (Sc)	0,053
Nikel (Ni)	0,037
Lantanum (La)	0,3
Iterbium (Yb)	0,3
Seng (Zn)	0,3

Kandungan Fe pada limbah bubut besi cukup tinggi, sehingga memungkinkan untuk dijadikan oksida besi. Terdapat beragam aplikasi pada oksida besi seperti

aplikasi mikroelektronik, pengolahan limbah, elektrokimia, katalitik, biomedis, bahan pembuatan magnet dan sebagai bahan pewarna (pigmen) (Nisa et al., 2019; Prasdiantika et al., 2019). Sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh (L. M. et al Khoiroh, 2018) menyatakan bahwa kadar Fe pada limbah bubut besi sebesar 96%, 97,11% (Rahmawati, 2020) dan 96,08% (Chabib, 2017). Dalam penelitian Khoiroh et al (2013) menunjukkan bahwa terdapat beberapa logam lain yang terkandung dalam limbah bubut besi yang terdapat pada tabel 2.1. Salah satu kandungan limbah bubut besi dengan kadar tertinggi yaitu terdapat pada logam besi (Fe).

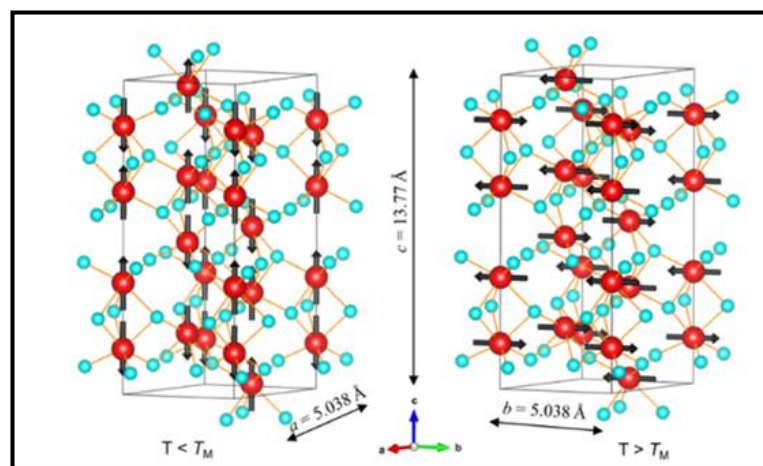
2.2 Oksida Besi Hematit sebagai Pigmen

Oksida besi yang telah ditemukan di alam dikelompokkan menjadi 16 senyawa (Rahmawati, 2020) yang tersusun atas Fe yang terikat dengan O atau OH (Cornell, R.M & Schwertmann, 2003). Terdapat beberapa bentuk besi oksida yang umum ditemui di alam yaitu goethit (α -FeOOH), hematit (α -Fe₂O₃), lepidokrosit (γ -FeOOH), maghemit (γ -Fe₂O₃), magnetit (Fe₃O₄), limonit (Fe₂O₃.H₂O), ferihidrit (Fe₅HO₈.4H₂O) (Fahmi, 2011).

Mineral hematit merupakan salah satu bentuk besi oksida yang banyak ditemukan di dalam tanah. Pada daerah yang beriklim tropis banyak terdapat senyawa hematit (Fahmi, 2011). Hematit memiliki keunggulan antara lain tidak beracun, memiliki stabilitas termal, biodegradable dan tahan lama. Hematit dapat digunakan sebagai nanokatalis, biomedis aplikasi, dan terutama dalam aplikasi pigmen (L. M. et al Khoiroh, 2018). Terdapat data kristalografi hematit yang di rangkum dalam Tabel 2.2 dan gambar struktur hematit ditampilkan pada gambar 2.1.

Tabel 2 2 Data kristalografi hematit α -Fe₂O₃ (Ashraf, 2020).

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rombohedral, heksagonal
Grup ruang	R-3c
Parameter kisi (nm)	$a=b=0,5034$, $c=1,375$ (heksagonal) $a_{Rh}=0,5427$, $\alpha=55,3^\circ$ (rombohedral)
Struktur kristal	Corundum
Densitas (g/cm ³)	5,26
Warna	Merah
Titik leleh (°C)	1350
Kekerasan	6,5
Kemagnetan	Feromagnetik yang lemah atau antiferomagnetik
Rasio $a : c$	1 : 2,734
Volume unit sel	30,272
Formula unit per unit sel (Z)	6

**Gambar 2 1** Struktur hematit (Jiang, 2021).

Struktur hematit tersusun atas ion oksigen yang dikemas rapat secara heksagonal. Dua pertiga celah kisi oktahedral diisi oleh ion Fe³⁺ yang tersusun teratur dengan dua tempat terisi diikuti oleh satu tempat kosong sepanjang sumbu [001] untuk membentuk cincin enam kali lipat pada bidang (001). Susunan kation menghasilkan pasangan Fe(O)₆ oktahedra yang berdekatan. Setiap oktahedra berbagi tepi dengan tiga oktahedra tetangga di bidang yang sama dan satu sisi dengan oktahedron di bidang yang berdekatan (Jiang et al., 2022).

Pigmen merupakan salah satu komponen dasar dalam pembuatan cat yang fungsinya sebagai pewarna dan daya penutup (*hiding power*) pada cat. Senyawa hematit merupakan salah satu pigmen besi oksida yang memiliki beberapa keunggulan diantaranya lebih ramah lingkungan, stabilitas kimia yang tinggi, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan daya tahan baik (Septityana et al., 2013). Pada penelitian Rahmawati et al (2020) yang telah mensintesis pigmen hematit sebagai anti swelling pada kayu. Diperoleh hasil bahwa jumlah pigmen yang lebih tinggi akan menyebabkan volume kayu berkurang. Hal tersebut menunjukkan bahwa pigmen hematit memiliki sifat anti pembengkakan pada kayu. Pigmen hematit mempunyai standar ukuran partikel 0,1-0,5 μm . Nilai warna yang diukur meliputi *value* (L^*) yang menunjukkan derajat kecerahan, *chroma* (C^*) merupakan intensitas kemurnian dan *hue* (H^*) adalah corak warna. Nilai L^* berkisar 25-45, C^* berkisar 9-42, sedangkan H^* berkisar 21-57. Adapun nilai rata-rata L^* , C^* , H^* berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell & Schwertmann, 2003; Khoiroh et al., 2013).

2.3 Peran Ekstrak Daun Jambu Biji

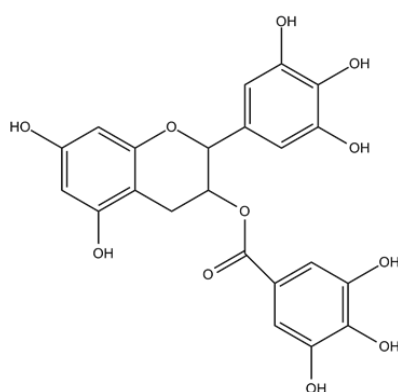
Green chemistry merupakan suatu konsep yang mendorong suatu desain dari sebuah produk ataupun proses yang mengurangi penggunaan dan penghasilan zat-zat berbahaya. Dalam 12 aspek berbasis green chemistry salah satunya yaitu sintesis kimia yang tidak berbahaya. Sesuai dengan penelitian ini menggunakan ekstrak daun jambu biji. Senyawa organik yang terkandung dalam makhluk hidup dapat menggunakan agen biologi dalam proses sintesis. Agen biologi berperan sebagai pereduksi, penstabil, atau keduanya pada proses pembentukan nanopartikel. Daun jambu biji merupakan salah satu tumbuhan yang dapat

dimanfaatkan dalam pembentukan hematit. Berdasarkan penelitian yang dilakukan bahwa molekul bioaktif yang kemungkinan besar berperan sebagai agen pereduksi dan penstabil dalam proses biosintesis nanopartikel yaitu protein, polisakarida, tanin, flavonoid, terpenoid (Dianti, 2019). Daun jambu biji berbentuk elips, oval dan ditandai dengan ujung yang tumpul. Warna daun bagian atas tampak lebih hijau dibandingkan sisi bawah daun (Kumar, 2021). Klasifikasi daun jambu biji dirangkum pada tabel 2.3.

Dalam tumbuhan daun jambu biji terdapat kandungan saponin, flavonoid, tanin, eugenol, dan triterpenoid. Flavonoid dan tanin merupakan senyawa polifenol yang mendominasi pada tumbuhan daun jambu biji (Arifin et al., 2016). Kandungan kimia yang terdapat dalam jambu biji, yaitu buah, daun dan kulit batang pohon jambu biji mengandung tanin, sedangkan pada bunganya tidak banyak mengandung tanin. Zat tanin yang terdapat dalam daun jambu biji diduga memberikan khasiat yang cukup tinggi. Daun yang digunakan adalah daun ketiga, keempat dan kelima dari pucuk karena pada jenis ini terdapat banyak senyawa aktif (Nadifah et al., 2015). Tanin merupakan senyawa polifenol yang sangat kompleks (Sumarni dkk., 2018). Daunnya diketahui mengandung senyawa tanin 17,4%, minyak atsiri, minyak lemak dan asam malat (Setyawaty et al., 2021). Tanin merupakan senyawa organik yang tidak beracun, ramah lingkungan, larut dalam air, dan tergolong polifenol banyak ditemukan di alam. Berikut Gambar struktur Tanin 2.2 (Wahyuni & Syamsudin, 2014).

Tabel 2 3 Klasifikasi Daun Jambu Biji (Hussain, 2021)

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

**Gambar 2 2** Struktur Tanin (Wahyuni, Tian & Syamsudin, 2014)

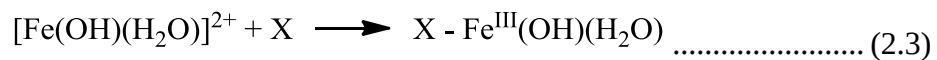
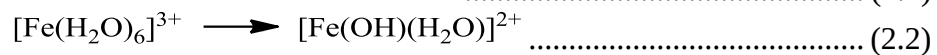
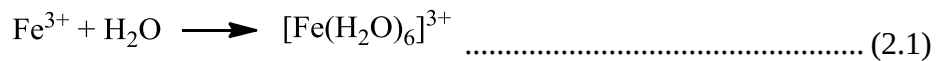
Tanin mengandung gugus OH^- dalam posisi orto pada cincin aromatik, sehingga tanin mampu membentuk khelat dengan besi dan kation logam lainnya. Tanat besi dapat dibentuk dengan baik karena tanin terhidrolisa. Ketika ion Fe^{3+} bereaksi dengan OH^- di posisi orto akan terbentuk larutan kompleks tanat besi berwarna biru –hitam. Tanat akan melekat pada permukaan besi yang akan menghalangi terjadinya proses korosi lebih lanjut (Wahyuni, Tian & Syamsudin, 2014). Tanin memiliki sifat umum, yaitu memiliki gugus phenol dan bersifat koloid. Karena itu di dalam air bersifat koloid dan asam lemah. Semua jenis tanin dapat larut dalam air. Kelarutannya besar, dan akan bertambah besar apabila dilarutkan dalam air panas. Begitu juga tanin akan larut dalam pelarut organik seperti metanol, etanol, aseton dan pelarut organik lainnya. Tanin akan terurai

menjadi pyrogallol, pyrocatechol dan phloroglucinol bila dipanaskan sampai suhu 210°F-215°F (98,89°C-101,67°C). Karakteristik senyawa tanin telah dijelaskan pada Tabel 2.4 (Irianty & Yenti, 2014).

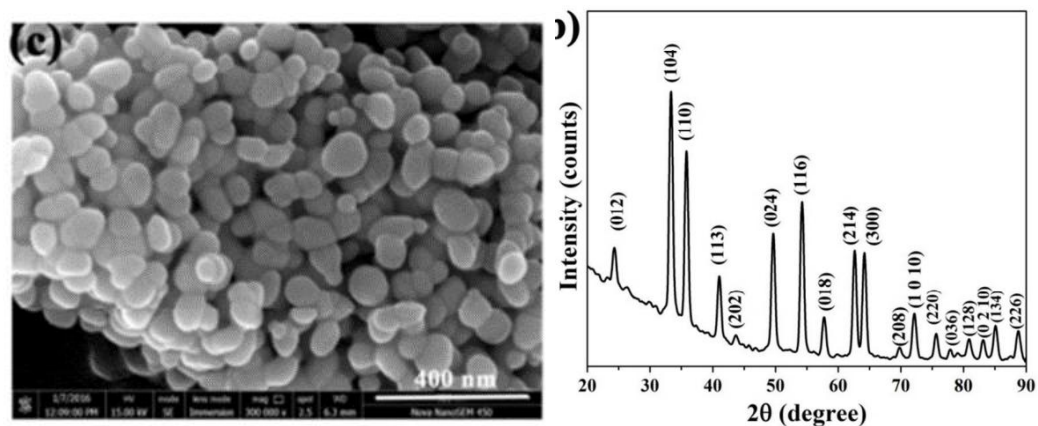
Tabel 2 4 Karakteristik senyawa tanin (Irianty & Yenti, 2014).

Sifat Fisika	Sifat Kimia
Warna: Putih kekuning-kuningan	Rumus molekul: $C_{76}H_{52}O_{46}$
Rasa: Sepat (astrigent)	Tanin dapat larut dalam air dan dalam pelarut organik seperti metanol, etanol, aseton dan pelarut organik lainnya
Bentuk: Serbuk amorf	Tanin akan terurai menjadi pyrogallol, pyrocatechol dan phloroglucinol bila dipanaskan sampai suhu 210°F-215°F (98,89°C-101,67°C)
Titik didih: > 98,89°C	Ikatan kimia yang terjadi antara taninprotein atau polimer-polimer lainnya terdiri dari ikatan hidrogen, ikatan ionik dan ikatan kovalen

Ekstrak daun jambu mengandung polifenol yang tinggi berupa kandungan tanin sampai sekitar 17% dengan banyak fenolik-OH dari gugus galloyl (Fachry, 2012). Dalam penelitian Rufus et al (2017) tanin merupakan golongan senyawa polifenol yang tidak beracun dan mampu membentuk kelat dengan Fe(III). Pada saat pemanasan larutan prekursor ion Fe(III) membentuk ion kompleks heksa aqua besi (III) octahedral ($[Fe(H_2O)_6]^{3+}$) dengan molekul air. Selama reaksi ion kompleks heksa aqua terdekomposisi dan terdeprotonasi menjadi $Fe^{II} - R$ ($[Fe(OH)(H_2O)]^{2+}$), dimana R adalah $((OH)H_2O)$. Senyawa polifenol (tanin) dalam ekstrak air terlibat dalam pembentukan kelat dengan ion $Fe^{III} - R$ melalui gugus ortho dihidroksi benzena. Kemudian $Fe^{II} - R$ dari kelat mengalami transformasi fasa menjadi α -Fe₂O₃. Berikut merupakan reaksi pembentukan nanopartikel α -Fe₂O₃:



Jenis agen pengendap dalam proses presipitasi berpengaruh terhadap pembentukan nanopartikel hematit. Dalam penelitian yang telah dilakukan oleh Rufus et al (2016) telah mensintesis nanopartikel hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan menggunakan ekstrak daun jambu biji. Diperoleh ukuran kristal rata-rata sebesar 3,41 nm. Hasil XRD tidak menunjukkan adanya pengotor sehingga dapat dikatakan bahwa hasil sintesis memiliki kemurnian tinggi, namun pola difraksi menunjukkan puncak yang agak lebar. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bentuk partikel berupa quasi-spheric atau semi bulat dengan rata-rata diameter sebesar 35 nm.



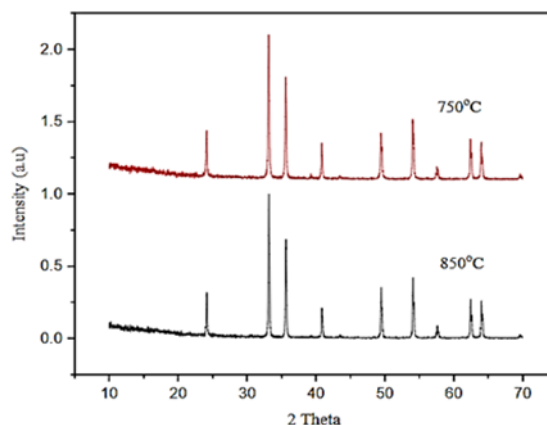
Gambar 2 3 Hasil XRD dan SEM pada sintesis hematit (D. Rufus, 2016)

2.4 Sintesis Pigmen Hematit Menggunakan Metode Presipitasi

Sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) telah banyak dilakukan dengan berbagai macam metode, seperti metode presipitasi, sol-gel dan hidrotermal. Berdasarkan penelitian sebelumnya menggunakan metode hidrotermal diperoleh diameter hematit antara 15-205 nm (Kongsat, 2021), metode sol-gel dengan ukuran partikel 20-42 nm (Paulson et al., 2021) dan metode presipitasi dengan ukuran kristal sebesar 0,5122-0,7496 nm (Khalamudillah, 2017). Metode presipitasi merupakan suatu metode pengendapan masing-masing material dasar dengan suatu reaktan. Hasil pengendapan tersebut kemudian digabungkan untuk pembentukan senyawa yang diharapkan secara stoikiometris (Purwamargapratala, 2009). Metode presipitasi dilakukan dengan cara zat aktif dilarutkan ke dalam pelarut, lalu ditambahkan larutan lain yang bukan pelarut. Hal ini menyebabkan larutan menjadi jenuh dan terjadi nukleasi yang cepat sehingga membentuk nanopartikel. Metode presipitasi menjadi metode yang paling banyak digunakan dalam sintesis hematit karena prosesnya yang sederhana, mudah, biaya yang lebih murah, kristalinitas yang tinggi, waktu persiapan yang singkat, homogenitas tinggi dan suhu reaksi yang relatif rendah (Lassoued et al., 2017; Zanur et al., 2017).

Prinsip metode presipitasi ialah pemisahan unsur-unsur berdasarkan perbedaan besarnya hasil kali kelarutan (K_{sp}). Pengendapan akan terjadi jika nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga senyawa tersebut (Wasito & Biyanto, 2009). Dalam sintesis hematit terdapat tahapan berupa kalsinasi. Kalsinasi merupakan proses pembakaran tahap awal yang berupa reaksi dekomposisi secara endotermik. Kalsinasi berfungsi melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida sehingga menghasilkan bahan dalam bentuk oksida. Kalsinasi juga

menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan seperti H₂O, air kristal, dan gas (CO₂) (Pinna, 1998). Pada suhu kalsinasi 750°C terjadi transisi fasa maghemite menjadi hematit (Darezereshki et al., 2012). Adapun penelitian yang telah dilakukan oleh Khoiroh et al (2021) yang berhasil melakukan sintesis hematit dengan metode presipitasi-kalsinasi. Presipitasi dilakukan pada lama sintesis 1 jam dan kalsinasi dilakukan dengan variasi suhu 750°C, 850°C. Pola XRD (gambar 2.5) menunjukkan kristalinitas tinggi dengan intensitas tinggi pada suhu kalsinasi 750°C. Hematit yang dihasilkan memiliki kemurnian tinggi tanpa adanya pengotor. Adanya perlakuan kalsinasi dapat mengubah fasa FeOOH menjadi α -Fe₂O₃ sesuai dengan reaksi 2.5 berikut ini (Maiti, 2015):



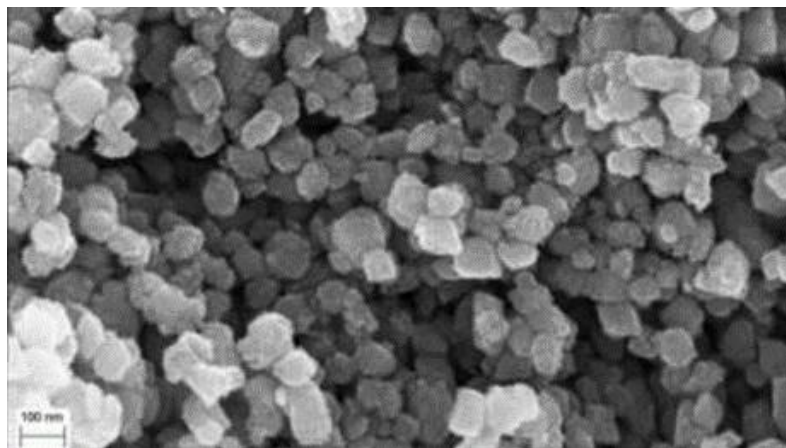
Gambar 2 4 Hasil XRD sintesis hematit pada suhu kalsinasi 750°C dan 850°C (L. M. dkk Khoiroh, 2021)

2.5 Pengaruh Variasi Lama Sintesis pada Pigmen Hematit

Menurut Tussa'adah & Astuti (2015) waktu sintesis menyebabkan terjadinya aglomerasi partikel. Apabila terjadi aglomerasi pada partikel maka ukuran partikel akan semakin besar dan ukuran kristal serta warna pigmen yang dihasilkan akan

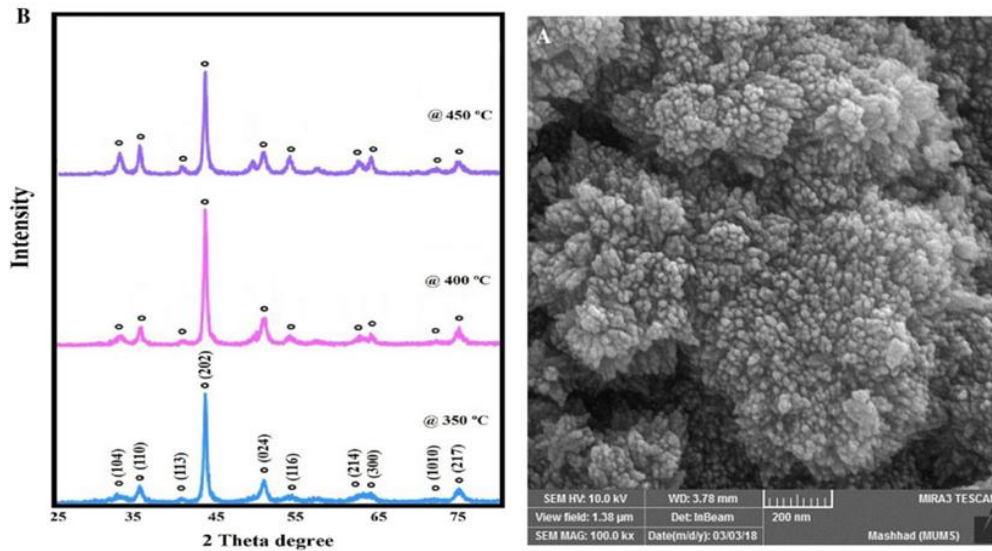
berbanding lurus dengan ukuran partikel. Dalam penelitian Habibah (2019) menyatakan bahwa semakin kecil ukuran kristal hematit maka akan menghasilkan pigmen hematit yang semakin cerah begitu juga sebaliknya, apabila ukuran kristal semakin besar akan menghasilkan pigmen dengan warna yang pekat.

Penelitian Borsing et al (2017) melakukan sintesis hematit dengan lama sintesis 1 jam dengan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Hasil karakterisasi SEM menghasilkan hematit yang terdiri atas partikel besar agregat dengan ukuran partikel sebesar 50-100 nm.



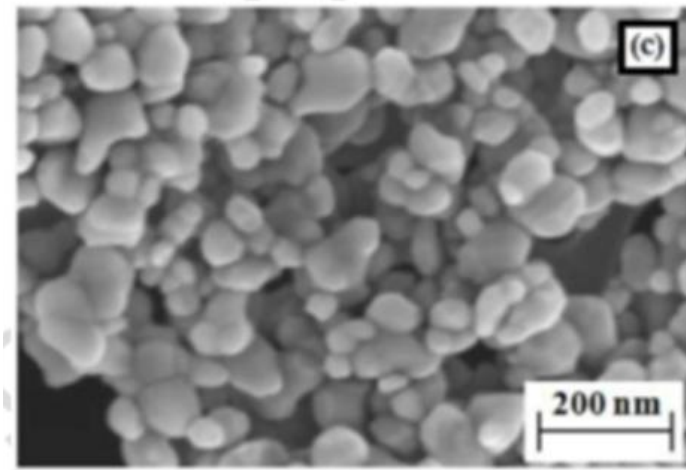
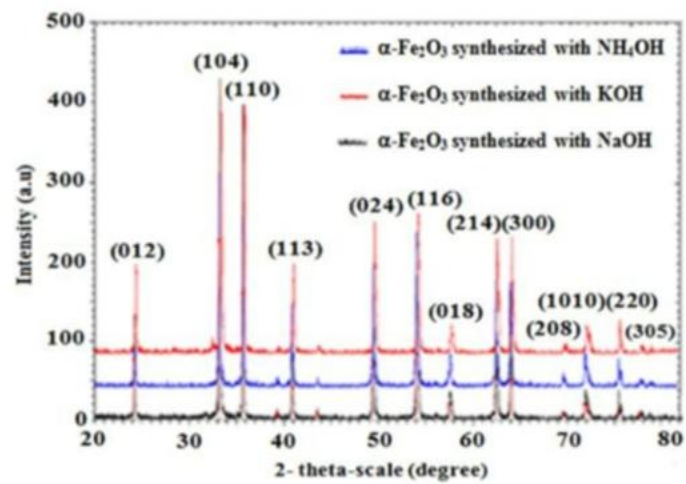
Gambar 2 5 Hasil SEM hematit dengan lama sintesis 1 jam (Borsing et al., 2017)

Miri et al (2020) melakukan sintesis hematit dengan lama sintesis 2 jam menghasilkan pola XRD dengan puncak tajam yang menunjukkan kristalinitas tinggi. Selain itu hasil XRD menunjukkan senyawa hematit murni tanpa adanya pengotor. Bentuk partikel pada hasil SEM berbentuk spheric dengan ukuran partikel 15-20 nm.



Gambar 2 6 Hasil XRD dan SEM hematit dengan lama sintesis 2 jam (Miri, 2020)

Lassoued et al (2017) melakukan sintesis hematit dengan lama sintesis 3 jam dengan prekursor ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Pola XRD yang dihasilkan menunjukkan kristalinitas tinggi dengan puncak tajam dan sempit. Selain itu hasil XRD menunjukkan bahwa senyawa hematit murni tanpa adanya pengotor. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa kristalit hematit menunjukkan sifat halus dan bentuk hampir bulat dengan ukuran partikel sebesar 61 nm.



Gambar 2 7 Hasil XRD dan SEM hematit dengan lama sintesis 3 jam (Lassoued, A., 2017)

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan 16 Februari – 17 April 2023 di Laboratorium Riset Kimia Fisik Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di PT. Inovasi Hijau Indonesia. Karakterisasi SEM dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh November. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Program Studi Kimia Universitas Brawijaya. Adapun karakterisasi color reader dilakukan di Laboratorium Pengolahan Pangan dan Biomassa Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Brawijaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya seperangkat alat gelas, *hot plate*, penangas air, termometer, lemari asam, pH meter, *magnetic stirrer*, neraca analitik, tanur, XRF, XRD, Color reader, SEM dan FTIR.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya limbah bubut besi, aquademineral, HNO_3 , NaOH dan daun jambu biji.

3.3 Desain Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari limbah bubut besi menggunakan metode presipitasi menggunakan variasi lama sintesis selama 1, 2, 3 dan 4 jam. Agen reduktor yang digunakan pada proses

sintesis yaitu ekstrak daun jambu biji. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD dan color reader. Kemudian hasil sintesis terbaik dikarakterisasi menggunakan FTIR dan SEM.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Sampel

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini yaitu limbah bubut besi (*iron lathe waste*) dari industri kerajinan besi di Malang, Jawa Timur. Limbah bubut besi yang masih bercampur dengan pengotor dipreparasi dengan cara separasi menggunakan *magnetic separator*. Selanjutnya dicuci dengan aquademin dan dikeringkan pada suhu ruang. Kemudian sampel yang telah terpisah dengan pengotor dijadikan sebagai bahan dasar prekursor Fe^{3+} . Sampel hasil preparasi kemudian dianalisis menggunakan XRF.

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

Limbah bubut besi yang telah kering sebanyak 20 gram dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 ml. Ditambahkan 200 ml HNO_3 7 M lalu distirer, kemudian campuran didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam hingga larut sempurna. Selanjutnya disaring menggunakan kertas saring dan filtrat dipanaskan di atas *hot plate* sambil diaduk hingga membentuk *slurry* (L. M. dkk Khoiroh, 2021). Kemudian dipanaskan kembali hingga prekursor berbentuk serbuk. Analisis kualitatif dilakukan dengan cara melarutkan sedikit sampel ke dalam 50 ml aquades kemudian ditetesi dengan NaOH 1 M untuk mengetahui keberadaan ion Fe^{3+} .

Sampel yang mengandung ion Fe^{3+} akan ditandai dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan.

3.4.3 Ekstraksi Daun Jambu Biji dengan Metode Infusa

Ekstraksi daun jambu biji menggunakan metode infusa memiliki beberapa langkah. Mula-mula daun jambu biji yang sudah dipetik, dicuci dengan air yang mengalir dan dibilas dengan aquades. Daun jambu biji ditimbang sebanyak 40 gram menggunakan neraca analitik, kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass 250 mL dan ditambahkan aquademin sebanyak 200 mL lalu diaduk hingga homogen (Kumar et al., 2021). Selanjutnya dipanaskan dengan *water bath* yang berisi 500 mL air selama 30 menit pada suhu 80°C . Larutan didiamkan sampai terbentuk ampas kemudian di saring dengan kertas saring dan didapatkan filtrat yang digunakan sebagai agen reduktor. Kemudian, filtrat dikarakterisasi menggunakan FTIR.

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

Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sebanyak 15 gram ditambahkan 150 ml aquademin dilanjutkan dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen dan dicek pH larutan. Selanjutnya ditambahkan ekstrak daun jambu biji sedikit demi sedikit sebanyak 150 mL sambil diaduk. Dicek kembali pH dan dipanaskan dengan variasi lama sintesis 1,2, 3 dan 4 jam pada suhu 90°C . Larutan tersebut didekantasi dan endapan dicuci dengan aquademin hingga pH netral. Larutan kemudian dicuci dengan aseton. Selanjutnya disaring menggunakan corong buchner. Kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam (D. Rufus,

2016). Produk hasil sintesis yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan *Color reader*. Sedangkan hasil sintesis terbaik dikarakterisasi menggunakan FTIR dan SEM.

3.5 Karakterisasi Hasil Sintesis

3.5.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Produk hasil sintesis di karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui ukuran kristal, struktur kristal dan parameter kisi hematit. Serbuk hematit dipress terlebih dahulu menggunakan alat pengepres. Selanjutnya, sampel diletakkan pada sampel holder dan diberi sinar-X dengan radiasi Cu Ka ($\lambda=1.5418\text{\AA}$) dengan daya sebesar 30kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang 2θ ($^{\circ}$) =20-80.

3.5.2 Color Reader

Produk hasil sintesis ditempelkan pada *color reader* dan ditekan berbunyi atau lampu menyala. Kemudian angka yang ditampilkan diukur pada grafik untuk mengetahui spesifikasi warna. Hasil yang diperoleh berupa nilai L^* , a^* dan b^* dengan skala 0-100. Berdasarkan nilai tersebut maka dapat ditentukan nilai L^* dan H^* .

3.5.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Produk terbaik dari hasil karakterisasi XRD dianalisis menggunakan SEM untuk mengamati struktur morfologi permukaan sampel dalam perbesaran yang tinggi dengan menggunakan berkas elektron berenergi tinggi pada rentang perbesaran 20.000-200.000x sehingga terlihat morfologi dan ukuran partikel.

3.5.4 FTIR

Produk hasil sintesis dengan variasi lama sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk menganalisis gugus fungsi suatu sampel dilakukan dengan membandingkan pita absorpsi yang terbentuk pada spektrum infra merah menggunakan tabel korelasi dan menggunakan spektrum senyawa pembanding (yang sudah diketahui). Sinar infra merah memiliki rentang panjang gelombang dari 2,5 - 25 μm . Adapun frekuensi sinar infrared memiliki rentang dari 400 - 4000 cm^{-1} .

3.5.5 XRF

Limbah besi yang sudah dipisahkan dari pengotor dianalisis dengan XRF untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam sampel beserta konsentrasi unsur. Analisis menggunakan XRF dapat dilakukan dengan metode analisis kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif hanya memberikan informasi kandungan unsur suatu bahan yang dinyatakan dalam intensitas dalam satuan cps (*count per second*). Analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam suatu bahan. Analisis secara kuantitatif dilakukan dengan cara mengkonversi hasil yang diperoleh dalam analisis kualitatif yang berupa intensitas dalam satuan cps menjadi satuan persen berat atau ppm.

3.6 Analisis Data

3.6.1 Analisis Data XRD

Analisis kualitatif hasil XRD dilakukan dengan cara membandingkan pola difraksi sinar-X dengan standar *data base* JCPDS no 33-0664. Sedangkan analisis kuantitatif hasil XRD dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal yang diperoleh

dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditulis seperti pada persamaan 3.1.

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

Dengan D adalah ukuran kristal (nm), k adalah konstanta (0,8-1), λ adalah panjang gelombang radiasi (nm), β adalah *full width at half maximum* (FWHM) dan θ adalah sudut datang.

3.6.2 Analisis Data *Color Reader*

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

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

$$H^\circ = \tan^{-1} (b^*/a^*), \text{ degree } 0^\circ \leq H^\circ \leq 360 \dots\dots\dots (3.3)$$

Dengan L^* adalah derajat kecerahan, a^* adalah derajat kemerahan dan b^* adalah derajat kekuningan. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai L^* , C^* dan H^* standar pigmen hematit.

3.6.3 Analisis Data SEM

Analisis hasil SEM menghasilkan informasi mengenai morfologi dari hasil sintesis. Hasil karakterisasi berupa gambar digital akan diolah menggunakan Image-J. Untuk menganalisis partikel menggunakan Image-J dilakukan dengan cara Image > Type > 8 bit. Selanjutnya menyesuaikan skala sesuai dengan *scale bar* pada hasil SEM dengan cara Analyze > Set scale. Setelah itu mengukur panjang masing-masing partikel yang terlihat dengan menggunakan *line* sehingga diperoleh

distribusi ukuran partikel. Setelah dilakukan pengukuran partikel maka dilakukan analisis partikel dengan cara Analyze > Set measurement untuk menentukan keluaran dalam analisis partikel. Kemudian Analyze > Analyze Particles dan disimpan data dalam format excel.

Data yang diperoleh kemudian diolah menggunakan aplikasi origin dengan cara Plot > Statistical > Histogram. Kemudian diatur *number of bin* dan *add distribution curves*. Blok kolom Y yang muncul lalu Analysis > Peaks and Baseline > Multiple Peak Fit. Diklik titik tertinggi yang muncul pada grafik lalu Open NLFit > Fit until converged sehingga akan diperoleh tabel ukuran rata-rata partikel dari persamaan fungsi Gaussian.

3.6.4 Analisis Data FTIR

Hasil yang didapatkan berupa spektrum absorbansi dengan sumbu x berupa bilangan gelombang yang jumlahnya berkisar 4.000 di paling kiri dan 400 di paling kanan sedangkan sumbu y berupa absorbansi. Dicocokkan hasil spektrum yang diperoleh dengan standar FTIR hematit pada SDBS. Data pita absorpsi pada senyawa hematit terdapat pada Tabel 3.1 (Darezereshki et al., 2012).

Tabel 3 1 Data absorbansi senyawa hematit (Darezereshki et al., 2012)

No.	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Jenis vibrasi
1.	465 dan 544	Fe-O stretching

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Besi

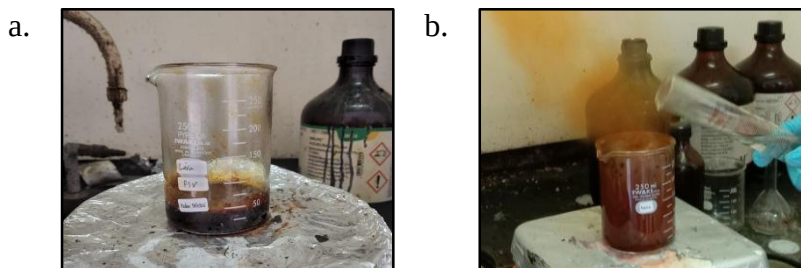
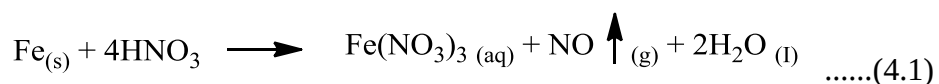
4.1.1 Pembuatan Prekursor *Ferri* (Fe^{3+})

Dalam penelitian ini sampel yang digunakan berupa limbah bubut besi dari industri kerajinan besi di Jl.Gajayana Kota Malang. Limbah bubut besi yang diperoleh berwarna abu-abu gelap dan masih bercampur dengan pengotor seperti tanah dan unsur lainnya. Untuk itu dipisahkan dengan *magnetic stirrer*. Sampel yang telah terpisah digunakan dalam pembuatan prekursor *Ferri* (Fe^{3+}). Hal ini dikarenakan kandungan Fe dalam sampel cukup tinggi. Sebagaimana data hasil analisis XRF pada tabel 4.1. Berdasarkan data tersebut, sesuai dengan penelitian (Khoiroh et al., 2021) bahwa kandungan sampel pada limbah bubut cukup tinggi sebesar 96,3 %.

Tabel 4 1 Kandungan unsur pada prekursor

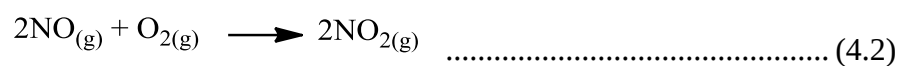
Unsur	Jumlah (%)
Besi (Fe)	96,58 %
Europium (Eu)	1 %
Mangan (Mn)	0,62 %
Rubidium (Rb)	0,60 %
Osmium (Os)	0,25 %
Tembaga (Cu)	0,25 %
Nikel (Ni)	0,23 %
Fosfor (P)	0,22 %
Kromium (Cr)	0,20 %
Kalsium (Ca)	0,15 %
Lantanum (La)	0,03 %

Destruksi basah dilakukan dengan penambahan asam pekat dan panas seperti HNO_3 . Apabila besi direaksikan dengan HNO_3 maka akan menghasilkan ion ferri dan gas nitrogen sesuai dengan reaksi 4.1 dan gambar 4.1 (Vogel, 1990)

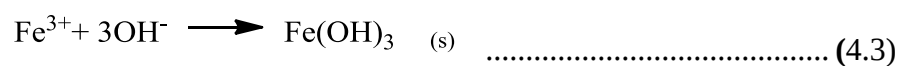


Gambar 4 1 (a) Reaksi prekursor saat destruksi (b) Hasil setelah destruksi

Reaksi tersebut akan menghasilkan gas NO yang tidak berwarna. Ketika gas NO bereaksi dengan oksigen, maka akan membentuk gas nitrogen dioksida (NO_2) yang berwarna merah kecoklatan sesuai dengan reaksi 4.2 (Vogel, 1990). Filtrat hasil destruksi dipanaskan sampai membentuk padatan garam $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ seperti pada gambar 4.1.



Dianalisis secara kualitatif pada prekursor untuk mengetahui keberadaan ion ferri. Dalam penelitian ini diketahui bahwa terdapat ion ferri pada sampel ditandai dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan sesuai dengan reaksi 4.3 (Vogel, 1990) dan gambar 4.2:





Gambar 4 2 Hasil reaksi prekursor ferri dengan NaOH

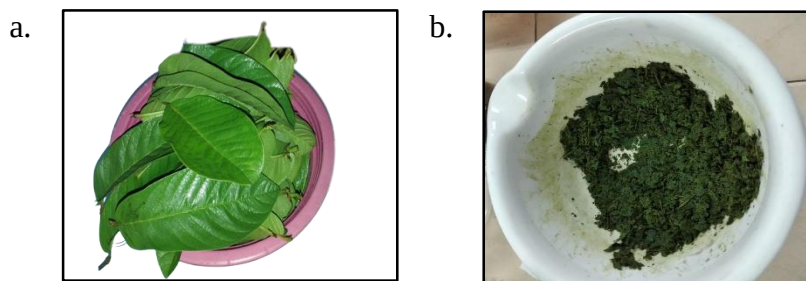
Pembentukan ion ferri (Fe^{3+}) lebih dipilih dibandingkan dengan ion ferro (Fe^{2+}). Karena ion Fe^{2+} mudah teroksidasi menjadi ion Fe^{3+} dan lebih stabil. Berdasarkan diagram pourbaix bahwa ion Fe^{3+} lebih mudah mengendap pada pH 2, sedangkan pada unsur lainnya baru dapat mengendap pada pH basa.

4.1.2 Ekstraksi Daun Jambu Biji dengan Metode Infusa

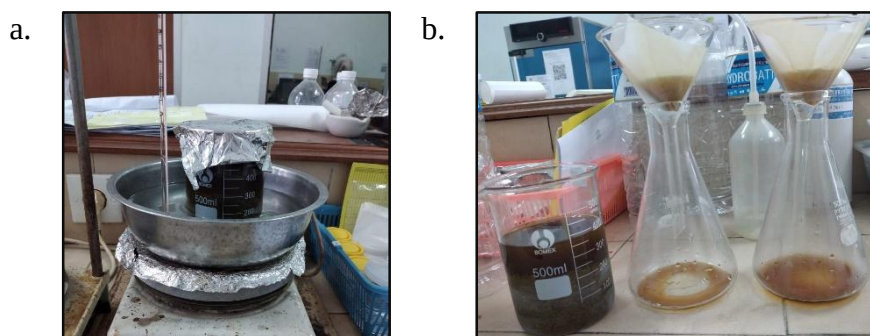
Dalam penelitian ini daun jambu biji diperoleh dari perumahan PNS Tlogomas di jalan Joyo Agung III. Daun jambu biji dipetik secara manual pada daun ketiga, keempat dan kelima dari pucuk karena pada jenis tersebut banyak senyawa aktif yang terkandung didalamnya (Nadifah et al., 2015). Pada gambar 4.3 terdapat proses pengeringan daun jambu biji pada suhu ruang dan penghalusan dengan cara ditumbuk. Pada proses penghalusan bertujuan untuk memperluas kontak antara padatan dan pelarut pada proses ekstraksi sehingga jumlah ekstrak yang diperoleh optimum.

Daun jambu biji yang telah halus diekstraksi menggunakan metode infusa untuk memperoleh senyawa aktif yang terdapat dalam daun jambu biji dengan menggunakan pelarut air. Kemudian dilakukan penyaringan untuk memisahkan antara filtrat dan ampas. Hasil filtrat yang diperoleh kemudian dilakukan analisis

FTIR untuk mengetahui gugus fungsional senyawa yang terkandung pada ekstrak daun jambu biji, pH yang diperoleh berkisar antara 5-6 sesuai pada gambar 4.4.

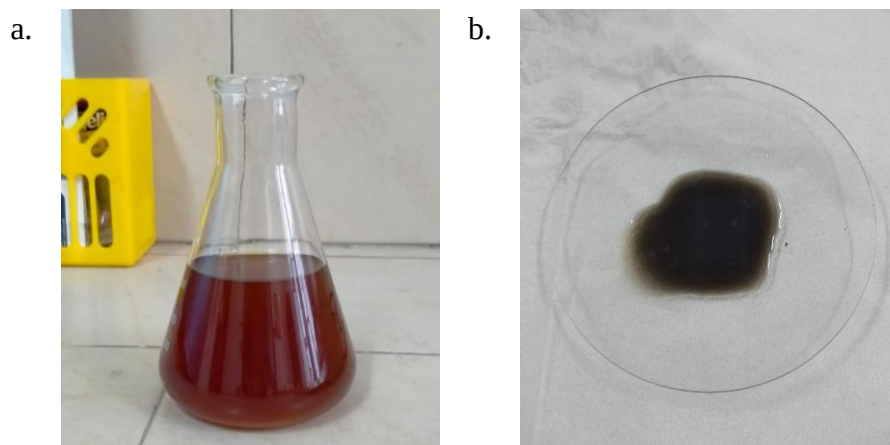


Gambar 4 3 (a) Daun jambu biji setelah dicuci (b) Daun jambu biji setelah dihaluskan

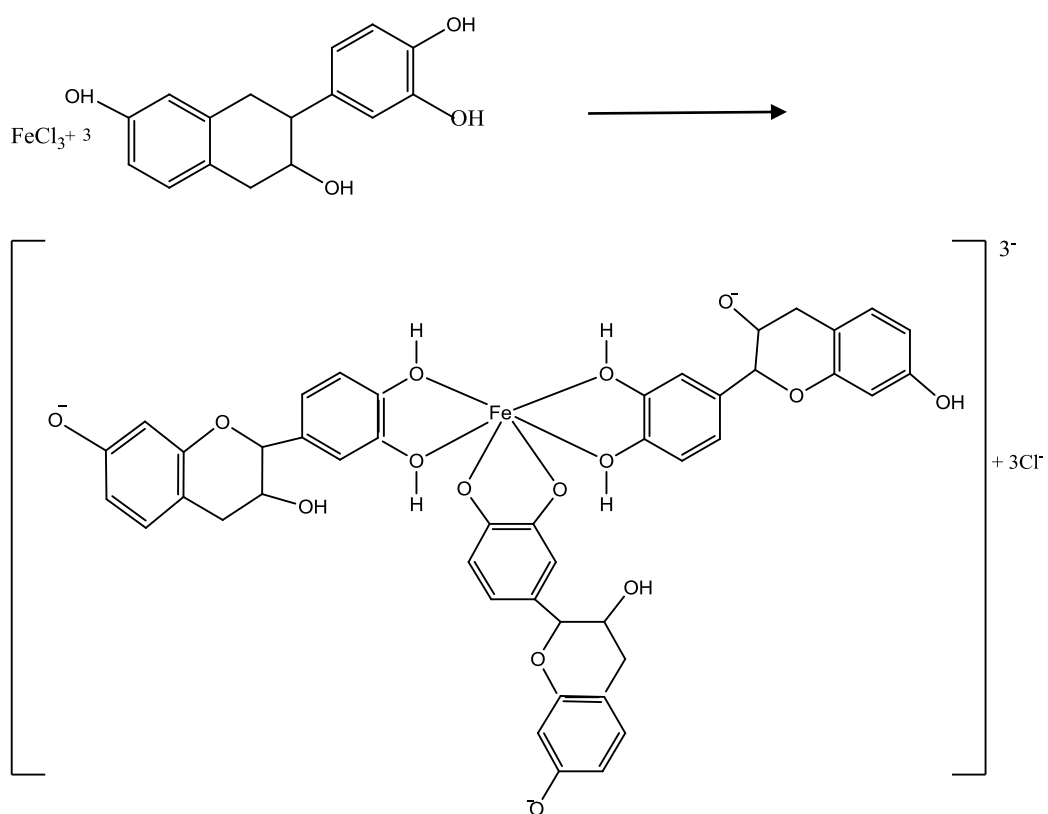


Gambar 4 4 Proses ekstraksi daun jambu biji dengan metode infusa (a) Pemanasan dengan suhu 80°C selama 30 menit (b) Penyaringan ekstrak daun jambu biji

Adanya kandungan tanin dikuatkan dengan uji fitokimia antara FeCl_3 dengan ekstrak daun jambu biji untuk menentukan apakah sampel mengandung gugus fenol. Adanya gugus fenol ditunjukkan dengan warna hijau kehitaman setelah ditambahkan FeCl_3 sesuai pada gambar 4.5. Terbentuknya warna hijau kehitaman pada ekstrak setelah ditambahkan dengan FeCl_3 karena tanin akan membentuk senyawa kompleks dengan ion Fe^{3+} , seperti yang terlihat pada gambar 4.6.



Gambar 4 5 (a) Ekstrak Daun Jambu Biji (b) Estrak Daun Jambu Biji setelah ditambahkan FeCl_3



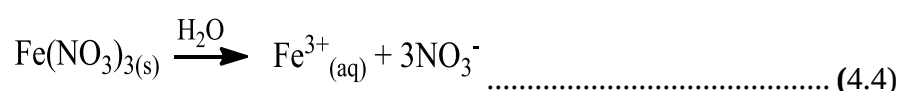
Gambar 4 6 Reaksi antara Tanin dan FeCl_3 (Ergina dkk, 2014)

Terbentuknya senyawa kompleks antara tanin dan FeCl_3 karena adanya ion Fe^{3+} sebagai atom pusat dan tanin memiliki atom O yang mempunyai pasangan elektron bebas yang bisa mengkoordinasikan ke atom pusat sebagai ligannya. Ion Fe^{3+} pada

reaksi diatas mengikat tiga tanin yang memiliki 2 atom donor yaitu atom O pada posisi 4' dan 5' dihidroksi, sehingga ada enam pasangan electron bebas yang bisa dikoordinasikan ke atom pusat. Atom O pada posisi 4' dan 5' dihidroksi memiliki energi paling rendah dalam pembentukan senyawa kompleks, sehingga memungkinkan menjadi sebuah ligan (Ergina dkk, 2014).

4.1.3 Sintesis Hematit (α - Fe_2O_3) dengan Variasi Lama Sintesis

Proses sintesis pigmen hematit dilakukan dengan metode presipitasi kemudian dilanjutkan dengan kalsinasi. Pada proses presipitasi dilakukan penambahan ekstrak daun jambu biji pada larutan prekursor yang akan membentuk endapan besi oksida. Dalam proses pembuatan larutan prekursor, mula-mula serbuk prekursor ditambahkan terlebih dahulu dengan aquademin yang bertujuan untuk menguraikan prekursor garam besi nitrat, sehingga lebih mudah untuk bereaksi dengan agen pengendap. Berikut persamaan reaksi 4.4 ketika prekursor garam besi nitrat ditambahkan dengan aquademin:



Aquademineral digunakan sebagai pelarut sesuai dengan gambar 4.7, karena dapat memperkecil adanya gangguan pengotor selama proses sintesis. Diharapkan akan menghasilkan produk yang relatif murni.

Metode presipitasi dilakukan dengan menambahkan agen pengendap berupa ekstrak daun jambu biji sebanyak 150 ml dan hasilnya mulai terlihat dengan terbentuknya warna hijau pada larutan prekursor. Pada saat penambahan ekstrak daun jambu biji pada larutan prekursor, pH yang diperoleh semakin naik yaitu dari

pH 1 menjadi 2 dan terbentuknya endapan berwarna merah kecoklatan pada saat pemanasan yang ditampilkan pada gambar 4.8.



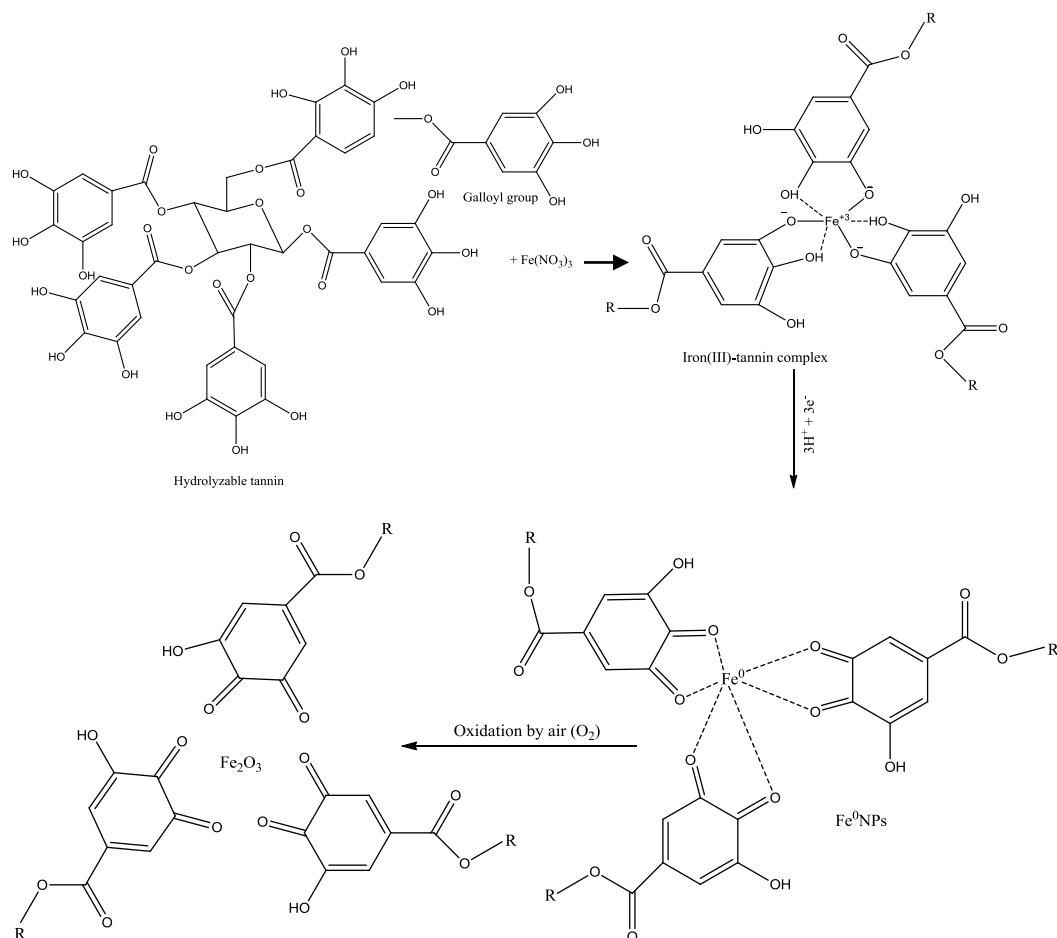
Gambar 4 7 Penambahan aquademineral pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$



Gambar 4 8 Penambahan ekstrak daun jambu biji pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Dalam ekstrak daun jambu biji terdapat senyawa polifenol (tanin) yang berfungsi sebagai agen pereduksi dan penstabil dengan banyak fenolik $-\text{OH}$ dari gugus galloy. Gugus fungsi ini dapat membentuk kompleks yang kuat dengan ion Fe^{3+} , selanjutnya gugus hidroksil dari senyawa polifenol dideprotonasi dan berperan mereduksi ion Fe^{3+} menjadi Fe^0 . Dengan demikian, ion Fe^{3+} mengoksidasi gugus hidroksil menjadi gugus karbonil dan terjadi reaksi reduksi pada Fe^{3+} menjadi NPs Fe^0 dan selanjutnya dioksidasi oleh oksigen atmosfer atau air yang

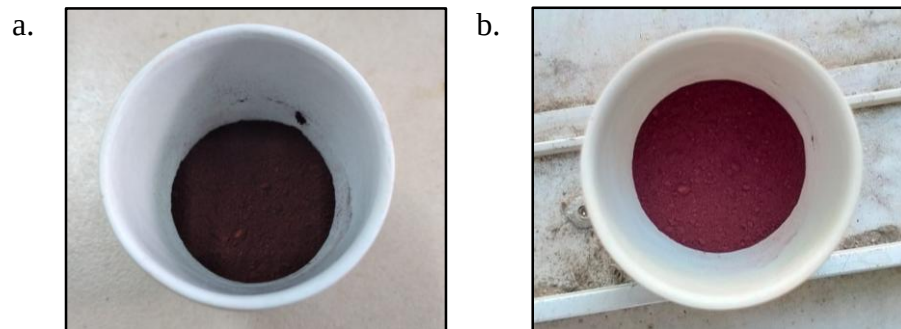
menghasilkan endapan nanopartikel α -Fe₂O₃ sesuai dengan mekanisme yang terdapat pada Gambar 4.9.



Gambar 4 9 Mekanisme pembentukan nanopartikel α -Fe₂O₃ oleh gugus galloyl tanin (Shtewi, 2021)

Tahap selanjutnya yaitu pemanasan pada suhu 90°C yang dilakukan dengan variasi 1, 2, 3 dan 4 jam untuk mengetahui variasi waktu optimal pembentukan hematit. Kemudian setelah proses sintesis telah selesai dilakukan penyaringan dengan cara divakum untuk menghilangkan pelarut dan hanya tersisa endapan. Endapan dicuci menggunakan aquademin sampai pH 6 yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor. Kemudian dilakukan kalsinasi yang berfungsi untuk

mengubah fasa dari fasa transisi menjadi fasa hematit. Berikut merupakan gambar 4.10 (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi.



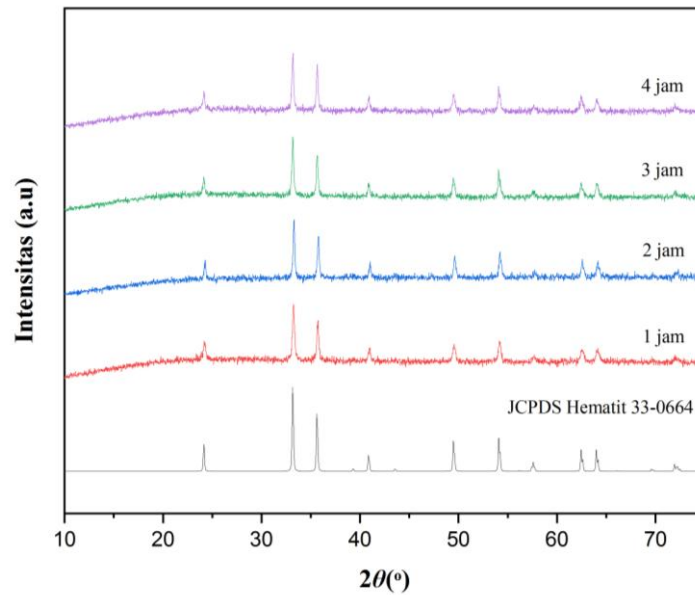
Gambar 4 10(a) Produk sebelum kalsinasi (b) Produk setelah kalsinasi

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

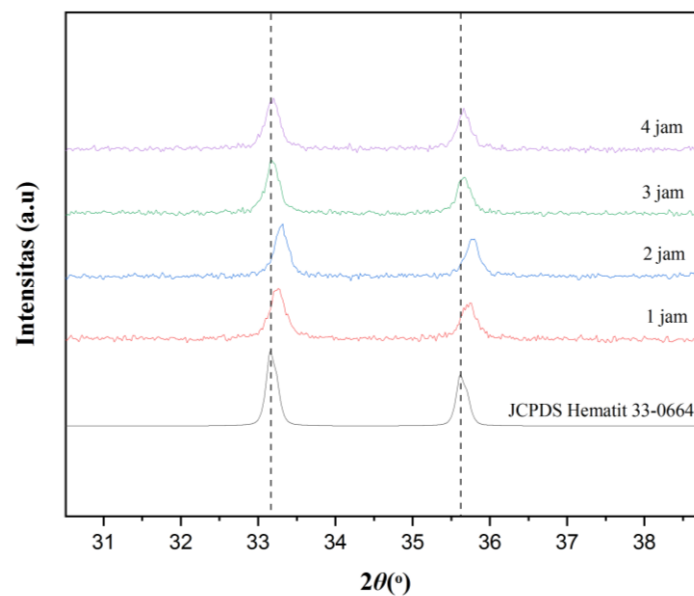
Untuk menentukan fasa yang terbentuk maka perlu dilakukan karakterisasi dengan XRD. Hasil sintesis menggunakan metode presipitasi dan telah dilakukan kalsinasi menghasilkan serbuk berwarna merah kecoklatan dan terdapat data XRD pada gambar 4.11. Difaktogram hasil sintesis dengan variasi lama sintesis 1, 2, 3 dan 4 jam menunjukkan kesuaian puncak dengan standart hematit (*data base* JCPDS no 33-0664). Hal ini menunjukkan bahwa dalam masing-masing variasi lama sintesis masih dalam fasa hematit dan tidak ditemukan adanya pengotor dan memiliki kisi kristal berbentuk rombohedral.

Perbandingan posisi puncak 2θ ($^{\circ}$): 33 pada gambar 4.12. dari perbandingan tersebut, dapat diketahui bahwa pada posisi puncak difaktogram sampel yang disintesis dengan lama sintesis 1, 2 dan 3 mengalami pergeseran kearah lebih besar (kanan) yang menandakan bahwa ukuran kristal yang kecil. Sedangkan pada lama sintesis 4 jam tidak mengalami pergeseran. Pergeseran puncak dimungkinkan

karena terjadinya pergeseran parameter sel kisi yang berpengaruh pada ukuran kristal dan beberapa jenis cacat dalam kisi kristal hematit (Muller et al., 2015).



Gambar 4 11 Difaktogram hasil sintesis dengan variasi lama sintesis 1, 2, 3 dan 4 jam



Gambar 4 12 Difaktogram hasil sintesis dengan variasi lama sintesis 1, 2, 3 dan 4 jam

Lebar nya puncak dari masing-masing sampel menunjukkan banyaknya sinar-X yang terhambur pada bidang d_{hkl} yang sama. Lebar dari pola XRD mengidentifikasi ukuran kristal dari suatu sampel. Ukuran kristal dapat dihitung dengan mengetahui lebar setengah puncak maksimum (FWHM) (Astuti., 2012). Sampel yang memiliki FWHM yang lebar memiliki ukuran kristal yang lebih kecil. Berdasarkan hasil penelitian ini diperoleh sampel dengan FWHM yang paling lebar adalah sampel dengan variasi lama sintesis 1 jam. Ukuran kristal dari senyawa hematit dapat dihitung dengan persamaan Debye-Scherrer, sehingga didapatkan ukuran kristal masing-masing sampel pada tabel 4.2.

Tabel 4 2 Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis

Sampel	2 θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)
1 Jam	33,230	0,193	42,938
2 Jam	33,309	0,165	50,254
3 Jam	33,162	0,138	60,030
4 Jam	33,182	0,187	44,378

Tabel 4 3 Data Rp/Rwp senyawa hematit

Parameter	Standar Hematit	1 Jam	2 Jam	3 Jam	4 Jam
Grup ruang	R-3c	R-3c	R-3c	R-3c	R-3c
Kisi kristal	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral
Unit	6	6	6	6	6
a (Å)	5.04	5,039	5,032	5,031	5,034
b (Å)	5.04	5,039	5,032	5,031	5,034
c (Å)	13.75	13,755	13,740	13,731	13,748
Rp		4,65	4,48	5,00	4,69
Rwp		5,90	6,26	5,91	6,26
GOF		0,4010	0,3204	0,3887	0,3634

Dapat disimpulkan bahwa lebar puncak difraksi sinar-X tersebut menggambarkan ukuran kristal. Sintesis hematit dengan lama sintesis 3 jam, memiliki ukuran kristal yang paling besar dibandingkan dengan sampel yang lain. Hal ini disebabkan oleh pemanasan yang terlalu lama, sehingga terjadi pertumbuhan kristal $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Pemanasan yang dilakukan selama 1 jam sangat

efektif karena menghasilkan ukuran kristal yang paling kecil yaitu 42,938 nm dan memiliki nilai $R_p/R_{wp} \leq 10$ lebih rendah dibandingkan dengan variasi 2, 3. Namun pada variasi 4 jam mengalami penurunan dengan ukuran kristal sebesar 44,378 nm. Kemudian hasil sintesis terbaik yang dilihat pada hasil XRD dan dilanjutkan dengan karakterisasi SEM dan FTIR pada lama sintesis 1 jam.

4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan *Color Reader*

Senyawa hasil sintesis dilakukan uji warna dengan *color reader* untuk mengetahui warna dari pigmen hasil sintesis yang ditunjukkan dengan nilai L^* , a^* , b^* , c^* dan H^0 yang kemudian dibandingkan dengan standart hematit sesuai gambar 4.14 pigmen hematit dengan variasi lama sintesis dan hasil analisa warna dirangkum dalam tabel 4.4.

Nilai L^* (*value*) menunjukkan derajat kecerahan, a^* menunjukkan koordinat variasi warna hijau hingga merah. b^* menunjukkan koordninat variasi warna biru hingga kuning. C^* (*chroma*) menunjukkan intensitas kemurnian warna dan H^0 (*hue*) menunjukkan corak warna dari pigmen. Berdasarkan hasil karakterisasi *colour reader* yang ditunjukkan pada tabel 4.4 bahwa bahwa warna pigmen hematit sesuai dengan standart warna hematit. Dalam variasi lama sintesis dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu sintesis maka warna yang diperoleh semakin gelap, sedangkan pada a^* menunjukkan nilai yang tidak beraturan dengan nilai kekuningan tertinggi pada variasi 2 jam. Nilai b^* semakin naik seiring dengan bertambahnya variasi lama sintesis. Nilai H^0 semakin meningkat dengan bertambahnya waktu sintesis. Nilai C^* semakin rendah seiring dengan bertambahnya waktu sintesis dan sedikit naik pada variasi 2 jam.



Gambar 4 13 Pigmen hasil sintesis dengan variasi lama sintesis

Tabel 4 4 Hasil analisa warna pigmen hematit dengan variasi lama sintesis

Uji warna	Standar pigmen hematit*	1 jam	2 jam	3 jam	4 jam
L*	25 – 45 (37)	41,84	42,77	41,17	31
C*	9 – 42 (29)	23,41	27,11	25,95	21,59
H ^o	21 – 57 (42)	51,45	55,33	59,34	56,58
a*		12,36	15,42	13,22	11,88
b*		19,87	22,3	22,33	18,03

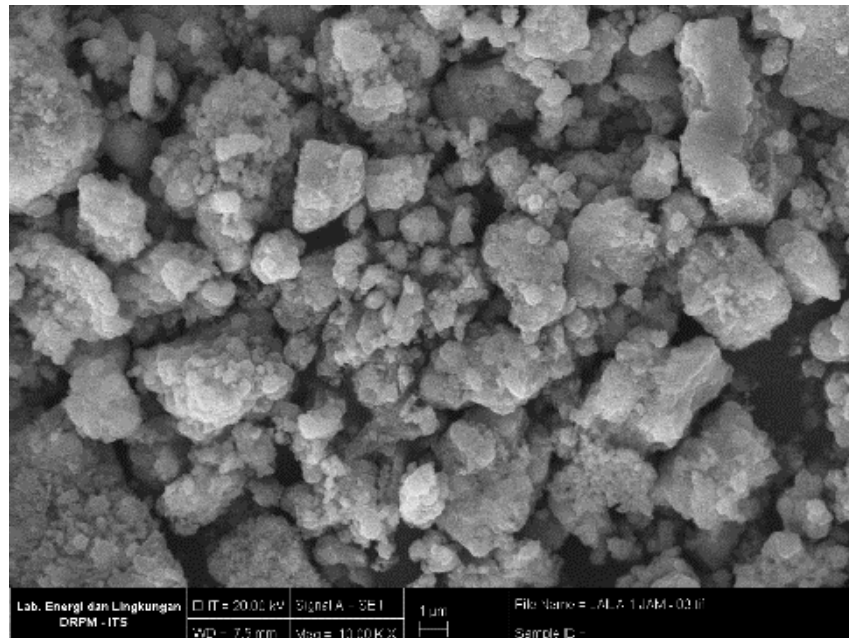
*Sumber: (Cornell, R.M & Schwertmann, 2003)

4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Terbaik

4.4.1 Karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dan ukuran partikel. Hasil analisis SEM pada variasi 1 jam dengan perbesaran 10.000 kali dengan skala 1 μ m seperti pada gambar 4.14. Bahwa pada variasi lama sintesis 1 jam diperoleh bentuk partikel yang tidak beraturan dengan beberapa partikel yang tidak bulat (agregat) dan kasar. Kemudian sampel juga mengalami aglomerasi dimana terlihat penggabungan partikel-partikel kecil ke partikel yang lebih besar yang membentuk agregat. Aglomerasi itu terjadi disebabkan tidak stabilnya partikel-partikel dalam larutan selama proses sintesis sehingga untuk dapat

mencapai kestabilan partikel, maka partikel-partikel ini akan berusaha untuk saling berikatan (Puspita dkk., 2021).



Gambar 4 14 Hasil SEM lama sintesis 1 jam dengan perbesaran 10.000 kali

4.4.2 Karakterisasi FTIR

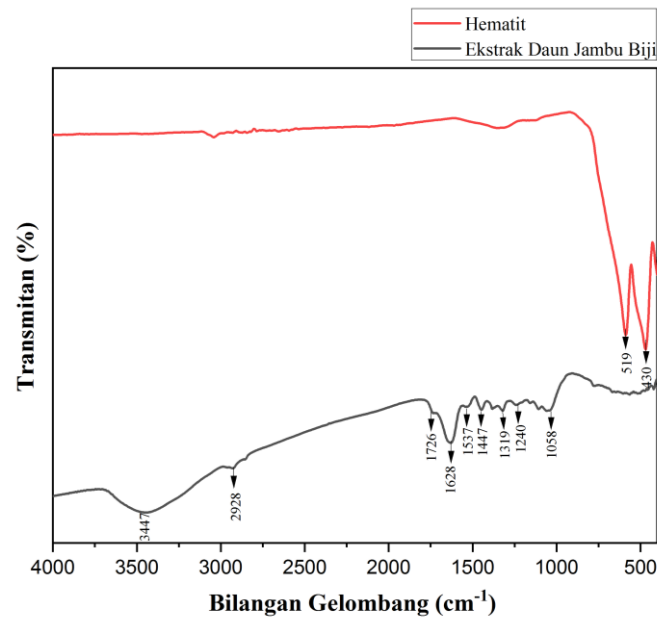
Analisa FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada ekstrak daun jambu biji dan nanopartikel hematit pada kisaran bilangan gelombang 4000-500 yang terdapat pada tabel 4.5. Bilangan gelombang kuat yang terdapat pada 430 dan 519 merupakan vibrasi ulur dari Fe-O. Hasil analisis FTIR bahwa menunjukkan adanya Fe-O stretching fasa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Hasil penelitian ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh liang bahwa hematit memiliki puncak pada bilangan gelombang 468 cm^{-1} dan 536 cm^{-1} .

Tabel 4 5 Interpretasi hasil spektra FTIR pada hematit dan ekstrak daun jambu biji

Bilangan Gelombang Hematit (cm⁻¹)	Bilangan Gelombang Daun Jambu Biji (cm⁻¹)	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm⁻¹)	Intensitas
	3447	Gugus O-H stretching	3450-3600 (Durga dkk.,2016)	Strong
	2928	Ikatan vibrasi C-H	2900 (Rehan et al., 2019)	weak
	1726	Ikatan C=O gugus ester	1743 (Palupi dkk., 2016)	weak
	1628	Gugus C=C stretching	1613 (Nurfizatullah dkk., 2023)	strong
	1537	Ikatan vibrasi C=C aromatik	1537-1554 (Pari, 2011)	Weak
	1447	Gugus alkena C=H	1446 (Citra dkk.,2021)	Strong
	1319	Vibrasi ulur C-O	1319 (Hardini, 2009)	Medium
430 dan 519		Ikatan vibrasi Fe-O	470-570 (Wahyinto et al., 2022)	Strong

Untuk menetapkan kemungkinan keterlibatan biomolekul dalam penelitian dan stabilitas nanopartikel hematit spektrum FTIR dari daun jambu biji dan dibandingkan dengan sampel yang disintesis. Dapat dilihat pada gambar 4.15 menunjukkan adanya ciri tanin yaitu terdapat puncak vibrasi fenolik dengan intensitas kuat pada bilangan gelombang 3447 (O-H stretching). Pada bilangan gelombang 2928 terdapat ikatan vibrasi C-H dengan intensitas lemah. Adanya gugus ester (C=O) pada bilangan gelombang 1726 menunjukkan terdapatnya senyawa golongan tanin. Sari (2015) menyatakan bahwa terdapatnya gugus ester menunjukkan adanya senyawa tanin terhidrolisis. Terlibatnya senyawa polifenol dalam sintesis hematit ditandai dengan tidak adanya bilangan gelombang yang

terdapat pada ekstrak daun jambu biji dalam sintesis hematit. Dikarenakan pada saat pemanasan tinggi senyawa organik akan hilang dan hanya tersisa senyawa hematit.



Gambar 4 15 Hasil spektra FTIR daun jambu biji dan hematit

4.5 Pemanfaatan Limbah Bubut Besi

Kerusakan lingkungan alam tidak bisa dilepaskan dari perilaku manusia. Terbukti, bahwa sebagian besar bencana yang terjadi bukanlah karena faktor alam semata, tetapi karena ulah dan perilaku manusia sendiri. Khususnya pada limbah bubut besi, banyak industri-industri yang mengolah besi membuang limbah sisa perindustriannya ke lingkungan tanpa adanya pengolahan. Hal ini dapat menyebabkan kerusakan dan pencemaran lingkungan yang akan memicu bencana alam.

إِنَّ اللَّهَ يَأْمُرُ بِالْعَدْلِ وَالْإِحْسَانِ وَإِيتَائِ ذِي الْقُرْبَىٰ وَيَنْهَىٰ عَنِ الْفَحْشَاءِ وَالْمُنْكَرِ وَالْبَغْيِ يَعِظُكُمْ لَعَلَّكُمْ تَذَكَّرُونَ

Artinya: "Sesungguhnya Allah menyuruh (kamu) berlaku adil dan berbuat kebajikan, memberi bantuan kepada kerabat, dan Dia melarang (melakukan) perbuatan keji, kemungkaran, dan permusuhan. Dia memberi pengajaran kepadamu agar kamu dapat mengambil pelajaran"(QS. an-nahl: 90).

Dalam Q.S. an-Nahl/16:90 dijelaskan bahwa kita sebagai manusia harus berperilaku ihsan terhadap lingkungan. Al-Maraghi menafsirkan kata *الإِحْسَانِ* dengan makna sebagai perbandingan nilai dari *al-khair* (kebaikan) yang nilainya lebih banyak lagi. Maksudnya bahwa *ihsan* nilai kebbaikannya lebih banyak lagi dibandingkan *al-khair*. Sedangkan Quraish Shihab menafsirkan kata *الإِحْسَانِ* *al-ihsan* dengan dua makna yaitu memberi nikmat kepada pihak lain dan perbuatan baik. Kata *ihsan* maknanya lebih luas dan dalam dari pada adil karena adil bermakna memperlakukan orang lain sama perlakuannya terhadap diri sendiri sedangkan *ihsan* bermakna memperlakukannya lebih baik dari pada perlakuan pada diri sendiri. Dari penjelasan tafsir di atas dapat difahami bahwa *ihsan* adalah puncak dari nilai kebaikan dia mempunyai nilai kebaikan yang melimpah. Secara ekologis berbuat baik ini dimaknai tidak sebatas pada manusia tapi juga semua makhluk hidup termasuk lingkungan. Ini berarti perbuatan baik pada lingkungan juga akhirnya kembali pada kemaslahatan manusia itu sendiri (Abdul, dkk 2021).

Sintesis pigmen hematit merupakan salah satu cara memanfaatkan limbah bubuk besi menjadi barang yang ramah lingkungan dan memiliki nilai jual. Besi oksida dapat dengan mudah disintesis dengan berbagai metode. Salah satu metode yang paling mudah ialah metode presipitasi. Dalam metode presipitasi membutuhkan agen pengendap agar terjadi pemisahan antara filtrat dan endapan. Pada umumnya agen pengendap yang dilakukan pada proses sintesis hematit ialah

dari bahan kimia NH_4OH , HCl dan H_2SO_4 yang akan menimbulkan limbah kimia kembali. Oleh karena itu, perlu adanya alternatif agar proses sintesis tidak menimbulkan limbah lebih banyak yaitu menggunakan ekstrak tanaman. *Green synthesis* merupakan proses sintesis nanopartikel besi oksida menggunakan agen pengendap dari bahan dasar alam salah satunya ekstrak daun jambu biji. Penciptaan tumbuhan yang sangat penting bagi kehidupan menunjukkan bahwa semua ciptaan Allah sungguh tidak ada yang sia-sia jika manusia mau berfikir. Seperti yang tertuang dalam surah Ali Imran ayat 190-191:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا. إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ
وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: ” Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka." QS Ali Imran (3): 190-191.

Muhammad Quraish Shihab dalam tafsir Al Misbah kata albab adalah jamak dari lubb, yang berarti saripati sesuatu. Kacang sebagai contoh, memiliki kulit yang menutupi isi. Isi kacang dinamai lubb. Ulul albab adalah orang-orang yang memiliki akal murni, tidak diselubungi oleh kulit, yaitu kabut ide yang dapat melahirkan kerancuan dalam berpikir, yang merenungkan tentang fenomena alam raya sehingga mampu sampai kepada yang sangat nyata tentang keesaan dan kekuasaan Allah SWT. Pada ayat 191 mendefinisikan orang-orang yang mendalam pemahamannya dan berpikir tajam (Ulul Albab), yaitu orang yang berakal, orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil faedah, hidayah, dan

menggambarkan keagungan Allah SWT dalam setiap penciptaannya (Shihab, 2011).

BAB V

PENUTUP

5.2 Kesimpulan

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

1. Identifikasi hematit menggunakan karakterisasi XRD dan *Color Reader* diperoleh kisi kristal hematit berbentuk rombohedral dengan ukuran kristal sebesar 42 nm; 50 nm; 60 nm dan 44 nm dengan variasi lama sintesis 1, 2, 3 dan 4 jam. Dapat diketahui bahwa semakin lama waktu sintesis akan terjadi pertumbuhan kristal $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang menyebabkan ukuran kristal menjadi lebih besar dan menghasilkan warna yang gelap.
2. Hasil karakterisasi SEM dan FTIR pada variasi 1 jam menghasilkan serapan gugus khas hematit yaitu ikatan vibrasi Fe-O pada bilangan gelombang 519 cm^{-1} dan diperoleh hasil SEM yang menunjukkan terjadinya aglomerasi partikel dan beberapa partikel yang tidak bulat (agregat) dan kasar.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu perlu dilakukan pengontrolan pada proses presipitasi, seperti optimasi pada konsentrasi agen pengendap berupa ekstrak daun jambu biji. Adanya pengontrolan lebih lanjut ini diharapkan hasil sintesis memiliki kristanilitas yang tinggi sekaligus morfologi partikel yang seragam.

DAFTAR PUSTAKA

- Aladin, A. dkk. (2010). Pengolahan Serbuk Limbah Besi Menjadi Besi (Iii): Tinjauan Kinetika Model Quasi Steady State. *Reaktor*, 13(2), 74–80. <https://ejournal.undip.ac.id/index.php/reaktor/article/view/1565>
- Arum, K. A. & D. A. H. (2020). Pengaruh Suhu dan Waktu Reaksi Pembuatan FeSO₄ Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe₂O₃ dari Limbah Besi Bubut. *Jurnal Kimia Dan Rekayasa*, 1(01), 40–47.
- Ashraf, M. dkk. (2020). Hematite and Magnetite Nanostructures for Green and Sustainable Energy Harnessing and Environmental Pollution Control: A Review. *Chemical Research in Toxicology*, 33(6), 1292–1311. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrestox.9b00308>
- Capangpangan, R. Y. et al. (2018). Remediation of Ni²⁺ in a nickel-contaminated water sample using magnetic nanoprobe prepared via green process by Psidium guajava leaves extract. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 277(1), 1–10. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/277/1/012033>
- Chabib, M. N. (2017). Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. *Skripsi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang*.
- Cornell, R.M & Schwertmann, U. (2003). The Iron Oxides. In *Nature*. <https://doi.org/10.1038/236285b0>
- Dianti, S. dkk. (2019). Biosintesis Nanopartikel Fe dari Pasir Besi Menggunakan Ekstrak Kulit Bawang Merah. *Jurnal Redoks : Jurnal Pendidikan Kimia Dan Ilmu Kimia*, 2(2), 35–42. <https://doi.org/10.33627/re.v2i2.301>
- Ergina dkk. (2014). Uji Kualitatif Senyawa Metabolit Sekunder pada Daun Palado (Agave angustifolia) yang Diekstraksi dengan Pelarut Air dan Etanol. *J. Akad. Kim*, 3(3), 165–172.
- Esmaeel, D. et al. (2012). Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 15(1), 91–97. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2011.09.009>
- Fachry, A. R. et al. (2012). Kondisi Optimal Proses Ekstraksi Tanin Dari Daun Jambu Biji Menggunakan Pelarut Etanol. In *Prosiding Sntk Topi* (pp. 69–73).
- Fahmi, A. (2011). Dinamika jerapan permukaan kompleks Fe oksida-senyawa humat. *Jurnal Sumberdaya Lahan*, 5(2), 75–82.
- Fakhrudin, M. J. (2019). Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) Dari Limbah Bubut Besi Dengan Variasi Waktu Sonikasi Dan Aplikasinya Sebagai Anti Swelling Pada Kayu. *Skripsi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang*.
- Farida, A. dkk. (2012). Pemanfaatan Ekstrak Air Daun Jambu Biji sebagai

- Antioksidan Alami. *JPB Perikanan*, 7(1), 49–60.
- Fatah, A. (2021). Paradigma Tafsir Amali: Dari Teosentris ke Antroposentris. 15, 313–334. <https://doi.org/10.1234/hermeneutik.v15i2>.
- Fitri, N. dkk. (2015). Pengaruh Infusa Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* Linn.) Terhadap Pertumbuhan Bakteri Escherichia Coli Secara In Vitro. *Journal Of Health*, 2(2), 65–68.
- Fouad, D. F. dkk. (2019). Improved size, morphology and crystallinity of hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles synthesized via the precipitation route using ferric sulfate precursor. *Results in Physics*, 12, 1253–1261. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2019.01.005>
- H, A. & A. P. I. (2012). Pengaruh Waktu Pemanasan Terhadap Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄. *Jurnal Ilmu Fisika | Universitas Andalas*, 4(1), 20–25. <https://doi.org/10.25077/jif.4.1.20-25.2012>
- Habibah, R. (2019). Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) Dari Limbah Bubut Besi Dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea. *Skripsi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang*.
- Hosseini-Zori, M. et al. (2008). Effect of synthesis parameters on a hematite-silica red pigment obtained using a coprecipitation route. *Dyes and Pigments*, 77(1), 53–58. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2007.03.006>
- Hussain, S. Z. et al. (2021). Fruits Grown in Highland Regions of the Himalayas. In *Fruits Grown in Highland Regions of the Himalayas* (Issue November). <https://doi.org/10.1007/978-3-030-75502-7>
- Jiang, Z. et al. (2021). The Magnetic and Color Reflectance Properties of Hematite: From Earth to Mars. *Reviews of Geophysics*, 60(1), 1–70. <https://doi.org/10.1029/2020RG000698>
- Khalamudillah, F. A. dkk. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Besi(III) Oksida dari Serbuk Besi Limbah Bubut Logam. *Al-Kimiya*, 4(1), 45–50. <https://doi.org/10.15575/ak.v4i1.5083>
- Khoiroh, L. M. et al. (2013). Synthesis of Hematite Pigments (α -Fe₂O₃) by Thermal Transformations of FeOOH. *J. Pure App. Chem. Res*, 2(1), 27–34. www.jpacr.ub.ac.id
- Khoiroh, L. M. et al. (2018). Synthesis and characterization of hematite (α -Fe₂O₃) from lathe waste using co-precipitation -calcination method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 578(1), 1–5. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/578/1/012004>
- Khoiroh, L. M. dkk. (2021). Structure and Morphology Properties of Nanoparticle Hematite Pigment from Lathe Waste. *International Journal of Chemistry*, 13(1), 21–29. <https://doi.org/10.5539/ijc.v13n1p21>
- Kongsat, P. et al. (2021). Synthesis of structure-controlled hematite nanoparticles by a surfactant-assisted hydrothermal method and property analysis. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 148, 1–12.

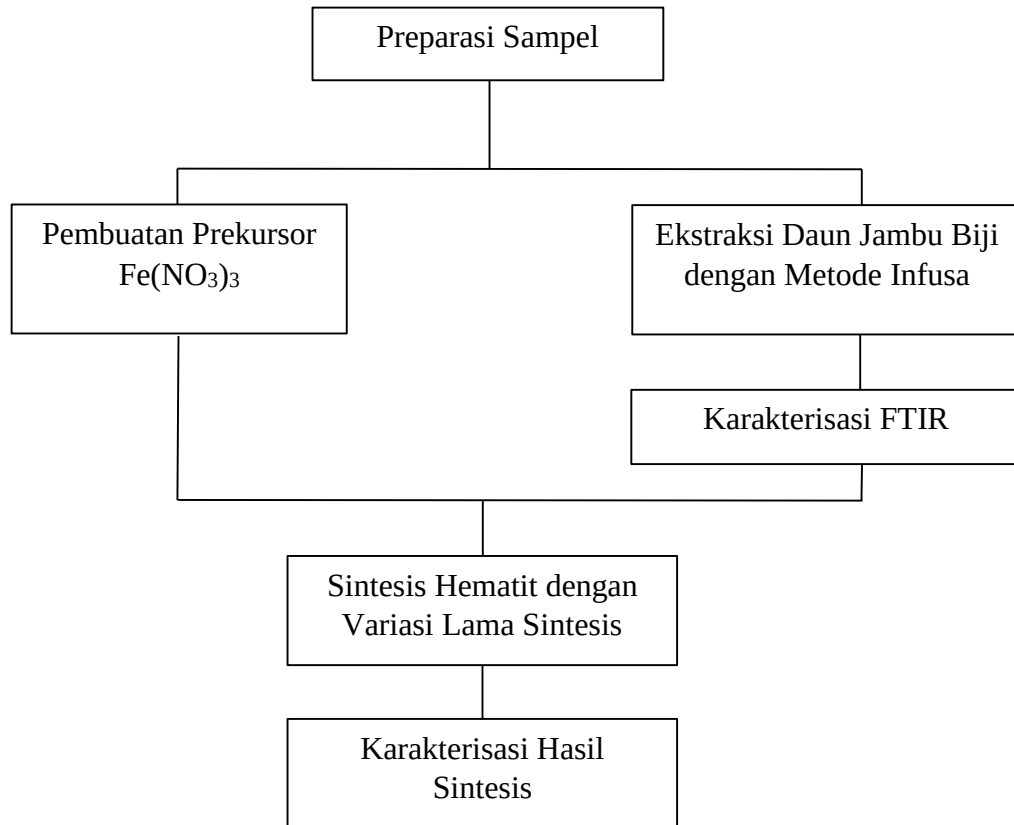
- Kumar, M. et al. (2021). Guava (*Psidium guajava* L.) Leaves: Nutritional Composition, Phytochemical Profile, and Health-Promoting Bioactivities. *Foods*, 10(752), 1–20.
- Lassoued, A., et al. (2017). Synthesis, structural, optical and morphological characterization of hematite through the precipitation method: Effect of varying the nature of the base. *Journal of Molecular Structure*, 1141, 99–106. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2017.03.077>
- Maiti, D. dkk. (2015). Electrochemical performance of hematite nanoparticles derived from spherical maghemite and elongated goethite particles. *Journal of Power Sources*, 276, 291–298. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.11.097>
- Miri, A. dkk. (2020). Biosynthesis, Magnetic and Cytotoxic Studies of Hematite Nanoparticles. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 30(3), 767–774. <https://doi.org/10.1007/s10904-019-01245-6>
- Müller, M. et al. (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>
- Muzakkir dkk. (2020). Konsep Kerusakan Lingkungan Menurut Tafsir Al-Azhar Buya Hamka. *Jurnal Ilmu Al-Qur'an Dan Tafsir*, 3(1), 110–131.
- Nicolas, B. et al. (2017). Uptake mechanisms of selenium oxyanions during the ferrihydrite-hematite recrystallization. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 206, 236–253. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2017.03.004>
- Nisa, C. dkk. (2019). Sintesis Pigmen Geothit (α -FeOOH) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Presipitasi. *JOURNAL OF CHEMISTRY*, 7(2), 40–45.
- Paulson, E. dan M. J. (2021). Significance of thermal interfacing in hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles synthesized by sol-gel method and its characteristics properties. *Surfaces and Interfaces*, 26, 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2021.101432>
- Pinna, F. (1998). Supported metal catalysts preparation. *Catalysis Today*, 41, 129–137. [https://doi.org/10.1016/S0920-5861\(98\)00043-1](https://doi.org/10.1016/S0920-5861(98)00043-1)
- Prasdiatika, R. dkk. (2019). Identifikasi Oksida Besi dan Pengaruh Pencucian Material Magnetik Pasir Besi Pantai Jomblom Menggunakan Metode Sonokimia. *Jurnal Presipitasi*, 16(3), 140–151. <https://doi.org/10.14710/presipitasi.v16i3.140-151>
- Purwamargapratala, Y. (2009). Sintesis Superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7-x} Secara Kopresipitasi untuk Aplikasi Industri Nuklir. *Urania*, 15(4), 221–229.
- Puspita, E. dkk. (2021). Sintesis dan karakterisasi pasir besi Sungai Musi Sumatera Selatan menggunakan metode kopresipitasi. *Jurnal Penelitian Sains*, 21(3), 163–167.
- Rahmawati, D. E. et al. (2020). Synthesis of Hematite Pigment (α -Fe₂O₃) from

- Iron Lathe Waste using Precipitation-Sonication Method as Anti-Swelling on Wood. *International Journal Of Mechanical Engineering Technologies and Applications*, 1(5), 69–76.
- Rizkiyah, Z. A. & D. E. (2023). *Menghadapi Fenomena Kerusakan Di Muka Bumi (Kajian Lafadz Fasad Dalam Q.S Ar-Rum: 41)*. Jurnal Ilmu Al Quran dan Hadis 3(2), 218–228.
- Rufus, A. et al. (2017). Biosynthesis of hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) nanostructures: Size effects on applications in thermal conductivity, catalysis, and antibacterial activity. *Journal of Molecular Liquids*, 242, 537–549. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2017.07.057>
- Rufus, D. (2016). Synthesis of biogenic hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) nanoparticles for antibacterial and nanofluid applications. *RSC Advances*, 6(96), 94206–94217. <https://doi.org/10.1039/c6ra20240c>
- Santhoshkumar, T. et al. (2014). Green synthesis of titanium dioxide nanoparticles using Psidium guajava extract and its antibacterial and antioxidant properties. *Asian Pacific Journal of Tropical Medicine*, 968–976. [https://doi.org/10.1016/S1995-7645\(14\)60171-1](https://doi.org/10.1016/S1995-7645(14)60171-1)
- Sari, A. N. (2016). Berbagai Tanaman Rempah Sebagai Sumber Antioksidan Alami. *Journal of Islamic Science and Technology*, 2(2), 203–212. <https://doi.org/10.22373/ekw.v2i2.2695>
- Septityana, D. . dkk. (2013). Sintesis Dan Karakterisasi Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*, 1(4), 95–100.
- Shtewi, A. F. et al. (2021). Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using MenthaPiperita Leaves Extract. *International Science and Technology Journal*, 24, 2583–2589. <https://doi.org/10.13005/ojc/340547>
- Sobirin, M. dkk. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja (mill scale) dengan Metode laux. *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika*, 2, 1–3. <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.4005.3843>
- Sri Irianty, Rozanna & Yenti, S. R. (2014). Pengaruh Perbandingan Pelarut Etanol-Air Terhadap Kadar Tanin Pada Sokletasi Daun Gambir (*Uncaria gambir* Roxb). *Sagu*, 13(1), 1–7.
- Sunardi dkk. (2015). Sintesis Ferri Klorida Dari Scrap Besi Bengkel Bubut. *Jurnal Ekosains*, VII(2), 117–120.
- Supattarasakda, K. dkk. (2013). Control of hematite nanoparticle size and shape by the chemical precipitation method. *Powder Technology*, 249, 353–359. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.08.042>
- Suryadi, M. (2017). Agama dan Kebudayaan. *Umbara*, 1(1). <https://doi.org/10.24198/umbara.v1i1.9604>
- Tussa'adah, R. & A. (2015). Sintesis Material Fotokatalis Tio_2 Untuk Penjernihan Limbah Tekstil. *Jurnal Fisika Unand*, 4(1), 91–96.

- Wahyuni, Tian & Syamsudin, A. (2014). Pemanfaatan Tanin Ekstrak Daun Jambu Biji terhadap Laju Korosi Besi dalam Larutan NaCl 3% (w/v). *Jurnal Konversi*, 3(1), 45–52.
- Willian, N. (2018). Marine Bio-Nanoteknologi Perak (AgNps) Menggunakan Ekstrak Tanaman Mangrove Dan Aplikasinya: Suatu Tinjauan. *Jurnal Zarah*, 6(1), 13–20.
- Zanur, H. dkk. (2017). Sintesis Dan Karakterisasi Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) 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>

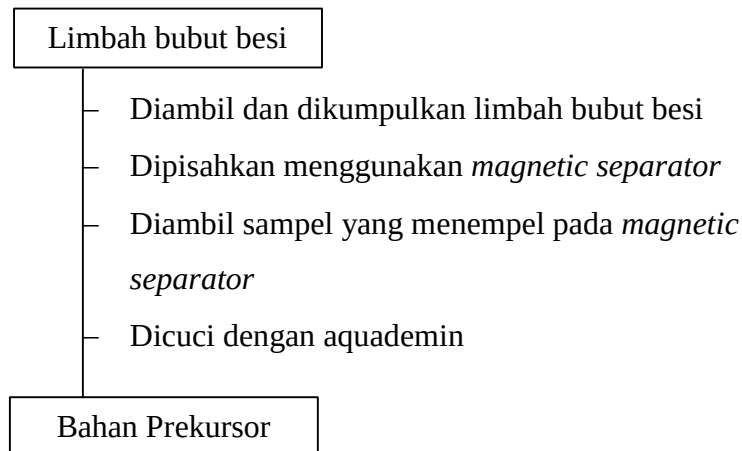
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

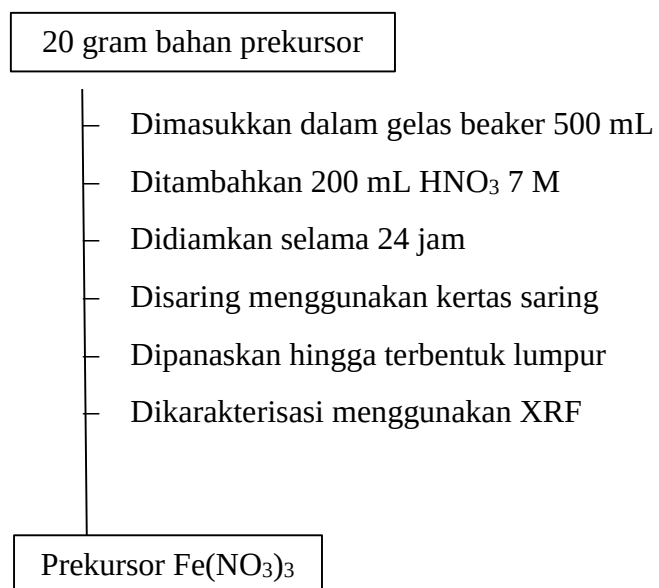


Lampiran 2. Diagram Alir

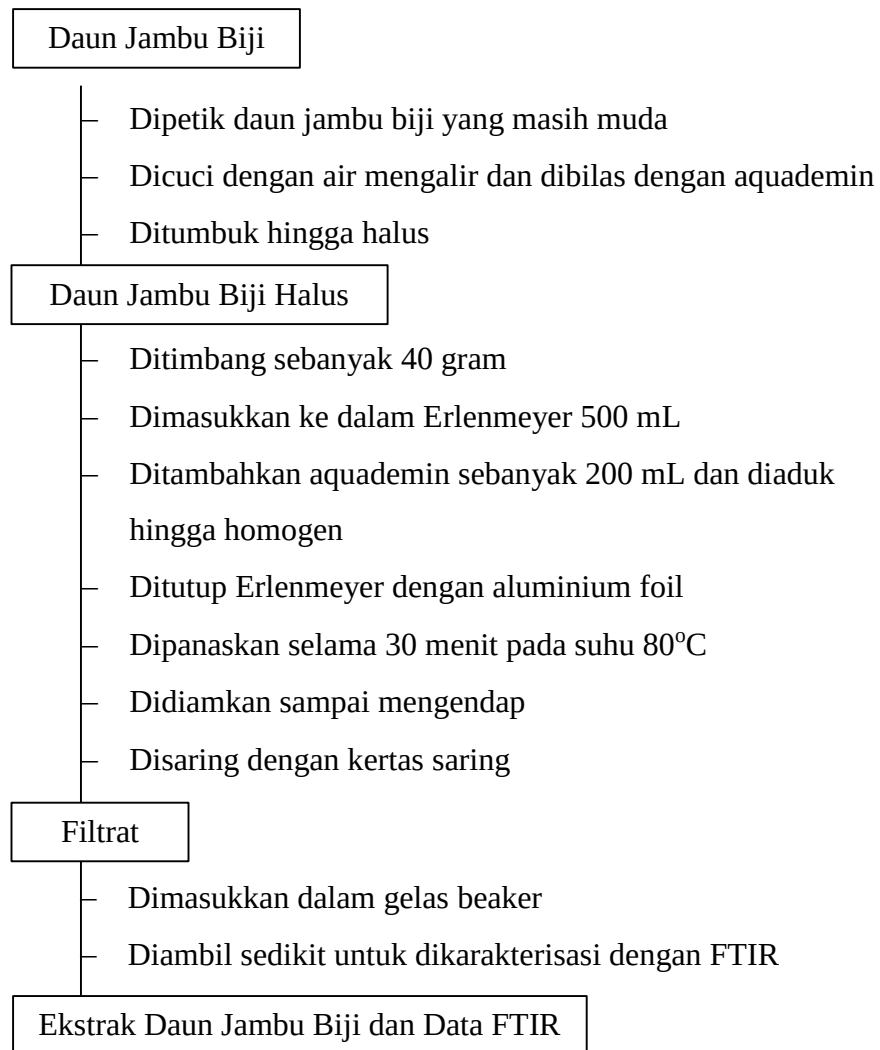
L.2.1 Preparasi Sampel



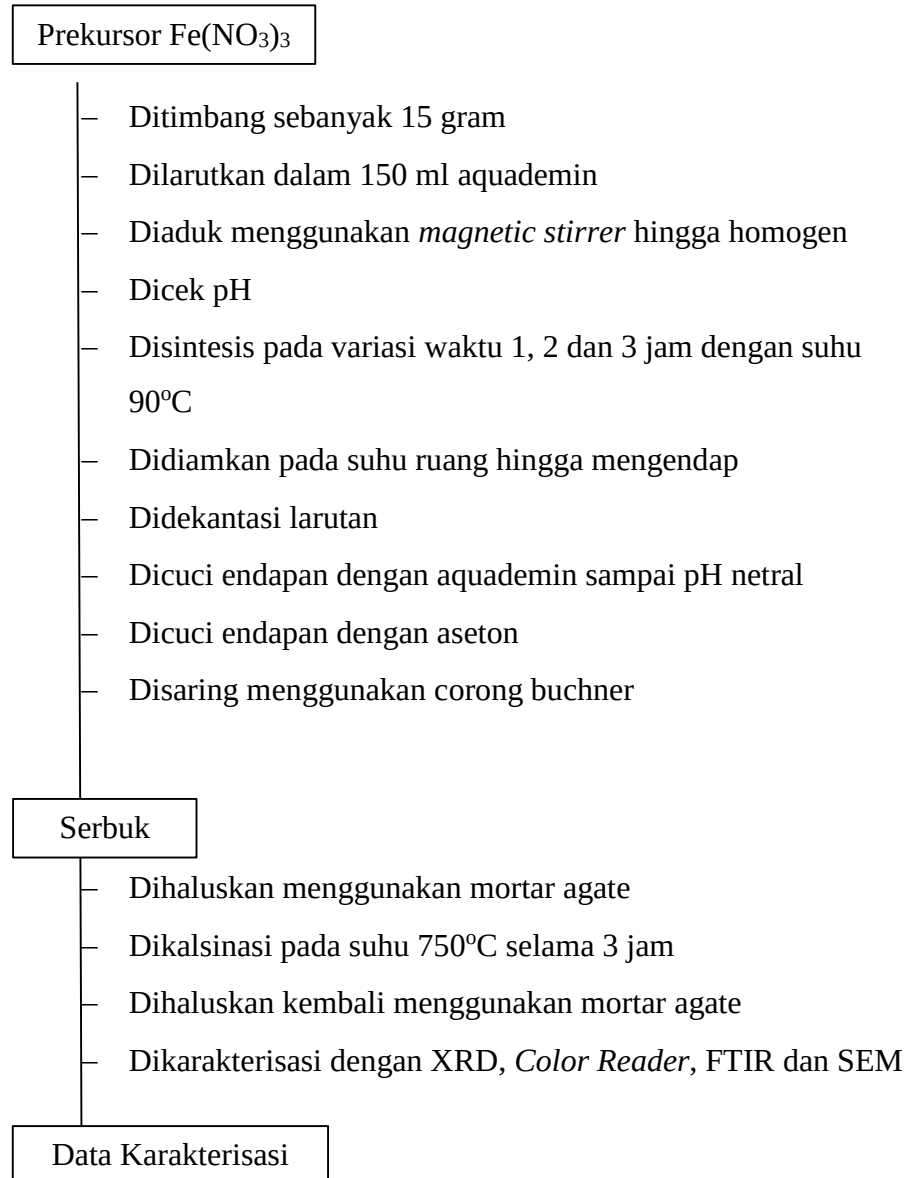
L.2.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})



L.2.3 Ekstraksi Daun Jambu Biji dengan Metode Infusa



L.2.4 Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃) dengan Variasi Lama Sintesis



Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan

L.3.1 Larutan HNO₃ 7 M

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

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

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

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

L.3.2 Larutan NaOH 1 M dalam 100 mL

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

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

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

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

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

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

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

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor

24-feb-2023 10:06:43

Sample results

Page 1

Sample ident	
E 103	

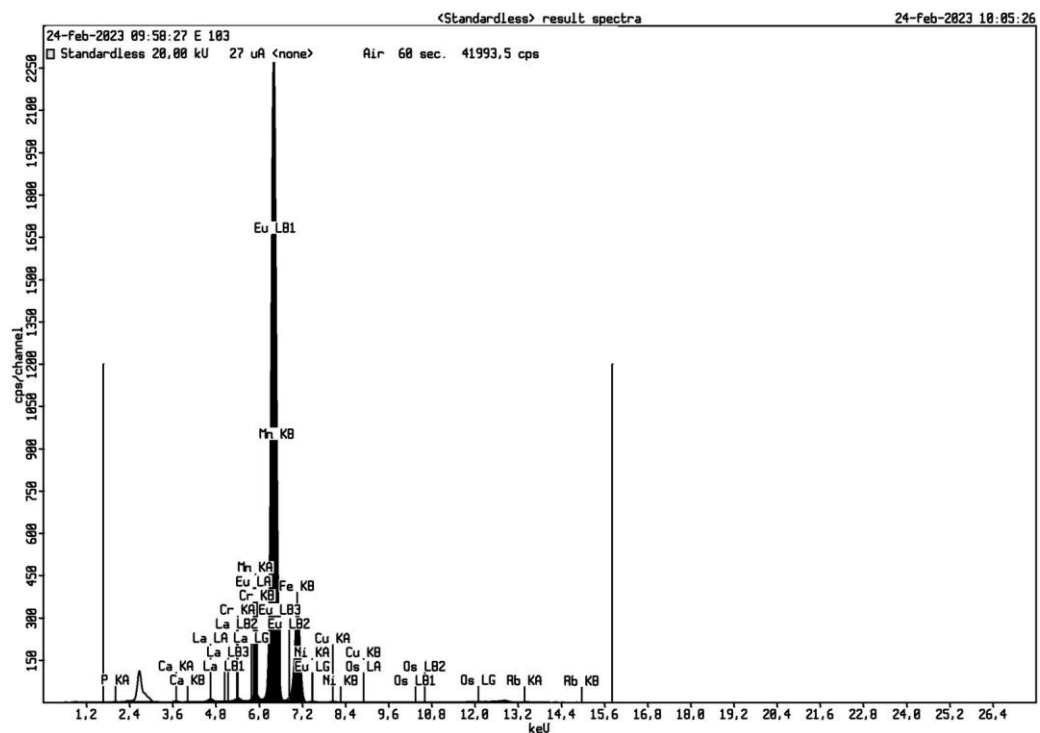
Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	24-feb-2023 09:58:27
Position	3

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

Sample ident	
E 103	

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

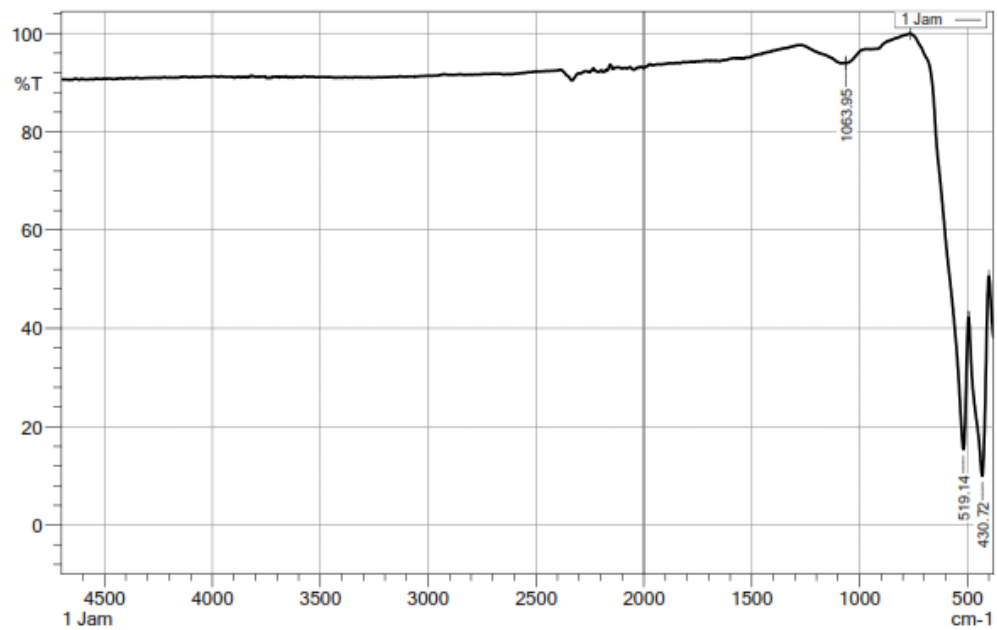
Compound	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Rb	La	Eu	Os
Conc	0,22	0,15	0,20	0,62	96,44	0,23	0,25	0,60	0,03	1,0	0,25
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%



Gambar L 4 1 Unsur kimia yang terkandung dalam prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

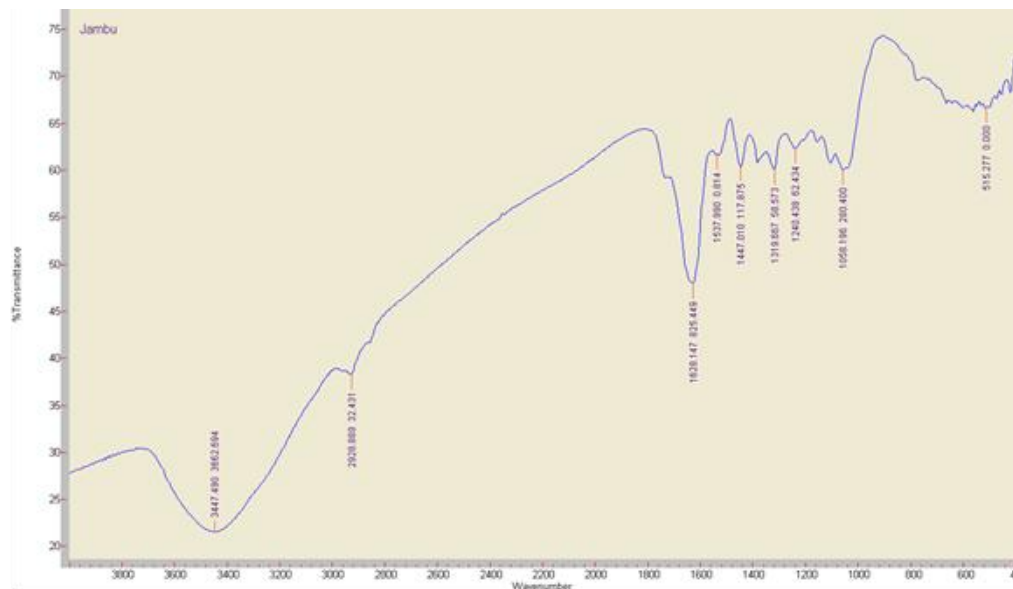
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi FTIR

L.5.1 Hasil FTIR pada Prekursor Limbah Bubut Besi variasi 1 jam



Gambar L 5 1 Hasil Spektra FTIR pada Prekursor Limbah Bubut Besi Variasi 1 Jam

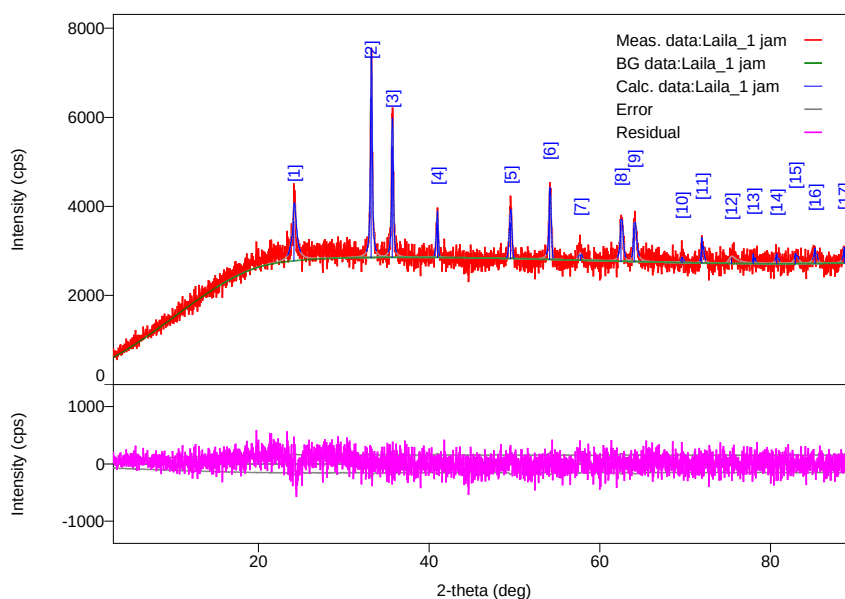
L.5.2 Hasil FTIR Ekstrak Daun Jambu Biji



Gambar L 5 2 Hasil Spektra FTIR pada Ekstrak Daun Jambu Bij

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD

L.6.1 Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 1 Jam

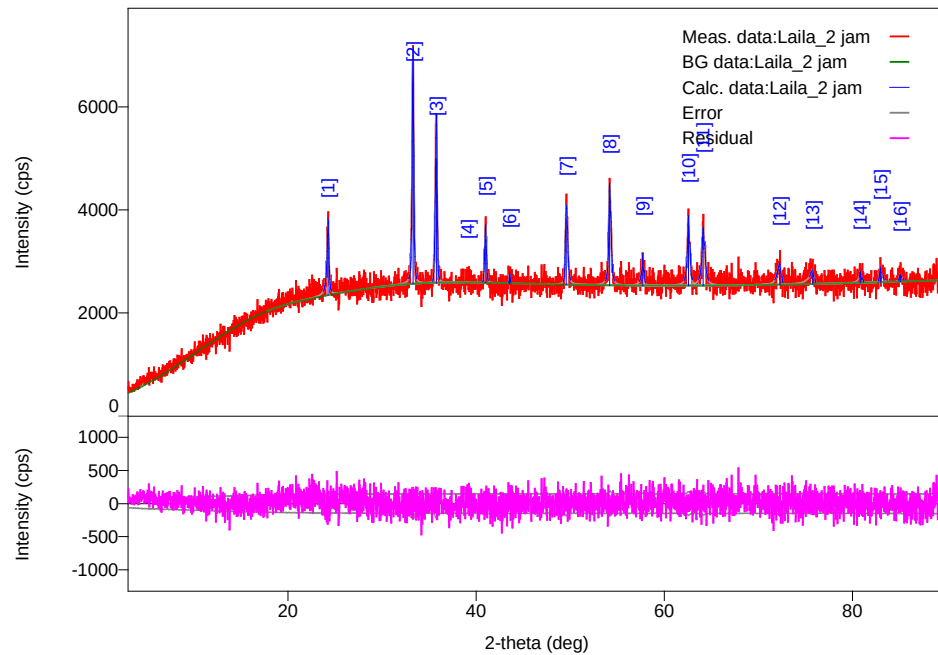


Gambar L 6 1 Difaktogram Besi Oksida hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 1 Jam

Tabel L 6 1 Daftar Puncak yang Muncul Pada Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 1 Jam

No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.181(9)	3.6776(13)	885(86)	0.50(4)	763(29)	0.86(12)	0.6(2)
2	33.230(13)	2.6939(10)	3582(173)	0.193(14)	1070(22)	0.30(2)	1.1(3)
3	35.677(13)	2.5146(9)	2493(144)	0.195(16)	712(22)	0.29(3)	0.6(2)
4	41.013(9)	2.1989(4)	764(80)	0.22(3)	199(21)	0.26(5)	5(5)
5	49.57(4)	1.8376(14)	798(82)	0.32(3)	275(26)	0.34(7)	1.7(9)
6	54.15(2)	1.6924(6)	1355(106)	0.23(3)	411(23)	0.30(4)	0.9(4)
7	57.73(4)	1.5955(10)	116(31)	0.43(11)	57(24)	0.5(3)	2(9)
8	62.482(13)	1.4852(3)	813(82)	0.29(4)	347(26)	0.43(8)	0.5(3)
.9	64.027(13)	1.4531(3)	761(80)	0.32(6)	359(27)	0.47(9)	0.5(3)
10	69.66(13)	1.349(2)	112(31)	0.2(4)	31(27)	0.3(3)	2(16)
11	71.96(3)	1.3111(4)	549(68)	0.12(5)	135(18)	0.25(6)	0.6(8)
12	75.41(10)	1.2595(14)	113(31)	1.0(4)	169(41)	1.5(8)	0.5(11)
13	77.99(3)	1.2241(5)	214(42)	0.10(11)	33(18)	0.15(11)	1(3)
14	80.73(6)	1.1893(7)	196(40)	0.20(14)	69(24)	0.4(2)	2(4)
15	82.94(3)	1.1632(4)	201(41)	0.25(14)	101(23)	0.5(2)	1(3)
16	85.22(2)	1.1378(3)	296(50)	0.21(10)	130(22)	0.44(15)	1(3)
17	88.647(19)	1.10246(19)	321(52)	0.15(7)	99(18)	0.31(11)	2(2)

L.6.2 Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 2 Jam

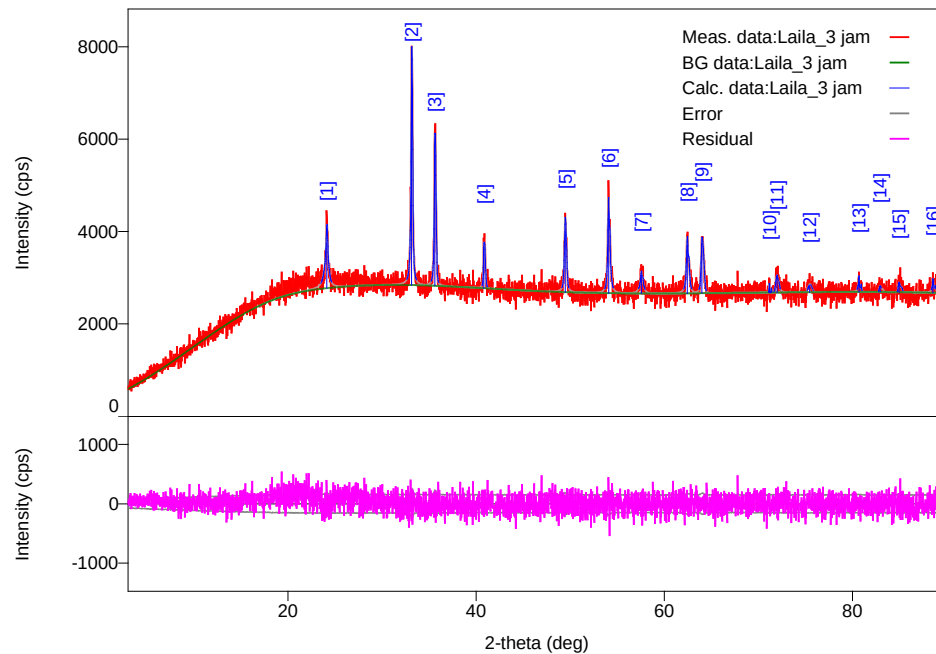


Gambar L 6 2 Difaktogram Besi Oksida hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 2 Jam

Tabel L 6 2 Daftar Puncak yang Muncul Pada Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 2 Jam

No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.28(2)	3.662(3)	1056(94)	0.19(4)	333(18)	0.32(4)	2.2(16)
2	33.309(7)	2.6877(5)	3483(170)	0.165(9)	775(20)	0.223(17)	2.6(6)
3	35.789(10)	2.5070(7)	2408(142)	0.191(11)	546(20)	0.23(2)	2.8(8)
4	39(2)	2.30(11)	7(8)	0(6)	2(23)	0(3)	5(557)
5	41.038(7)	2.1976(4)	846(84)	0.16(2)	172(18)	0.20(4)	5(4)
6	43.593(13)	2.0745(6)	234(44)	0.03(6)	15(9)	0.06(5)	3(32)
7	49.59(2)	1.8367(8)	1281(103)	0.21(3)	361(20)	0.28(4)	1.1(5)
8	54.204(13)	1.6908(4)	1725(120)	0.178(19)	484(19)	0.28(3)	1.2(5)
9	57.74(2)	1.5954(6)	515(66)	0.12(4)	132(16)	0.26(6)	3(4)
10	62.58(2)	1.4831(4)	1159(98)	0.18(3)	352(20)	0.30(4)	1.6(11)
11	64.14(2)	1.4508(5)	942(89)	0.24(4)	401(22)	0.43(6)	1.4(8)
12	72.29(3)	1.3059(4)	302(50)	0.40(11)	167(26)	0.55(18)	5(8)
13	75.78(4)	1.2542(5)	213(42)	0.4(2)	152(27)	0.7(3)	5(10)
14	80.85(8)	1.1879(9)	195(40)	0.17(11)	56(20)	0.29(16)	2(3)
15	83.00(2)	1.1625(3)	275(48)	0.17(7)	67(18)	0.24(11)	3(4)
16	85.10(5)	1.1391(5)	141(34)	0.21(10)	33(20)	0.23(19)	1(3)

L.6.3 Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 3 Jam

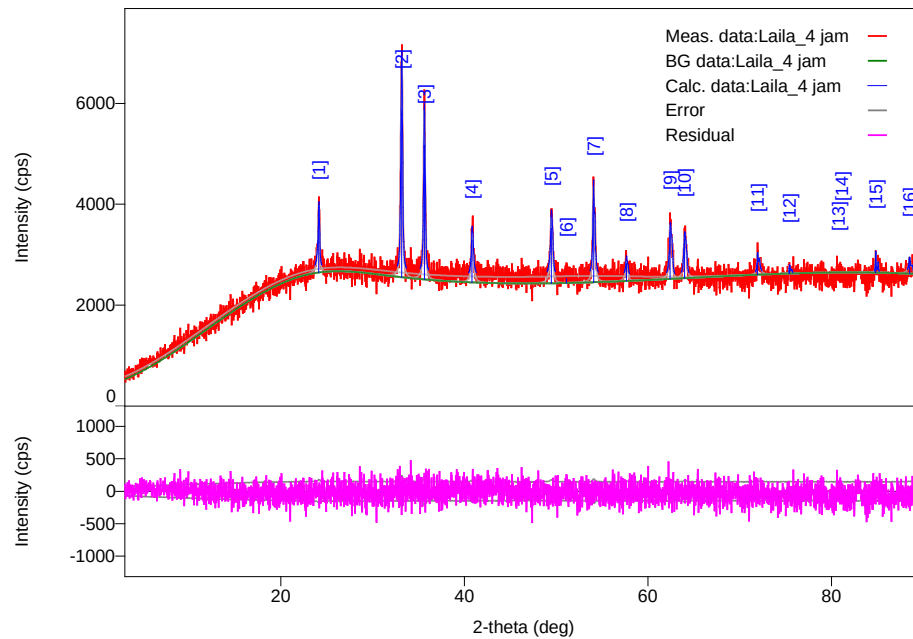


Gambar L 6 3 Difaktogram Besi Oksida hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 3 Jam

Tabel L 6 3 Daftar Puncak yang Muncul Pada Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 3 Jam

No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.15(3)	3.683(4)	966(90)	0.27(4)	488(23)	0.51(7)	1.3(7)
2	33.162(6)	2.6992(5)	4343(190)	0.138(10)	952(19)	0.219(14)	0.86(19)
3	35.613(3)	2.5190(2)	2835(154)	0.161(10)	618(19)	0.218(19)	0.50(14)
4	40.840(8)	2.2078(4)	900(87)	0.17(2)	185(18)	0.21(4)	0.5(3)
5	49.49(2)	1.8403(7)	1307(104)	0.21(3)	377(20)	0.29(4)	1.4(6)
6	54.094(12)	1.6940(4)	1776(122)	0.179(17)	504(20)	0.28(3)	1.5(5)
7	57.59(3)	1.5993(8)	397(58)	0.22(9)	166(21)	0.42(11)	1.7(11)
8	62.47(2)	1.4854(5)	1044(93)	0.21(3)	338(21)	0.32(5)	1.7(10)
9	64.02(2)	1.4532(5)	1075(95)	0.24(3)	319(22)	0.30(5)	0.9(3)
10	71.19(4)	1.3234(7)	202(41)	0.06(5)	14(14)	0.07(8)	2(6)
11	71.99(7)	1.3107(11)	328(52)	0.26(9)	110(25)	0.34(13)	2(2)
12	75.5(2)	1.259(3)	149(35)	0.4(2)	56(26)	0.4(3)	1(3)
13	80.710(11)	1.18961(13)	342(53)	0.08(6)	59(14)	0.17(7)	2(6)
14	82.96(12)	1.1630(13)	136(34)	0.22(11)	32(20)	0.2(2)	1(2)
15	84.96(3)	1.1406(3)	221(43)	0.21(7)	48(20)	0.22(13)	0.7(12)
16	88.57(5)	1.1032(5)	299(50)	0.14(7)	69(17)	0.23(10)	0.8(16)

L.6.4 Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 4 Jam

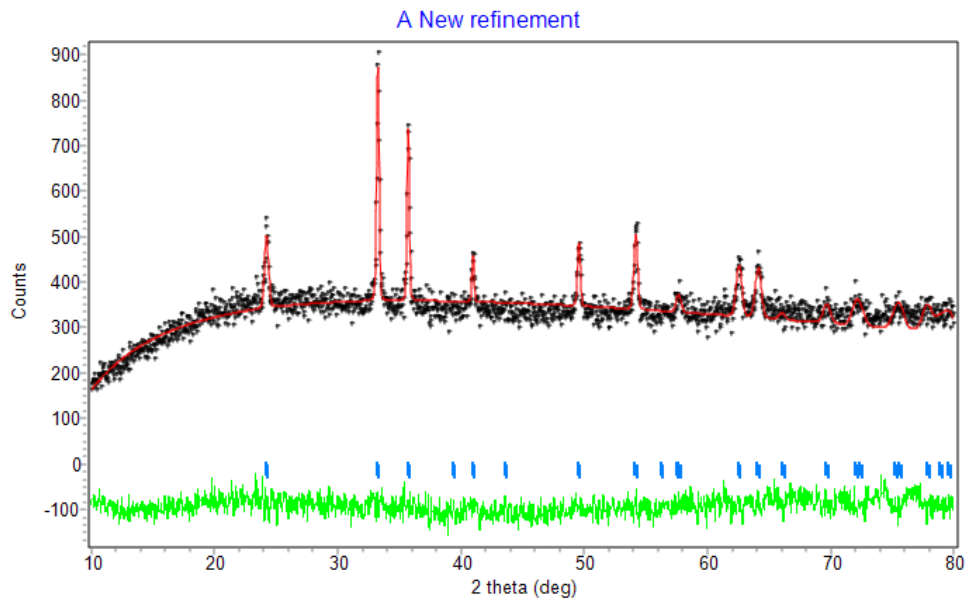


Gambar L 6 4 Difaktogram Besi Oksida hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 4 Jam

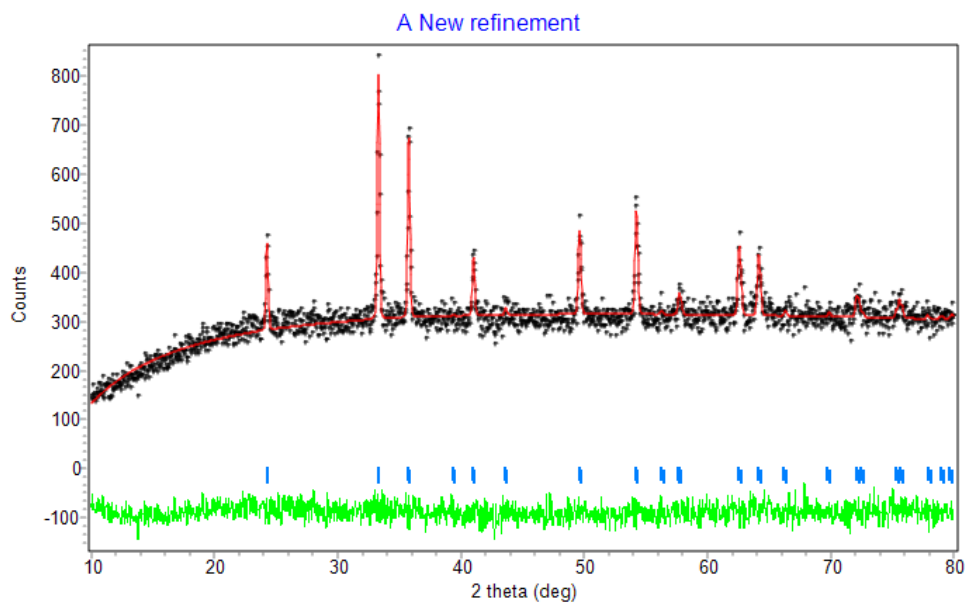
Tabel L 6 4 Daftar Puncak yang Muncul Pada Difaktogram Besi Oksida Hasil Sintesis Variasi Lama Sintesis 4 Jam

No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.15(2)	3.682(4)	1002(91)	0.16(4)	273(19)	0.27(4)	1.1(9)
2	33.182(11)	2.6977(9)	3302(166)	0.187(11)	858(22)	0.26(2)	1.6(5)
3	35.649(11)	2.5165(8)	2658(149)	0.165(14)	642(20)	0.24(2)	1.4(4)
4	40.846(10)	2.2075(5)	827(83)	0.19(5)	264(19)	0.32(5)	0.7(5)
5	49.487(9)	1.8403(3)	1098(96)	0.21(3)	372(21)	0.34(5)	0.9(4)
6	51.1(10)	1.79(3)	91(27)	39(5)	6645(990)	73(33)	3.4(17)
7	54.095(13)	1.6940(4)	1674(118)	0.151(17)	428(20)	0.26(3)	1.5(7)
8	57.6737	1.59708	346.387	0.186552	105.817	0.3054	1.1202
9	62.439(9)	1.48614(	930(88)	0.22(3)	304(22)	0.33(5)	0.5(3)
10	64.01(3)	1.4534(6)	776(80)	0.24(4)	274(24)	0.35(7)	0.9(5)
11	71.96(3)	1.3111(6)	411(58)	0.15(7)	123(19)	0.30(9)	0.7(9)
12	75.44(3)	1.2591(4)	171(38)	0.13(8)	27(17)	0.16(13	1(2)
13	80.7615	1.18898	0.000000(4)	22.1244	0(481)	0.0000	3.3691
14	81(31)	1.2(3)	0.0(5)	2(87)	0(22)	3(886)	4(2492)
15	84.83(2)	1.1420(2)	434(60)	0.07(5)	53(13)	0.12(5)	1(2)
16	88.5242	1.10367	303.01	0.215489	105.776	0.3490	1.1202
17	121(31297	0.9(8)	0.00(17)	143(443179	1(3246)	297(95	0.6230

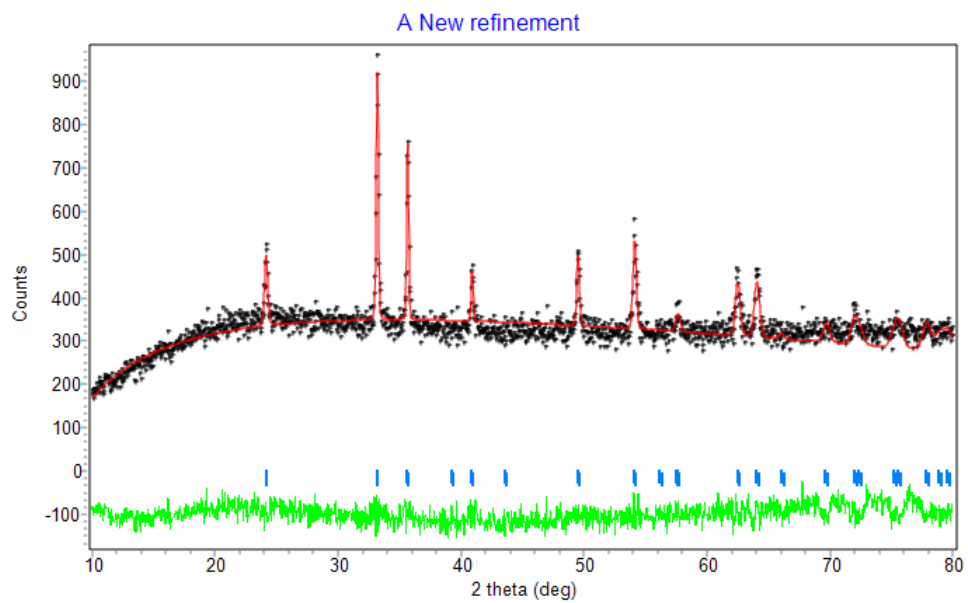
Lampiran 7. Hasil Refinement Produk Sintesis



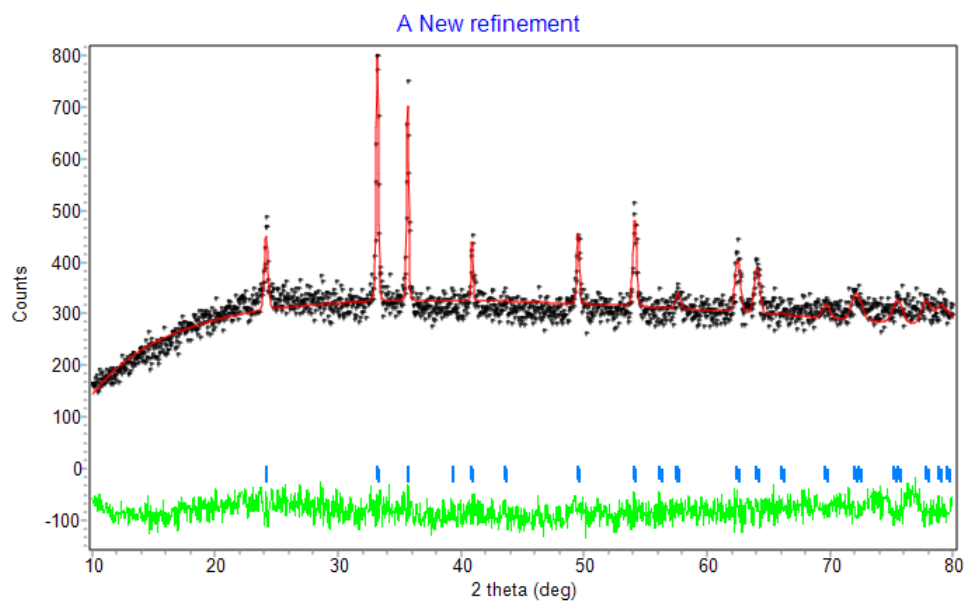
Gambar L 7 1 Hasil Refinement Variasi Lama Sintesis 1 Jam



Gambar L 7 2 Hasil Refinement Variasi Lama Sintesis 2 Jam



Gambar L 7 3 Hasil Refinement Variasi Lama Sintesis 3 Jam



Gambar L 7 4 Hasil Refinement Variasi Lama Sintesis 4 Jam

Lampiran 8. Data Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis

Ukuran kristal diukur menggunakan persamaan *Debye Scherrer* pada Persamaan 3.1. Data untuk perhitungan ukuran kristal pada salah satu hasil sintesis hematit pada variasi lama sintesis 1 jam adalah:

$$\lambda \text{ (K}\alpha\text{)} = 1,54060 \text{ (nm)}$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,193 \text{ rad} \longrightarrow \frac{0,193}{180} \times 3,14 = 0,00337$$

$$2\theta = 33,230$$

$$\theta = 16,615$$

$$\cos \theta = 0,9582$$

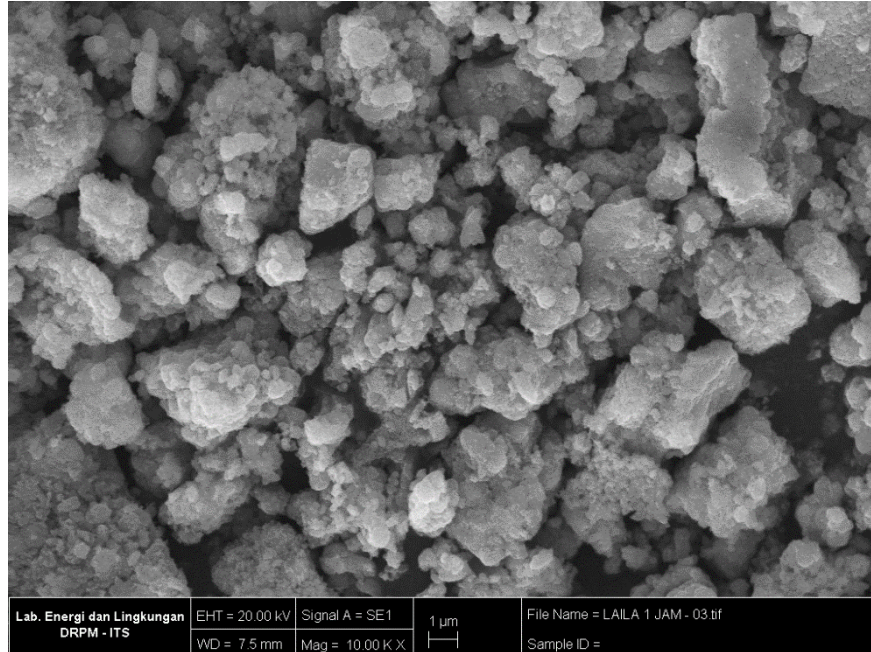
$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cdot \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00337 \times 0,9582} = 429,384 \text{ \AA} = 42,9384 \text{ nm}$$

Perhitungan variasi lama sintesis lain dengan 2θ yang berbeda dihitung dengan persamaan yang sama sehingga menghasilkan data sebagai berikut:

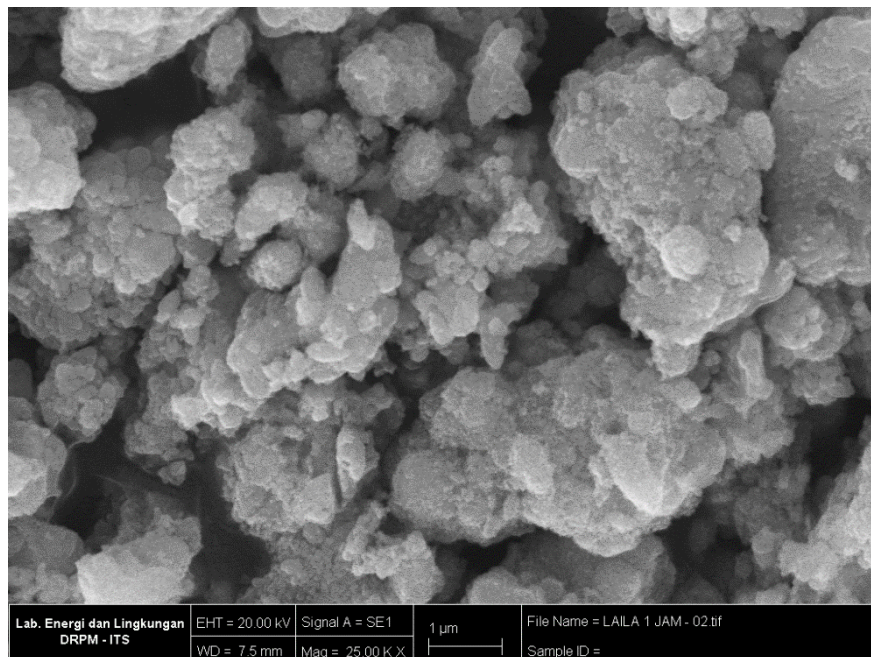
Sampel	2θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)
1 Jam	33,230	0,193	42,938
2 Jam	33,309	0,165	50,254
3 Jam	33,162	0,138	60,030
4 Jam	33,182	0,187	44,378

Lampiran 9. Hasil Karakterisasi SEM

L.9.1 Hasil Karakterisasi SEM Variasi 1 Jam



Gambar L 9 1 Mikrograf SEM hematit perbesaran 10.000 x



Gambar L 9 2 Mikrograf SEM hematit perbesaran 25.000 x

Lampiran 10. Hasil Karakterisasi Color Reader

Karakterisasi nilai warna menggunakan color reader diperoleh data L^* , a^* , b^* sebagaimana pada Tabel L.10, dan perhitungan nilai C^* dan H° menggunakan persamaan 3.2 dan 3.3. Adapun hasil perhitungan C^* dan H° ditampilkan pada Tabel L.11.

Tabel L 10 1. Data Hasil Uji Warna Pigmen Hematit

Sampel Hematit	L^*	a^*	b^*
1 Jam	41,84	12,36	19,87
2 Jam	42,77	15,42	22,3
3 Jam	41,17	13,22	22,33
4 Jam	31	11,88	18,03

1. Hematit 1 jam

$$H^\circ = 1/\tan (19,87/12,36)$$

$$\begin{aligned} C^* &= [(12,36)^2 + (19,87)^2]^{1/2} \\ &= (152,7696 + 394,8169)^{1/2} \\ &= (547,5865)^{1/2} \\ &= 23,400 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} &= 1/\tan (1,6076) \\ &= 1/0,02806 \\ &= 51,45 \end{aligned}$$

2. Hematit 2 jam

$$H^\circ = 1/\tan (22,3/15,42)$$

$$\begin{aligned} C^* &= [(15,42)^2 + (22,3)^2]^{1/2} \\ &= (237,7764 + 497,29)^{1/2} \\ &= (735,0664)^{1/2} \\ &= 27,11 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} &= 1/\tan (1,4462) \\ &= 1/0,02525 \\ &= 55,33 \end{aligned}$$

3. Hematit 3 jam

$$H^\circ = 1/\tan (22,3/13,22)$$

$$\begin{aligned} C^* &= [(13,22)^2 + (22,33)^2]^{1/2} \\ &= (174,7684 + 498,6289)^{1/2} \\ &= (673,3973)^{1/2} \\ &= 25,95 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} &= 1/\tan (1,6868) \\ &= 1/0,02944 \\ &= 59,34 \end{aligned}$$

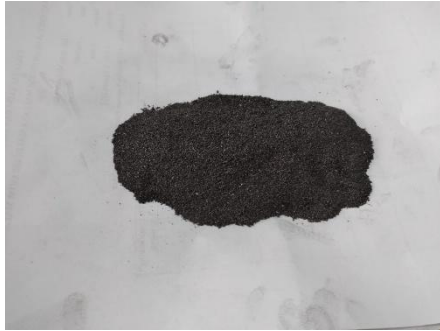
4. Hematit 4 jam	$H^0 = 1/\tan (18,03/11,88)$
$C^* = [(11,88)^2 + (18,03)^2]^{1/2}$	$= 1/\tan (1,5177)$
$= (141,1344 + 325,0809)^{1/2}$	$= 1/0,02649$
$= (466,2153)^{1/2}$	$= 56,58$
$= 21,59$	

Tabel L 10 2 Nilai Warna Pigmen Hematit pada Variasi Lama Sintesis

Uji warna	Standar pigmen hematit*	1 jam	2 jam	3 jam	4 jam
L*	25 – 45 (37)	41,84	42,77	41,17	31
C*	9 – 42 (29)	23,41	27,11	25,95	21,59
H ⁰	21 – 57 (42)	51,45	55,33	59,34	56,58
a*		12,36	15,42	13,22	11,88
b*		19,87	22,3	22,33	18,03

Lampiran 11. Dokumentasi

L.11.1 Preparasi Sampel



Limbah bubut besi sebelum preparasi

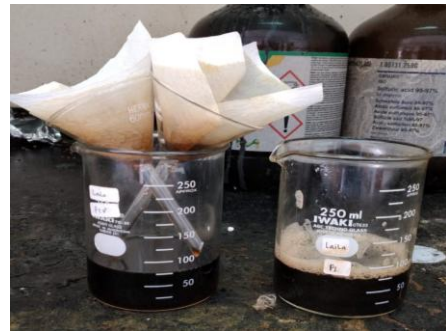


Limbah bubut besi setelah preparasi

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



Destruksi besi dengan 150 ml HNO_3 7 M



Penyaringan prekursor



Pemanasan prekursor hingga kering



Prekursor yang telah kering



Endapan merah yang terbentuk ketika uji kualitatif

L.11.3 Ekstraksi Daun Jambu Biji dengan Metode Infusa



Daun jambu biji setelah dicuci



Daun jambu biji setelah ditumbuk



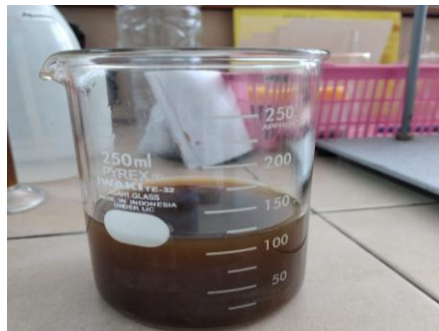
Ekstrak daun jambu biji saat pemanasan



Ekstrak daun jambu biji



Hasil uji pH ekstrak daun jambu biji

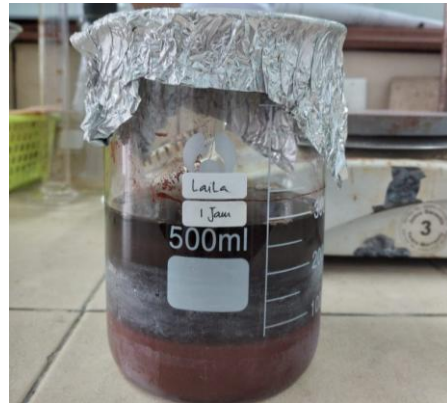


Ekstrak daun jambu biji setelah disaring

L.11.4 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Lama Sintesis



Larutan prekursor dalam 150 ml aquademin



Campuran larutan prekursor dengan 150 ml ekstrak daun jambu biji



Pemanasan dengan variasi lama sintesis 1, 2, 3 dan 4 jam



Disaring larutan dengan corong buchner



Dicuci dengan aseton



Prekursor sebelum kalsinasi



Prekursor setelah kalsinasi