

***GREEN SYNTHESIS* HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI  
MENGUNAKAN REDUKTOR DAUN JAMBU BIJI DENGAN METODE  
HIDROTERMAL**

**SKRIPSI**

**Oleh :  
DITA AIDATUNNISA  
NIM. 19630063**



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

***GREEN SYNTHESIS* HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI  
MENGUNAKAN REDUKTOR DAUN JAMBU BIJI DENGAN METODE  
HIDROTHERMAL**

**SKIRPSI**

**Oleh :  
DITA AIDATUNNISA  
NIM. 19630063**

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

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

**HALAMAN PERSETUJUAN**

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI  
MENGUNAKAN REDUKTOR DAUN JAMBU BIJI DENGAN METODE  
HIDROTERMAL**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**DITA AIDATUNNISA**  
NIM. 19630063

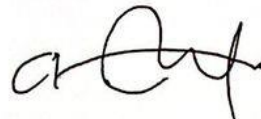
**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji**  
Tanggal : 26 Juni 2023

**Pembimbing I**



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

**Pembimbing II**



**Oky Bagas Prasetyo, M.PdI**  
NIDT. 19890113 20180201 2 244

Mengetahui,  
Ketua Program Studi Kimia



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

**HALAMAN PENGESAHAN**

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT DARI LIMBAH BUBUT BESI  
MENGUNAKAN REDUKTOR DAUN JAMBU BIJI DENGAN METODE  
HIDROTERMAL**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
DITA AIDATUNNISA  
NIM. 19630063**

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

**Anggota Penguji I : Susi Nurul Khalifa, M.Si  
NIP. 19851020 201903 2 012**

**Anggota Penguji II : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si  
NIP. 19831226 201903 2 008**

**Anggota Penguji III : Oky Bagas Prasetyo, M.PdI  
NIDT. 19890113 20180201 2 244**

(.....)

(.....)

(.....)

(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Program Studi Kimia**



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

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Dita Aidatunnisa

NIM : 19630063

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : *Green Synthesis* Hematit dari Limbah Bubut Besi menggunakan Reduktor Daun Jambu Biji dengan Variasi Metode Hidrotermal

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi yang saya tulis merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan, atau pikiran orang lain, kecuali dalam bentuk kutipan yang sudah disebutkan sumbernya. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 21 Juni 2023  
membuat pernyataan,  
  
Dita Aidatunnisa  
NIM. 19630063

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Dengan mengucapkan rasa syukur kepada Allah Swt. atas limpahan rahmat dan hidayahNya serta dukungan dari orang-orang sekitar, akhirnya pada kesempatan kali ini peneliti dapat menyelesaikan skripsi dengan baik. Tidak lupa shalawat serta salam semoga tercurahkan kepada Nabi Muhammad Saw. yang memberikan syafaat dihari akhir kelak. Atas segala keberkahanNya, karya ini peneliti persembahkan untuk:

Orang tua saya, bapak Eko Pamuji dan Ibu Afifatuz Zahroh yang telah memberikan dukungan baik secara materil maupun nonmateril, memanjatkan doa tiada henti agar selalu diberikan kemudahan dan kelancaran oleh Allah Swt. Terimakasih atas pengorbanan dan kerja kerasnya sehingga mengantarkan penulis menjadi sarjana.

Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si dan Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.PdI selaku pembimbing yang dengan sabar memberikan arahan, nasihat, dan ilmunya. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Susi Nurul Khalifa, M.Si selaku penguji, terimakasih atas nasihat, kritik, dan sarannya. Semoga Allah Swt. membalas segala kebaikan Bapak/Ibu.

Saudaraku tercinta, Dinni umaya dan Darodjaden Naofal Nabari yang telah memberikan doa dan dukungan kepada peneliti.

Dan tak luput pula karya ini saya persembahkan kepada diri saya sendiri yang telah berjuang hingga sampai di titik ini.

## **MOTTO**

*“Karena sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan.”*

(Q.S Al-Insyirah: 5)

*“God has perfect timing, never early, never late. It take a little pattience and it takes a lot of faith, but it’s a worth the wait.”*

- Dita Aidatunnisa

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah Swt. yang telah memberikan rahmat, hidayah, serta karunia-Nya. Dan juga kepada junjungan besar Nabi Muhammad Saw. atas suri teladan beliau. Adapun judul skripsi ini adalah: “**Green Synthesis Hematit menggunakan Reduktor Daun Jambu Biji dari Limbah Bubut Besi dengan Metode Hidrotermal**”. Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

1. Prof. Dr. Zainuddin, M.A, 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 jurusan kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, yang sudah seperti ibu kedua dalam hidup penulis. Beliau telah memberikan bimbingan mengenai materi besi oksida, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
5. Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.PdI selaku dosen pembimbing agama yang telah meluangkan waktu dan memberikan pengarahan kepada penulis.
6. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Susi Nurul Chalifa, M.Si selaku penguji, atas segala saran dan pertanyaan yang membangun selama proses penyusunan dan ujian hingga penulis dapat menjadi pribadi yang kuat dan lebih baik.
7. Bapak-ibu dosen Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah banyak memberikan ilmu, pengalaman serta wawasan sebagai pedoman dan bekal hidup penulis.
8. Titian Ajeng Wahyuningtyas, Sefrina Putri, Rodhiatul Fitria, Indah Nur Janah, Kos SMW, OZU yang selalu memberikan doa dan dukungan serta kebersamaan peneliti dari maba hingga saat ini sama-sama berjuang mendapatkan gelar sarjana.



9. Teman seperbimbingan hematit yang berada dibalik layar, kebersamai dalam perjuangan, terimakasih semoga sama-sama dilancarkan sampai akhir.
10. Seluruh teman seperjuangan Kimia angkatan 2019 “Uranium” yang sekarang sama-sama sedang berjuang untuk menyelesaikan skripsi.
11. Semua pihak yang telah membantu terselesainya skripsi ini yang tidak dapat peneliti sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan, oleh karena itu saran dan kritik yang membangun diharapkan demi kesempurnaan skripsi. Penulis berharap semoga skripsi ini bisa memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya bagi penulis secara pribadi.

Malang, 21 Juni 2023

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN</b> .....	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiv</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xvi</b>
<b>مستخلص البحث</b> .....	<b>xvii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>7</b>
2.1 Limbah Bubut Besi sebagai Prekursor Oksida Besi.....	7
2.2 Oksida Besi Hematit.....	8
2.3 Ekstrak Daun Jambu Biji sebagai Agen Pereduksi .....	10
2.4 Sintesis Hematit Menggunakan Metode Hidrotermal .....	13
2.5 Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> sebagai Prekursor pada Sintesis Hematit.....	14
2.6 Pengaruh Variasi Suhu Sintesis pada Hematit .....	15
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>18</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	18
3.2 Alat dan Bahan .....	18
3.2.1 Alat .....	18
3.2.2 Bahan.....	18
3.3 Desain Penelitian .....	19
3.4 Prosedur Penelitian.....	19
3.4.1 Preparasi Sampel .....	19
3.4.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe <sup>3+</sup> ) .....	19
3.4.3 Ekstraksi Daun Jambu dengan Metode Infusa .....	20
3.4.4 Sintesis Hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) dengan Variasi Suhu Sintesis .....	20
3.5 Karakterisasi Hasil Sintesis .....	21
3.5.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	21

3.5.2 X-Ray Diffraction (XRD) .....	21
3.5.3 Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	21
3.5.4 Fourier Transform Infra Red (FTIR).....	22
3.4.5 Color Reader .....	22
3.5 Analisis Hasil Penelitian.....	22
3.6.1 Analisis Hasil XRD .....	22
3.6.2 Analisis Hasil FTIR.....	23
3.6.3 Analisis Hasil SEM .....	23
3.6.4 Analisis Color Reader .....	24
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>25</b>
4.1 Prekursor Ferri (Fe <sup>3+</sup> ) .....	25
4.3 Ekstraksi Daun Jambu Biji .....	26
4.4 Hasil Sintesis Hematit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) .....	28
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD .....	30
4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Color Reader.....	33
4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR.....	35
4.8 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM .....	36
4.9 Pemanfaatan Limbah Bubut Besi.....	37
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>41</b>
4.1 Kesimpulan.....	41
4.2 Saran.....	41
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>43</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>47</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian .....	24
Lampiran 2. Diagram Alir.....	25
Lampiran 3. Perhitungan.....	26
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor Limbah Bubut Besi.....	47
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi FTIR.....	49
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD.....	51
Lampiran 7. Hasil Refinement Produk Sintesis.....	54
Lampiran 8. Data Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis.....	55
Lampiran 9. Hasil Karakterisasi SEM.....	56
Lampiran 10. Dokumentasi.....	57

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal pada hematit .....	8
Gambar 2.2 Daun jambu biji .....	10
Gambar 2.3 Mekanisme reaksi tanin dengan besi.....	12
Gambar 2.4 Hasil XRD dan SEM pada suhu sintesis 140°C.....	16
Gambar 2.5 Hasil XRD dan SEM.....	16
Gambar 2.6 Hasil XRD dan SEM.....	17
Gambar 4.1 Proses pembuatan prekursor.....	26
Gambar 4.2 Hasil reaksi prekursor ferri dengan NaOH.....	26
Gambar 4.3 Hasil spektrum FTIR ekstrak daun jambu biji .....	27
Gambar 4.4 Proses pembuatan ekstrak daun jambu biji .....	28
Gambar 4.5 Uji fitokimia ekstrak daun jambu biji .....	28
Gambar 4.6 Mekanisme reaksi tanin dengan logam Fe .....	29
Gambar 4.7 Proses hidrotermal.....	30
Gambar 4.8 Difraktogram hasil sintesis sebelum kalsinasi. ....	31
Gambar 4.9 Difraktogram hasil sintesis setelah kalsinasi.....	32
Gambar 4.10 Perbesaran puncak hasil sintesis setelah kalsinasi .....	33
Gambar 4.11 Hasil <i>Color Reader</i> (a) 120, (b) 140 dan (c) 160°C .....	34
Gambar 4.12 Hasil spektra FTIR hasil sintesis suhu 120°C .....	36
Gambar 4.13 Hasil karakterisasi SEM sampel hematit variasi suhu 120°C .....	37

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit.....	9
Tabel 2.2 Klasifikasi daun jambu biji .....	10
Tabel 4.1 Kandungan unsur pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ .....	25
Tabel 4.2 Intepretasi hasil spektra FTIR pada ekstrak daun jambu biji.....	27
Tabel 4.3 Ukuran kristal senyawa hematit setelah kalsinasi.....	33
Tabel 4.4 Hasil uji warna pigmen hematit .....	34
Tabel 4.5 Intepretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis .....	36

## ABSTRAK

Aidatunnisa, Dita. 2023. **Green Synthesis Hematit Menggunakan Reduktor Daun Jambu Biji dari Limbah Bubut Besi dengan Metode Hidrotermal**. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I :Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, MPdI

---

**Kata kunci:** *Green synthesis*, besi, hematit, daun jambu

Limbah bubuk besi mengandung unsur besi sebesar 96,58%. Limbah tersebut berpotensi mencemari lingkungan sehingga diperlukan upaya untuk mengatasinya. Salah satu usaha pemanfaatan limbah tersebut adalah sebagai bahan baku sintesis pigmen hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Agen pengendap yang digunakan ialah ekstrak daun jambu biji (*Psidium guajava*). Dalam penelitian ini, hematit disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu sintesis, yakni 120, 140 dan 160°C. Hasil sintesis dikalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C. Ekstrak daun jambu biji dikarakterisasi menggunakan FTIR. Produk sintesis dikarakterisasi dengan *Color Reader* dan XRD. Hasil sintesis suhu 120°C kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM dan FTIR. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa suhu sintesis tidak berpengaruh secara signifikan terhadap ukuran kristal. Ukuran kristal yang dihasilkan berkisar antara 24,8-34,2 nm. Hasil SEM menunjukkan morfologi yang dihasilkan tidak seragam dan terjadi aglomerasi. Nilai warna yang dihasilkan pada semua variasi suhu sintesis yang digunakan sesuai dengan standart pigmen hematit. Variasi suhu sintesis menghasilkan semakin lama waktu sintesis maka pigmen yang dihasilkan semakin merah dengan berkurangnya nilai kekuningan dan semakin gelap. Hasil identifikasi FTIR pada sampel sebelum kalsinasi dan setelah kalsinasi sudah terbentuk hematit dengan adanya gugus khas Fe-O pada bilangan gelombang 471 dan 575  $\text{cm}^{-1}$ .

## ABSTRACT

Aidatunnisa, Dita. 2023. **Green Synthesis Hematite using Guava Leaf Reducer from Iron Lathe Waste using Hydrothermal Method**. Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Sc; Advisor II: Oky Bagas Prasetyo, MPdI

---

**Keywords:** Green Synthesis, iron, hematite, guava leaves

Iron lathe waste contains 96.58% iron. This waste has the potential to pollute the environment so efforts are needed to overcome it. One of the efforts to utilize this waste is as a raw material for the synthesis of hematite pigment ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). The precipitating agent used was guava leaf extract (*Psidium guajava*). In this study, hematite was synthesized using the hydrothermal method with variations in synthesis temperature, namely 120, 140 and 160°C. The synthesis results were calcined for 3 hours at 750°C. Guava leaf extract was characterized using FTIR. The synthesis product was characterized by Color Reader and XRD. The synthesis results at 120°C were then characterized using SEM and FTIR. The results of the XRD characterization showed that the synthesis temperature did not significantly affect crystal size. The resulting crystal size ranged from 24.8-34.2 nm. SEM results show that the resulting morphology is not uniform and agglomeration occurs. The color values produced at all variations of synthesis temperature used are in accordance with hematite pigment standards. Variations in synthesis temperature result in the longer the synthesis time, the redder the resulting pigment will be with reduced yellowness and darker values. The results of FTIR identification in the samples before calcination and after calcination have formed hematite in the presence of typical Fe-O groups at wave numbers 471 and 575 cm<sup>-1</sup>.



## مستخلص البحث

عائدة النساء، ديتا. ٢٠٢٣. يستخدم خضراء الصناعية الهيماتيت اختزال الورقة الجوافة من زبالة المخروط الحديد بمنهج المياه الحارة. البحث العلمي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة ١: ليليك مفتاح الخيرة الماجستير، المشرف ٢: أوكي باغاس فراستيو الماجستير.

الكلمات المفتاحية: خضراء الصناعية، الحديد، الهيماتيت، الورقة الجوافة.

تعمل زبالة المخروط الحديد عنصر الحديد ٩٦,٥٨٪. تحتمل تلك الزبالة ان توسخ البيئة حتى تحتاج المحاولة لاستعمارها. إحدى تلك محاولات المنافع الزبالة هي مواد الخام الصناعية الصبغة الهيماتيت. وكالة التسلسل التي تستخدم هي خلاصة الورقة الجوافة. في هذا البحث، يصنع الهيماتيت ان يستخدم منهج المياه الحارة بلون درجة الحرارة الصناعية هي ١٢٠ و ١٤٠ و ١٦٠ الدرجة المثوية. تكلس حصيلة الصناعية طالما ٣ ساعة في ٧٥٠ الدرجة المثوية. تمثل خلاصة الورقة الجوافة ان تستخدم (FTIR). يمثل نتاج الصناعية ب (Color Reader) و (XRD). حصيلة الصناعية ١٢٠ الدرجة المثوية. ثم، تمثل ان تستخدم (SEM) و (FTIR). تدل حصيلة التمثيل (XRD) أن الدرجة الحرارة الصناعية لا تؤثر أهمية على قياس البلور. قياس البلور الذي يحصل بين ٢٤,٨-٣٤,٢ ن م. تدل حصيلة (SEM) مورفولوجيا الذي يحصل ان لا يتساوي ويحدث التجمعات. قيمة اللون التي تحصل على جميع ألوان الدرجة الحرارة الصناعية التي تستخدم ان تناسب بقياس الصبغة الهيماتيت. يحصل لون الدرجة الحرارة الصناعية كلما طول وقت الصناعية فصبغة تحصل كلما الأحمر بأقل قيمة الأصفر وكلما الداكن. حصيلة تعرف (FTIR) في النموذج قبل التكليس وبعده، تدل تشكل الهيماتيت بوجود القوة الخاصة (Fe-O) في عدد الموج ٤٧١ و ٥٧٥ ج م<sup>-١</sup>.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Limbah bubut besi (*iron lathe waste*) merupakan limbah yang memiliki kandungan unsur Fe cukup besar, yakni 97,11% (Khoiroh, dkk., 2013). Pada umumnya, besi biasa digunakan sebagai bahan konstruksi bangunan. Namun, limbah hasil pembuatan bahan konstruksi tersebut dibuang begitu saja tanpa melalui pengolahan lebih lanjut. Padahal limbah bubut besi dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan pigmen warna pada industri cat (Rahmawati, dkk., 2020).

Kandungan besi pada limbah bubut yang sangat tinggi dapat mengakibatkan pencemaran apabila dibuang langsung ke lingkungan. Limbah ini termasuk dalam bahan berbahaya dan beracun (B3) (Fakhrudin, 2019). Apabila tidak diimbangi dengan pengolahan limbah yang benar akan merubah tatanan lingkungan menjadi tidak dapat berfungsi sebagaimana mestinya. Allah berfirman pada Q.S al-A'raf ayat 56 :

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

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

M. Quraish Shihab dalam Tafsir Al-Misbah menyebutkan bahwa ayat ini melarang manusia berbuat kerusakan di bumi, yang mana berbuat kerusakan merupakan salah bentuk pelampauan batas. Alam raya diciptakan Allah SWT

dalam keadaan yang harmonis, serasi, dan memenuhi kebutuhan makhluk. Allah Swt. telah menjadikannya dalam keadaan baik, serta memerintahkan hamba-hambaya untuk memperbaikinya. Salah satu upaya pemanfaatannya adalah mengolah limbah bubuk besi sebagai besi oksida yang bisa digunakan sebagai pigmen hematit (Quddus, dkk., 2018).

Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) merupakan salah satu besi oksida yang memiliki beberapa keunggulan diantaranya lebih ramah lingkungan, nontoksik, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, dan memiliki daya penutup yang baik (Rufus, dkk., 2016). Pigmen hematit menjadi salah satu komponen dasar dalam pembuatan cat yang fungsinya sebagai pewarna dan daya penutup (*hiding power*) pada cat (Septityana, dkk., 2013).

Banyak penelitian yang menjelaskan bahwa limbah bubuk besi dapat dijadikan sumber besi untuk sintesis hematit. Fakhruddin (2019) dalam penelitiannya mensintesis pigmen hematit dari limbah bubuk besi. Hasil dari sintesis tersebut adalah pigmen merah yang cerah, berbentuk bulat (*spherical*) didominasi partikel yang teraglomerasi lebih sedikit, dan memiliki ukuran kristal 27-41 nm. Khoiroh, dkk. (2013) dalam penelitiannya juga mensintesis pigmen hematit dari limbah bubuk besi. Pigmen yang dihasilkan berwarna merah, memiliki ukuran pigmen sebesar 16  $\mu\text{m}$ , dan berbentuk bulat.

Sintesis nanopartikel hematit dapat dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Metode ini memiliki beberapa keunggulan diantaranya pemanasan cepat, reaksi cepat, hasil lebih bagus, kemurnian dan efisiensi transformasi tinggi. Xu, dkk. (2015) mensintesis hematit dengan metode hidrotermal menghasilkan produk dengan kristalinitas tinggi dibuktikan dengan data *X-Ray diffraction* (XRD)

puncak yang tajam dan sempit pada sudut sekitar  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) : 33 dan 35 yang merupakan puncak khas dari hematit.

Beberapa metode fisika dan kimia telah banyak dikembangkan untuk sintesis nanopartikel logam, namun metodenya mahal dan memerlukan bahan kimia yang toksik dan *aggressive* sebagai pereduksi dan agen penstabil, sehingga dapat berdampak buruk bagi lingkungan. Oleh sebab itu, dikembangkanlah penelitian yang berfokus pada sintesis nanopartikel besi yang bersifat nontoksik, ramah lingkungan, serta lebih efektif, yakni dengan *green synthesis*.

*Green synthesis* merupakan sintesis nanopartikel dengan memanfaatkan bagian tanaman seperti daun, cabang, akar, dan pucuk (Kumar, dkk., 2013). Ekstrak tumbuhan mengandung berbagai metabolit sekunder, termasuk asam fenolat, kumarina, lignin, flavonoid, dan tanin yang dapat bertindak sebagai agen *capping*. Penggunaan ekstrak tumbuhan dalam sintesis dapat mempengaruhi ukuran, bentuk, dan morfologi nanopartikel (Gingasu, dkk., 2016). Tumbuhan yang dapat digunakan sebagai agen *capping* adalah tanaman yang mengandung polifenol, seperti flavonoid dan tanin. Salah satu tanaman yang mengandung kadar polifenol yang tinggi adalah daun jambu (Oktiami, 2012). Ekstrak daun jambu biji merah (*Psidium guajava*) memiliki kandungan bahan kimia aktif seperti saponin, flavonoid, tanin, eugenol, dan triterpenoid. Namun, senyawa yang lebih mendominasi adalah flavonoid dan tanin. Tanin dapat berperan sebagai agen pengendap karena kandungan gugus OH yang dapat mengikat logam (Irianty dan Komalasari, 2013). Adhikari, dkk. (2022) telah mensintesis hematit menggunakan ekstrak daun jambu biji dan didapatkan ukuran diameter nanopartikel hematit ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) sebesar 27,75 nm berbentuk kubus.

Suhu sintesis sangat berpengaruh terhadap struktur kristal dan ukuran partikel. Derajat kristalinitas dipengaruhi oleh proses nukleasi dan pertumbuhan kristal yang berlangsung secara cepat (Rosanti dan Puryanti, 2015). Kongsat, dkk. (2021) mensintesis hematit pada suhu 180°C menghasilkan struktur hematit berbentuk bulat dengan diameter kristal berkisar 15-205 nm. Nassar, dkk. (2018) mensintesis hematit dengan metode hidrotermal dengan suhu 160°C menghasilkan ukuran kristal sebesar 22 nm, bentuk partikel kubik dan bulat, dan sudah terbentuk hematit dengan adanya gugus khas Fe-O pada bilangan gelombang 550 dan 434  $\text{cm}^{-1}$ . Trpkov, dkk. (2018) juga mensintesis hematit pada suhu 140°C dan didapatkan ukuran diameter kristal pada kisaran 20-80 nm dengan bentuk partikel kubik.

Berdasarkan pernyataan tersebut, limbah bubut besi dapat diminimalisir dengan memanfaatkan limbah bubut besi untuk dijadikan serbuk hematit dengan *green synthesis* yang ramah lingkungan. Pada penelitian ini, akan mensintesis hematit menggunakan agen pengendap dari ekstrak daun jambu biji. Metode yang digunakan adalah metode hidrotermal dengan variasi suhu sintesis sebesar 120, 140 dan 160°C untuk memperoleh kondisi optimum dalam pembentukan nanopartikel besi, ukuran, bentuk dan distribusi partikelnya. Ekstrak daun jambu biji dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Produk sintesis dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Color Reader*. Hasil sintesis yang terbaik kemudian dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan FTIR.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

- a. Bagaimana pengaruh variasi suhu sintesis terhadap struktur, ukuran kristal, dan warna kristal hematit?
- b. Bagaimana hasil karakterisasi SEM dan FTIR dari hasil sintesis variasi suhu 120°C berdasarkan karakterisasi XRD?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- a. Untuk mengetahui pengaruh variasi suhu sintesis terhadap struktur, ukuran kristal, dan warna kristal hematit.
- b. Untuk mengetahui hasil karakterisasi SEM dan FTIR dari hasil sintesis variasi suhu 120°C berdasarkan karakterisasi XRD.

## 1.4 Batasan Masalah

Menghindari luasnya objek kajian dalam penelitian ini maka diberikan batasan masalah sebagai berikut :

- a. Limbah bubut besi yang digunakan sebagai sampel berasal dari industri kerajinan besi di Kota Malang.
- b. Agen reduktor yang digunakan adalah ekstrak daun jambu biji yang diambil dari Kota Malang.
- c. Waktu sintesis yang dibutuhkan adalah 8 jam.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini yaitu dapat mengurangi pencemaran lingkungan akibat limbah bubuk besi, dengan cara dimanfaatkan sebagai prekursor pigmen hematit serta dapat mengurangi limbah bahan kimia dikarenakan agen pengendap yang digunakan berasal dari alam berupa ekstrak daun jambu biji. Penelitian ini juga bermanfaat untuk mengkaji metode yang digunakan dalam sintesis senyawa hematit, sehingga dapat dikembangkan dan diaplikasikan sebagai adsorben, katalis, sensor, pigmen, dan lain sebagainya.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Limbah Bubut Besi sebagai Prekursor Oksida Besi**

Limbah bubut besi adalah limbah yang dihasilkan oleh industri kerajinan besi yang dalam bentuk serbuknya langsung dibuang ke lingkungan dan termasuk bahan berbahaya dan beracun (B3) (Fakhruddin, 2019). Di setiap bengkel las bubut sering dijumpai sisa bubut besi yang merupakan limbah dari hasil bubut besi. Produksi limbah bubut di Indonesia juga cukup besar, sekitar 800 ribu ton per tahun pada tahun 2010. Sampai saat ini sisa limbah bubut belum dapat dimaksimalkan secara optimal (Iskandar dan Pohan, 2022).

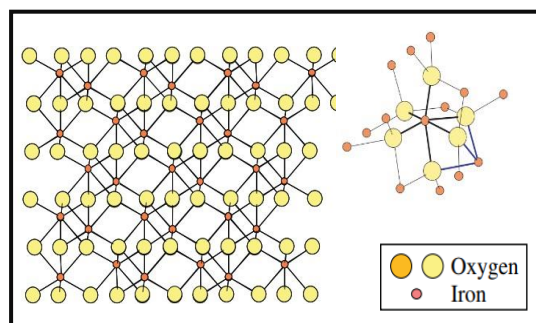
Limbah besi termasuk limbah logam berat yang korosif dan dapat mengurangi kesuburan tanah. Pemerintah Indonesia mendorong pengelolaan limbah B3 untuk dijadikan sesuatu yang bermanfaat dan mempunyai nilai ekonomi. Khoiroh, dkk. (2013) dan Chabib (2017) menyebutkan bahwa limbah bubut besi (*iron lathe waste*) berpotensi sebagai prekursor oksida besi karena mengandung besi yang cukup tinggi yakni 97,11 % dan 96,08 %. Selain Fe, terdapat logam lain yang terkandung dalam limbah bubut besi seperti Eu, Rb, Mn, Ca, Cr, P, Cu, Ni, dan lain-lain.

Rahmawati, dkk. (2020) memanfaatkan limbah bubut besi sebagai prekursor dalam sintesis besi oksida. Dari penelitian tersebut didapatkan nanopartikel hematit berbentuk rhombohedral dengan ukuran 71,782 nm. Selain itu, didapatkan hasil difraktogram yang menunjukkan puncak dengan intensitas yang tinggi pada  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) : 33,1806.



## 2.2 Oksida Besi Hematit

Hematit merupakan salah satu bentuk besi oksida yang paling stabil dengan sifat semikonduktor tipe-n. Hematit mempunyai struktur kristal korundum dengan ion oksigen yang tersusun sepanjang arah dan bidang anion sejajar dengan bidang. Hematit terbentuk dari beberapa fasa transisi salah satunya yaitu ferrihidrit ( $5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) yang memiliki struktur hampir sama dengan hematit. Ion  $\text{Fe}^{3+}$  pada struktur hematit menempati selitan oktahedral sedangkan pada struktur ferrihidrit menempati selitan tetrahedral. Adapun ion  $\text{O}^{2-}$  pada struktur hematit maupun ferrihidrit dan ion  $\text{OH}^-$  pada struktur ferrihidrit sama-sama menempati situs *hexagonal close packed (hcp)* seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.1. Parameter kisi dari ferrihidrit ialah  $a = 0.296$  nm dan  $c = 0.949$  nm dengan grup ruang P-31c sedangkan hematit mempunyai parameter kisi  $a = 0.50346$  dan  $c = 1.3752$  dengan grup ruang R-3cH (Cornell dan Schwertmann, 2003).



Gambar 2.1 Struktur kristal pada hematit (Cudennec dan Lecerf, 2006)

Hematit mempunyai struktur heksagonal (rhombohedral) yang sesuai dengan grup ruang R3c (Reddy dan Smirniotis, 2015). Struktur hematit dapat divisualisasikan dari unit Fe-O<sub>3</sub>-Fe (triplet) *closely packed* dari atom oksigen dengan Fe(III) dikedua sisinya (Reddy, 2015). Seperti magnet *ferrite* lainnya,

hematit mempunyai sifat mekanik yang kuat dan tidak mudah terkorosi dengan kekerasan 5- 6 skala mohs karena memiliki ketahanan kimia yang baik terhadap lingkungan, selain itu hematit mempunyai berat jenis 4,9–5,36 gr/cm<sup>2</sup>. Hematit merupakan campuran dari 70% besi yang bercampur dengan 30% oksigen (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Data kristalografi hematit telah dirangkum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit

<b>Karakteristik</b>	<b>Hematit</b>
Sistem kristal	Rhombohedral, heksagonal
Grup ruang	R-3Ch
Stacking of closepacked anions	ABAB [001]
Struktur kristal	<i>Corundum</i>
Parameter kisi (nm)	$a=0,50346$ , $c=1,3752$ (heksagonal) $aRh=0,5427$ , $\alpha=55,3^\circ$ (rhombohedral)
Formula unit per unit sel (Z)	6
Warna	Merah
Kekerasan	6 ½
Titik leleh (°C)	1350
Kemagnetan	Feromagnetik yang lemah atau antiferomagnetik
Kelarutan produk (pFe + 3pOH )	42,2
Kelas (H-M)	3m (3 2/m)-Heksagonal Scalen
Rasio $a:c$	1:2,734

Sumber : (Cornell dan Schwertmann, 2003)

Nanopartikel hematit memiliki beberapa kelebihan dibandingkan besi oksida yang lain diantaranya memiliki luas permukaan yang besar, tingkat reaktivitas yang tinggi, biaya murah, lebih ramah lingkungan, daya *hiding* yang tinggi, mempunyai stabilitas kimia yang baik, nontoksik, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, sifat kemagnetan yang besar, tahan terhadap korosi yang tinggi dan tahan terhadap suhu yang sangat tinggi sehingga mempunyai karakteristik sebagai pigmen yang unggul (Aji, dkk., 2019; Septityana, dkk., 2013).

### 2.3 Ekstrak Daun Jambu Biji sebagai Agen Pereduksi

*Green synthesis* banyak dikembangkan untuk mensintesis nanopartikel besi oksida karena bersifat nontoksik dan ramah lingkungan dalam jangka panjang. Bahan biologis utama yang digunakan dalam *green synthesis* adalah tumbuhan dan mikroba. Agen pereduksi dapat diperoleh dari bahan alam yang mengandung senyawa antioksidan atau poliol. Salah satu tumbuhan yang mengandung senyawa antioksidan adalah daun jambu biji seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Mailoa, dkk. (2014) menyebutkan bahwa daun jambu biji mengandung saponin, flavonoid, tanin, eugenol, dan triterpenoid. Senyawa polifenol yang mendominasi yaitu flavonoid dan tanin. Kedua senyawa fenolik tersebut memiliki potensial sebagai antioksidan yang dapat mereduksi radikal bebas.



Gambar 2.2 Daun jambu biji (Shruthi, dkk., 2013)

Tabel 2. 2 Klasifikasi daun jambu biji

Kingdom	Plantae
Divisi	Spermathophyta
Class	Dicotyledonaceae
Ordo	Myrtales
Famili	Myrtaceae
Genus	Psidium
Spesies	<i>Psidium guajava</i> L.

Sumber : Shruthi, dkk. (2013)

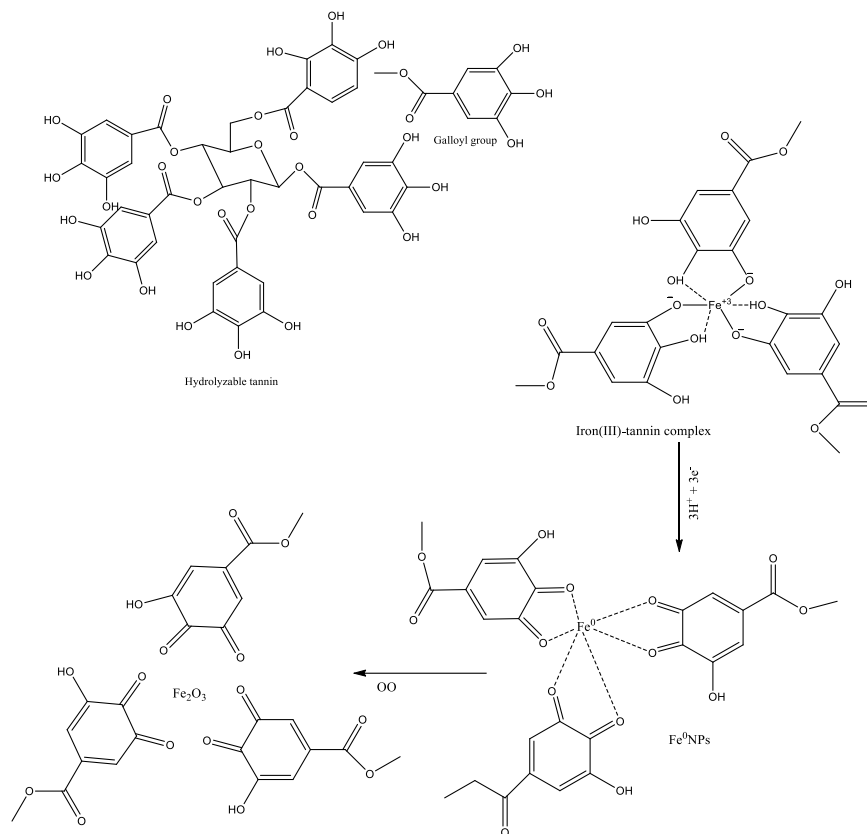
Jambu biji (*Psidium guajava*) adalah pohon tropis yang terkenal secara luas ditanam untuk buahnya. Daun dan kulit kayu memiliki kandungan antimikroba dan

antibakteri. Ekstrak etanol pada batang memiliki sifat antidiabetes. Sedangkan kandungan antioksidan dan fitokimia yang banyak pada jambu biji adalah polisakarida, mineral, minyak atsiri, vitamin, dan asam triterpenoid, termasuk tanin, flavonoid, alkaloid, steroid, glikosida, dan saponin (Adhikari, dkk., 2022). Daun jambu biji mengandung senyawa tanin sebesar  $150,05 \pm 4,76$  % (Sornapudi, dkk., 2022).

Tanin merupakan salah satu senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada tanaman dan disintesis oleh tanaman. Tanin adalah senyawa yang mempunyai berat molekul 500-3000 dan mengandung sejumlah besar gugus hidroksi fenolik yang memungkinkan membentuk ikatan silang yang efektif dengan protein dan molekul-molekul lain seperti polisakarida, asam amino, asam lemak dan asam nukleat (Fahey dan Berger, 1988). Tanin dibagi menjadi dua kelompok yaitu tanin yang mudah terhidrolisis dan tanin terkondensasi. Tanin yang mudah terhidrolisis merupakan polimer *gallic* dan *ellagic acid* yang berikatan ester dengan sebuah molekul gula, sedangkan tanin terkondensasi merupakan polimer senyawa flavonoid dengan ikatan karbon-karbon berupa katekin dan *gallocatechin* (Hidayah, 2016).

Polifenol dalam ekstrak daun jambu biji dapat berfungsi sebagai zat pereduksi dan agen *capping* (Gottimukkala, 2017). *Capping* merupakan proses adsorpsi senyawa organik yang memiliki sifat hidrofobik dan efek sterik pada permukaan partikel logam sehingga pada hasil sintesis serapan ini masih muncul walaupun intensitasnya rendah. Kereaktifan senyawa polifenol yang digunakan sebagai agen *capping* berpengaruh pada efek sterik dan gugus hidroksi, semakin banyak gugus hidroksi maka akan meningkatkan kereaktifan senyawa tersebut

(Arief, dkk., 2015). Mekanisme reaksi antara tanin dengan besi ditampilkan pada Gambar 2.3.



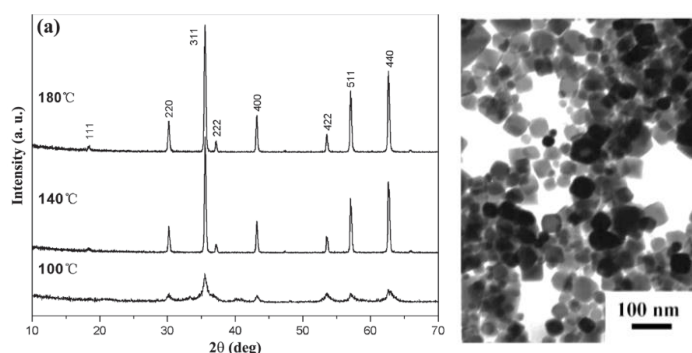
Gambar 2.3 Mekanisme reaksi tanin dengan besi (Shtewi, dkk., 2021)

Gugus *galloyl* mengandung banyak fenolik -OH. Gugus fungsi ini dapat membentuk kompleks yang kuat dengan ion Fe<sup>3+</sup>. Kemudian gugus hidroksil dari polifenol dari senyawa tersebut terdeprotonasi dan bertindak untuk mereduksi ion Fe<sup>3+</sup>. Ion Fe<sup>3+</sup> teroksidasi gugus hidroksil menjadi gugus karbonil dalam reaksi reduksi karena Fe<sup>3+</sup> direduksi menjadi Fe<sup>0</sup> dan selanjutnya dioksidasi oleh oksigen atmosfer atau air yang menghasilkan nanopartikel hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Shtewi, dkk., 2021).

## 2.4 Sintesis Hematit Menggunakan Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal adalah metode yang menggunakan air dan panas yang sifatnya mengubah larutan menjadi kristal (Jung, dkk., 2018). Metode hidrotermal harus dilakukan pada sistem tertutup untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan di atas titik didihnya (Han, dkk., 2018). Metode ini melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup menggunakan air dengan tekanan meningkat dan air tetap sebagai cairan.

Prinsip metode hidrotermal 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. Metode hidrotermal dapat menghasilkan kristalinitas dan kemurnian yang lebih tinggi (Zarringhadam dan Farhadi, 2018). Hidrotermal dianggap efektif untuk mensintesis kristal tunggal  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Selain itu, metode ini memiliki kelebihan biaya yang murah, bereaksi dengan sederhana, dan memiliki dispersibilitas air dari produk yang baik (Li, dkk., 2014).



Gambar 2.4 Hasil (a) XRD dan (b) SEM pada sintesis nanopartikel  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (Wang, dkk., 2018)

Gambar 2.4 menunjukkan hasil XRD dan SEM hematit menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu 100, 140, dan 180°C. Didapatkan puncak dengan intensitas yang tajam dan sempit seiring bertambahnya suhu. Hal tersebut

menunjukkan peningkatan kristalinitas  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Sementara itu, ukuran partikel yang diestimasi menggunakan persamaan Debye-Scherrer juga bertambah seiring bertambahnya suhu reaksi, yakni sebesar 25, 40, dan 45 nm. data XRD dan pada data SEM memiliki morfologi bulat berpori dan beragam (Wang, dkk., 2018).

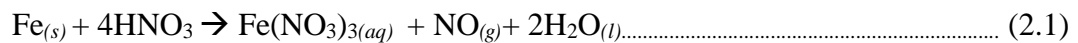
Kalsinasi merupakan tahap akhir dalam proses sintesis hematit yang berupa reaksi dekomposisi secara endotermik. Kalsinasi berfungsi untuk melepaskan gas-gas dalam bentuk hidroksida dan karbonat serta menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan seperti  $\text{H}_2\text{O}$  air kristal dan gas  $\text{CO}_2$ . Selain itu, kalsinasi juga bertujuan untuk mengubah fasa dari fasa transisi menjadi fasa hematit melalui proses *thermal transformation*. Menurut Darezereshki (2012), suhu kalsinasi dapat memberikan fasa transisi yang berbeda-beda pada oksida besi. Suhu kalsinasi 200-400°C terjadi transisi fasa magnetit menjadi magemit, sedangkan pada suhu 400-700°C terjadi transisi fasa maghemit menjadi hematit. Sehingga pada penelitian kali ini akan menggunakan suhu kalsinasi 750°C.

## **2.5 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sebagai Prekursor pada Sintesis Hematit**

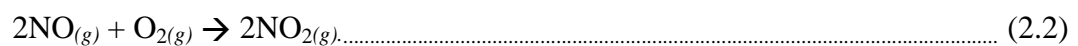
Prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dapat terbentuk dari proses destruksi limbah bubuk besi dengan asam kuat. Frankel (2016) menyebutkan bahwa ion  $\text{Fe}^{3+}$  dalam bentuk  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dapat terbentuk dari destruksi menggunakan asam nitrat. Prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  menghasilkan fasa magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) tetapi ketika diberi suhu tinggi (400-700°C) maka akan berubah ke fasa hematit dengan derajat kristalinitas yang lebih tinggi. Menurut Vogel (1990) menyebutkan bahwa, besi yang ditambahkan dengan asam nitrat pekat menghasilkan ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ). Asam nitrat dapat mengoksidasi Fe dari bilangan oksidasi 0 menjadi 3+ ( $\text{Fe}^{3+}$ ). Pembentukan  $\text{Fe}^{3+}$  lebih dipilih dari

pada ion *ferrous* ( $\text{Fe}^{2+}$ ), hal ini dikarenakan hematit berasal dari ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dan lebih reaktif (Frankel, 2016).

Menurut Nisa (2018), jika material besi ditambahkan asam nitrat pekat maka menghasilkan ion ferri dan gas nitrogen sesuai dengan Persamaan 2.1.



Reaksi diatas menghasilkan gas NO yang tidak berwarna, saat gas tersebut keluar maka akan segera bereaksi dengan oksigen yang ada di udara membentuk gas nitrogen dioksida ( $\text{NO}_2$ ) yang berwarna coklat kemerahan seperti Persamaan 2.2 (Vogel, 1990).



Keberadaan ion ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dalam suatu larutan dapat diketahui dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan ketika direaksikan dengan NaOH sesuai dengan Persamaan 2.3.



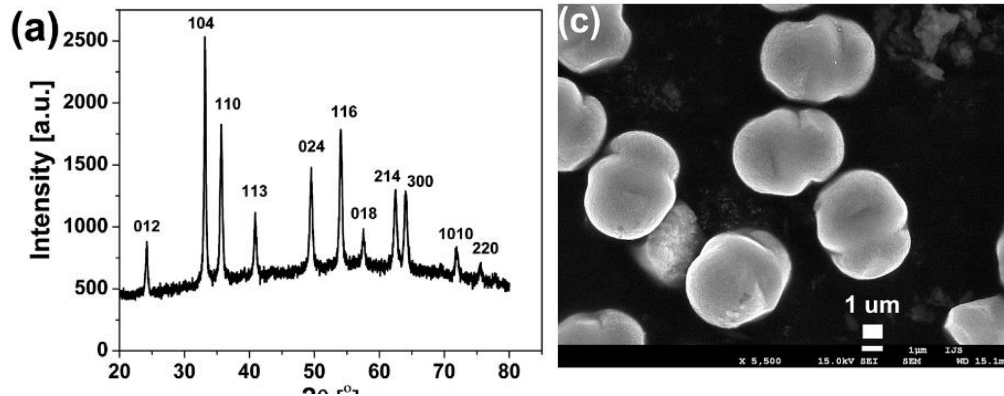
## 2.6 Pengaruh Variasi Suhu Sintesis pada Hematit

Faktor-faktor yang mempengaruhi ukuran partikel dalam sintesis yaitu suhu sintesis, konsentrasi garam pereduksi, dan waktu reaksi (Ariyanta, 2014) Pada proses hidrotermal, suhu reaksi berperan penting dalam hasil akhir yang meliputi ukuran partikel, kristalinitas, dan sifat magnetiknya (Li, dkk., 2014). Semakin besar suhu maka ukuran kristal akan semakin kecil (Müller, dkk., 2015).

Trpkov, dkk. (2018) dalam penelitiannya mensintesis hematit dengan suhu

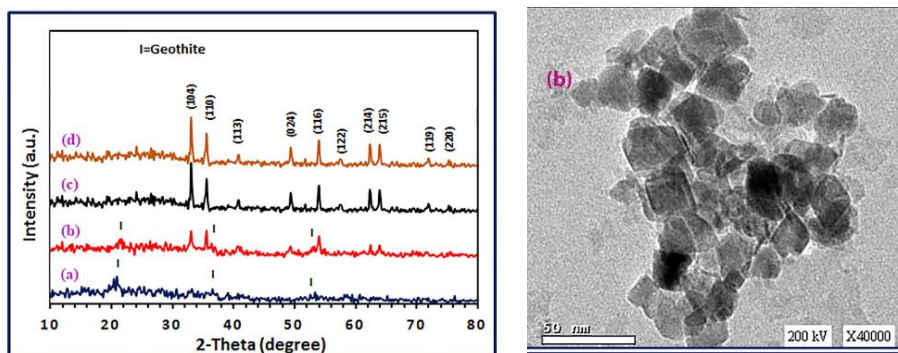


140°C diperoleh hasil ukuran diameter kristal pada kisaran 20-80 nm dengan bentuk partikel kubik. Pada suhu tersebut, terlihat puncak khas difraksi tertinggi hematit yakni pada  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) : 33 dengan nilai  $hkl$  (104).



Gambar 2.4 Hasil XRD dan SEM pada suhu sintesis 140°C (Tprkov, dkk., 2018)

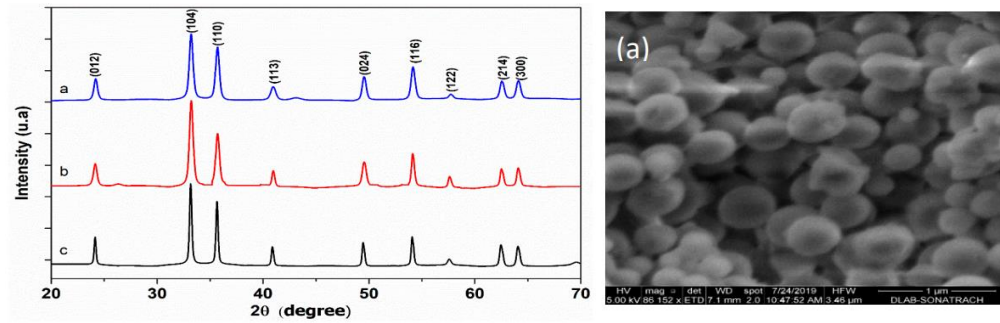
Nassar, dkk. (2018) melakukan sintesis hematit pada suhu 100, 140, 160, dan 180°C menghasilkan ukuran kristal sebesar 22 nm, bentuk partikel kubik dan bulat. Hasil XRD menunjukkan bahwa suhu 160°C menghasilkan produk hematit yang murni. Namun, pada suhu 100 dan 140°C terlihat adanya pengotor berupa geotit.



Gambar 2.5 Hasil XRD dan SEM pada suhu sintesis (a) 100, (b) 140, (c) 160, dan (d) 180°C (Nassar, dkk., 2018)

Benhameda, dkk. (2020) mensintesis hematit pada suhu 180°C menghasilkan struktur hematit berbentuk bulat dengan diameter kristal berkisar

33 nm. Pada suhu tersebut, terlihat puncak khas difraksi tertinggi hematit yakni pada  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) : 33 dengan nilai  $hkl$  (104).



Gambar 2.6 Hasil XRD dan SEM pada suhu sintesis 180°C (Benhammada, dkk., 2020)

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini akan dilaksanakan pada Februari 2023 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRF (*X-Ray Flourescence*) dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju Universitas Negeri Malang (UM). Karakterisasi XRD dilakukan di *Greenlabs* Bandung. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Surabaya. Karakterisasi *Color Reader* dilakukan di Universitas Brawijaya. Adapun karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

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

##### **3.2.1 Alat**

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

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya limbah bubuk besi, aquademineral, HNO<sub>3</sub>, aseton, NaOH, FeCl<sub>3</sub>, dan ekstrak daun jambu.

### 3.3 Desain Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa hematit menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu sintesis 140, 160, dan 180°C. Penelitian ini menggunakan agen pengendap *green synthesis* yaitu ekstrak daun jambu biji. Ekstrak daun jambu biji dikarakterisasi menggunakan XRF dan FTIR. Produk sintesis dikarakterisasi dengan *Color Reader* dan XRD. Hasil sintesis suhu 120°C kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM dan FTIR.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi Sampel

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah bubuk besi berbentuk serbuk dari salah satu industri besi di kota Malang. Limbah bubuk besi dari industri dipisahkan dari kerikil atau tanah menggunakan *magnetic stirrer*. Sampel selanjutnya dicuci menggunakan aquademin dan dikeringkan pada suhu ruang.

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

Sampel limbah bubuk besi ditimbang sebanyak 20 gram. Selanjutnya didestruksi dengan  $\text{HNO}_3$  200 mL 7 M dengan perbandingan dengan sampel sebesar 10:1 (Khoiroh, 2021). Campuran didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam agar terlarut sempurna. Kemudian disaring menggunakan kertas saring untuk menghilangkan pengotor. Selanjutnya, filtrat dipanaskan di atas *hot plate* sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga membentuk *slurry*.

Analisis kualitatif dilakukan dengan cara melarutkan sedikit sampel kedalam aquades lalu ditetesi dengan NaOH 1M untuk mengetahui keberadaan ion  $\text{Fe}^{3+}$ .

Sampel yang mengandung ion  $\text{Fe}^{3+}$  akan terbentuk endapan berwarna merah kecoklatan.

### 3.4.3 Ekstraksi Daun Jambu 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. Kemudian dikeringkan daun pada suhu ruang. Selanjutnya, ditumbuk hingga halus. Daun jambu biji ditimbang sebanyak 40 gram menggunakan neraca analitik, kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass 250 mL. Tahap selanjutnya, ditambahkan aquademin sebanyak 200 mL dan dipanaskan dengan *water bath* selama 30 menit pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$ . Selanjutnya, didiamkan sampai larutan mengendap kemudian disaring menggunakan kertas saring dan didapatkan filtrat yang digunakan sebagai agen reduktor.

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

Padatan prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  7,5 gram dilarutkan dengan aquademin sebanyak 75 mL (perbandingan 1:10) serta diaduk hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer* lalu dicek pH larutan. Setelah campuran homogen, ditambahkan ekstrak daun jambu sebanyak 100 mL sedikit demi sedikit supaya merata dan tetap diaduk dengan *magnetic stirrer*. Selanjutnya, dicek pH. Lalu dipanaskan dalam *autoclave* pada variasi suhu sintesis  $120$ ,  $140$  dan  $160^{\circ}\text{C}$  selama 8 jam. Setelah terbentuk endapan dan filtrat maka larutan didekantasi dan dicuci menggunakan aquademin hingga pH 6. Kemudian dilanjutkan dicuci dengan aseton dan disaring menggunakan corong buchner. Selanjutnya endapan didiamkan pada suhu ruang

hingga kering sempurna dan membentuk serbuk. Serbuk tersebut kemudian dikalsinasi di dalam tanur pada suhu 750°C selama 3 jam (Chabib, 2017).

### **3.5 Karakterisasi Hasil Sintesis**

#### **3.5.1 X-Ray Fluorescence (XRF)**

Prekursor dari limbah bubuk besi dianalisis menggunakan teknik XRF. Analisis dengan XRF ini dapat berupa analisis kualitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk mengetahui jenis unsur yang terkandung dalam limbah. Karakterisasi menggunakan instrumentasi XRF ini dilakukan dengan cara meletakkan sampel dalam *sample holder*. Sampel tersebut disinari dengan sinar-X kemudian diperoleh data berupa persen unsur yang terkandung dalam sampel.

#### **3.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)**

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada sampel hematit untuk mengetahui ukuran kristal, struktur kristal dan parameter kisi hematit. Mula-mula serbuk hematit dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya, sampel ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu  $K\alpha$  ( $\lambda=1,5418\text{\AA}$ ) dengan daya sebesar 30kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) = 20-80.

#### **3.5.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Produk terbaik dari hasil karakterisasi XRD akan dianalisis menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran partikel. Sampel ditempatkan di tempat sampel lalu ditembakkan dengan seberkas elektron berenergi tinggi dan dipantulkan sehingga objek akan terlihat. Pengukuran dilakukan pada

rentang perbesaran 20.000-200.000x sehingga terlihat morfologi dan ukuran partikel.

### 3.5.4 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Hasil sintesis dengan variasi suhu dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsional dan jenis vibrasi pada sampel hematit serta untuk mengetahui adanya ikatan logam-oksigen pada produk yang dihasilkan melalui vibrasi molekul dengan adanya pita penyerapan pada frekuensi tertentu. Sinar inframerah memiliki rentang panjang gelombang dari 2,5-25  $\mu\text{m}$ .

### 3.4.5 Color Reader

Hasil sintesis diletakkan pada tempat sampel dan ditekan-tekan sampai terdengar bunyi yang ditandai dengan lampu menyala. Hasil yang didapat berupa nilai  $L^*$ ,  $a^*$ , dan  $b^*$  dengan skala 0 = 100. Selanjutnya hasil yang diperoleh ditampilkan dan diukur pada grafik untuk mengetahui spesifikasi warnanya.

## 3.5 Analisis Hasil Penelitian

### 3.6.1 Analisis Hasil XRD

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

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

dengan  $D$  adalah ukuran kristal (nm),  $k$  adalah nilai konstanta faktor (0,9-1),  $\lambda$  merupakan panjang gelombang sinar-X (1,54056 Å),  $\beta$  adalah nilai FWHM dalam radian, dan  $\theta$  merupakan sudut Bragg.

### 3.6.2 Analisis Hasil FTIR

Analisa FTIR bertujuan untuk mengetahui adanya ikatan logam-oksigen pada sampel. 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. Pengujian FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel. Kemudian, tentukan karakteristik puncak dan tentukan gugus fungsi yang diperlukan untuk membaca spektrum. Lalu cocokkan hasil spektrum yang diperoleh dengan standar FTIR hematit di SDBS. Pita absorpsi pada senyawa hematit berada pada bilangan gelombang 556 dan 443  $\text{cm}^{-1}$  dengan jenis vibrasi Fe-O *stretching* (Lassoued, 2017).

### 3.6.3 Analisis Hasil SEM

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui informasi-informasi mengenai topografi (ciri-ciri permukaan) dan morfologi (bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek). Hasil karakterisasi SEM diperoleh gambar digital partikel yang akan diolah kembali di Image-J. Untuk menganalisis partikel menggunakan Image-J, dilakukan dengan cara *Image > Type > 8 bit*. Kemudian disesuaikan skala sesuai dengan *scale bar* pada hasil SEM dengan cara *Analyze > Set Scale*. Setelah itu,



diukur panjang tiap partikel yang terlihat menggunakan *line* sehingga didapatkan distribusi ukuran partikel. Lalu dilanjutkan dengan analisis partikel dengan cara *Analyze > Set measurement* untuk menentukan keluaran dalam analisis partikel. Selanjutnya klik *Analyze > Analyze particles* dan simpan data dalam format excel.

Data yang didapatkan lalu diolah dengan 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*. Selanjutnya diklik titik tertinggi yang muncul pada grafik lalu *Open NLFit > Fit until converged* sehingga akan didapatkan tabel ukuran rata-rata partikel dari persamaan fungsi Gaussian.

#### 3.6.4 Analisis Color Reader

Berdasarkan hasil pengukuran tersebut, maka dapat ditentukan nilai kroma ( $C^*$ ) dan *hue* ( $H^o$ ) dengan persamaan 3.2 dan 3.3.

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

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

Hasil perhitungan yang didapat lalu dibandingkan dengan nilai  $L^*$ ,  $C^*$ , dan  $H^o$  dengan standar pigmen hematit.

**BAB IV**  
**HASIL DAN PEMBAHASAN**

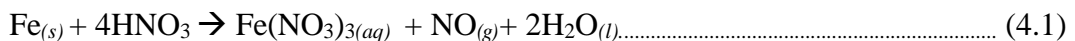
**4.1 Prekursor Ferri (Fe<sup>3+</sup>)**

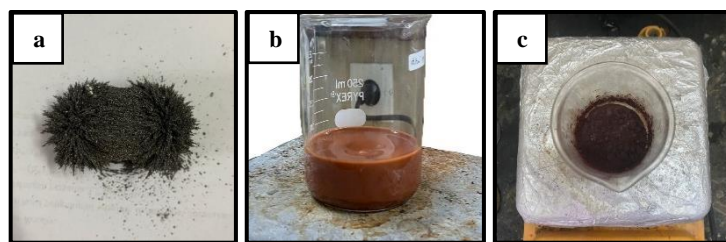
Bahan yang digunakan dalam pembuatan prekursor yakni limbah bubuk besi. Limbah bubuk besi mengandung banyak logam seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF, limbah bubuk besi didominasi oleh senyawa besi yaitu sebesar 96,58%. Hal ini sesuai dengan Khoiroh, dkk. (2019) dimana kandungan Fe pada limbah bubuk besi sekitar 96,08%, akan tetapi limbah bubuk besi masih mengandung unsur-unsur lain dengan kadar yang relatif kecil. Hal ini dikarenakan sampel yang digunakan berasal dari limbah sehingga masih banyak kandungan unsur logam lain. Kadar unsur dalam prekursor ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kandungan unsur pada prekursor Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>

Unsur	Massa (%)
Besi (Fe)	96,58
Mangan (Mn)	0,62
Rubidium (Rb)	0,60
Tembaga (Cu)	0,25
Nikel (Ni)	0,23
Kromium (Cr)	0,20

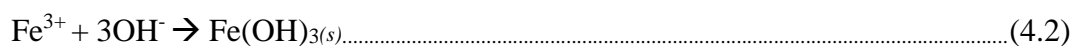
Proses destruksi digunakan untuk memutuskan ikatan logam Fe sehingga dapat membentuk ion ferri (Fe<sup>3+</sup>). Ion ferri dapat digunakan sebagai prekursor untuk mensintesis senyawa hematit yang lebih murni (Legodi, dkk., 2007). Pembentukan prekursor dituliskan sebagaimana Persamaan 4.1 dan Gambar 4.1.





Gambar 4.1 Proses pembuatan prekursor, (a) limbah bubut besi yang telah dipisahkan menggunakan *magnetic stirrer*, (b) hasil pencampuran limbah bubut dengan  $\text{HNO}_3$ , dan (c) hasil pemanasan prekursor hingga kering

Hasil prekursor dilakukan uji kualitatif untuk mengetahui prekursor yang didapatkan adalah prekursor  $\text{Fe}^{3+}$ . Uji kualitatif dilakukan dengan meneteskan  $\text{NaOH}$  pada prekursor. Hasil yang diperoleh yakni terbentuk endapan berwarna merah kecoklatan seperti Gambar 4.2. Menurut Vogel (1990), reaksi  $\text{Fe}^{3+}$  dengan basa kuat akan menghasilkan endapan berwarna merah kecoklatan. Hasil uji kualitatif dicantumkan pada Persamaan 4.2.



Gambar 4.2 Hasil reaksi prekursor ferri dengan  $\text{NaOH}$

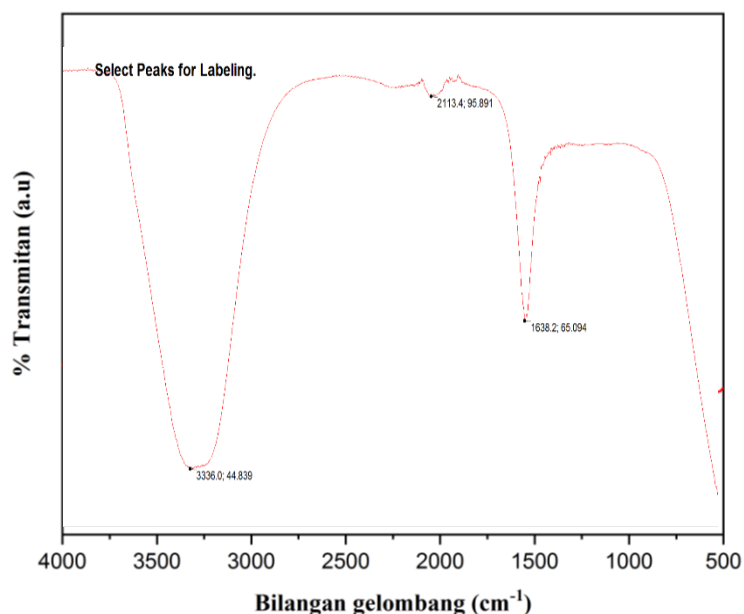
### 4.3 Ekstraksi Daun Jambu Biji

Hasil ekstraksi daun jambu biji diidentifikasi menggunakan spektroskopi FTIR seperti pada Gambar 4.3. Proses ekstraksi daun jambu biji ditunjukkan pada

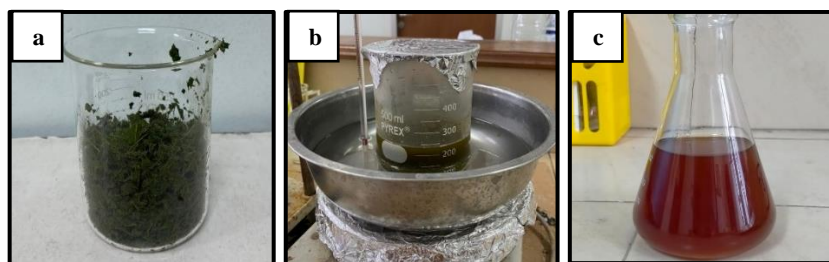
Gambar 4.4. Pada hasil spektra FTIR menunjukkan bahwa serapan yang muncul adalah milik H<sub>2</sub>O dengan adanya gugus O-H *stretching* pada bilangan gelombang 3376 cm<sup>-1</sup> dengan intensitas yang kuat dan melebar. Adapun bilangan gelombang 1638 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus fungsi dari O-H *bending*. Berdasarkan hasil FTIR tersebut menunjukkan bahwa kandungan senyawa metabolit sekunder pada ekstrak daun jambu biji memiliki komposisi yang kecil sehingga tertutup oleh spektrum khas milik air. Dengan demikian metode infusa dinilai kurang efektif untuk digunakan sebagai metode ekstraksi daun jambu biji. Interpretasi hasil FTIR ekstrak daun jambu biji dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Interpretasi hasil spektra FTIR pada ekstrak daun jambu biji

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Intensitas
O-H <i>stretching</i>	3336	<i>Strong</i>
O-H <i>bending</i>	1638	<i>Strong</i>



Gambar 4.3 Hasil spektrum FTIR ekstrak daun jambu biji



Gambar 4.4 Proses pembuatan ekstrak daun jambu biji, (a) daun jambu biji yang sudah ditumbuk dan (b) ekstraksi daun jambu biji, dan (c) hasil ekstraksi daun jambu biji

Ekstrak daun jambu biji kemudian dilakukan uji fitokimia untuk mengetahui kandungan senyawa polifenol seperti tanin. Pengujian ini dilakukan dengan meneteskan  $\text{FeCl}_3$  1%. Selanjutnya, ekstrak mengalami perubahan warna menjadi hitam kehijauan. Hal tersebut dimungkinkan dalam sampel terdapat senyawa polifenol dan dimungkinkan salah satunya adalah tanin (Yadav, dkk., 2011). Uji fitokimia ditunjukkan pada Gambar 4.5.

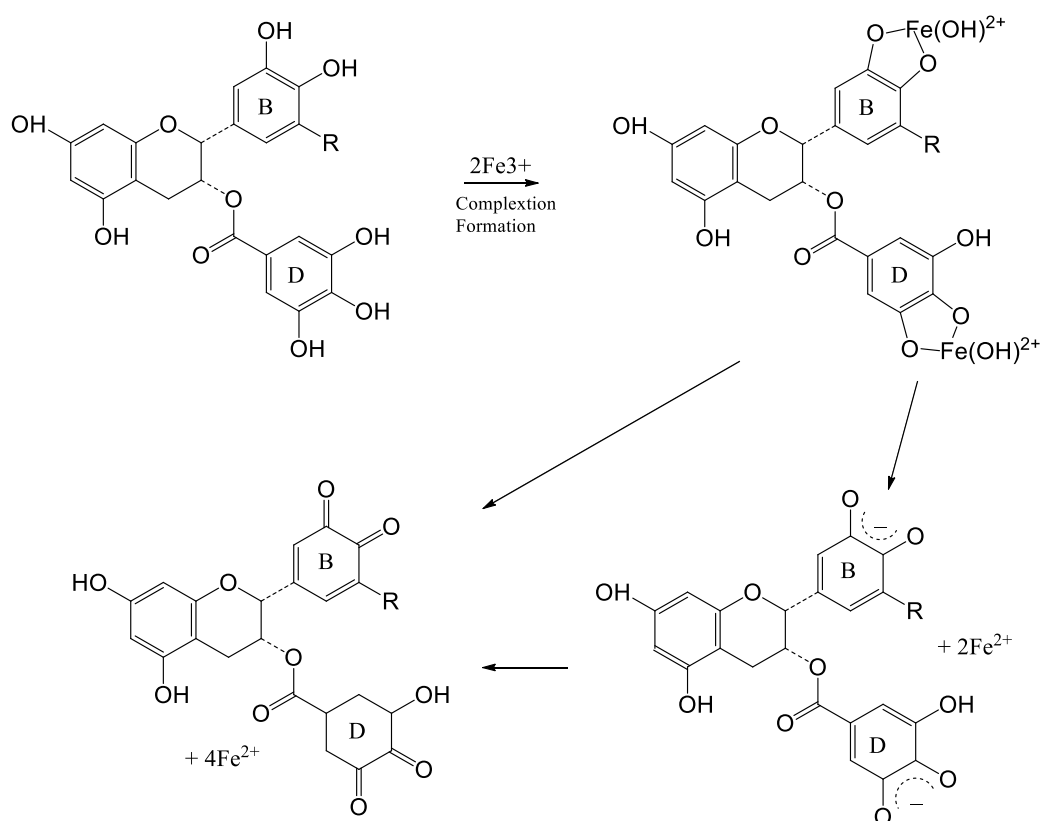


Gambar 4.5 Uji fitokimia ekstrak daun jambu biji

#### 4.4 Hasil Sintesis Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ )

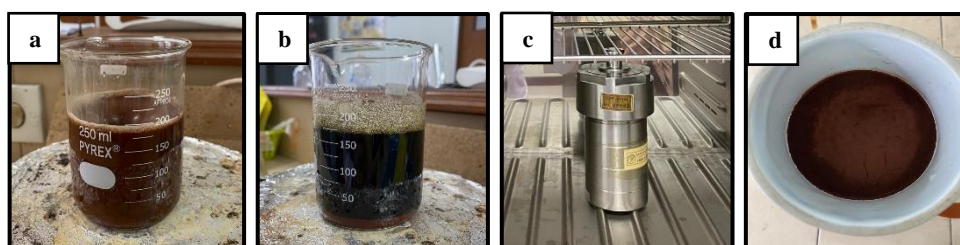
Sintesis dilakukan dengan metode hidrotermal. Tahap awal hidrotermal yakni prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dilarutkan dalam aquademin. Prekursor besi nitrat dapat terurai menjadi ion-ionnya sesuai dengan Persamaan 4.1. Selanjutnya dilakukan penambahan ekstrak daun jambu biji sebanyak 100 mL. Penambahan ekstrak

tersebut berfungsi sebagai agen reduktor. Selain itu ekstrak daun jambu biji juga berfungsi sebagai presipitator yakni agen pengendap. Mekanisme reaksi tanin dengan Fe ditunjukkan pada Gambar 4.6. Adanya endapan pada proses hidrotermal dikarenakan daun jambu biji bersifat sebagai agen pengompleks. Fe terhidrolisis membentuk kompleks dengan cincin B (*galocatechin*) dan cincin D (*gallate*). Kedua ligan menunjukkan kemiripan perilaku pembentukan kompleks dengan  $\text{Fe}(\text{OH})^{2+}$  sebagai spesies utama yang berkontribusi terhadap reaksi. Senyawa tanin memiliki gugus hidroksi yang kaya elektron bebas sehingga dapat membentuk ikatan dengan senyawa elektropositif pada kristal besi oksida. Adanya peningkatan suhu mengakibatkan terjadinya transformasi besi  $\text{Fe}(\text{OH})^{2+}$  menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .



Gambar 4.6 Mekanisme reaksi tanin dengan logam Fe (Ryan, dkk., 2007)

Campuran yang telah ditambahkan ekstrak daun jambu biji selanjutnya dimasukkan kedalam reaktor hidrotermal selama 8 jam dengan suhu 120, 140, dan 160°C. Pemanasan ini bertujuan untuk inisiasi pembentukan fasa transisi sebelum fasa hematit terbentuk serta untuk mengetahui suhu optimal pembentukan hematit. Selanjutnya yaitu pencucian sampel dengan aquademin hingga pH 6 bertujuan untuk menghilangkan pengotor. Penyaringan dilakukan dengan corong buchner untuk mengurangi kadar air yang terdapat dalam sampel. Hasil dari pengeringan menggunakan corong buchner yakni berupa serbuk dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam. Kalsinasi bertujuan untuk mengubah fasa dari fasa transisi menjadi fasa hematit sehingga senyawa organik sudah tidak terbaca ketika setelah kalsinasi. Tahapan proses hidrotermal ditunjukkan pada Gambar 4.7.



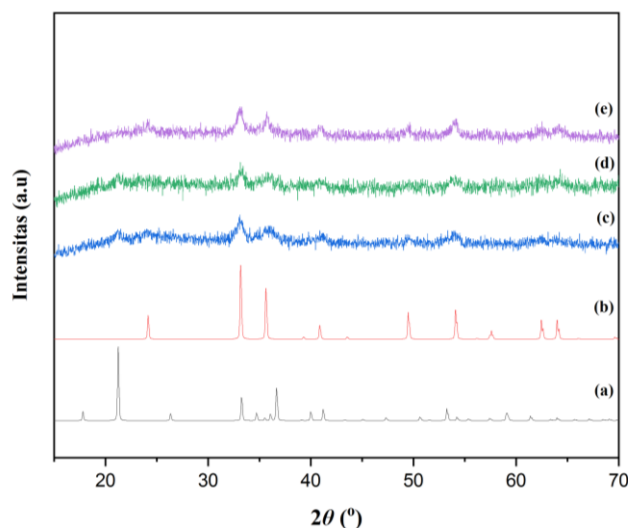
Gambar 4.7 Proses hidrotermal (a) pelarutan prekursor dengan aquademin, (b) penambahan ekstrak daun jambu biji (c) sintesis menggunakan reaktor hidrotermal, dan (d) endapan hasil penyaringan

#### 4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

Karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui senyawa yang diperoleh serta kristalinitas hasil sintesis. Sampel sebelum kalsinasi dilakukan karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk. Hasil difraktogram kemudian dibandingkan dengan puncak senyawa standar yang dimungkinkan

terbentuk pada proses sintesis menggunakan program Origin yang ditampilkan pada Gambar 4.8.

Karakterisasi produk hasil sintesis dengan metode hidrotermal sebelum kalsinasi menyatakan bahwa pada suhu 120, 140°C terdapat puncak  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) : 24,13 dan 22,3 yang menunjukkan adanya pengotor berupa geotit pada  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) : 23 (JCPDS No. 29-0713) dengan intensitas yang rendah dan melebar. Hal ini berarti pada suhu tersebut belum terjadi pemutusan reaksi fasa transisi sebelum terbentuknya fasa hematit. Pada variasi suhu 160°C, puncak geotit terlihat menghilang yang membuktikan telah terbentuk hematit. Hal tersebut menunjukkan bahwa suhu sintesis dapat memengaruhi derajat kristalinitas. Puncak yang dihasilkan menunjukkan bahwa produk hasil sintesis sebelum kalsinasi memiliki kristalinitas yang rendah dengan puncak yang tidak tajam dan lebar.

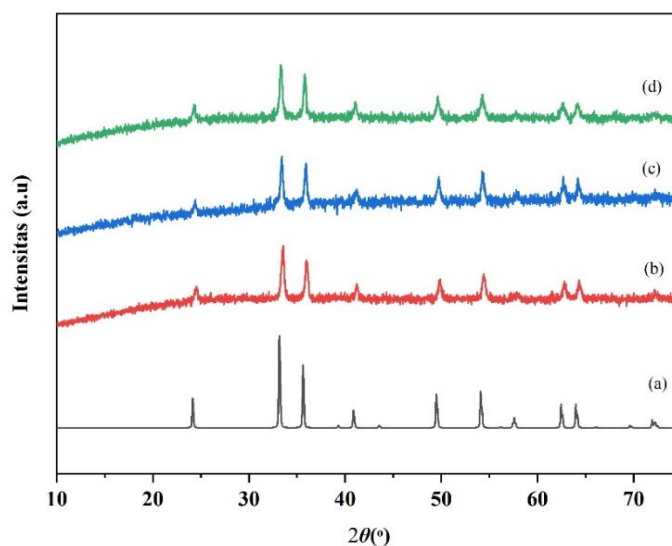


Gambar 4.8 Difraktogram hasil sintesis sebelum kalsinasi, (a) standar geotit (JCPDS No. 29-0713), (b) standar hematit (JCPDS No. 33-0664), (c) 120, (d) 140 dan (e) 160°C

Sampel hasil sintesis setelah kalsinasi dianalisis dengan membandingkan posisi puncak  $2\theta$  dengan standar hematit (JCPDS No. 33-0664) yang ditampilkan



pada Gambar 4.9. Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan, ketiga puncak produk hasil sintesis identik dengan puncak standar senyawa hematit pada posisi puncak  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) : 33 dan 35 dengan intensitas yang tajam dan sempit dibandingkan dengan hasil sintesis sebelum kalsinasi. Hal ini menunjukkan bahwa proses pemanasan memengaruhi derajat kristalinitas produk hasil sintesis. Kesamaan pola difraksi dengan standar menggambarkan sampel memiliki fasa hematit murni tanpa membentuk fasa lain.



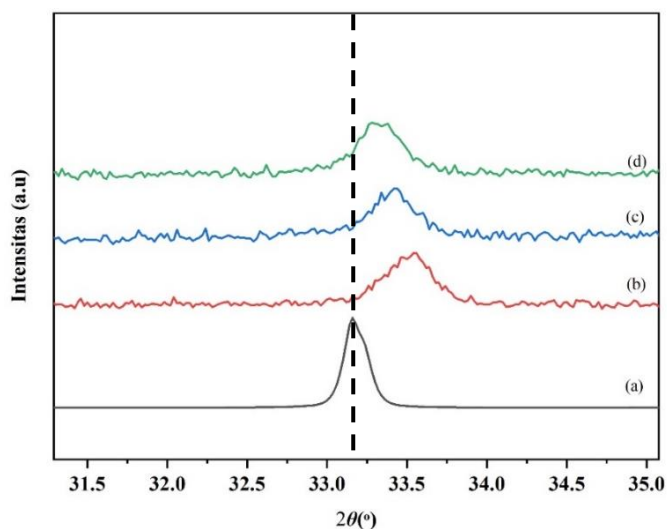
Gambar 4.9 Difraktogram hasil sintesis setelah kalsinasi, (a) standar hematit (JCPDS No. 33-0664), (b) 120, (c) 140, dan (d) 160 $^{\circ}$ C

*Crystallite size* dihitung melalui persamaan Debye-Scherrer sesuai Tabel 4.3. Berdasarkan perhitungan, diketahui bahwa senyawa hematit hasil sintesis memiliki ukuran kristal dengan kisaran 24,8-34,2 nm. Hal ini menandakan bahwa kristal tersebut termasuk dalam nanokristal. Dari data tersebut dapat dilihat bahwa suhu sintesis tidak terlalu berpengaruh secara signifikan terhadap ukuran kristal. Semakin besar ukuran kristal maka nilai FWHM akan semakin kecil. Hal ini dibuktikan dengan rumus Debye-Scherrer pada Persamaan 3.1.

Tabel 4.3 Ukuran kristal senyawa hematit setelah kalsinasi

Variasi Waktu Sintesis (°C)	$2\theta$ (°)	FWHM	Crystallite Size (nm)
120	33,52	0,38	25,1
140	33,42	0,24	34,2
160	33,28	0,29	27,9

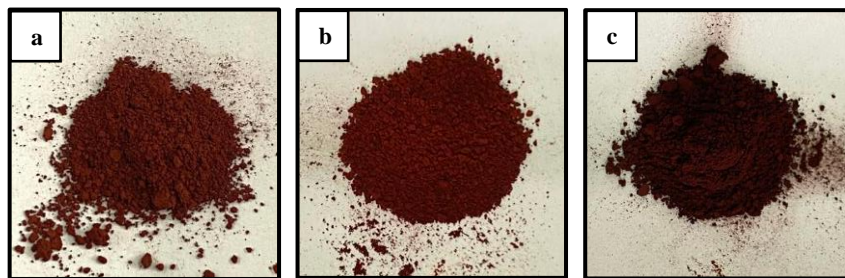
Gambar 4.10 menunjukkan puncak senyawa hematit mengalami pergeseran. Puncak senyawa hematit dengan suhu sintesis 120°C mengalami pergeseran ke  $2\theta$  lebih besar yang berdampak terhadap ukuran kristal yang dihasilkan. Pergeseran tersebut terjadi karena kristalinitas yang terbentuk belum sempurna (amorf).



Gambar 4.10 Perbesaran beberapa puncak tertinggi hasil sintesis setelah kalsinasi, (a) standar hematit (JCPDS 33-0664), (b) 120, (c) 140, dan (d) 160°C

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

Sampel hematit 120°C menunjukkan warna merah. Hematit 140°C menunjukkan warna oranye-kemerahan. Sedangkan hematit 160°C menunjukkan warna merah gelap sebagaimana Gambar 4.11. Rentang nilai  $L^*$ ,  $C^*$ ,  $H^\circ$  standar hematit dan hasil analisis warna sampel hematit hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.4.



Gambar 4.11 Hasil *Color Reader* (a) 120, (b) 140 dan (c) 160°C

Nilai  $L^*$  menggambarkan tingkat kecerahan,  $a^*$  menunjukkan koordinat variasi warna hijau-merah pada sampel, sedangkan  $b^*$  tingkat warna biru-kuning,  $C^*$  (*chroma*) menunjukkan intensitas kemurnian warna, dan  $H^o$  (*hue*) menunjukkan corak warna dari pigmen. Tabel 4.4 menunjukkan bahwa pigmen hematit hasil sintesis masuk dalam rentang standar warna pigmen hematit. Berdasarkan hasil tersebut menunjukkan bahwa variasi suhu sintesis tidak berpengaruh secara signifikan terhadap nilai  $L^*$  hasil sintesis. Pada nilai  $H^o$ , hasil sintesis melebihi rentang standart hematit namun tidak terlalu jauh sehingga masih sesuai dengan standart hematit. Nilai  $a^*$  dan  $b^*$  akan semakin menurun seiring dengan meningkatnya suhu sintesis.

Tabel 4.4 Hasil uji warna pigmen hematit

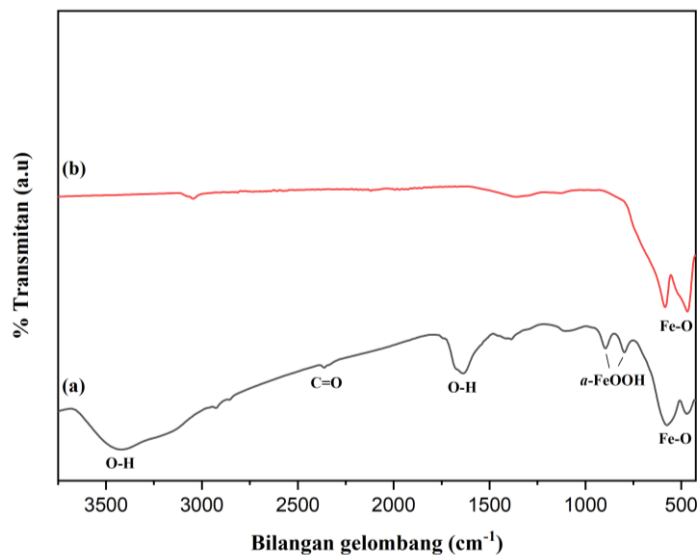
Variasi Suhu Sintesis (°C)	Uji Warna				
	$L^*$	$C^*$	$H^o$	$a^*$	$b^*$
Standar Hematit	25-45	9-42	21-57		
120 °C	40,48	25,92	57,60	13,53	22,11
140 °C	37,63	26,94	59,80	12,77	23,71
160 °C	41,07	20,20	57,80	9,87	17,6

#### 4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR

Hasil sintesis diidentifikasi menggunakan spektroskopi FTIR. Gambar 4.12 merupakan identifikasi hasil sintesis suhu 120°C sebelum dan setelah kalsinasi. Pada hasil sintesis variasi suhu 120°C sebelum kalsinasi, serapan gugus khas senyawa hematit terdeteksi pada bilangan gelombang 471 dan 575  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan mode vibrasi Fe-O *stretching* dengan intensitas yang rendah. Serapan 797 dan 895  $\text{cm}^{-1}$  merupakan karakteristik bilangan gelombang khas getaran tekuk FeOOH pada senyawa geotit ( *$\alpha$ -FeOOH*) (Ghos, dkk., 2011). Serapan pada bilangan gelombang 1637  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya gugus dari O-H *bending* yang berasal dari molekul air. Serapan 2361  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsional C=O *stretching* pada CO<sub>2</sub> di atmosfer. Adanya gugus pada bilangan gelombang 3418  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus O-H *stretching* dari molekul air dengan intensitas yang masih kuat. Serapan gugus OH yang kuat mengindikasikan kuatnya ikatan OH dengan kation-kation yang ada. Berdasarkan hasil FTIR tersebut menunjukkan bahwa produk sintesis sebelum kalsinasi masih mengandung sisa-sisa komponen dari ekstrak daun jambu.

Hasil sintesis setelah kalsinasi menunjukkan ada beberapa serapan yang hilang dan intensitas semakin tinggi pada senyawa utama jika dibandingkan dengan sebelum kalsinasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.12. Serapan gugus khas senyawa hematit, yaitu Fe-O muncul pada serapan 471 dan 541  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas yang lebih tajam dan kuat. Serapan khas metabolit sekunder dari daun jambu biji tampak menghilang akibat adanya suhu pemanasan yang tinggi. Akan tetapi dilihat dari spektrum Gambar 4.3 menunjukkan bahwa ekstrak daun jambu biji memiliki konsentrasi yang kecil sehingga mekanisme reaksi sintesis hematit oleh

reduktor daun jambu biji masih perlu dikaji lebih lanjut untuk mengetahui pengaruh yang sebenarnya. Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 4.5.



Gambar 4.12 Hasil spektra FTIR (a) hasil sintesis suhu 120°C sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi

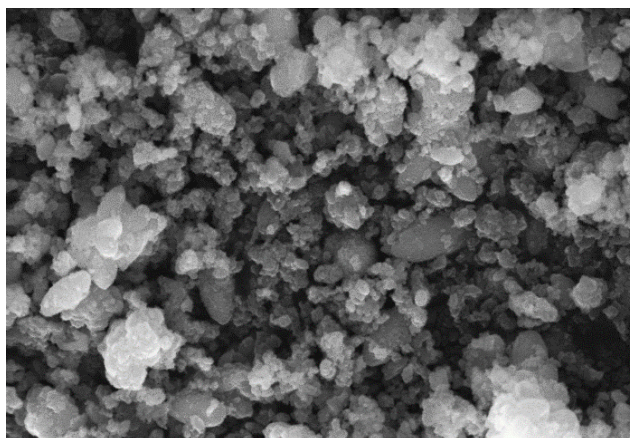
Tabel 4.5 Intepretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis

Gugus fungsi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	
	Sebelum kalsinasi	Setelah kalsinasi
Ikatan vibrasi Fe-O FeOOH pada geotit ( <i>a</i> -FeOOH)	471 dan 575	471 dan 541
O-H bending tersier	1637	-
C=O <i>stretching</i>	2361	-
O-H <i>stretching</i>	3418	-

#### 4.8 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM

Morfologi permukaan hasil sintesis dapat dianalisis menggunakan SEM. Hasil karakterisasi SEM variasi suhu 120°C cenderung memiliki morfologi bulat dan tidak teratur. Pada suhu tersebut menunjukkan adanya aglomerasi. Aglomerasi

terjadi akibat produk hasil sintesis berukuran nanometer sehingga mudah teraglomerasi ketika terkena panas/energi berlebih pada proses kalsinasi (Su, dkk., 2016). Selain itu, aglomerasi juga terjadi dikarenakan kristalinitas yang rendah dan terdapat *noise* yang dibuktikan dengan hasil difraktogram XRD produk hasil sintesis. Hasil uji SEM pada perbesaran 25.000x ditampilkan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Hasil karakterisasi SEM sampel hematit variasi suhu 120°C

#### **4.9 Pemanfaatan Limbah Bubut Besi**

Besi menjadi salah satu bahan industri yang dapat dimanfaatkan guna membantu keberlangsungan hidup manusia namun banyak industri yang mengolah besi tersebut dan membuang limbahnya ke lingkungan tanpa melalui proses pengolahan. Hal ini dapat menyebabkan kerusakan dan pencemaran lingkungan yang akan memicu bencana alam.

Sugiharto (1997) menyatakan bahwa limbah bubuk besi yang berukuran kecil tidak dapat dimanfaatkan lagi dan akan dibuang secara langsung ke lingkungan. Pembuangan limbah bubuk besi yang melebihi ambang batas akan menyebabkan pencemaran lingkungan dikarenakan sifat besi yang korosif dan

dapat menurunkan kesuburan tanah, Kerusakan yang akan terjadi dimuka bui disebabkan oleh ulah manusia dan Allah Swt. mendatangkan bencana agar manusia mengetahui perbuatannya. Allah Swt. berfirman dalam surat ar-Rum (41) yang berbunyi:

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

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

Al-Quran surat ar-Rum ayat 41 mengungkapkan bahwa di alam dunia telah banyak terjadi kerusakan dan bencana, baik di laut maupun darat. M. Quraish Shihab dalam Tafsir Al-Misbah memahami ayat di atas dengan artinya kerusakan lingkungan, karena ayat di atas menghubungkan *al-Fasad* tersebut menggunakan kata laut dan darat. M.Quraish Shihab juga mengartikan kata *al-Fasad* disini dengan kekeringan dan kekurangan hasil laut dan sungai. Apabila dicermati pada masa sekarang terjadinya ketidakseimbangan sistem alam karena perbuatan manusia. Kerusakan terjadi dimana-mana sehingga timbul bencana alam di daratan, lautan ataupun udara. Sedang Sayyid Qutub menyebutkan keterkaitan *al-Fasad* dengan kondisi-kondisi kehidupan manusia, perbuatan mereka dan usaha mereka serta akidah dan amal mereka. Hal itulah yang akan menghasikan kerusakan di bumi, daratan dan lautan, dan yang memuat kerusakan itu menguasai kehidupannya.

Secara normatif Al-Quran menerangkan bahwa alam semesta diciptakan dalam keadaan seimbang. Alam semesta ini dibuat oleh Allah SWT. dalam sebuah

aturan yang sesuai dengan jenis hidup manusia. Akan tetapi manusia berperilaku buruk yang dapat menghancurkan alam ini, hingga terjadi ketidakseimbangan alam. Nabi Muhammad Saw. dari Ibnu Abbas RA yang diriwayatkan oleh Imam Ahmad, Ibnu Majah, dan lainnya:

لَا ضَرَرَ وَلَا ضِرَارَ

Artinya: “Tidak boleh melakukan sesuatu yang membahayakan diri sendiri ataupun orang lain”.

Dalam hadits tersebut, Nabi Muhammad Saw. menjelaskan bahwa *dharar* (melakukan sesuatu yang membahayakan) dilarang dalam syariat. Maka tidak halal bagi seorang muslim mengerjakan sesuatu yang membahayakan dirinya sendiri atau membahayakan saudaranya sesama muslim. Hal tersebut baik berupa perkataan atau perbuatan tanpa alasan yang benar.

Bencana yang disebabkan oleh pencemaran lingkungan ini dapat diatasi dengan manusia yang menjaga kelestarian lingkungannya. Hal ini dikarenakan hanya manusia yang diberikan akal agar dapat berpikir untuk mengelola lingkungan agar tidak merusak lingkungannya. Salah satu upaya penanggulangan pencemaran lingkungan yakni dengan mengolah limbah bubuk besi menjadi pigmen hematit.

Allah Swt. berfirman dalam surah Ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ. الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا  
وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا تُسَبِّحُكَ فَقِنَا  
عَذَابَ النَّارِ

Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang yang berakal.(Yaitu)



*orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan 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."*

Ayat 190 pada surat Ali Imran menjelaskan tentang penciptaanNya serta Allah Swt. memerintahkan (menjadi *uulul albaab*). Adapun ayat 191 menjelaskan tentang sebagian ciri-ciri dari *uulul albaab*, yakni orang-orang yang selalu mengingat Allah SWT. dengan ucapan atau hati. Dalam kondisi dan situasi apapun, kaum *uulul albaab* selalu memikirkan penciptaan alam raya ini. Setelah itu mereka berkesimpulan bahwa Allah Swt. menciptakan alam semesta ini dengan tidak sia-sia. Kaum *uulul albaab* yang dijelaskan pada ayat ini adalah orang-orang yang mengintegrasikan antara berpikir dan berdzikir, dan menjadikannya sebagai satu kesatuan yang tidak terpisahkan.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **4.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil yang didapatkan dari penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa:

- a. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa suhu sintesis tidak berpengaruh secara signifikan terhadap ukuran kristal. Ukuran kristal yang dihasilkan berkisar antara 24,8-34,2 nm. Nilai warna yang dihasilkan pada semua variasi suhu sintesis yang digunakan sesuai dengan standart pigmen hematit. Variasi suhu sintesis menghasilkan semakin lama waktu sintesis maka pigmen yang dihasilkan semakin merah degan berkurangnya nilai kekuningan dan semakin gelap.
- b. Hasil SEM menunjukkan bahwa morfologi beragam, bentuk partikel didominasi bulat dan masih terjadi aglomerasi. Identifikasi hematit menggunakan FTIR variasi suhu sintesis 120°C menghasilkan serapan gugus khas hematit yaitu ikatan vibrasi Fe-O pada bilangan gelombang 471 dan 541  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas tajam dan kuat.

#### **4.2 Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya yakni diperlukan metode ekstraksi yang lebih efektif untuk meningkatkan konsentrasi ekstrak daun jambu biji sehingga dapat diketahui peranan daun jambu biji sebagai reduktor dalam sintesis hematit. Selain itu, diperlukan adanya pengontrolan saat penambahan agen pengendap

dengan penambahan ekstrak yang lebih konstan. Adanya pengontrolan ini diharapkan saat pembentukan kristal dapat membentuk morfologi yang lebih seragam dengan ukuran partikel kecil.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adhikari, Anup., Chetri, Kisan., Acharya, Debendra., Pant, Bishweshwar, Pant., dan Adhikari, Achyut. (2022). Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Using Psidium guajava L. Leaves Extract for Degradation of Organic Dyes and Anti-microbial Applications. *Catalyst*. Vol. 12, No. 10, pp. 1188.
- Benhammada, Abdenacer., Trache, Djalal., Kesraoui, Mohamed., dan Chelouche, Salim. 2020. Hydrothermal Synthesis of Hematite Nanoparticles Decorated on Carbon Mesospheres and Their Synergetic Action on the Thermal Decomposition of Nitrocellulose. *Nanomaterials*. Vol. 10, No. 5, pp. 968.
- Cui, Hongtao., Ren, Wanzhong., Lin, Peng., dan Liu, Yan. 2013. Structure Control Synthesis of Iron Oxides Polymorph nanoparticles through an epoxide precipitation route. *Journal of Experimental Nanoscience*. Vol. 8, No. 7, pp. 869-875
- Dahemat, Christina Natalia., Sonik, Denci Ana., Anggrowati, Adriana Anteng., dan Sudaryanto, Yohanes. 2019. Tannin Based Adsorbent (Tba) Dari Daun Jambu Biji (Psidium Guajava L.) untuk Menyerap Ion Logam Cr(Vi) Dalam Air Limbah. *Scientific Journal Widya Teknik*. Vol. 18, No.1.
- Darezereshki, Esmaeel., Bakhtiar, Fereshteh., Alizadeh, Mostafa., Vakylabad, Ali Behrad., dan Ranjibar, Mohammad. 2012. Direct Thermal Decomposition Synthesis And Characterization Of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*. Vol. 15, No. 1, pp. 91–97.
- Demirezen, Derya Aksu., Yildiz, Yalcin Sevki., Yilmaz, Seyda., dan Yilmaz, Dilek Demirezen. 2018. Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanopartikel using Ficus carica (common fig) Dried Fruit Extract. *Journal of Bioscience and Bioengineering*. Vol.10, No. 20, pp. 1-5.
- Durga, R., Anand, S., Rajkumar, K., Ramalingam, S., dan Sundararajan, R. S. 2016. Molecular Structure, Vibrational Spectra (FTIR and FT-Raman), Electronic Spectra (UV-Visible and NMR Analysis on Hydroquinone Using HF and DFT Calculations. *International Advanced Research Journal in Science, Engineering and Technology*. Vol. 3, No. 5, pp. 211-223.
- Fakhruddin, Miftahul Jannah. 2019. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. pp. 110.
- Firmansari, V., Ratnawulan, Ramli., Fauzi, A. 2016. Pengaruh Waktu Milling terhadap Ukuran Butir Forsterite (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) dari Batuan Dunit di Daerah Jorong Tongar Nagari Aur Kuning, Kabupaten Pasaman Barat. *Pillar of Physics*. Vol.8, No. 89-96.
- Ghosh, Malay Kumar., Poinern, Gerrard Eddy Jai., Issa, Touma B., dan Singh, Pritam. Arsenic Adsorption on Geothite Nanoparticles Produced through

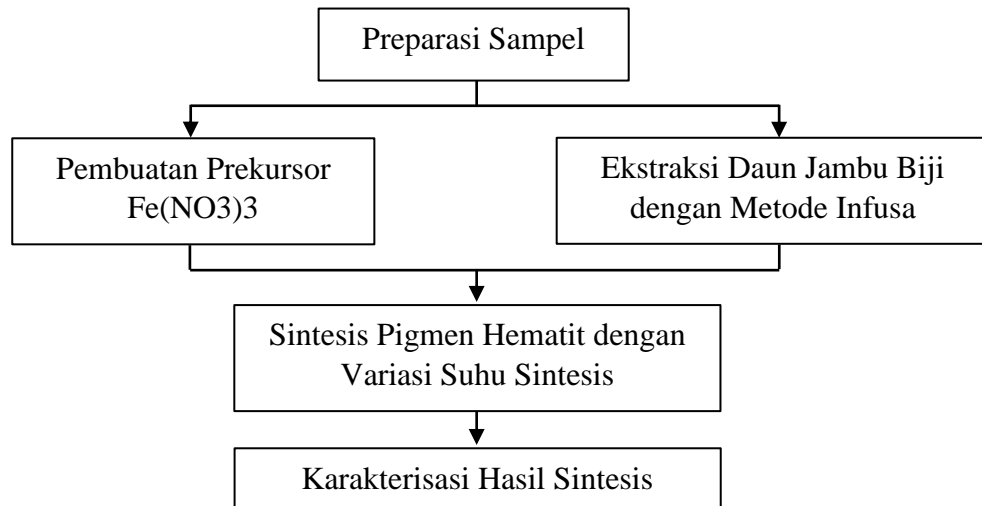
- Hydrazine Sulfate Assited Synthesis Method. *Korean Journal Chemistry*. Vol. 29, No. 1, pp. 95-102.
- Gingasu, Dana., Mindru, Ioana., Patron, Luminita., Moreno, Jose Maria Calderon., Maclolu, Oana Catalina., Preda, Silviu., Stanica, Nicolae., Nita, Sultana., Dobre, Nicoleta., Popa, Marcela., Gradisteanu, Gratiela., dan Chifiriuc, Mariana Carmen. 2016. Green Synthesis Methods of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  and  $\text{Ag-CoFe}_2\text{O}_4$  Nanoparticles using Hibiscus Extracts and Their Antimicrobial Potential. *Journal of Nanomaterials*. pp. 1–12.
- Han, Yuchen., Gonella, Giorgio., Adam, Nicole., Schippers, Axel., Burkardt., Kurtz, Stefan., Schampera, Ulrich Schwarz., Franke, Henrike., dan Perner, Mirjam. 2018. Hydrothermal Chimneys Host Habitat-Specific Microbial Communities: Analogues for Studying the Possible Impact Of Mining Seafloor Massive Sulfide Deposits. *Scientific Reports*. Vol. 8, No. 1, pp. 10386.
- Iskandar, Muhammad Ryan., Erlina., dan Pohan, Nazira Aulia. 2022. Pengaruh Penambahan Limbah Bubut Besi terhadap Kuat Tekan Beton. *Civil Engineering and Technology Journal*. Vol.4, No. 2, pp. 16.
- Jung, Kyung Won., Lee, Seon Yong., dan Lee, Young Jae. 2018. Hydrothermal Synthesis Of Hierarchically Structured Birnessite-Type  $\text{MnO}_2/\text{Biochar}$  Composites for the Adsorptive Removal of  $\text{Cu(II)}$  from Aqueous Media. *Bioresource Technology*. Vol. 260. pp. 204–212.
- Khoiroh, Lilik Miftahul. Mardiana, Diah., Sabarudin, Akhmad., dan Ismuyanti, Bambang. 2013. Synthesis of Hematite Pigments ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) by Thermal Transformations of  $\text{FeOOH}$ . *Journal Pure Applicaton Chem*. Vol.2, No. 1, pp. 8.
- Kongsat, Pantharee., Kudkaew, Kobkun., Tangjai, Jiratikul., Rear, Edgar., dan Pangproyoon, Thirawudh. 2021. Synthesis of Structure-Controlled Hematite Nanoparticles by a Surfactant-Assisted Hydrothermal Method and Property Analysis. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. Vol. 148, pp. 109685.
- Kumar, Kesarla Mohan., Mandal, Badal Kumar., dan Tammina, Sai Kumar. 2013. Green Synthesis of Nano Platinum using Naturally Occurring Polyphenols. *RSC Advances*. Vol. 3, No. 12, pp. 4033.
- Legodi dan de Wall. 2007. The Preparation of Magnetite, Geothite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality From Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*. 74(1). 161-168
- Li, Jingchao., Shi, Xiangyang. dan Shen, Mingwu. 2014. Hydrothermal Synthesis and Functionalization of Iron Oxide Nanoparticles for MR Imaging Applications. *Journal of Particle System Characterization*. pp. 15.

- Mailoa, Meigy Nelce., Mahendradatta, Meta., Laga, Amran., dan Djide, Natsir. 2014. Antimicrobial Activities of Tannins Extract From Guava Leaves (*Psidium Guajava* L) on Pathogens Microbial. *International Journal of Science and Technology Research*. Vol. 3, No. 1, pp. 6.
- Mu, Yi., Jia, Falong., Ai, Zhihui., dan Zhang, Lizhi. 2017. Iron Oxide Shell Mediated Enviromental Remediation Properties of Nano Zero-Valent Iron. *Environmental Science: Nano*. Vol. 4, No. 1, pp. 27-45.
- Müller, Marcelo., Villalba, Juan Carlo., Mariani, Filipe Quadros., Dalpasquale, Mariane., Lemos, Milena Zvolinski., Huila, Manuel Fernando Gonzalez., dan Anaissi, Fauze Zaco. 2015. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments Through The Method Of The Forced Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dye and Pigments Journal*. Vol. 12, No. 271-278, pp. 3.
- Nassar, Mostafa., Ahmed, Ibrahim., dan Hendy, Hend. 2018. A Facile One-Pot Hydrothermal Synthesis of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanostructures and Cephalexin Antibiotic Sorptive Removal From Polluted Aqueous Media. *Journal of Molecular Liquids*. Vol. 271, pp. 844–856.
- Nuayi, Abdul Wahidin. Sintesis Nanopartikel Besi (III) Oksida (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan Menggunakan Salt-Assited Combustion Method (SCAM). *Journal of Educational Chemistry*. Vol. 12, No. 1, pp. 1-6.
- Quddus, Saiful., Rahman, Lutfor., Khanam, Juliya., Biswas, Bristy., Sharmin, Nahid., Ahmed, Samina., dan Neger, Tahuran. 2018. Synthesis and Characterization of Pigment Grade Red Iron Oxide from Mill Scale. *International Research Journal of Pure and Applied Chemistry*. Vol. 16, No.4, pp. 1–9.
- Rahmawati, Dewi Elok., Khoiroh, Lilik Miftahul., Ningsih, Rachmawati., Yusniyanti, Febi., Solawati, Wariatus., dan Puspasari. 2020. Synthesis of Hematite Pigment ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) from Iron Lathe Waste using Precipitation-Sonication Method as Anti-Swelling on Wood', *International Journal of Mechanical Engineering Technologies and Applications*. Vol. 1, No. 2, pp. 69.
- Rosanti, Santi Dewi. dan Puryanti, Dwi. 2015. Pengaruh Temperatur terhadap Ukuran Partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan Template PEG-2000 menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Ilmu Fisika Universitas Andalas*. Vol. 7, No.1, pp. 39–44.
- Rufus, Alex., Sreju., dan Philip, Daizy. 2016. Synthesis of Biogenic Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles for Antibacterial and Nanofluid Applications. *RSC Advances*. Vol. 6, No. 96, pp. 94206–94217.
- Ryan, Paul dan Hynes, Michael. 2007. The Kinetics and Mechanisms of the Complex Formation and Antioxidant Behaviour of the Polyphenols EGCg

- and ECG with iron (III). *Journal of Inorganic Biochemistry*. Vol. 101, pp. 585-593
- Su, Minsua., He, Chun., dan Shih, Kaimin. 2016. Facile Synthesis of Morphology and Size Controlled  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nano and Microstructures by Hydrothermal/Solvothermal Process: The Roles of Reaction Medium and Urea Dose. *Ceramics International*. Vol. 42, No. 13, pp. 14793-14804.
- Shriner, Ralph. 2004. *The Systematic Identification of Organic Compound (8th ed)*. Wiley: John Wiley and Sons, Inc.
- Shtewi, Fatma Ali., Barag, Wedad Mohammed., dan Tarroush, Awatef Abdulsalam. 2021. Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using Menthapiperita Leaves Extract. *Science and Technology Journal*. Vol. 24, pp 1-21.
- Trpkov, Djordje., Panjan, Matjaz., Kopanja, Lazar., dan Tadic, Marin. 2018. Hydrothermal Synthesis, Morphology, Magnetic Properties and Self-Assembly of Hierarchical  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Hematite) Mushroom-, Cube- and Sphere-Like Superstructures. *Applied Surface Science*. Vol. 457, pp. 427–438.
- Wang, Jung., Sun, Jingjun., Sun, Qian., dan Chen, Qianwang. 2003. One-Step Hydrothermal Process to Prepare Highly Crystalline Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles with Improved Magnetic Properties. *Materials Research Bulletin*. Vol. 38, No. 7, pp. 1113–1118.
- Xu., Habib, Gee, Kong, dan McHenry. 2015. Spin Orientation, Structure, Morphology, and Magnetic Properties of Hematite Nanoparticles. *Journal of Applied Physics*. Vol. 117, No. 17, pp. 1731.
- Yadav, RNS dan Agarwala, Munin. 2011. Phytochemical analysis of some medicinal plants. *Journal of Phytology*. Vol. 3, No. 12, pp. 10-14.
- Zarringhadam, Parisa., dan Farhadi, Saeed. 2018. Hydrothermal Synthesis of Novel Magnetic Plate-Like Bi<sub>2</sub>O<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Hybrid Nanostructures and Their Catalytic Performance for the Reduction of Some Aromatic Nitrocompounds. *Acta Chimica Slovenica*. pp. 448–461.

## LAMPIRAN

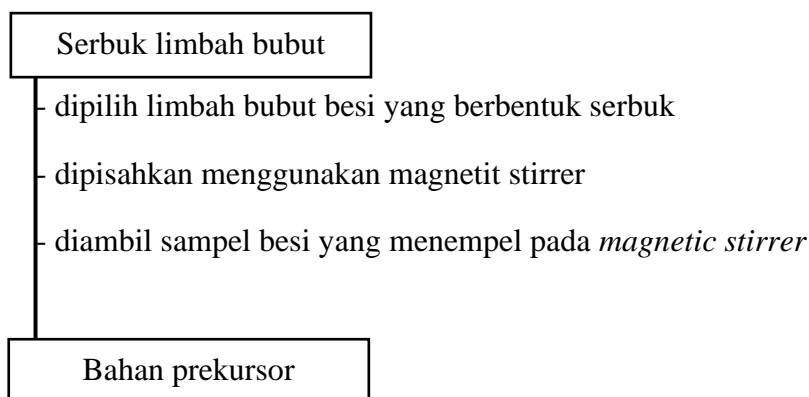
### Lampiran 1. Rancangan Penelitian



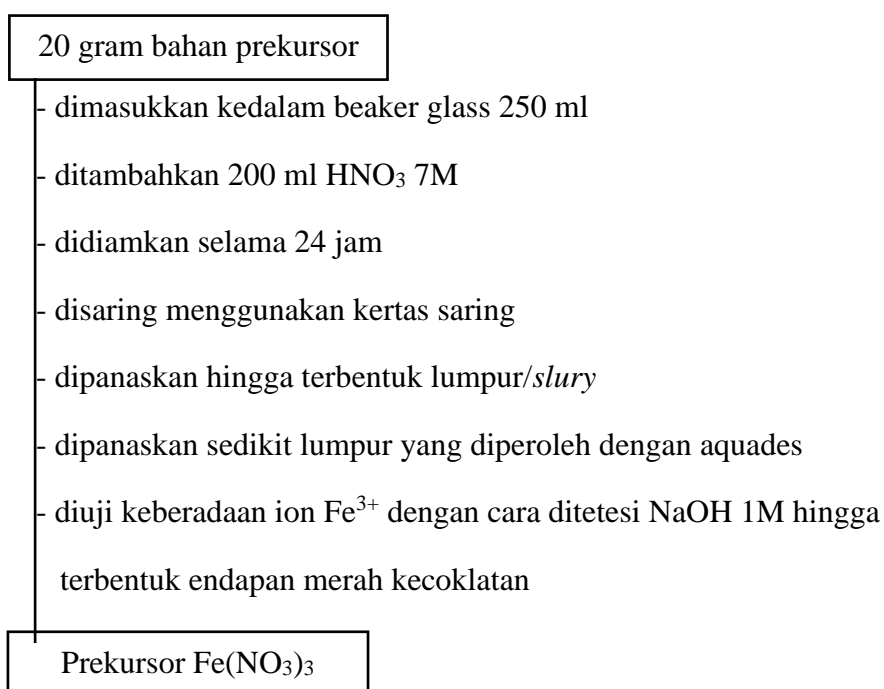


## Lampiran 2. Diagram Alir

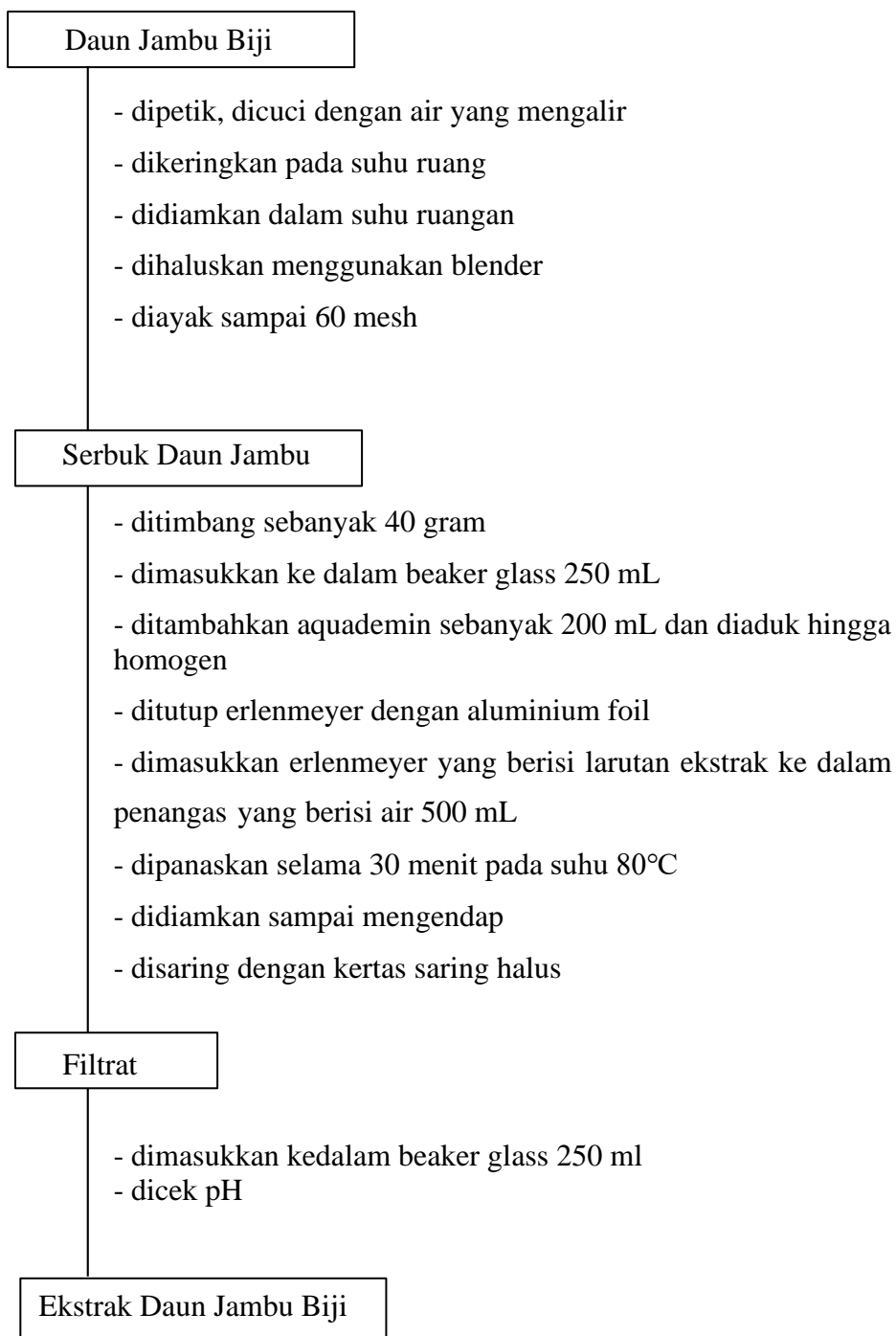
### L.2.1 Preparasi Sampel



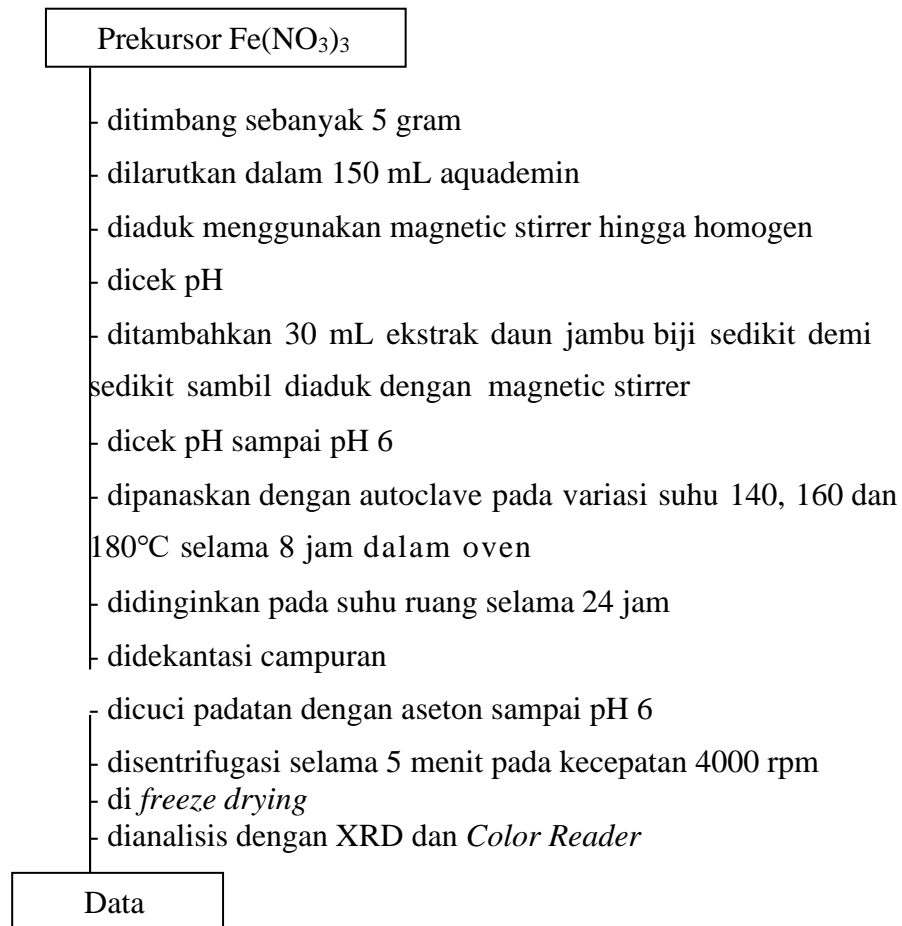
### L.2.2 Pembuatan Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$



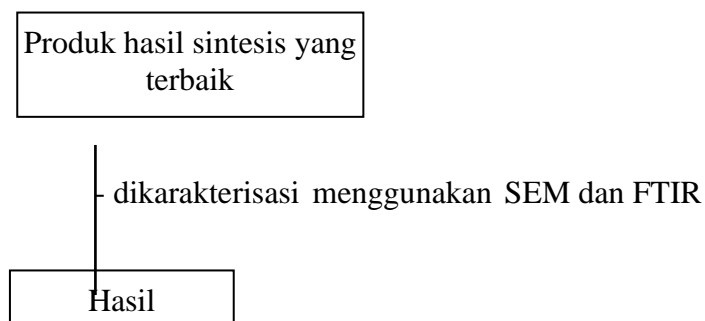
### L.2.3 Ekstraksi Daun Jambu Biji dengan Metode Infusa



#### L.2.4 Sintesis Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan Variasi Suhu Sintesis



#### Karakterisasi Hasil Sintesis



### Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

$$\begin{aligned} 1 \text{ M} &= \frac{\text{mol}}{0,1 \text{ L}} \\ &= 0,1 \text{ mol} \end{aligned}$$

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

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

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

### L.3.3 Perhitungan kaidah stoikiometri

$$\begin{aligned}
 \text{Hasil XRF Fe}_2\text{O}_3 &= 96,49 \% \\
 \text{Massa Fe yang ditambahkan :} & \\
 \text{Fe(NO}_3)_3 &= 0,02 \text{ mol} \\
 \text{Ar Fe} &= 56 \text{ gram/mol} \\
 \text{Mr Fe(NO}_3)_3 &= 244 \text{ gram/mol} \\
 \text{Massa Fe(NO}_3)_3 &= \text{mol} \times \text{Mr Fe(NO}_3)_3 \\
 &= 0,02 \text{ mol} \times 244 \text{ gram/mol} \\
 &= 4,88 \text{ gram} \\
 \text{Massa Fe} &= \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr Fe(NO}_3)_3} \times \text{Massa Fe(NO}_3)_3 \\
 &= \frac{56 \text{ gram/mol}}{244 \text{ gram/mol}} \times 4,88 \text{ gram} \\
 &= 1,12 \text{ gram} \\
 \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ yang dibutuhkan} &= \frac{100 \%}{96,49 \%} \times 1,22 \text{ gram} \\
 &= 1,2643 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

### Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor Limbah Bubut Besi

24-feb-2023 10:05:09

#### Sample results

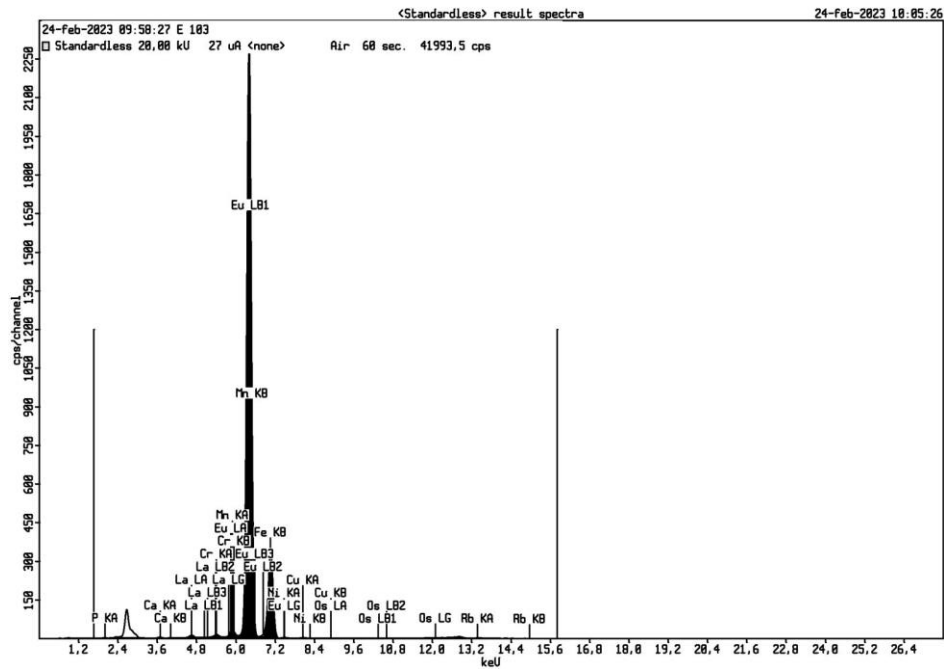
Page 1

Sample ident	
<b>E</b>	<b>103</b>

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

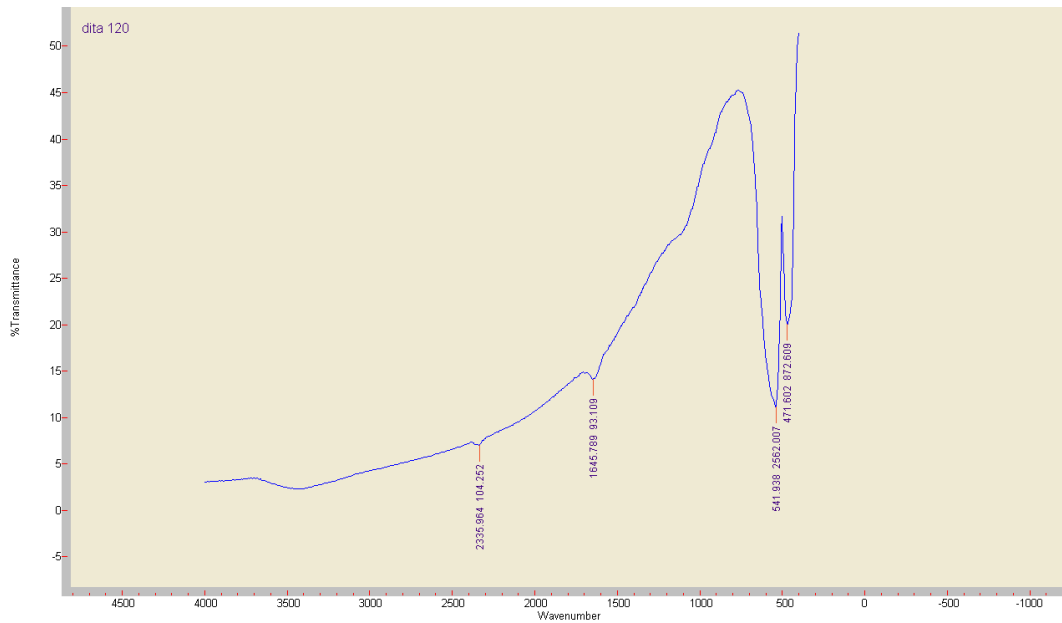
Compound	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Rb	La	Eu	Os
<b>Conc</b>	0,22	0,15	0,20	0,62	96,44	0,23	0,25	0,60	0,03	1,0	0,25
<b>Unit</b>	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

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



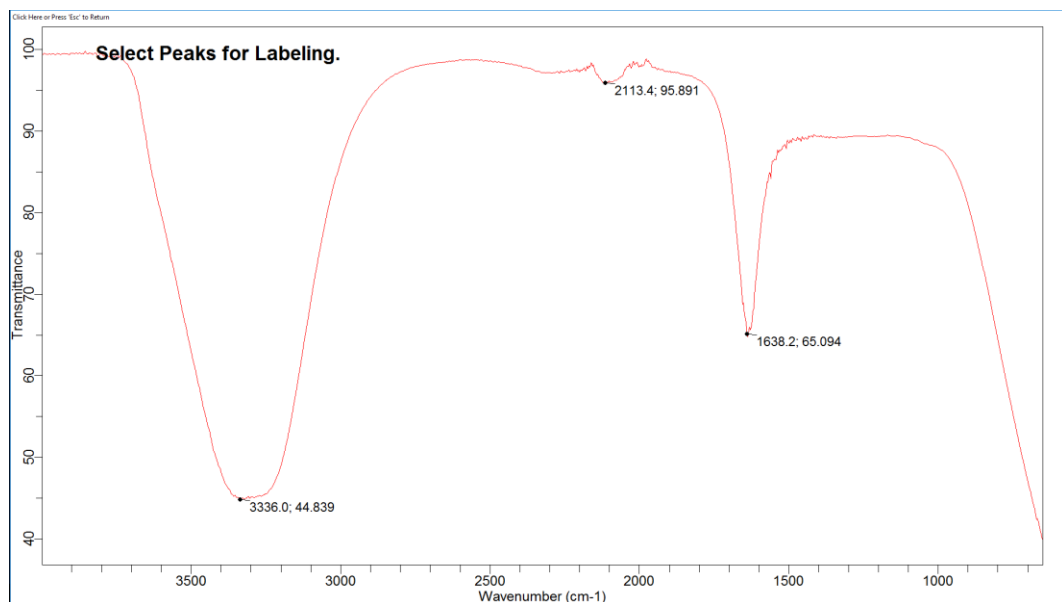
## Lampiran 5. Hasil Karakterisasi FTIR

### L.5.1 Hasil FTIR pada Variasi Suhu Sintesis 120°C



Gambar L.5.1 Hasil FTIR produk sintesis 120°C

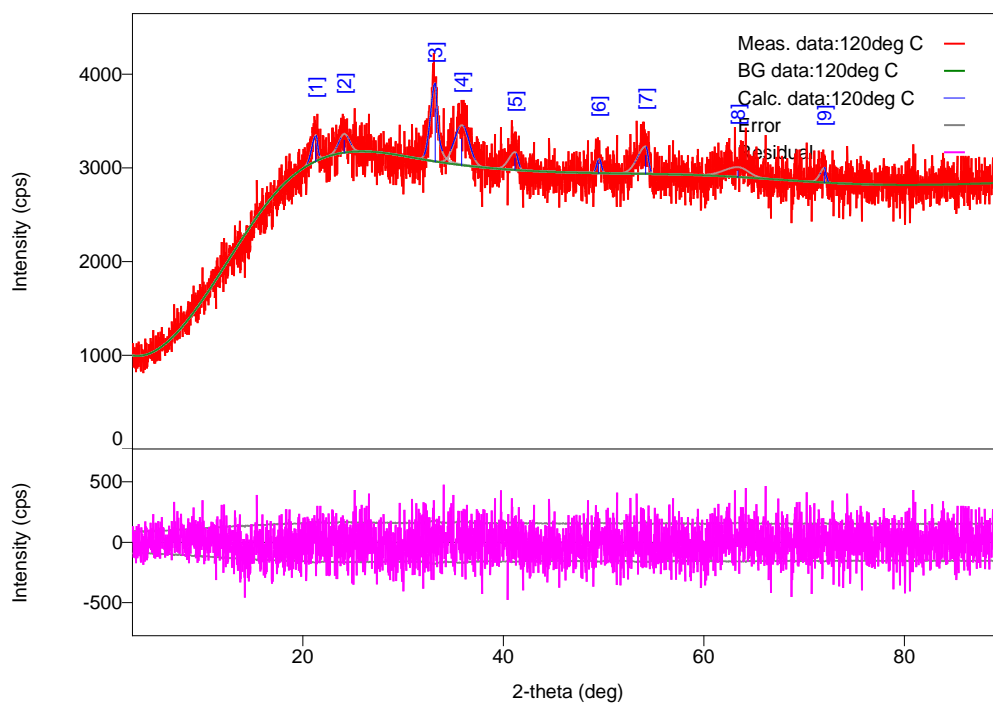
### L.5.2 Hasil FTIR pada Ekstrak Daun Jambu Biji



Gambar L.5.2 Hasil FTIR ekstrak daun jambu biji

## Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD

### L.6.1 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 120°C Sebelum Kalsinasi



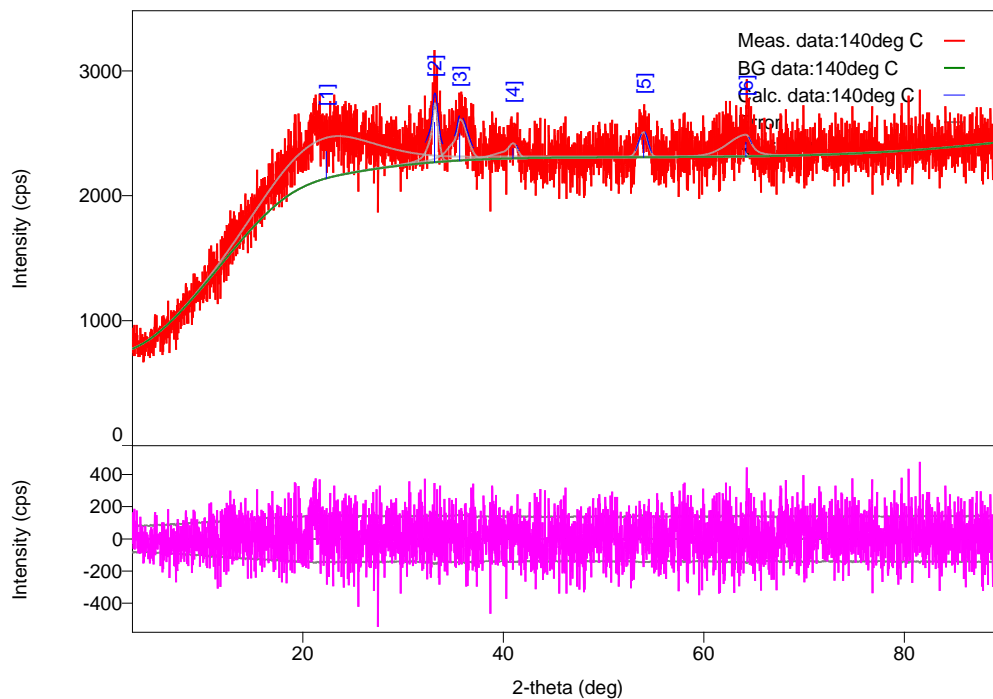
Gambar L.6.1 Difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 120°C sebelum kalsinasi

Tabel L.6.1 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 120°C sebelum kalsinasi

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	21.31(13)	4.17(2)	189(40)	0.67(12)	141(33)	0.7(3)	2(3)
2	24.13(12)	3.685(18)	134(33)	1.25(19)	178(27)	1.3(5)	1.1(3)
3	33.20(6)	2.696(5)	563(69)	0.79(7)	567(42)	1.0(2)	2.3(11)
4	35.87(12)	2.501(8)	286(49)	1.67(12)	509(45)	1.8(5)	1.1(3)
5	41.18(7)	2.190(4)	129(33)	1.05(19)	144(28)	1.1(5)	3(3)
6	49.5(2)	1.839(8)	109(30)	0.50(19)	58(29)	0.5(4)	1(2)
7	54.21(15)	1.691(4)	198(41)	1.24(14)	262(32)	1.3(4)	4(3)
8	63.4(7)	1.466(13)	70(24)	2.8(6)	211(68)	3(2)	1.4(14)
9	72.04(7)	1.3098(12)	110(30)	0.7(2)	79(20)	0.7(4)	5(12)



### L.6.2 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 140°C Sebelum Kalsinasi

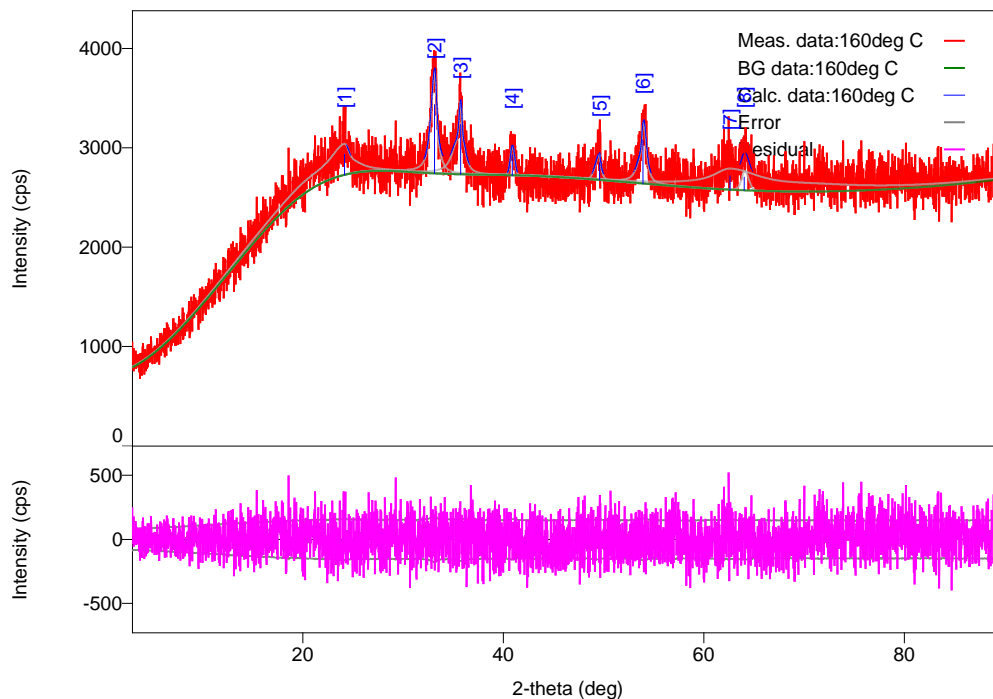


Gambar L.6.2 Difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 140°C sebelum kalsinasi

Tabel L.6.2 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 140°C sebelum kalsinasi

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	22.3(5)	3.97(8)	217(43)	11.7(5)	3007(267)	14(4)	0.96(17)
2	33.14(8)	2.701(6)	320(52)	0.72(11)	338(39)	1.1(3)	0.8(5)
3	35.65(6)	2.516(4)	221(43)	1.38(18)	446(95)	2.0(8)	0.6(4)
4	40.97(14)	2.201(7)	81(26)	1.3(5)	182(76)	2.2(17)	2(3)
5	54.0(2)	1.697(6)	137(34)	1.07(19)	156(46)	1.1(6)	1.3(12)
6	64.22(13)	1.449(3)	117(31)	2.8(4)	405(77)	3.5(16)	4(4)

### L.6.3 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 160°C Sebelum Kalsinasi

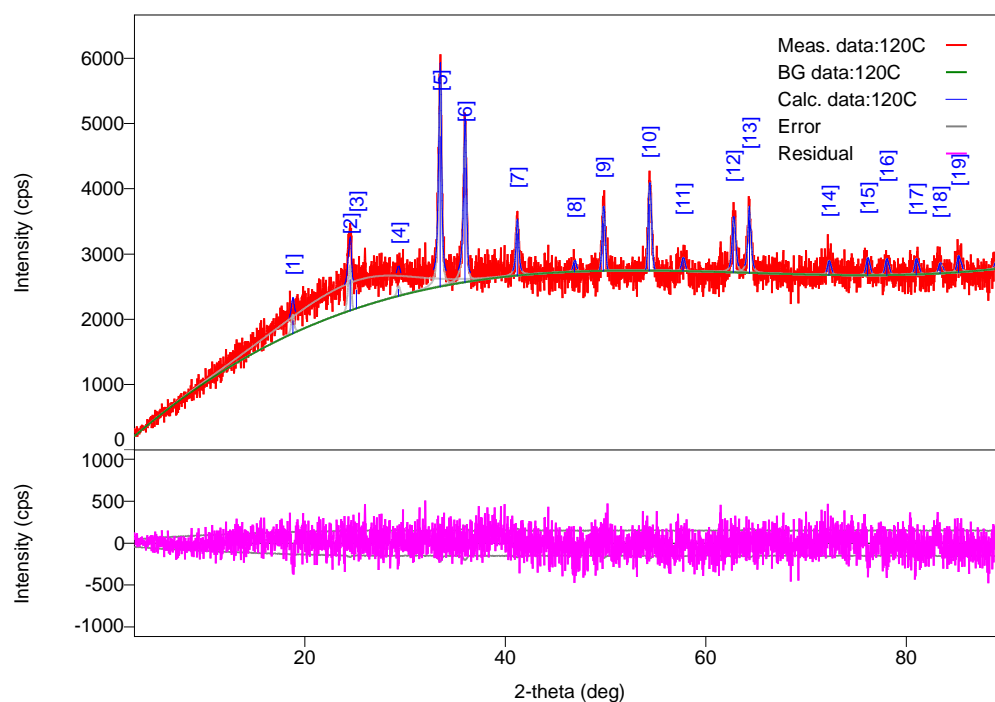


Gambar L.6.3 Difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 160°C sebelum kalsinasi

Tabel L.6.3 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 160°C sebelum kalsinasi

No .	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.2(2)	3.68(3)	210(42)	3.0(4)	1318(70)	6.3(16)	3.1(15)
2	33.16(5)	2.700(4)	693(76)	0.71(6)	750(43)	1.08(18)	1.8(8)
3	35.75(3)	2.509(2)	503(65)	0.56(8)	601(42)	1.2(2)	1.7(5)
4	40.89(3)	2.2052(18)	205(41)	0.49(10)	107(28)	0.5(2)	1.0(9)
5	49.61(5)	1.8360(19)	177(38)	0.61(14)	133(32)	0.8(3)	5(8)
6	53.96(7)	1.698(2)	439(60)	0.60(10)	455(42)	1.0(2)	0.8(5)
7	62.6(2)	1.482(5)	142(34)	7.4(11)	2107(126)	15(4)	0.5(2)
8	64.03(7)	1.4530(14)	134(33)	0.80(19)	122(44)	0.9(6)	0.7(9)

### L.6.4 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 120°C Setelah Kalsinasi



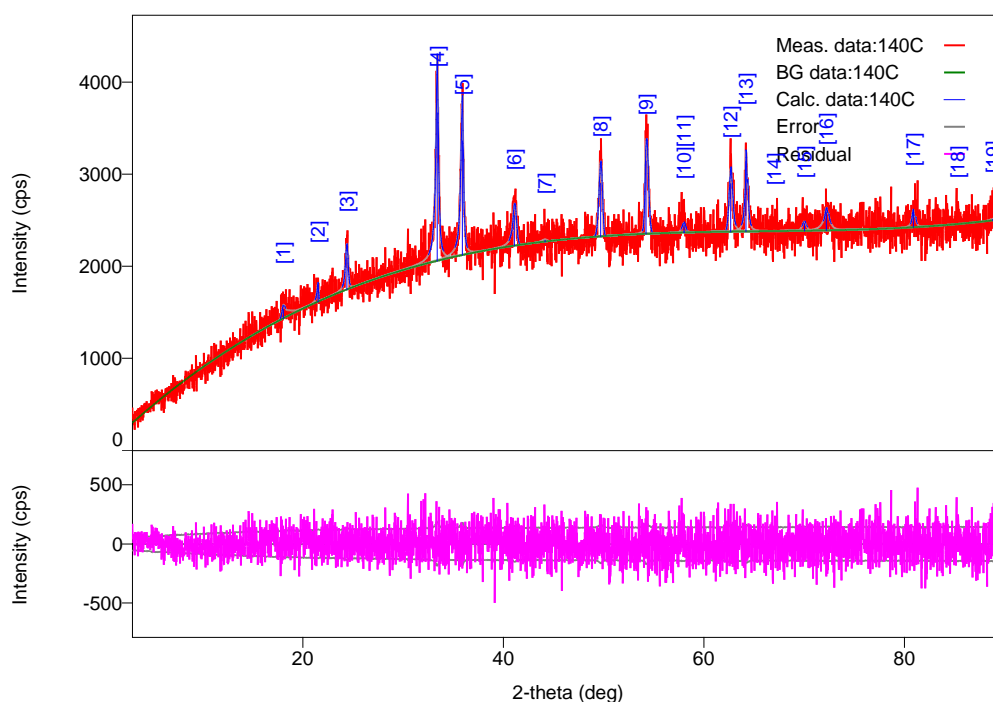
Gambar L.6.4 Difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 120°C setelah kalsinasi

Tabel L.6.4 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 120°C setelah kalsinasi

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	18.8118	4.71338	198.461	0.326382	83.3148	0.419803	1.18467
2	24.55(4)	3.624(7)	475(63)	0.37(4)	187(26)	0.39(11)	2.2(13)
3	25.1(4)	3.54(5)	284(49)	13.6(3)	4121(131)	15(3)	1.21(13)
4	29.353	3.04031	107.018	0.326382	44.9265	0.419803	1.18467
5	33.521(15)	2.6712(11)	2302(139)	0.327(12)	1015(24)	0.44(4)	1.7(4)
6	35.97(2)	2.4944(14)	1753(121)	0.32(2)	783(25)	0.45(5)	1.1(3)
7	41.20(2)	2.1895(10)	642(73)	0.27(4)	265(18)	0.41(8)	1.2(4)
8	46.9216	1.93483	127.527	0.326382	53.5362	0.419803	1.18467
9	49.80(4)	1.8295(15)	727(78)	0.32(3)	251(26)	0.35(7)	1.1(6)
10	54.369(8)	1.6861(2)	1017(92)	0.34(2)	369(27)	0.36(6)	0.8(3)
11	57.7439	1.5953	161.337	0.326382	67.7298	0.419803	1.18467
12	62.75(6)	1.4795(13)	689(76)	0.33(6)	312(27)	0.45(9)	0.8(8)
13	64.36(3)	1.4463(6)	802(82)	0.27(4)	338(23)	0.42(7)	2.4(14)
14	72.2908	1.30595	184.773	0.326382	77.5684	0.419803	1.18467
15	76.1559	1.249	231.373	0.326382	97.131	0.419803	1.18467
16	78.0533	1.22331	217.187	0.326382	91.176	0.419803	1.18467
17	81.0048	1.18602	211.786	0.326382	88.9084	0.419803	1.18467

18	83.3942	1.15801	146.858	0.326382	61.6515	0.419803	1.18467
19	85.2213	1.13779	227.586	0.326382	95.5415	0.419803	1.18467
20	88.9459	1.09952	102.317	0.326382	42.9528	0.419803	1.18467

### L.6.5 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 140°C Setelah Kalsinasi



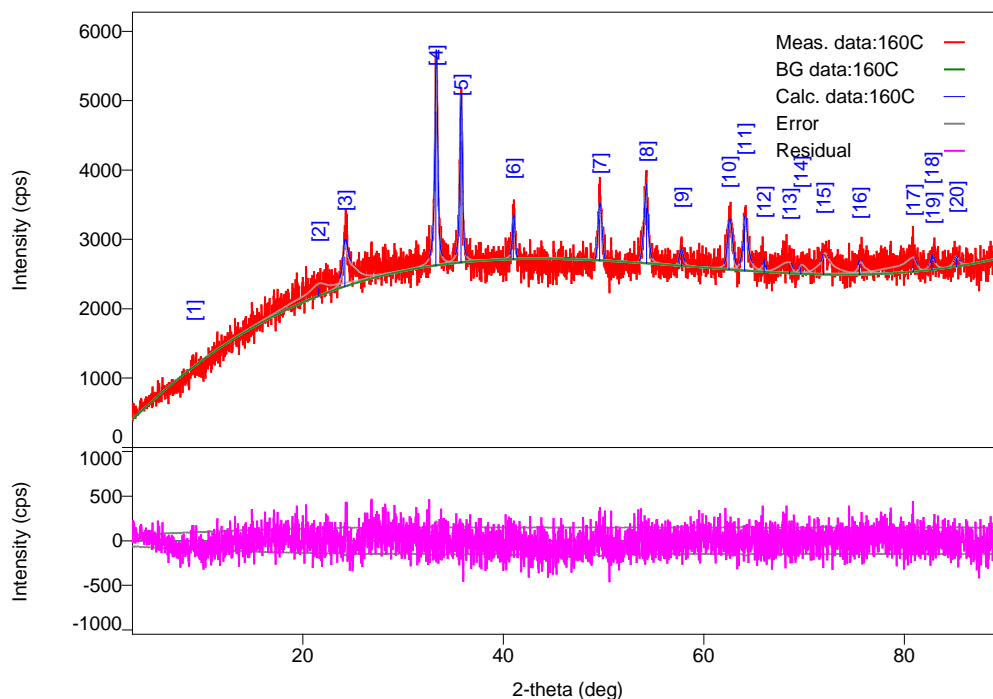
Gambar L.6.5 Difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 140°C setelah kalsinasi

Tabel L.6.5 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 140°C setelah kalsinasi

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	18.07(5)	4.905(14)	99(29)	0.5(2)	85(19)	0.9(4)	0.6(10)
2	21.54(3)	4.123(5)	143(35)	0.17(12)	37(13)	0.26(15)	4(16)
3	24.40(6)	3.645(8)	341(53)	0.31(5)	141(18)	0.41(12)	1.4(12)
4	33.425(9)	2.6786(7)	1612(116)	0.24(2)	689(20)	0.43(4)	2.4(4)
5	35.929(14)	2.4975(9)	1243(102)	0.26(3)	524(20)	0.42(5)	2.9(11)
6	41.10(9)	2.195(4)	327(52)	0.39(10)	178(26)	0.55(17)	0.9(10)
7	44.2(2)	2.049(10)	17(12)	0.6(7)	11(23)	0.6(18)	2(11)
8	49.73(5)	1.8319(16)	580(70)	0.38(3)	234(24)	0.40(9)	1.8(10)
9	54.24(4)	1.6898(11)	792(81)	0.33(3)	297(23)	0.37(7)	0.6(3)
10	58.025	1.58824	78.7389	0.351659	35.9012	0.455953	2.02994

11	58.0(9)	1.59(2)	8(8)	0(2)	4(21)	0(3)	2(88)
12	62.70(6)	1.4806(13)	524(66)	0.35(6)	226(25)	0.43(10)	1.5(13)
13	64.223(10)	1.4491(2)	763(80)	0.17(4)	249(19)	0.33(6)	0.9(8)
14	67.0(6)	1.395(11)	4(6)	0.1(19)	1(16)	0(4)	4(211)
15	70.042	1.34227	79.242	0.375356	38.5653	0.486677	2.02994
16	72.24(10)	1.3067(15)	196(40)	0.4(2)	147(25)	0.7(3)	2(2)
17	80.90(5)	1.1872(6)	174(38)	0.2(2)	64(20)	0.4(2)	2(6)
18	85(23)	1.14(19)	0.1(9)	1(71)	0(25)	1(288)	4(2228)
19	88.8(7)	1.101(7)	11(10)	1(2)	7(30)	1(3)	4(19)

### L.6.6 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 160°C Setelah Kalsinasi



Gambar L.6.6 Difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 160°C setelah kalsinasi

Tabel L.6.6 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis variasi suhu 160°C setelah kalsinasi

No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	9(225345)	10(10)	0.000(13)	1(610622)	0(27)	1(126428)	1(314848)
2	21.60(15)	4.11(3)	118(31)	2.6(6)	641(72)	5(2)	1.2(10)
3	24.22(2)	3.672(3)	426(60)	0.75(9)	607(164)	1.4(6)	0.5(3)
4	33.287(18)	2.6894(14)	2223(136)	0.293(17)	946(26)	0.43(4)	0.8(2)
5	35.79(2)	2.5066(15)	1750(121)	0.273(18)	670(24)	0.38(4)	1.3(5)
6	40.989(19)	2.2001(10)	494(64)	0.24(5)	162(22)	0.33(9)	0.5(5)

7	49.61(5)	1.8362(17)	588(70)	0.42(4)	265(31)	0.45(11)	0.9(4)
8	54.299(19)	1.6881(6)	795(81)	0.40(3)	418(33)	0.53(10)	3.5(7)
9	57.79(4)	1.5942(11)	180(39)	0.35(12)	84(26)	0.5(2)	3(3)
10	62.514(18)	1.4845(4)	517(66)	0.52(5)	323(27)	0.62(13)	0.6(5)
11	64.066(17)	1.4523(4)	643(73)	0.36(7)	420(34)	0.65(13)	0.5(3)
12	66.04(4)	1.4136(8)	125(32)	0.2(2)	44(22)	0.4(3)	5(24)
13	68.55(9)	1.3678(16)	110(30)	1.4(3)	169(54)	1.5(9)	5(19)
14	69.69(13)	1.348(2)	91(28)	0.9(4)	84(42)	0.9(7)	1(2)
15	71.96(12)	1.3111(19)	217(43)	1.1(6)	444(97)	2.0(8)	0.5(3)
16	75.56(8)	1.2573(12)	145(35)	0.5(4)	155(61)	1.1(7)	0.5(10)
17	80.92(9)	1.1871(10)	142(34)	1.7(6)	478(175)	3(2)	5(10)
18	82.75(10)	1.1654(11)	182(39)	0.28(18)	108(49)	0.6(4)	1(2)
19	83(1429)	1.16(15)	0.1(9)	6(2835)	1(351)	7(3392)	4(7475)
20	85.23(10)	1.1377(10)	115(31)	0.5(3)	86(44)	0.7(6)	3(9)

### Lampiran 7. Data *Crystallite Size* Hematit Hasil Sintesis

*Crystallite size* diukur menggunakan persamaan Debye-Scherrer pada Persamaan 3.1. Data untuk perhitungan *crystallite size* pada salah satu hasil sintesis hematit pada suhu 120°C adalah:

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

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,327 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,327}{180} \times 3,14 = 0,00570433$$

$$2\theta = 33,521$$

$$\theta = 16,7605$$

$$\cos \theta = 0,9575$$

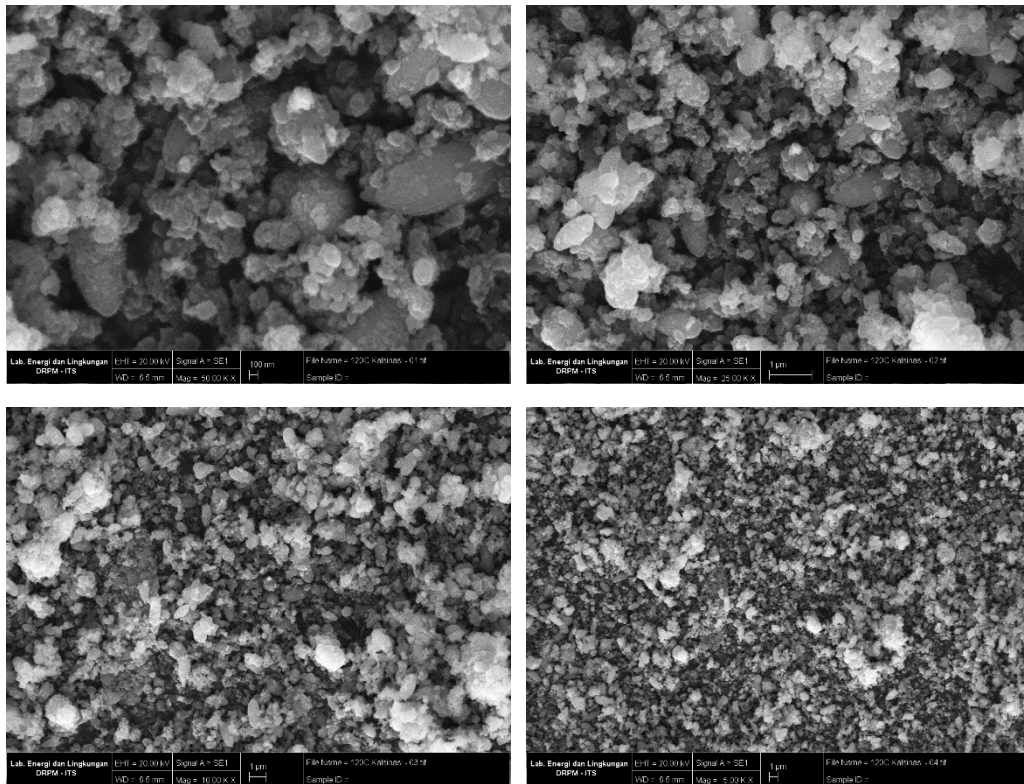
$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,89 \times 1,54060}{0,00570433 \times 0,9575} = 251,04 \text{ \AA} = 25,104 \text{ nm}$$

Perhitungan variasi suhu lain dengan  $2\theta$  yang berbeda dihitung dengan persamaan yang sama sehingga menghasilkan data sebagai berikut:

Tabel L.7 *Crystallite size* sampel hematit variasi suhu sintesis

Variasi Waktu Sintesis (°C)	$2\theta$ (°)	FWHM	<i>Crystallite size</i> (nm)
120	33.52	0,38	25,1
	35.97	0,32	24,8
140	33.42	0,24	34,2
	35.92	0,26	31,8
160	33.28	0,29	27,9
	35.79	0,27	30,3 nm

## Lampiran 8. Hasil Karakterisasi SEM



Gambar L.8 Morfologi SEM hematit suhu 120°C dengan berbagai perbesaran



## Lampiran 9. Dokumentasi

### L.9.1 Preparasi Sampel



Gambar L.9.1 Preparasi sampel



Gambar L.9.2 Pencucian sampel

### L.9.2 Pembuatan Prekursor



Gambar L.9.3 Destruksi limbah dengan 100 mL HNO<sub>3</sub> 5 M



Gambar L.9.4 Pemanasan hingga membentuk *slurry*



Gambar L.9.4 Pemanasan hingga kering



Gambar L.9.5 Endapan merah yang terbentuk saat uji keberadaan Fe<sup>3+</sup>

### L.9.3 Sintesis Hematit dengan Variasi Suhu Sintesis



Gambar L.9.6 Larutan prekursor dalam 75 mL aquademin



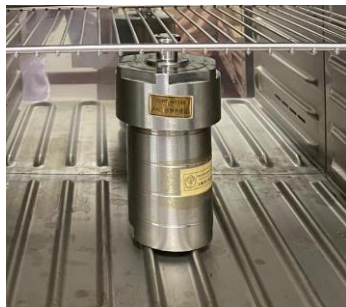
Gambar L.9.7 Hasil uji pH prekursor + aquademin



Gambar L.9.8 Campuran larutan prekursor dengan 100 mL ekstrak daun jambu biji



Gambar L.9.9 Hasil uji pH prekursor + ekstrak daun jambu biji



Gambar L.9.10 Metode hidrotermal dengan variasi suhu 10, 140, dan 160°C



Gambar L.9.11 Endapan yang sudah dikeringkan menggunakan corong buchner



Gambar L.9.12 Endapan sebelum kalsinasi



Gambar L.9.13 Endapan setelah kalsinasi