

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN AGEN PENGENDAP DAUN JAMBU BIJI DENGAN
METODE HIDROTHERMAL VARIASI LAMA SINTESIS**

SKRIPSI

**Oleh :
SILVIE OENTORO
NIM.19630020**



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

***GREEN SYNTHESIS* HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN AGEN PENGENDAP DAUN JAMBU BIJI DENGAN
METODE HIDROTHERMAL VARIASI LAMA SINTESIS**

SKRIPSI

**Oleh :
SILVIE OENTORO
NIM. 19630020**

**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**

LEMBAR PERSETUJUAN

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN AGEN PENGENDAP DAUN JAMBU BIJI DENGAN
METODE HIDROTHERMAL VARIASI LAMA SINTESIS**

SKRIPSI

Oleh:
SILVIE OENTORO
NIM. 19630020

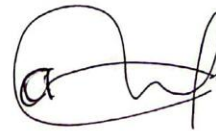
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 06 Desember 2023

Pembimbing I



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

Pembimbing II



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

Mengesahkan,
Ketua Program Studi Kimia



Rachmawati Kusnita, M.Si
NIP. 19810911 200801 2 010

LEMBAR PENGESAHAN

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI
MENGUNAKAN AGEN PENGENDAP DAUN JAMBU BIJI DENGAN
METODE HIDROTHERMAL VARIASI LAMA SINTESIS**

SKRIPSI

Oleh:
SILVIE OENTORO
NIM.19630020

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 12 Desember 2023

Penguji utama	: Diana Candra Dewi, M.Si : NIP. 19770720 200312 2 001	(..... 
Ketua Penguji	: Vina Nurul Istighfarini, M.Si : LB. 63025	(..... 
Sekretaris Penguji	: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si : NIP. 19831226 2019203 2 008	(..... 
Anggota Penguji	: Oky Bagas Prasetyo M.PdI : NIDT. 19890113 20180201 2 244	(..... 

Mengetahui,

~~Ketua Program Studi Kimia~~


Rachmawan Hongsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Silvie Oentoro
NIM : 19630020
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : "Green Synthesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Agen Pengendap Daun Jambu Biji dengan Metode Hidrotermal Variasi Lama Sintesis"

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

Malang, 19 Desember 2023
Yang membuat pernyataan



Silvie Oentoro
NIM. 19630020

MOTTO

“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan
kesanggupannya.”

(QS. Al-Baqarah: 286)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini dengan baik dan lancar. Shalawat serta salam tetap tercurah kepada Nabi Muhammad SAW. Skripsi ini saya persembahkan kepada orang tua saya, Bapak Haryanto Oentoro serta Ibu Siti Jubaida yang telah memberikan kasih sayang, doa, dukungan baik moril maupun materil. Semoga senantiasa diberikan kesehatan, panjang umur dan keberkahan agar dapat senantiasa menemani saya.

Teman-teman hematit geng terima kasih banyak atas semangat dan motivasinya untuk saya. Okka Diva Revandra yang telah banyak membantu dan memberi semangat serta semua pihak yang telah memberikan dukungan moril maupun materil dalam penyusunan skripsi ini.

Saudaraku tersayang Sandy Oentoro, terima kasih untuk dukungannya, semoga selalu diberikan kesehatan dan panjang umur. Terakhir, terima kasih kepada diri saya sendiri yang sudah berjuang sejauh ini, pantang menyerah dalam segala hal dalam penyusunan skripsi ini.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah Swt, Tuhan Yang Maha Esa 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 (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Agen Pengendap Daun Jambu Biji dengan Metode Hidrotermal Variasi Lama Sintesis*”. Dalam proses penulisan skripsi ini, penulis banyak mendapatkan bantuan dari berbagai pihak, bantuan berupa materil maupun moril. Pada kesempatan ini penulis menyampaikan banyak terimakasih kepada semua orang yang terlibat dan berperan dalam menyelesaikan penulisan ini. Secara khusus penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. 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 Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, selaku dosen pembimbing yang senantiasa membimbing penulis dengan sabar hingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik serta Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.PdI selaku dosen pembimbing agama yang senantiasa membimbing dengan sabar sehingga penulis dapat memahami dengan baik.
5. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si dan Ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si selaku penguji atas segala saran yang membangun sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini
6. Seluruh dosen dan laboran jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

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

Malang, 31 Oktober 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
LEMBAR PERSETUJUAN	Error! Bookmark not defined.i
LEMBAR PENGESAHAN	Error! Bookmark not defined.v
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	v
MOTTO	Error! Bookmark not defined.
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
ABSTRAK	xvi
ABSTRACT	xvii
ملخص البحث	xviii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan masalah.....	4
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Limbah Bubut Besi Sebagai Besi Oksida	7
2.2 Besi Oksida Hematit Sebagai Pigmen.....	8
2.3 Peran Ekstrak Daun Jambu Biji Sebagai Agen Pengendap	10
2.4 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ Sebagai Prekursor Pada Green Synthesis Hematit.....	14
2.5 Green Synthesis Hematit Menggunakan Metode Hidrotermal	15

BAB III METODOLOGI PENELITIAN	21
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan	21
3.2.1 Alat.....	21
3.2.2 Bahan	21
3.3 Rancangan Penelitian	21
3.4 Prosedur Penelitian.....	22
3.4.1 Preparasi Sampel.....	22
3.4.2 Preparasi prekursor Fe ³⁺	22
3.4.3 Ekstrak Daun Jambu Biji Dengan Metode Infusa.....	23
3.4.4 Sintesis Hematit dengan Variasi Lama Sintesis.....	23
3.5 Karakterisasi Hasil Sintesis XRD	24
3.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM	24
3.7 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR.....	25
3.8 Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan Colour Reader	25
3.9 Analisis Hasil Penelitian	25
3.9.1 Analisis Hasil XRD.....	25
3.9.2 Analisis Hasil Colour Reader.....	26
3.9.3 Analisis Hasil FTIR	26
3.9.4 Analisis SEM	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	29
4.1 Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe ₂ O ₃) Dari Limbah Bubut Besi	29
4.1.1 Prekursor Ferri	29
4.1.2 Ekstraksi Daun Jambu Biji Menggunakan Metode Infusa.....	31
4.1.3 Sintesis Hematit (α -Fe ₂ O ₃) dengan Variasi Lama Sintesis	33
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan XRD.....	34
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan Colour Reader	36
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan FTIR.....	39
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan SEM	41
4.6 Pemanfaatan Limbah Bubut Besi Sebagai Pigmen Hematit	42

BAB V PENUTUP	48
5.1 Kesimpulan	48
5.2 Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Hematit.....	8
Gambar 2.2	Warna Pigmen Hematit Hasil Sintesis	10
Gambar 2.3	Tanaman Jambu Biji.....	10
Gambar 2.4	Struktur Tanin	11
Gambar 2.5	Mekanisme Reaksi Tanin dan Besi	12
Gambar 2.6	Data XRD Nanopartikel Hematit Dengan Variasi Waktu	17
Gambar 2.7	Hasil SEM dan TEM	18
Gambar 2.8	Hasil SEM	18
Gambar 2.9	Hasil XRD suhu reaksi 120 °C	19
Gambar 2.10	Gambar TEM Dari Produk Reaksi	20
Gambar 4.1	Limbah bubut besi dan Prekursor.....	29
Gambar 4.2	Ekstraksi Daun Jambu Biji.....	31
Gambar 4.3	Uji Kualitatif dengan FeCl ₃	32
Gambar 4.4	Reaksi Tanin dan FeCl ₃	32
Gambar 4.5	Penambahan Ekstrak Daun Jambu Biji	33
Gambar 4.6	Transformasi Pembentukan Hematit.....	35
Gambar 4.7	Sebelum kalsinasi dan sesudah	36
Gambar 4.8	Difraktogram Hasil Sintesis 4 Jam, 6 Jam Dan 8 Jam	36
Gambar 4.9	Perbesaran Puncak Hasil Sintesis.....	38
Gambar 4.10	Hasil sintesis.....	39
Gambar 4.11	Hasil Spectra FTIR Prekursor Produk Ekstrak	41
Gambar 4.12	Hasil SEM Lama Sintesis 4 Jam	43
Gambar 4.13	Grafik Ukuran Partikel	43

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Data Adsorpsi Senyawa Hematit	27
Tabel 4.1	Kadar Unsur Pada Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	30
Tabel 4.2	Data Rp Rwp Senyawa Hematit.....	37
Tabel 4.3	Data ukuran Kristal Senyawa Hematit.....	39
Tabel 4.4	Hasil Analisa Warna Pigmen Hematit	40
Tabel 4.5	Interpretasi Hasil Spectra FTIR Daun Jambu Biji	42
Tabel 4.6	Interpretasi Hasil Spectra FTIR Hematit	42

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian	50
Lampiran 2	Diagram Alir	51
Lampiran 3	Perhitungan	54
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi XRF Prekursor Limbah Bubut Besi	55
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi FTIR	56
Lampiran 6	Hasil Karakterisasi XRD	57
Lampiran 7	Data Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis	60
Lampiran 8	Hasil Karakterisasi SEM	61
Lampiran 9	Perhitungan Ukuran Partikel	62
Lampiran 10	Hasil Karakterisasi Colour Reader	64
Lampiran 11	Analisa Ritica	65
Lampiran 12	Dokumentasi	66

ABSTRAK

Oentoro, Silvie. 2022. ***Green Synthesis Hematit (α -Fe₂O₃) Dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Agen Pengendap Daun Jambu Biji Dengan Metode Hidrotermal Variasi Lama Sintesis.*** *Proposal Penelitian*. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Dosen Pembimbing I: Lilik Miftahul Khoiroh, M,Si. Dosen Pembimbing II : Oky Bagas Prasetyo, MPdI

Kata kunci : Bubut besi, hematit, daun jambu biji

Limbah bubut pada umumnya adalah limbah yang dibuang langsung ke lingkungan dan termasuk limbah berbahaya. Limbah bubut banyak mengandung unsur Fe sebesar 96.54%. Pemanfaatan limbah bubut besi berpotensi digunakan sebagai prekursor sintesis hematit. Hematit disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan variasi lama sintesis 4 jam, 6 jam dan 8 jam. Produk sintesis kemudian di kalsinasi dengan waktu 3 jam pada suhu 750 °C. Ekstrak daun jambu biji dikarakterisasi dengan FTIR dan produk dikarakterisasi menggunakan XRD dan *colour reader*. Hasil sintesis 4 jam kemudian dikarakterisasi dengan SEM dan FTIR. Hasil XRD menunjukkan fasa hematit dengan struktur rhombohedral serta variasi lama sintesis tidak berpengaruh signifikan pada ukuran kristal yang dihasilkan. Ukuran Kristal yang didapatkan berturut-turut sebesar 41,06 nm; 44,36 nm; 41,47 nm. Hasil SEM menunjukkan morfologi yang berbentuk kotak dan oval dengan ukuran partikel rata-rata 35 nm, Hasil karakterisasi produk sintesis dengan FTIR menunjukkan adanya gugus khas Fe-O pada bilangan gelombang 434 dan 519 cm⁻¹. Nilai warna meliputi L*, a*, b*, C* dan H° yang dihasilkan sesuai rentang standar pigmen hematit. Variasi lama sintesis menunjukkan semakin lama waktu sintesis maka pigmen yang dihasilkan semakin merah.

ABSTRACT

Oentoro, Silvie. 2022. **Green Synthesis Hematite (α -Fe₂O₃) From Iron Lathe Waste Using Precipitating Agent Guava Leaves Using Hydrothermal Method Varying Synthesis Time**. Research proposal. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M,Si. Advisor II : Oky Bagas Prasetyo, MPdI.

Keywords: Iron lathe, hematite, guava leaves.

Lathe waste in general is waste that is disposed of directly into the environment and includes hazardous waste. Lathe waste contains a lot of Fe elements of 96.54%. Utilization of lathe waste has the potential to be used as a precursor for hematite synthesis. Waste was synthesized using the hydrothermal method with variations in synthesis time of 4 hours, 6 hours and 8 hours. The synthetic product was then calcined for 3 hours at a temperature of 750 °C. Guava leaf extract was characterized using FTIR and the product was characterized using XRD and color reader. The 4 hour synthesis results were then characterized by SEM and FTIR. The XRD results show that the hematite phase has a rhombohedral structure and variations in the synthesis time do not have a significant effect on the size of the resulting crystals. The crystal sizes obtained were 41.06 nm; 44.36 nm; 41.47 nm. SEM results show a square and oval morphology with an average particle size of 35 nm. The results of characterization of the synthesis product using FTIR show the presence of typical Fe-O groups at wave numbers 434 and 519 cm⁻¹. Color grades include L*, a*, b*, C* and H° which are produced according to the standard range of hematite pigments. Variations in synthesis time show that the longer the synthesis time, the redder the pigment produced.

ملخص البحث

أوينتورو، سيلفي. 2023. التوليف الأخضر للهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) من نفايات مخرطة الحديد باستخدام عامل ترسيب أوراق الجوافة بالطريقة الحرارية المائية للتباين الطويل في التوليف. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: ليليك مفتاح الخيرة، الماجستير. المشرف الثاني: أوكي باكاس فراسيتيو، الماجستير

الكلمات الرئيسية: مخرطة حديدية، حجر الهيماتيت، أوراق الجوافة

نفايات المخرطة بشكل عام هي النفايات التي يتم تصريفها مباشرة في البيئة وتشمل النفايات الخطرة. تحتوي نفايات المخرطة على الكثير من عناصر الحديد بنسبة 96.54%. استخدام نفايات مخرطة الحديد لديه القدرة على استخدامها كسلائف لتخليق الهيماتيت. يتم تصنيع الهيماتيت باستخدام الطرق الحرارية المائية مع اختلافات في فترات التوليف من 4 ساعات و 6 ساعات و 8 ساعات. ثم يتم تحميص المنتج الاصطناعي لمدة 3 ساعات عند درجة حرارة 750 درجة مئوية. يتميز مستخلص تميزت نتائج التوليف. وقارئ الألوان XRD ويتميز المنتج باستخدام FTIR أوراق الجوافة ب أن مرحلة الهيماتيت ذات البنية XRD. أظهرت نتائج FTIR و SEM بعد 4 ساعات ب المعينية السطوح والاختلافات في مدة التوليف لم يكن لها تأثير كبير على حجم البلورات الناتجة. كان حجم البلورة التي تم الحصول عليها 41.06 نانومتر على التوالي؛ 44.36 نانومتر؛ 41.47 نيوتن. مورفولوجيا على شكل صندوق وشكل بيضاوي بمتوسط حجم جسيم SEM 35 تظهر نتائج وجود مجموعات FTIR نانومتر مع تردد عال. أظهرت نتائج توصيف منتجات التوليف باستخدام a^* و L نموذجية عند الأرقام الموجية 434 و 519 سم⁻¹. تشمل درجات الألوان Fe-O المنتجة وفقا للنطاق القياسي لأصبغ الهيماتيت. يشير الاختلاف في وقت H° و C^* و b و التوليف إلى أنه كلما زاد وقت التوليف، زاد احمرار الصبغ المنتج.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bengkel bubut menghasilkan limbah besi dalam proses produksinya. Limbah bubut mengandung kelimpahan besi yang sangat tinggi. Industri pelapisan logam rata rata menghasilkan limbah logam sebesar 3-5 kg/bulan sedangkan bengkel bubut besi sebesar 10-20 kg/bulan (Wijayanti, 2010). Menurut Peraturan Pemerintah No. 101/2014 menyebutkan bahwa limbah yang mengandung besi dari kegiatan industri termasuk dalam limbah bahan beracun berbahaya (B3). Limbah bubut besi yang diperoleh dari pembuatan mengandung unsur Fe yang cukup melimpah yaitu sekitar 97,11% (Khoiroh dkk., 2013). Qur'an Surat Ar-Rum ayat 41 menjelaskan :

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

يَرْجِعُونَ

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

Tafsir Ayat tersebut diterangkan telah terjadi Al-Fasad di daratan dan lautan. Al Fasad sendiri menjelaskan tentang perusakan (perusakan bisa berupa pencemaran alam). Perusakan tersebut terjadi akibat ulah manusia salah satunya adalah menghasilkan limbah beracun seperti limbah bubut besi ini. Menurut tafsir dari Pustaka Lajnah KEMENAG RI dalam buku dengan judul *“Pelestarian Lingkungan Hidup”* mengatakan Peran manusia, yang dalam Islam disebut

khalifah, sejatinya adalah sebagai makhluk yang didelegasikan Allah bukan hanya sekadar sebagai penguasa di bumi akan tetapi juga perannya untuk memakmurkan bumi. Oleh karena itu kita sebagai manusia harus menjaga alam dari kerusakan seperti pencemaran lingkungan oleh limbah tersebut. Salah satu upaya dalam memanfaatkan limbah adalah dengan mengolah limbah menjadi sebagai pigmen hematit.

Kandungan besi yang melimpah tersebut dapat bermanfaat untuk dijadikan prekursor dalam proses sintesis. Pemanfaatan tersebut merupakan upaya untuk mengurangi limbah bubuk besi yang di hasilkan oleh bengkel serta industri. Limbah yang dibuang sembarangan dan tidak semestinya diolah dengan baik akan mencemari lingkungan dan akan memberikan dampak negatif pada lingkungan (Sugiharto, 1997). Kandungan unsur Fe yang tinggi pada bubuk besi merupakan sumber daya potensial untuk dijadikan bahan baku pembuatan pigmen yang dapat dijadikan bahan dalam pembuatan pigmen cat.

Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) termasuk jenis magnet ferrite dan golongan oksida sederhana (Skomski, 1999). Hematite mempunyai struktur heksagonal dengan space group R3c (Cornell, 2003). Hematite mempunyai sifat mekanik yang kuat dan tidak mudah terkorosi karena tahan dalam lingkungan asam. Berdasarkan sifat magnetik, hematite mempunyai koersivitas magnetik sangat stabil terhadap pengaruh medan luar dan temperatur tinggi sekitar $1100^\circ\text{C} - 1300^\circ\text{C}$ (Priyono, 2004). Titik lebur yang dimiliki hematite cukup tinggi sekitar 1350°C (Cornell, 2003). Adanya sifat tersebut mengakibatkan temperatur yang diperlukan juga cukup tinggi untuk menguraikan ikatan Fe dalam proses substitusi (Zhang et. al., 2008). Pembuatan hematit dapat dilakukan melalui metode *green synthesis*.

Metode tersebut memiliki kelebihan seperti ekonomis, mudah, ramah lingkungan dan efisien (Al hakimi dkk., 2017). Aspek *green chemistry* adalah meminimalkan zat berbahaya, penggunaan katalis reaksi dan proses kimia, penggunaan reagen yang tidak beracun, penggunaan sumber daya yang dapat diperbaharui, peningkatan efisiensi atom, penggunaan pelarut yang ramah lingkungan dan dapat didaur ulang.

Green chemistry bertujuan mengembangkan proses kimia dan produk kimia yang ramah lingkungan dan sesuai dengan pembangunan berkelanjutan (Muryanto, 2006). Oleh karena itu pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan molekul yang bertindak sebagai agen pereduksi seperti penggunaan tumbuhan dan tanaman ekstrak (Thunugunta et al., 2015). Sintesis hematit dapat menggunakan agen pengendap dari tanaman yang memiliki kandungan seperti antioksidan, tannin (polifenol) dan banyak lagi sehingga, sintesis menjadi ramah lingkungan. Tanaman yang mengandung kandungan tersebut adalah jambu biji. Salah satu senyawa aktif yang terkandung pada jambu biji adalah tanin. Tanin merupakan senyawa polifenol yang sangat kompleks (Sumarmi dkk., 2018). Daun jambu biji berpotensi digunakan sebagai reduktor dalam sintesis hematit. Senyawa tanin yang terkandung di dalam daun jambu biji dapat digunakan sebagai penstabil dalam sintesis hematit (Capangpangan, dkk., 2018). Penelitian Rufus 2016 telah mensintesis hematit menggunakan ekstrak daun jambu biji menghasilkan pola XRD dengan puncak yang lebar dan masih terdapat puncak tambahan atau pengotor. Hasil SEM dari penelitian Rufus menunjukkan hasil sintesis hematit berbentuk kuasi-bola dan diperoleh ukuran kristal rata-rata sebesar 34,1 nm.

Penelitian Ahmed (2013) telah mensintesis hematit menggunakan metode hidrotermal dengan ekstrak daun teh menghasilkan pola XRD dengan puncak yang tajam tanpa pengotor dan didapatkan ukuran kristal rata-rata sebesar 33 nm. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan struktur hematit berbentuk rombohedral dengan diameter rata-rata 3-15 nm. Kemudian pada penelitian Muhammadikish (2014) telah mensintesis hematit dengan menggunakan agen reduktor ligan yaitu *2 mmol salicylidene 2 aminophenol* menghasilkan pola difraksi sangat sesuai dengan literatur dan tidak ada puncak pengotor yang teramati dan didapatkan ukuran kristal sebesar 44 nm. Hasil karakterisasi SEM pada waktu 6 jam dengan suhu 140 °C menghasilkan partikel berebentuk bulat dan terjadi aglomerasi. Pada penelitian ini dilakukan sintesis hematit dari limbah bubut besi dan ekstrak daun jambu biji dengan variasi waktu yang berbeda yaitu 4, 6, dan 8 jam yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hasil sintesis.

Berdasarkan uraian salah satu upaya untuk meminimalisir limbah bubut besi yaitu pemanfaatan kembali limbah untuk dijadikan serbuk hematit dengan metode green synthesis yang ramah lingkungan. Pada penelitian ini akan dilanjutkan sintesis hematit dari limbah bengkel bubut besi dengan metode hidrotermal menggunakan agen pengendap ekstrak daun jambu biji. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, SEM, dan Color Reader.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah

1. Bagaimana pengaruh variasi lama sintesis terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hasil sintesis ?

2. Bagaimana hasil karakterisasi SEM dan FTIR dari hasil sintesis terbaik menggunakan agen pengendap ekstrak daun jambu biji berdasarkan XRD ?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi lama sintesis terhadap struktur, ukuran kristal dan warna hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui hasil karakterisasi SEM dan FTIR dari hasil sintesis terbaik menggunakan agen pengendap ekstrak daun jambu biji berdasarkan XRD.

1.4 Batasan Masalah

1. Limbah besi dari bengkel bubut besi di Kabupaten Malang.
2. Agen pengendap yang digunakan adalah ekstrak daun jambu biji yang diambil di perkebunan daerah Kabupaten Malang.
3. Metode sintesis yang digunakan adalah metode hidrotermal dengan variasi lama sintesis 4 jam, 6 jam, dan 8 jam.
4. Karakterisasi yang digunakan yaitu XRD, SEM, FTIR, dan *colour reader*.

1.5 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah agar dapat mengurangi pencemaran lingkungan yang diakibatkan oleh bengkel bubut besi, dengan cara limbah tersebut dimanfaatkan sebagai prekursor pigmen hematit. Selain itu juga memanfaatkan limbah daun jambu biji sebagai agen reduktor. Penelitian ini juga dapat

dikembangkan untuk memperoleh hasil terbaik yang didasarkan pada standart pigmen berkualitas dari bahanlimbah besi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Bubut Besi Sebagai Besi Oksida

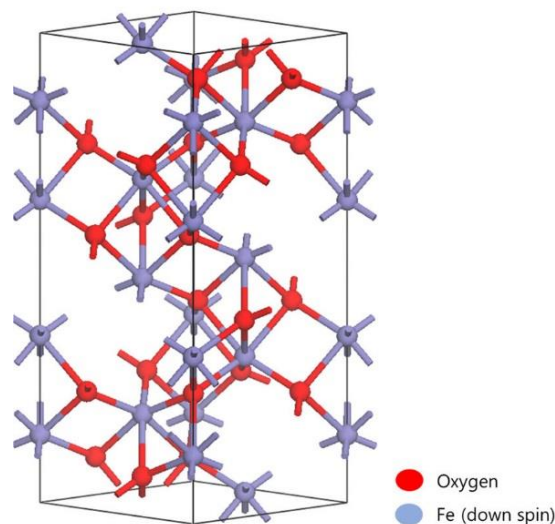
Limbah bubut besi merupakan limbah yang dihasilkan dari bengkel bubut besi dan industri yang berpotensi mencemari lingkungan. Salah satu limbah atau sampah yang sulit di daur ulang adalah limbah padat. Limbah padat merupakan sisa hasil kegiatan industri maupun aktivitas domestik yang berbentuk padat. Limbah bubut besi merupakan limbah padat yang sulit terurai. Apabila limbah semakin banyak maka lingkungan akan terkena dampak negatif dari limbah bubut besi ini mengingat limbah ini sulit terurai. Oleh karena itu perlu penanganan khusus untuk mengelola limbah bubut besi ini. Pemanfaatan limbah bubut besi sebagai bahan prekursor merupakan salah satu solusi agar dapat mengurangi jumlah limbah yang dihasilkan dari bengkel bubut besi ataupun industri bubut logam.

Kandungan Fe pada limbah bubut besi sangatlah tinggi sehingga berpotensi untuk dijadikan oksida besi. Beberapa penelitian telah meneliti kadar Fe pada limbah bubut besi dihasilkan kadar Fe sebesar 96% (Sunardi dan Wijayanti, 2010), kadar Fe sebesar 97,11% (Khoiroh dkk., 2013), kadar Fe sebesar 96,08% (Chabib, 2017), dan kadar Fe sebesar 72% (Gaballah dkk., 2013). Tingginya kadar besi di dalam limbah bubut besi membuktikan bahwa limbah bubut besi dapat dijadikan bahan precursor oksida besi. Limbah bubut besi juga dapat digunakan sebagai alternatif dalam pembuatan batako. Biji besi yang didapatkan dari alam umumnya adalah senyawa besi dengan oksigen seperti hematit, magnetit, limonit atau siderit. Pemanfaatan limbah bubut besi lainnya adalah dapat digunakan sebagai campuran

aspal panas (Bahri. S, 2017) serta dapat digunakan sebagai media penyerap gas H₂S (*Hydrogen sulfide*) yang merupakan salah satu gas *impurities* dari biogas.

2.2 Besi Oksida Hematit Sebagai Pigmen

Besi oksida merupakan senyawa kimia yang terdiri dari besi dan oksigen. Besi banyak ditemukan dalam batuan dan tanah sebagai oksida besi. Oksida besi adalah oksida logam yang melimpah di tanah yang dibentuk oleh protonasi dan pelepasan Fe dari mineral primer atau sekunder sebagai hasil dari proses oksidasi. Besi oksida dan hidroksida sangat stabil dalam kondisi aerob, tetapi mudah larut oleh proses protolisis dan reduksi dalam kondisi anaerob dengan nilai potensial redoks yang rendah. Oksida besi ini memiliki kemampuan untuk membentuk kompleks organologam dimana kation logam berikatan dengan gugus fungsi seperti -COOH, =CO, -OH, -OCH₃, -NH₂, -SH dan sifatnya yang sangat stabil.



Gambar 2. 1 Struktur Hematit

Hematit (α-Fe₂O₃) merupakan salah satu mineral primer yang terdapat di dalam batuan secara alami. Hematit memiliki struktur yaitu korondum dengan ion-

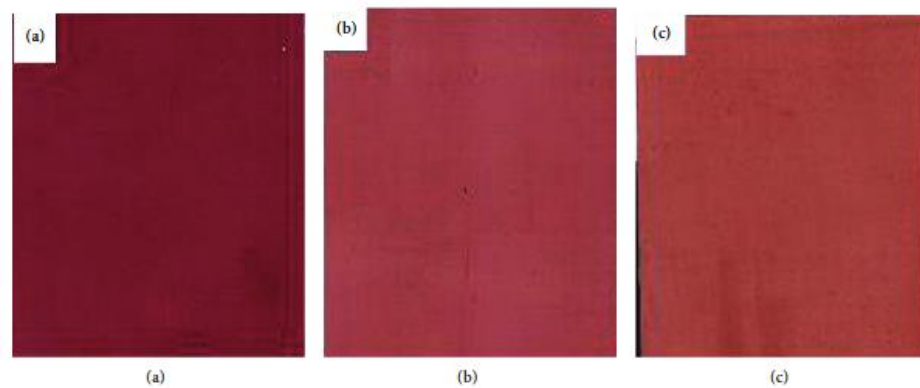
ion oksigen dalam kemasan rapat heksagonal (Hamsah, 2007). Hematit memiliki grup ruang R-3cH (simetri rombohedral) dan parameter kisi yang terbentuk unit heksagonal (Cornell and Schwetmann, 2003).

Keunggulan hematit sebagai pigmen adalah stabilitas kimia yang baik, tidak beracun, tahan terhadap suhu yang sangat tinggi, sehingga memiliki sifat pigmen yang sangat baik (Vujtek, et al., 2003). Selain itu ketahanan yang tinggi terhadap korosi, warna merah yang khas, kekuatan pewarnaan yang tinggi, daya tahan yang tinggi dan baik, ketahanan terhadap suhu tinggi, tidak beracun, dan ramah lingkungan (Rahmawati et al., 2020; Khalil et al., 2017). Pigmen besi oksida telah banyak dikembangkan sebagai pigmen karena ukuran nanopartikelnya yang sangat kecil, sehingga dapat meningkatkan kekuatan warna pigmen dengan memperbesar luas permukaan dan volume secara merata, serta memiliki reaktivitas dan daya tahan yang tinggi terhadap cahaya (Tenner, 2015).

Pigmen warna berfungsi menambah warna dan memberikan daya tutup dan anti korosi. Ada dua metode pengukuran warna yang banyak digunakan, yaitu metode pengukuran warna secara objektif maupun subjektif. Colorimeter / Chromameter prinsip alat ini adalah mengukur parameter menggunakan tiga buah filter X (merah), Y (hijau), dan Z (biru). Pengukuran objektif dapat dilakukan dengan Colorimeter atau Chromameter, sedangkan pengukuran subjektif dapat dilakukan dengan menggunakan diagram warna Chromaticity Data hasil pengukuran dapat berupa nilai $L^*a^*b^*$ CIE (Septityana, K. D., 2013).

Cornell dan Schwertmann (2003) menyatakan bahwa standar pigmen hematit yaitu memiliki distribusi ukuran partikel yang kecil dan seragam, sedangkan standar nilai warna hematit L^* berkisar antara 25-45, C^* berkisar 9-42

dan H_o berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata berturut-turut adalah 37, 29, dan 42. Mufti, dkk. (2013) menyatakan warna pigmen hematit yaitu coklat sampai coklat kemerahan dan merah.



Gambar 2.2 Warna Pigmen Hematit Hasil Sintesis Dengan Ukuran (a) 7-9 nm, (b) 12-16 nm, (c) 16-22 nm (Fouda et al., 2012)

2.3 Peran Ekstrak Daun Jambu Biji Sebagai Agen Pengendap

Jambu biji (*Psidium guajava L.*) merupakan tanaman perdu penghasil buah yang disebut *Lambo gujava* (Suradikusumah, 1989). Tumbuhan ini asli Brazil Amerika Tengah, menyebar ke Thailand kemudian ke negara Asia lainnya seperti di Indonesia. hingga saat ini telah dibudidayakan dan didistribusikan di wilayah Jawa.

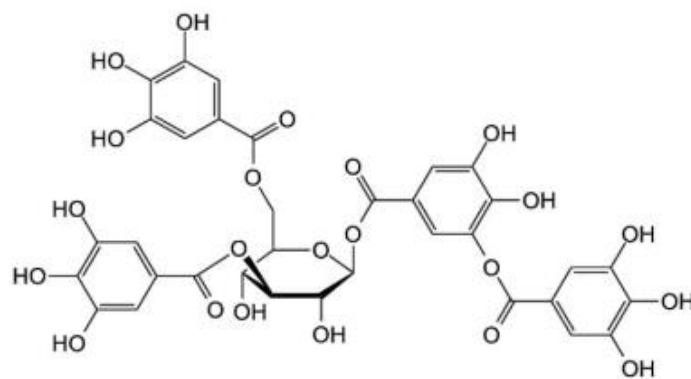


Gambar 2. 3 Tanaman Jambu Biji (Rochmasari, Y. 2011)

Klasifikasi tanaman jambu biji adalah sebagai berikut :

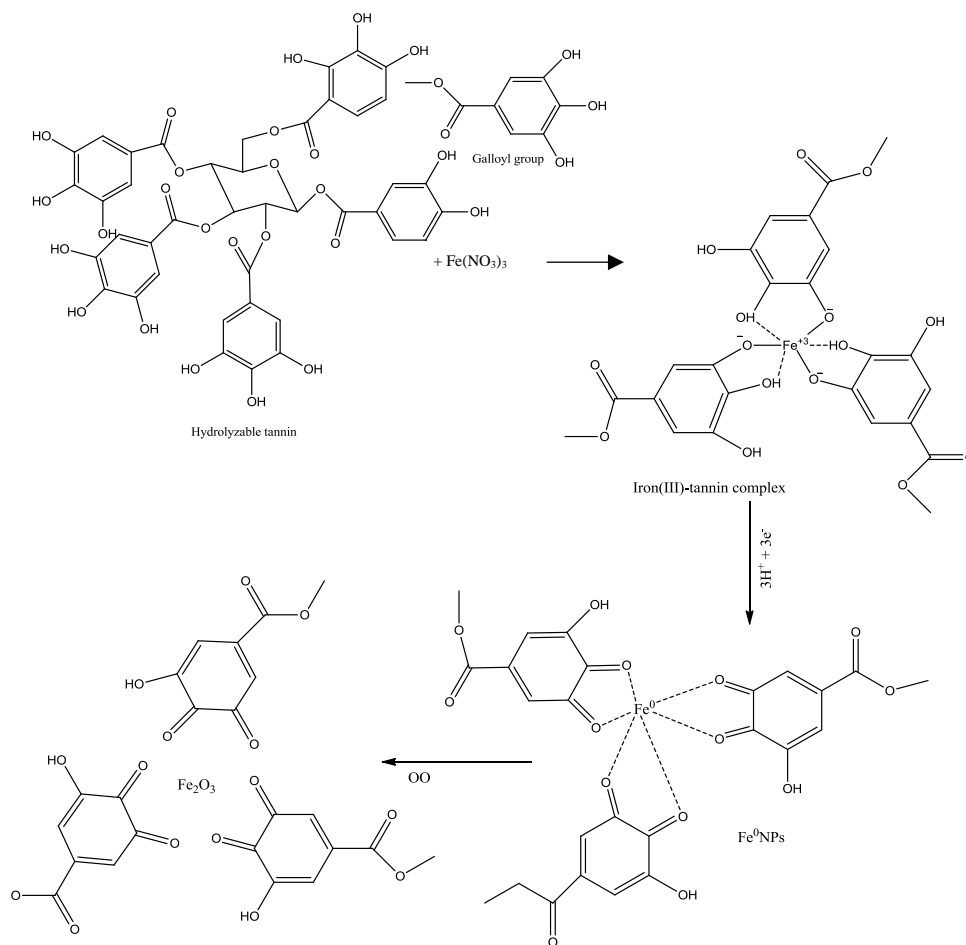
Divisi : *Spermatophyta*
 Subdivisi : *Angiospermae*
 Kelas : *Dicotyledonae*
 Bangsa : *Myrtales*
 Suku : *Myrtaceae*
 Marga : *Psidium*
 Jenis : *Psidium Guajava L.*

Daun jambu biji mengandung flavonoid, tanin (17,4 %), fenolat (575,3 mg/g), polifenol, karoten dan minyak atsiri (Vijayakumar et al, 2015). Daun jambu biji (*Psidium guajava L.*) mengandung bahan kimia aktif saponin, flavonoid, tanin , eugenol dan triterpenoid. Senyawa polifenol yang banyak terdapat pada daun jambu biji adalah flavonoid dan tanin (Tomanda, H. F., 2021). Tanin merupakan salah satu senyawa metabolit sekunder yang terkandung di dalam tanaman jambu biji. Bagian tanaman jambu biji yang mengandung tanin ialah bagian daunnya. Tanin adalah senyawa organik yang ditemukan dalam ekstrak tumbuhan yang larut dalam air. Selain itu tannin adalah senyawa polifenol yang dapat membentuk kompleks dengan polisakarida dan protein yang diendapkan (Rahmawati, H., 2021).



Gambar 2. 4 Struktur Tanin (Hidjrawan, Y., 2018)

Tanin dalam daun jambu biji berfungsi sebagai zat pereduksi dan agen *capping*. Proses adsorpsi senyawa organik yang memiliki sifat hidrofobik dan efek sterik pada permukaan logam sehingga pada hasil sintesis, serapan ini masih muncul walaupun intensitas rendah. Keaktifan senyawa polifenol yang digunakan sebagai agen *capping* berpengaruh pada efek sterik dan gugus hidroksi, semakin banyak gugus-gugus hidroksi maka akan meningkatkan kereaktifan senyawa tersebut (Arief dkk., 2015). Tanin memiliki gugus fenol dan bersifat koloid sehingga di dalam air bersifat asam lemah. Tanin memiliki berat molekul tinggi dan cenderung mudah di oksidasi menjadi suatu polimer sehingga sifat ini dapat digunakan sebagai pengompleks ion Fe .



Gambar 2.5 Mekanisme reaksi tannin dan besi (Shtewi et al., 2021).

Tanin diperoleh dengan menggunakan *green chemistry*. *Green chemistry* adalah penerapan prinsip penghilangan dan pengurangan senyawa berbahaya dalam desain, pembuatan dan aplikasi dari produk kimia (Prabawati dan Wijayanto, 2015). Penerapan proses sintesis berbasis *green chemistry* akan memberikan keuntungan keseimbangan antara aspek lingkungan, ekonomi, dan sosial. Jika suatu proses industri berbasis *green chemistry*, maka industri tersebut akan menjalankan 12 berikut (1) pencegahan terbentuknya limbah, (2) ekonomi atom, (3) sintesis kimia yang tidak berbahaya, (4) perancangan produk kimia yang aman, (5) pemakaian bahan pelarut dan pembantu yang aman, (6) perancangan efisiensi energi, (7) penggunaan bahan baku terbarukan, (8) pengurangan langkah proses, (9) penggunaan katalis untuk mempercepat proses, (10) perancangan produk terbarukan yang ramah lingkungan, (11) analisis real time untuk pencegahan polusi, (12) menghindari penggunaan bahan kimia yang berbahaya, toksis, dan tak ramah lingkungan. Dengan pelaksanaan ke-12 prinsip tersebut, berarti *green chemistry* dapat dipandang sebagai suatu langkah penting menuju kelestarian lingkungan atau pembangunan berkelanjutan (Sudarmin, 2013). Selain metode, prekursor dan reduktor utama yang digunakan dalam sintesis hematit menjadi penentu keberhasilan terbentuknya senyawa hematit. Selama ini prekursor dan reduktor yang digunakan salah satunya adalah menggunakan bahan kimia. Zat bahan kimia tersebut sangat berbahaya bila hasil larutan terbuang di lingkungan. Untuk mengurangi tingkat bahaya dari reduktor yang digunakan dalam sintesis hematit yaitu menggunakan pendekatan *green synthesis* atau pemanfaatan ekstrak bahan alam seperti ekstrak dari tanaman yaitu dari daun. Ekstrak daun jambu biji banyak mengandung senyawa metabolit sekunder salah satunya adalah tanin. Senyawa

tanin dalam daun jambu biji berfungsi sebagai reduktor dan capping agent agar ukuran partikel tetap stabil dalam skala nanometer (Kumara et al., 2015).

Metode infusa adalah salah satu metode dengan berbasis *green chemistry*. Metode infusa merupakan proses mengekstrak zat-zat yang terkandung menggunakan pelarut air pada suhu 80°C selama 30 menit. Ekstraksi daun jambu biji menggunakan pelarut aquademineral karena tanin merupakan senyawa yang memiliki 2 cincin aromatik dengan gugus hidroksil lebih dari satu. Semakin banyak gugus hidroksil maka tingkat kelarutan di dalam air semakin besar atau bersifat polar. Uji fitokimia untuk menguji keberadaan tannin dilakukan dengan penambahan reagen FeCl₃ untuk melihat apakah senyawa tannin tersebut terlihat dengan kompleks berwarna hijau kehitaman.

Penelitian Rufus dkk (2016) telah menghasilkan hematit dengan memanfaatkan ekstrak daun jambu biji sebagai agen pereduksi dan penstabil. Sintesis berhasil dilakukan dengan metode presipitasi menggunakan prekursor FeCl₃. Hasil yang diperoleh yaitu senyawa hematit (α -Fe₂O₃) dengan struktur kristal rombohedral dan ukuran kristal sebesar 34,1 nm.

2.4 Fe(NO₃)₃ Sebagai Prekursor Pada *Green Synthesis* Hematit

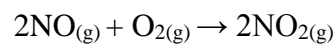
Prekursor Fe(NO₃)₃ dapat dihasilkan dari proses destruksi limbah bubuk besi dengan asam kuat. Frankel (2016) menemukan bahwa destruksi dengan asam nitrat dapat membentuk ion Fe³⁺ dalam bentuk Fe(NO₃)₃. Prekursor Fe(NO₃)₃ membentuk fase magnetit (Fe₃O₄), yang bertransformasi menjadi fase hematit yang sangat kristal saat terpapar suhu tinggi (400-700°C). Vogel (1990) menyatakan bahwa penambahan besi pada asam nitrat pekat menghasilkan ion besi Fe³⁺. Asam

nitrat dapat mengoksidasi Fe dari bilangan oksidasi 0 menjadi 3+ , karena hematit berasal dari ion besi Fe^{3+} dan lebih reaktif, pembentukan Fe^{3+} lebih disukai daripada ion besi Fe^{2+} (Frankel, 2016).

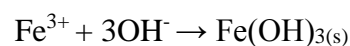
Menurut Nisa (2018), jika material besi ditambahkan asam nitrat pekat maka menghasilkan ion ferri dan gas nitrogen. Reaksinya adalah sebagai berikut :



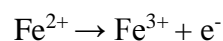
Reaksi diatas menghasilkan gas NO yang tidak berwarna, saat gas tersebut keluar maka akan segera bereaksi dengan oksigen yang ada di udara membentuk gas nitrogen dioksida (NO_2) yang berwarna coklat kemerahan (Vogel, 1990). Reaksinya adalah sebagai berikut :



Keberadaan ion ferri (Fe^{3+}) dalam suatu larutan dapat diketahui dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan ketika direaksikan dengan NaOH. Reaksinya adalah sebagai berikut :



Apabila endapan berwarna hijau ketika direaksikan dengan NaOH mengindikasikan adanya ion Fe^{2+} . Ion ferro mudah teroksidasi menjadi ion *ferric*. Ketika proses oksidasi maka terjadi pelepasan elektron seperti pada reaksi sebagai berikut :



2.5 Green Synthesis Hematit Menggunakan Metode Hidrotermal

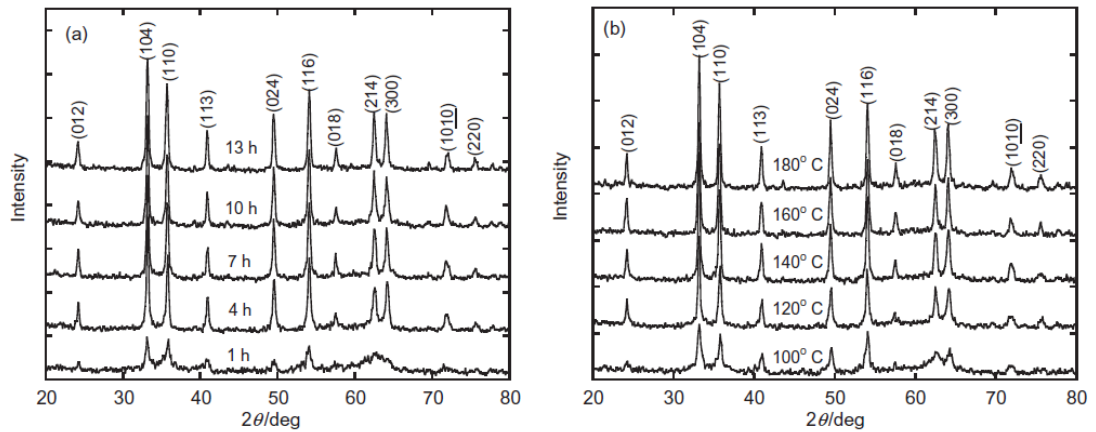
Metode yang digunakan untuk menghasilkan nanopartikel hematite antara lain sol-gel, presipitasi, *sonochemical*, *solvothermal*, dan hidrotermal (Qiu et. al.,

2011). Pada umumnya metode di atas membutuhkan waktu yang cukup lama. Lamanya waktu dapat direduksi dengan metode pemanasan awal berbantuan gelombang mikro (Nurhayati, 2010). Sintesis dengan metode hidrotermal dapat didefinisikan sebagai metode sintesis dari kristal tunggal yang tergantung pada kesolutan dari mineral pada air panas dibawah tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal dibentuk dalam apparatus yang terdiri dari tekanan vessel baja yang disebut autoclave, yang mana nutrient disuplai terus bersama air. Gradien suhu ditentukan pada akhir kebalikan dari ruang pertumbuhan (Walujodjati, A, 2008).

Metode hidrotermal memiliki kelebihan yaitu homogenitas, kemurnian, temperatur *sintering* yang lebih rendah dan berukuran nanopartikel. Kelebihan lainnya dalam metode hidrotermal adalah mengurangi penggumpalan diantara partikel, mampu menghasilkan distribusi ukuran partikel yang relative seragam, dan morfologi partikel yang terkontrol dan kemurnian produk yang tinggi, selain itu teknik ini sangat murah dan sederhana (Arief, 2011). Prinsip dari metode ini adalah penggunaan air pada suhu dan tekanan tinggi untuk merubah struktur dan membentuk material nanostruktur. Metode ini menggunakan *system autoclave* pada rentangan 10-150 kilobar. Sintesis hidrotermal terjadi dengan 2 tahap. Tahap pertama yaitu hidrolisis dari larutan garam menghasilkan logam hidroksida dan tahap kedua yaitu hidroksida yang terdehidrasi menghasilkan oksida logam.

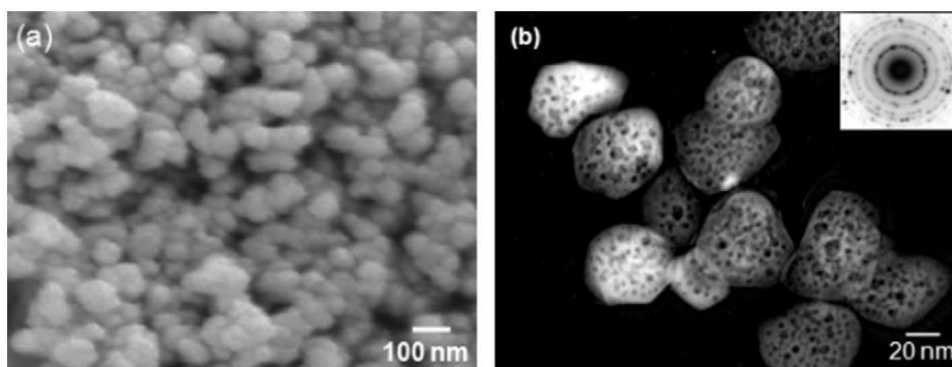
Penelitian (Ahmed et al., 2013) telah mensintesis hematit dengan waktu 1 jam menggunakan suhu 100°C didapatkan hasil pada saat suhu 100°C ditemukan reaksi tidak berjalan dan produk yang dihasilkan merupakan hematit di alam dengan kristalinitas rendah. Namun dengan peningkatan suhu 120°C dengan waktu 4 jam ketajaman XRD memuncak untuk hematit (kristalinitas produk yang tinggi seiring

bertambahnya waktu, kecenderungan partikel menjadi lebih teratur dalam ukuran dan morfologi dan secara bertahap partikel membentuk pola seperti kubik.



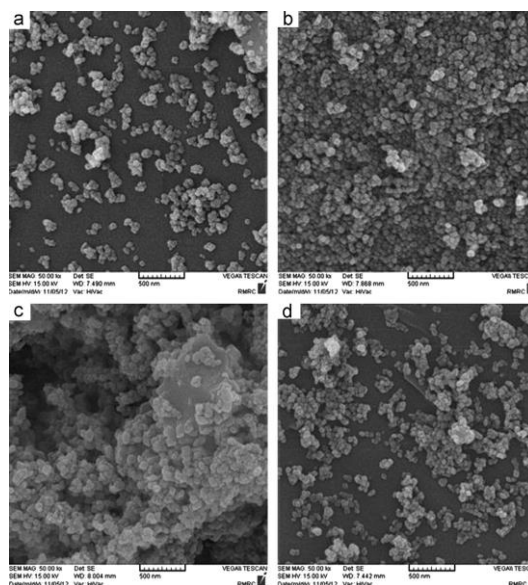
Gambar 2. 6 Data XRD nanopartikel hematit dengan variasi waktu dan proses hidrotermal (Ahmmad et al., 2013)

Ukuran dan morfologi hasil sintesis (α - Fe_2O_3) diperiksa dengan analisis SEM dan TEM. Gambar SEM dari (α - Fe_2O_3) menunjukkan bahwa produk tersebut terdiri dari partikel nano dengan ukuran mulai dari 40 hingga ca. 80 nm (Gambar a) partikel dengan ukuran sekitar 100 nm diamati. Seperti yang terlihat dari dalam Gambar TEM dari Gambar b, partikelnya agak bulat bentuk dan pori-pori diamati di seluruh partikel.



Gambar 2. 7 Hasil SEM (a) dan TEM (b) pada sintesis nanopartikel (α - Fe_2O_3) (Ahmmad et al., 2013)

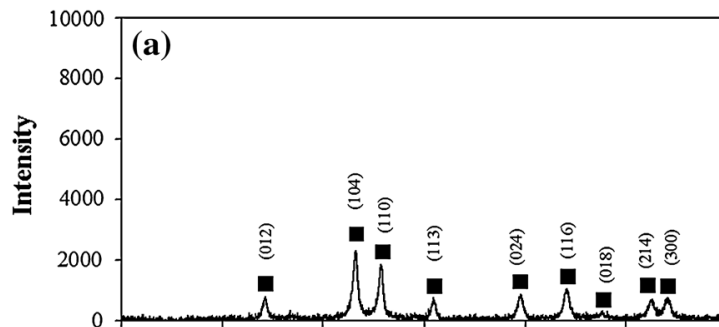
Penelitian Mohammadikish, M. (2014) telah mensintesis hematit dengan menggunakan metode hidrotermal dengan variasi waktu selama 24 jam didapatkan hasil SEM pada Gambar 2.8. Morfologi dan struktur ditunjukkan oleh SEM yang menunjukkan morfologi rinci dari hematit, dari mana kristal nano α -Fe₂O₃ yang diaglomerasi lemah terlihat jelas diamati pada waktu dan suhu yang berbeda. Dapat diliha pada gambar SEM, struktur nano berbentuk nanocrystals dengan diameter 40–50 nm.



Gambar 2.8 Hasil SEM (Mohammadikish, M. 2014)

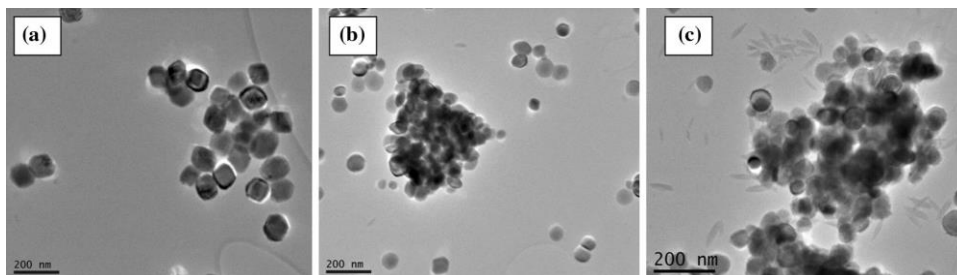
Produk diperoleh setelah 6 jam dengan komposisinya partikel bulat (a). Dengan memperpanjang waktu reaksi hingga 12 jam mengarah ke aglomerasi produk (b). Campuran dari ellipsoid dan struktur nano seperti lozenge terbentuk setelah 18 jam (c). Setelah 24 jam, didapatkan struktur nano yang kurang diaglomerasi (d). Penelitian (Khalil et al., 2014) telah mensintesis hematit dengan menggunakan metode hidrotermal variasi waktu dan variasi suhu didapatkan Gambar 2.10 menunjukkan XRD pola produk pada waktu reaksi yang berbeda. Saat reaksi

berlangsung, intensitas puncak meningkat menunjukkan lebih banyak hematit dengan kristalinitas tinggi diproduksi



Gambar 2.9 Hasil XRD dengan 16 mM $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 40 mM NH_4OH , dan suhu reaksi 120 °C

Gambar 2.10 hasil TEM dari nanopartikel hematit disintesis pada suhu reaksi yang berbeda: 120 °C, 160 °C, dan 180 °C. Berdasarkan hasil tersebut, ternyata suhu memiliki efek pada ukuran partikel hematit yang disintesis. Sedikit perubahan partikel ukuran diamati sebagai suhu reaksi meningkat dari 120 °C menjadi 180 °C. Pada Gambar. 2.10 (a) bentuk dispersi nanopartikel hematit yang terbentuk diperoleh saat reaksi berlangsung pada suhu 120 °C. Namun, pada saat suhu dinaikkan menjadi 180 °C, partikel agregasi lebih terbentuk. Hasil ini juga diamati pada pengukuran ukuran partikel seperti yang ditunjukkan pada partikel hematit yang disiapkan memiliki ukuran partikel yang lebih luas distribusi pada 180 °C dari pada 120 °C



Gambar 2.10 Gambar TEM dari produk reaksi yang disintesis pada konsentrasi temperatur yang berbeda: a 120 °C, b 160 °C, dan c 180 °C

Berdasarkan penelitian di atas faktor-faktor yang mempengaruhi pada metode hidrotermal diantaranya adalah suhu yang kurang akan menyebabkan kristalinitas rendah dan ukuran produk yang dihasilkan kurang. Waktu reaksi juga mempengaruhi karena semakin panjang waktu reaksi maka ukuran dan morfologi juga akan semakin terbentuk (Mohammadikish, M., 2014).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Maret – selesai di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di *Green Lab* dan SEM dilakukan di ITS dan karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Brawijaya. Adapun karakterisasi *Colour Reader* dilakukan di Laboratorium Pengolahan Pangan dan Biomassa Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Brawijaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, lemari asam, botol semprot, pH meter, *hot plate*, termometer, *autoclave*, *stirrer magnetic*, timbangan analitik, kertas saring, tanur, XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan FTIR (*Fourier-transform infrared spectroscopy*), dan *Colour Reader*.

3.2.2 Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah bubuk besi, HNO₃, NaOH, FeCl₃, aquademineral, daun jambu biji dan aseton.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa hematit menggunakan metode hidrotermal dengan variasi lama sintesis 4 jam, 6 jam dan 8

jam dengan suhu 180 °C. Limbah bubut besi didestruksi menggunakan HNO₃ dan agen pegendap *green synthesis* yang digunakan adalah ekstrak daun jambu biji yang telah diuji dengan FTIR. Hasil sintesis berupa serbuk dikarakterisasi dengan XRD dan Colour Reader kemudian hasil sintesis yang terbaik kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM dan FTIR.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Sampel

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah bubut besi berbentuk serbuk dari bengkel bubut besi di Kota Malang, Jawa Timur. Limbah bubut besi dari bengkel bubut besi dipisahkan dari kerikil atau tanah menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian sampel dicuci dengan menggunakan aquademin dan dikeringkan pada suhu ruang. Sampel yang telah bersih dijadikan bahan dasar prekursor.

3.4.2 Preparasi prekursor Fe³⁺

Sampel ditimbang sebanyak 20 gram. Prekursor dibuat dengan mendestruksi sampel limbah bubut besi dalam HNO₃ 7M 200 mL dan distirrer (Khoiroh, 2021). Campuran didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam agar terlarut sempurna (Dewi, dkk., 2020). Kemudian disaring menggunakan kertas saring untuk menghilangkan pengotor. Selanjutnya, filtrat dipanaskan di atas *hot plate* sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai larutan menjadi *slurry* untuk memaksimalkan pelarutan. Prekursor diambil sedikit lalu dilarutkan dengan aquades sebanyak 50 ml untuk membentuk ion Fe³⁺, kemudian ditetesi NaOH 1 M untuk menguji keberadaan ion Fe³⁺ (Khoiroh, dkk., 2013). Hasil prekursor

dikarakterisasi dengan XRF dan FTIR.

3.4.3 Ekstrak Daun Jambu Biji Dengan Metode Infusa

Daun jambu biji yang telah dipetik di daerah Kota Malang dijadikan ekstrak dengan menggunakan metode infusa. Langkah yang pertama adalah dengan mencuci daun jambu biji dengan air. Daun jambu biji yang telah dicuci kemudian dibilas dengan menggunakan aquades yang berfungsi untuk menghilangkan pengotor daun tersebut. Kemudian dikeringkan di suhu ruang. Daun kemudian ditumbuk hingga halus dan daun yang telah halus diambil sebanyak 40 gram dan dimasukkan *beaker glass* 250 ml dan ditambahkan aquademin 200 ml. Kemudian dipanaskan dengan *waterbath* yang berisi 500 mL aquades. Kemudian dipanaskan pada suhu 80 °C selama 30 menit, setelah itu didiamkan agar terbentuk endapan. Endapan kemudian disaring dengan kertas saring untuk diambil filtratnya untuk dijadikan agen reduktor. Filtrat dicek pH lalu dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR (Buarki, dkk., 2022).

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

3.4.4 Sintesis Hematit dengan Variasi Lama Sintesis

Sampel prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sebanyak 15 gram dilarutkan dengan aquademin 150 mldan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* lalu dicek pH larutannya. Campuran yang telah homogen ditambahkan ekstrak daun jambu biji sebanyak 90ml sedikit demi sedikit, setelah itu diaduk dengan *magnetic stirrer* agar merata

dan dicek pH. Setelah itu dimasukkan ke dalam autoclave dengan suhu 180 °C dengan variasi lama sintesis 4, 6, 8 jam. Setelah terbentuk endapan dan filtrat maka larutan didekantasi dan endapan dicuci dengan aquademin sampai dengan pH 6. Setelah itu dicuci dengan menggunakan aseton secukupnya dan disaring dengan corong buchner untuk menghilangkan kadar air. Hasil dipanaskan dalam tanur pada suhu 750 °C selama 3 jam. Produk hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan *colour reader*. Hasil karakterisasi terbaik dari XRD kemudian dikarakterisasi dengan SEM dan FTIR.

3.5 Karakterisasi Hasil Sintesis 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 α ($\lambda=1.5418\text{\AA}$) dengan daya sebesar 30kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang $2\theta = 20-80$.

3.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Colour Reader

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

3.7 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR

Analisa FTIR bertujuan untuk mengetahui adanya ikatan logam-oksigen pada sampel. Hasil yang didapatkan berupa spektrum absorbansi dengan sumbu x berupabilangan 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 (Darezereshki, 2012).

3.8 Karakterisasi Hasil Sintesis Dengan SEM

Produk dari hasil karakterisasi XRD akan dianalisis menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran partikel. 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.

3.9 Analisis Hasil Penelitian

3.9.1 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 2θ dan β (lebar setengah

puncak) yang digunakan untuk menghitung ukuran kristal (D) menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditulis seperti persamaan 3.1 (Lassoued, 2017):

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta}$$

dengan D adalah ukuran kristal (nm), k : nilai konstanta faktor (0,9-1), λ : panjang gelombang sinar-X (1,54056 Å), β : nilai FWHM dalam radian, dan θ : sudut Bragg.

3.9.2 Analisis Hasil *Colour Reader*

Nilai yang didapatkan yaitu L^* , a^* dan b^* yang digunakan untuk menentukan nilai C^* (kroma) dan H° (Hue).

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

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

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

3.9.3 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 SDDBS. Data pita absorpsi pada senyawa hematit telah di jelaskan pada Tabel 3.1 (Darezereshki, 2012).

Tabel 3. 1 Data absoprsi senyawa hematit

Bilangan Gelombang (cm⁻¹)	Jenis vibrasi
465 dan 544	Fe-O stretching

3.9.4 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 :

- a) Klik Image pilih type 8 bit.
- b) Sesuaikan skala sesuai dengan scale bar pada hasil SEM dengan cara klik analyze lalu klik set scale.
- c) Ukur panjang masing-masing partikel yang terlihat dengan menggunakan line sehingga diperoleh distribusi ukuran partikel.
- d) Analisis partikel dengan cara klik analyze lalu klik set measurement untuk menentukan keluaran dalam analisis partikel.
- e) Klik analyze lalu Analyze Particles dan disimpan data dalam format excel.

Data yang telah diperoleh kemudian diolah menggunakan aplikasi origin dengan cara :

- a) Klik plot lalu statistical pilih histogram.

- b) Diatur number of bin dan add distribution curves.
- c) Blok kolom Y yang muncul lalu klik analysis pilih Peaks and Baseline yaitu Multiple Peak Fit.
- d) Klik titik tertinggi yang muncul pada grafik lalu klik Open NLFit pilih Fit until converged sehingga akan diperoleh tabel ukuran rata-rata partikel dari persamaan fungsi Gaussian

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmmad, B., Leonard, K., Shariful Islam, Md., Kurawaki, J., Muruganandham, M., Ohkubo, T., & Kuroda, Y. (2013). Green Synthesis of Mesoporous Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles and Their Photocatalytic Activity. *Advanced Powder Technology*, 24(1), 160–167.
- Al Hakimi, N. S., Hanapi, A., & Fasya, A. G. (2017). Green Synthesis Senyawa Imina dari Vanillin dan Anilina dengan Katalis Alami Air Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*). *ALCHEMY: Journal of Chemistry*, 5(4), 120–124.
- Arief, S., Gustia, V., Wellia, D. V., Zulhadjri, Ban, T., & Ohya, Y. 2015. Hydrothermal Synthesized Ag Nanoparticles using Bioreductor of Gambier Leaf Extract (*Uncaria Gambier Roxb*). *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(9S), 189–192.
- Bahri, S. (2017). Pemanfaatan Limbah Serbuk Besi Sebagai Agregat Halus pada Campuran Aspal Panas. *Inersia: Jurnal Teknik Sipil*, 9(2), 39–46.
- Chabib, M. N. A. 2017. Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. *Skripsi*, Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Chacko, S. M., Thambi, P. T., Kuttan, R., & Nishigaki, I. 2010. Beneficial Effects of Green Tea: A Literature Review. *Chinese Medicine*, 5(1): 13.
- Cornell, R.M dan Udo, S. 2003. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences, and Uses*. 2nd, completely rev. and extended ed ed. Weinheim: Wiley-VCH.
- Cornell, R.M. and U. Schwertmann. 2003. *The Iron Oxides*. Weinheim: WILEY-VCH.
- Corrbit R.A. 2004. *Standard Handbook of Enviromental Engineering.*: The Mc Graw- Hill Companies.
- Darezereshki, E. 2012. Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite (α - Fe₂O₃) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 91–97, 7.
- Fouda, M. F. R., El-Kholy, M. B., Moustafa, S. A., Hussien, A. I., Wahba, M. A., & El-Shahat, M. F. (2012). Synthesis and characterization of nanosized Fe₂O₃ pigments. *International Journal of Inorganic Chemistry*, 2012.
- Gaballah, N. M., Zikry, A. F., Khalifa, M. G., Farag, A. B., El-Hussiny, N. A., & Shalabi, M. E. H. 2013. P Production of Iron from Mill Scale

- Industrial Waste Via Hydrogen. *Open Journal of Inorganic Non-Metallic Materials*, 3: 23-28.
- Hamsah, D. 2007. Pembuatan Penciciran dan Uji Aplikasi Nanokomposit Berbasis Montolamit dan Besi Oksida. *Skripsi*. ITB.
- Hassanjani-Roshan, A., Vaezi, M. R., Shokuhfar, A., & Rajabali, Z. 2011. Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Via Sonochemical Method and Their Characterization. *Particuology*, 9(1), 95–99.
- Herdianita, N.R., Ong H.L., Subroto, dan Priadi, B. 1999. Pengukuran Kristalinitas Silika Berdasarkan Metode Difraktometer Sinar-X. *PROC.ITB*, Vol.31, No.1.
- Khalamudillah, F. A., Suhendar, D., & Supriadin, A. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Besi (III) Oksida dari Serbuk Besi Limbah Bubut Logam. *al-Kimiya: Jurnal Ilmu Kimia dan Terapan*, 4(1), 45-50.
- Khalil, M., Yu, J., Liu, N., & Lee, R. L. (2014). Hydrothermal synthesis, characterization, and growth mechanism of hematite nanoparticles. *Journal of nanoparticle research*, 16(4), 1-10.
- Khoiroh, L. M. (2013). *Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi*.
- Khoiroh, L. M. (2021). Synthesis and Application of Hematite from Lathe Waste as Anti-Swelling on Wood. *ICONETOS*, 357–362.
- Khoiroh, L.M. 2013. Pengaruh pH dan Suhu Kalsinasi Terhadap Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dengan Metode Termal Transformasi FeOOH. *Tesis*. Malang: Program Pascasarjana Universitas Brawijaya.
- Kumara Swamy, M., Sudipta, K. M., Jayanta, K., & Balasubramanya, S. (2015). The green synthesis, characterization, and evaluation of the biological activities of silver nanoparticles synthesized from *Leptadenia reticulata* leaf extract. *Applied nanoscience*, 5, 73-81
- Lin, M., Tng, L., Lim, T., Choo, M., Zhang, J., Tan, H. R., & Bai, S. (2014). Hydrothermal synthesis of octadecahedral hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles: an epitaxial growth from goethite (α -FeOOH). *The Journal of Physical Chemistry C*, 118(20), 10903-10910.
- Mohammadikish, M. (2014). Hydrothermal synthesis, characterization and optical properties of ellipsoid shape α -Fe₂O₃ nanocrystals. *Ceramics International*, 40(1), 1351-1358.
- Nassar, M. Y., Ahmed, I. S., & Hendy, H. S. (2018). A facile one-pot hydrothermal synthesis of hematite (α -Fe₂O₃) nanostructures and cephalixin antibiotic sorptive removal from polluted aqueous media. *Journal of Molecular Liquids*, 271, 844-856.

- Prabawati, S. Y., & Wijayanto, A. (2015). Penerapan Green Chemistry Dalam Praktikum Kimia Organik: Materi Reaksi Nitration Pada Benzena. *Integrated Laboratory*, 3(1), 1-8.
- Priyono. Yuli Astanto. Happy Traningsih & Ainie Khuriati R.S. 2004. Efek Aditiv Al₂O₃ Terhadap Struktur dan Sifat Fisis Magnet Permanen BaO.6(Fe₂O₃). *Jurnal Berkala Fisika*. Vol 7, No. 2, April 2004, hal 69-73.
- Purnamastuti, F. N. (2011). *Pemanfaatan Limbah Padat Industri Besi Bubut (Gram) Untuk Adsorpsi Kandungan H₂s Dari Biogas* (Doctoral dissertation, Universitas Gadjah Mada).
- Qin, W., Yang, C., Yi, R., & Gao, G. 2011. Hydrothermal Synthesis and Characterization of Single-Crystalline α -Fe₂O₃ Nanocubes. *Journal of Nanomaterials*. 6.
- Qiu, G., Huang, H., Genuino, H., Opembe, N., Stafford, L., Dharmarathna, S., & Suib, S. L. 2011. Microwave –Assisted Hydrothermal Synthesis of Nanosized α -Fe₂O₃ for Catalyst and Adsorbents. *The Journal of Physical Chemistry C*, 115(40), 19626–19631.
- Rahmawati, D. E., Khoiroh, L. M., Ningsih, R., Yusniyanti, F., Solawati, W., & Sari, P. (2020). Synthesis of Hematite Pigment (α -Fe₂O₃) from Iron Lathe Waste using Precipitation-Sonication Method as Anti-Swelling on Wood. *Mechanical Engineering Technologies and Applications*, 1(2), 69–76.
- Rahmawati, H. (2021). *Uji flavonoid total dan aktivitas antioksidan daun afrika (Vernonia amygdalina) dengan metode pengeringan simplisia yang berbeda* (Doctoral dissertation, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim).
- Rochmasari, Y. (2011). Studi Isolasi Dan Penentuan Struktur Molekul Senyawa Kimia Dalam Fraksi Netral Daun Jambu Biji Australia (Psidium Guajava L.). *Universitas Indonesia, Depok*.
- Ruslan and Ariyansyah. 2019. Biosynthesis of Titanium dioxide using Sargassum sp. extrac under microwave. *International Journal of Applied Chemistry*. 15 (2), 113-120.
- Seabra, A. B., Haddad, P., dan Duran, N. 2013. Sintesis Nanopartikel Fe Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Fitoplankton Spirulina Platensis. *J. Chem. Res.* Hal. 278.
- Septityana, K. D. (2013). Sintesis dan karakterisasi pigmen hematit (α -Fe₂O₃) dari bijih besi alam melalui metode presipitasi. *Prosiding SEMIRATA 2013*, 1(1).
- Shtewi, F. A., Mohammed, W., & Abdulsalam, A. (2021). Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using Mentha piperita

Leaves Extract. *International Science and Technology Journal*, 24, 355-372.

- Skomski, Ralph dan Coey, JMD.1999. *Permanent Magnetism*. London : The Institute of Physic.
- Sudarmin, 2013. Kemampuan Generik Sains Kesadaran Tentang Skala Sebagai Wahana Mengembangkan Praktikum Kimia Organik Berbasis *Green Chemistry*. *Jurnal Pendidikan Dan Pembelajaran*. Vol. 20. No.1
- Sugiharto. 1997. *Dasar-Dasar Pengolahan Air Limbah*, Edisi 1. Jakarta: UI Press.
- Sumarmi, M. K. (2018). KOMBUCHA ROSELLA (Hibiscus sabdariffa Lin) SEBAGAI AGENSIA PROBIOTIK. *RESEARCH FAIR UNISRI*, 2(1).
- Tanner, A.O. 2010. *Mineral Years Book Iron Oxide Pigments*. U.S Geological Survey: 40.
- Thunugunta, T., Reddy, A. C., & Reddy DC, L. (2015). Green synthesis of nanoparticles: current prospectus. *Nanotechnology Reviews*, 4(4), 303-323.
- Tomanda, H. F. (2021). Ekstraksi Tanin Dari Daun Jambu Biji Sebagai Bahan Penyamak Nabati (Variabel Waktu dan Suhu Ekstraksi). *Jurnal Inovasi Proses*, 6(1), 29-33.
- Vujtek, M., Zboril, R., Kubinek, R., & Mashlan, M. 2003. Ultrafine Particles of Iron (III) Oxides by View of AFM–Novel Route for Study of Polymorphism in Nano-World. *Science, Technology and Education of Microscopy*, 1, 1–8.
- Wijayanti, K. 2010. *Pengolahan Limbah Besi Bengkel Bubut Menjadi Koagulan Untuk Penjernihan Air*, 6.
- Zhang, J., Sun, Y., Yao, Y., Huang, T., dan Yu, A. 2013. Lysine- assisted Hydrothermal Synthesis of Herarchically Porous Fe₂O₃ Microsphere as Anode Material for Lithium-ion Batteries. *Journal of Power Source*, 222, p. 59-65.

