



**PEMANFAATAN PASIR BESI DALAM SINTESIS
HEMATITE (α -Fe₂O₃) SECARA HIDROTHERMAL
DENGAN VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU**

SKRIPSI

Oleh
Furqonul Hakim Al Hadi
NIM 111810301034

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



**PEMANFAATAN PASIR BESI DALAM SINTESIS
HEMATITE (α -Fe₂O₃) SECARA HIDROTERMAL
DENGAN VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh
Furqonul Haim Al Hadi
NIM 111810301034

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Almamater Tercinta, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Bunda Rindha Asmawati dan Ayah M. Syamsul Hadi yang tak kenal lelah untuk selalu berdoa, bekerja siang malam untuk saya hingga saya bisa meraih semua ini;
3. Bapak dan Ibu guru di TK Namira Pondok Cipta Mas, SDN Sudirman 4 Cimahi Tengah, SDNU Kraton, SMP Muhammadiyah 8 Cakru dan SMAN 1 Kencong, serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember yang telah memberikan ilmu, mendidik, dan membimbing dengan penuh kesabaran dan keikhlasan;
4. Teman-teman Kimia 2011 yang selalu memberi dukungan sepanjang perjalanan kuliah;
5. Teman-Teman seperjuangan di laboratorium Kimia Analitik dan laboratorium Kimia Fisik;
6. Semua pihak yang telah berkontribusi namun tidak dapat disebutkan satu persatu;

MOTTO

Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan
(terjemahan Surat Al-Insyirah ayat 6-7)^{*)}

Rasulullah dalam sabdanya mengatakan bahwa perjalanan mencari ilmu merupakan salah satu jalan yang memudahkan kita menuju surga. “Barang siapa yang menapaki suatu jalan dalam rangka menuntut ilmu, maka Allah akan memudahkan baginya jalan menuju surga.”
(HR Ibnu Majah & Abu Dawud)^{**)}

^{*)} Kementerian Agama RI. 2007. *Al-Qur'an dan Terjemahnya dilengkapi dengan Kajian Usul Fiqih dan Intisari Ayat*. Bandung: PT. Sygma Examedia Arkanleema.
^{**)} Anonim. 2017. <https://www.mutiaraislam.net/2017/10/kata-motivasi-islami-menuntut-ilmu.html>. [7 Juni 2018].

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Furqonul Hakim Al Hadi

NIM : 111810301034

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Pemanfaatan Pasir Besi Dalam Sintesis Hematite (α -Fe₂O₃) Secara Hidrotermal dengan Variasi Temperatur dan Waktu” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 29 Januari 2019

Yang menyatakan,

Furqonul Hakim Al Hadi

NIM 111810301034

SKRIPSI

**PEMANFAATAN PASIR BESI DALAM SINTESIS
HEMATITE ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) SECARA HIDROTERMAL
DENGAN VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU**

Oleh

Furqonul Hakim Al Hadi
111810301034

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Yudi Aris Sulistiyo S.Si., M.Si

Dosen Pembimbing Anggota : Suwardiyanto S.Si., M.Si., Ph.D.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Pemanfaatan Pasir Besi Dalam Sintesis Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Secara Hidrotermal dengan Variasi Temperatur dan Waktu” telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

Yudi Aris Sulistiyo S.Si., M.Si
NIP 198809242014041001

Suardiyanto S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP 197501191998021001

Anggota II,

Anggota III,

Tanti Haryati, S.Si., M.Si.,
NIP.

Dwi Indarti, S.Si., M.Si.
NIP.197409012000032004

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Sujito, Ph.D.
NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Pemanfaatan Pasir Besi Dalam Sintesis Hematite (α -Fe₂O₃) Secara Hidrotermal dengan Variasi Temperatur dan Waktu ; Furqonul Hakim Al Hadi, 111810301034; 2019; 45 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Pasir besi merupakan salah satu sumber daya alam Indonesia yang belum dimanfaatkan secara optimal. Sumber daya keseluruhan pasir besi di Indonesia yaitu 3,36 miliar ton dengan kandungan bijih logam sekitar 1.01 miliar ton. Cadangan bijih besi Indonesia diperkirakan sekitar 87,2 juta ton dimana kandungan logamnya sekitar 21,8 juta ton. Karakteristik pasir besi di Indonesia memiliki komposisi kimia seperti Fe₂O₃ (hematite), Fe₃O₄ (magnetite), FeTiO₃ (ilmenite), SiO₂ (kuarsa) dan beberapa senyawa lain (Darmayanti et al., 2000; Bilalodin et al., 2013). Umumnya, pasir besi yang merupakan komoditas ekspor dijual dalam keadaan mentah sehingga memiliki nilai ekonomis yang rendah.

Terdapat banyak metode yang digunakan dalam sintesis hematite, dalam penelitian digunakan metode hidrotermal karena suhu yang digunakan relatif rendah dan perlakuan yang relatif lebih mudah jika dibandingkan dengan metode lainnya. Penentuan suhu optimal yang digunakan berkisar 160 °C, 185 °C, dan 210 °C menggunakan waktu 24 jam hidrotermal, didapatkan suhu 160 °C yang merupakan suhu optimal yang selanjutnya dilakukan penentuan waktu optimal yang dilakukan yang berkisar 24 jam, 36 jam dan 48 jam. Hasil optimum diperoleh diuji menggunakan X-Ray difraktometer. Penggunaan 2 jenis sampel yang berbeda perlakuan yang dilakukan menghasilkan hematite pada perlakuan sampel pasir besi yang dilarutkan terlebih dahulu Fe(OH)_x, sedangkan pada pasir besi yang langsung dihidrotermal tanpa pelarutan menghasilkan kecenderungan terhadap Fe₃O₄ dan atau γ -Fe₂O₃. Metode hidrotermal variasi waktu yang dilakukan menggunakan sampel awal Fe(OH)_x menghasilkan waktu optimal 24 jam dalam pembuatan hematite.

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini Semakin tinggi suhu intensitas kristal α - Fe_2O_3 semakin menurun dan menghasilkan struktur kristal γ - Fe_2O_3 dan atau Fe_3O_4 penggunaan pasir besi langsung sebagai sampel awal menunjukkan hasil yang diperoleh pada reaksi hidrotermal adalah γ - Fe_2O_3 dan atau Fe_3O_4 . Semakin tinggi suhu reaksi hidrotermal dapat menurunkan intensitas puncak kristal α - Fe_2O_3 dan mulai membentuk fase kristal γ - Fe_2O_3 dan atau Fe_3O_4 pada suhu 210°C .



PRAKATA

Alhamdulillah atas segala rahmat dan karunia yang dilimpahkan Allah SWT, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pemanfaatan Pasir Besi Dalam Sintesis Hematite (α -Fe₂O₃) Secara Hidrotermal dengan Variasi Temperatur dan Waktu”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si.,M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Kepala Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
4. Yudi Aris Sulistiyo S.Si., M.Si., Suwardiyanto S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing dan Tanti Haryati, S.Si.,M.Si. dan Dwi Indarti, S.Si.,M.Si. selaku Dosen Penguji yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran serta memberikan nasehat, motivasi, bimbingan, koreksi dan saran dalam penulisan skripsi ini;
5. Novita Andarini, S.Si.,M.Si selaku Dosen Pembimbing Akademik;
6. Semua pihak yang telah berkontribusi namun tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Penulis berharap, semoga setiap kalimat yang ada dalam skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan bagi pembaca.

Jember, Januari 2019

Penulis

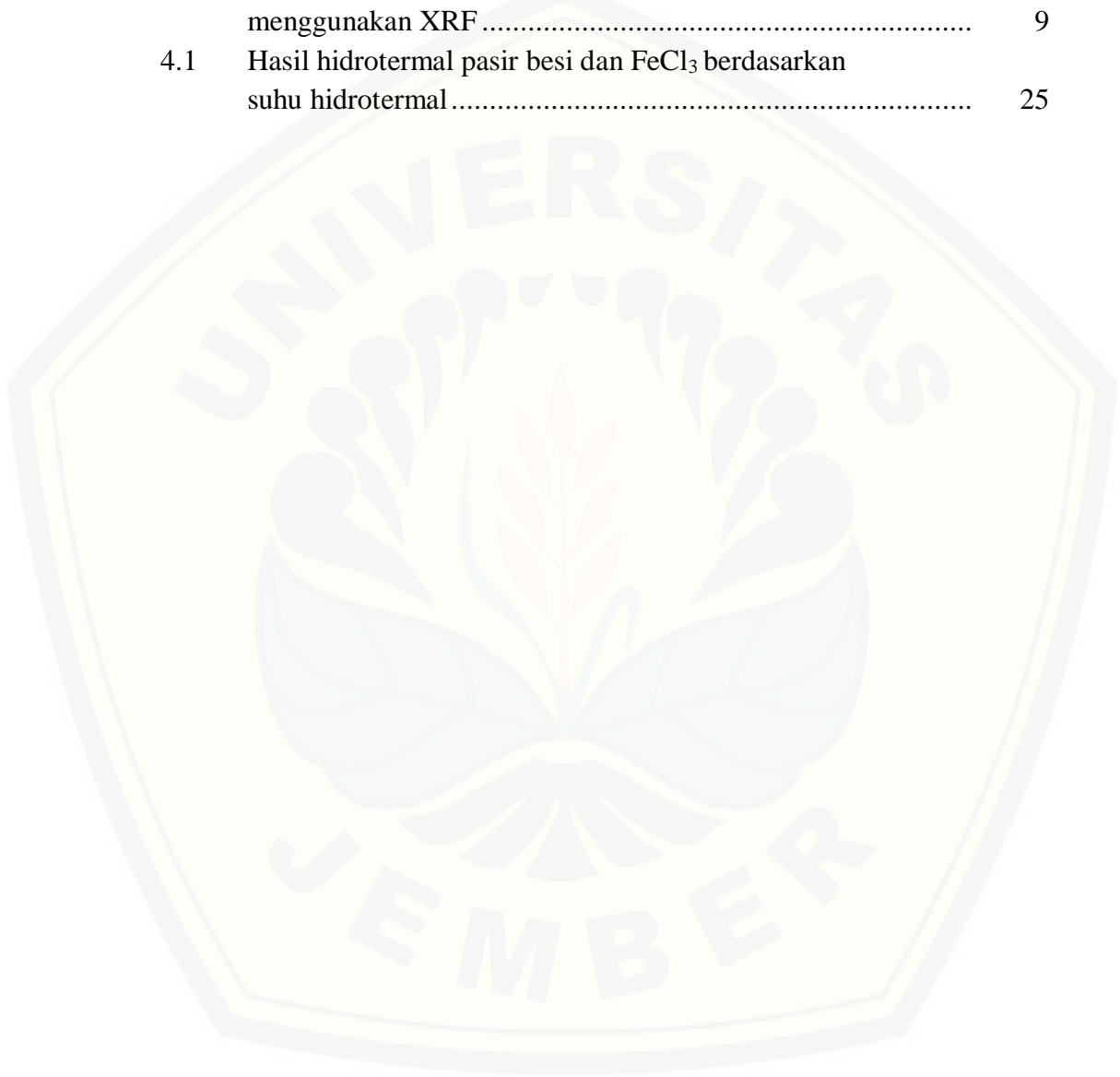
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAM AN PEMBIMBINGAN	vi
HALAMAN PENGESAHAN	vii
RINGKASAN	viii
HALAMAN PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Pasir Besi	5
2.2 Besi Oksida	6
2.2.1 Hematite (α -Fe ₂ O ₃).....	6
2.2.2 Ferrous Oxide (FeO)	7
2.2.3 ϵ - Fe ₂ O ₃	8
2.2.4 β - Fe ₂ O ₃	9
2.2.5 Maghemite (γ -Fe ₂ O ₃)	9
2.2.6 Magnetite (Fe ₃ O ₄)	10
2.3 Metode Hidrotermal	11
2.4 Karakterisasi Difraksi Sinar-X (XRD)	14
BAB 3. METODELOGI PENELITIAN	18
3.1 Waktu dan Tempat	18
3.2 Alat dan Bahan	18
3.2.1 Alat	18
3.2.2 Bahan.....	18

3.3 Diagram Alir Penelitian	19
3.4 Prosedur Penelitian	20
3.4.1 Pembuatan Larutan NaOH.....	20
3.4.2 Sampling dan Pemisahan Pasir Besi	20
3.4.3 Sintesis Fe(OH) _x dari Pasir Besi	20
3.4.4 Sintesis Menggunakan Reaktor Hidrotermal.....	21
3.4.5 Pengujian Menggunakan XRD	21
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	22
4.1 Hasil variasi Suhu Hidrotermal dari Sintesis α-Fe₂O₃....	22
4.2 Hasil Variasi Waktu Hidrotermal dari Sintesis α-Fe₂O₃	28
BAB 5. PENUTUP	30
5.1 Kesimpulan	30
5.2 Saran	30
DAFTAR PUSTAKA	31
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	43

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Hasil analisis kandungan pasir pantai Losari menggunakan XRF	9
4.1 Hasil hidrotermal pasir besi dan FeCl_3 berdasarkan suhu hidrotermal.....	25



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur Kristal α -Fe ₂ O ₃ Berbentuk Rhombohedral	5
2.2 Perubahan yang Terjadi Dari Fe ₁₀ O ₁₄ (OH) ₂ Hingga Menjadi α -Fe ₂ O ₃ Seiring dengan Bertambahnya Temperatur	7
2.3 Struktur Kristal Bixbyte Dari β -Fe ₂ O ₃	8
2.4 Struktur Kristal Kubus γ -Fe ₂ O ₃	9
2.5 Diagram Sinar X Datang dan Terdifraksi Oleh Atom-Atom.....	13
2.6 Difraktogram Nano Partikel Hematite yang Menunjukkan Struktur Hexagonal dan Rhombohedral	15
2.7 Hasil XRD β -Fe ₂ O ₃	15
2.8 Pola Difraksi Dari γ -Fe ₂ O ₃	16
2.9 Difraktogram Dari Fe ₃ O ₄	16
3.1 Diagram Alir Penelitian	18
4.1 Transformasi perubahan pasir besi menjadi Fe(OH) _x	22
4.2 Difraktogram Sinar-X sampel.....	22
4.3 Difraktogram Sinar-X sampel Fe(OH) _x dengan waktu 24 jam .	23
4.4 Difraktogram Sinar-X sampel pasir besi dengan waktu 24 jam.....	24
4.5 Padatan hasil reaksi hidrotermal pada variasi waktu	28
4.6 Pola difraktogram sinar-x hasil variasi waktu reaksi Hidrotermal.....	28

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
4.1 Hasil Xrd Difraktogram Variasi Suhu	31
4.1.1 Hasil Xrd Pasir Besi.....	32
4.1.2 Sisa Pelarutan Pasir Besi.....	33
4.1.3 Hasil Xrd Hidrotermal Pasir Besi Tanpa Pelarutan Suhu 160°C	34
4.1.4 Hasil Xrd Hidrotermal Pasir Besi Tanpa Pelarutan Suhu 185°C	35
4.1.5 Hasil Xrd Hidrotermal Pasir Besi Tanpa Pelarutan Suhu 210°C	36
4.1.6 Hasil Xrd Hidrotermal Fe(OH) _x Suhu 210°C	37
4.1.7 Hasil Xrd Hidrotermal Fe(OH) _x Suhu 185°C	38
4.1.8 Hasil Xrd Hidrotermal Fe(OH) _x Suhu 160°C	39
4.2 Hasil Xrd Difraktogram Variasi Waktu	40
4.2.1 Hasil XRD Difraktogram Fe(OH) _x Waktu 24 Jam.....	41
4.2.2 Hasil XRD Difraktogram Fe(OH) _x Waktu 36 Jam.....	42
4.2.3 Hasil XRD difraktogram Fe(OH) _x waktu 48 jam	43

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pasir besi merupakan salah satu sumber daya alam Indonesia yang belum dimanfaatkan secara optimal. Menurut Usman (2008), sumber daya keseluruhan pasir besi di Indonesia yaitu 3,36 miliar ton dengan kandungan bijih logam sekitar 1.01 miliar ton. Cadangan bijih besi Indonesia diperkirakan sekitar 87,2 juta ton dimana kandungan logamnya sekitar 21,8 juta ton. Karakteristik pasir besi di Indonesia memiliki komposisi kimia seperti Fe_2O_3 (hematite), Fe_3O_4 (magnetite), FeTiO_3 (ilmenite), SiO_2 (kuarsa) dan beberapa senyawa lain (Darmayanti et al., 2000; Bilalodin et al., 2013). Umumnya, pasir besi yang merupakan komoditas ekspor dijual dalam keadaan mentah sehingga memiliki nilai ekonomis yang rendah.

Besi oksida memiliki 3 jenis kristal yang terjadi secara alami di alam, yaitu Besi(II) Oksida (FeO), Besi(III) Oksida (Fe_2O_3), dan Besi(II,III) Oksida (Fe_3O_4). Fe_2O_3 memiliki beberapa jenis *polymorph*, yang umum diketahui adalah α - Fe_2O_3 , β - Fe_2O_3 dan γ - Fe_2O_3 . α - Fe_2O_3 lebih banyak digunakan karena sifatnya yang lebih stabil jika dibandingkan dengan bentuk lainnya. Kestabilan tersebut disebabkan oleh struktur rombohedral dengan kisi oksigen close-packed dimana dua per tiga kisi oktahedral diisi oleh Fe^{3+} (Pan et al., 2009). Secara umum α - Fe_2O_3 digunakan sebagai material katalis, fotoelektroda, sensor (Li et al., 2006), adsorbent (Jeong et al., 2007 dan Debnath et al., 2016), dan semikonduktor tipe-n (Chen et al., 2005).

Metode-metode yang telah dikembangkan untuk pembuatan α - Fe_2O_3 antara lain metode sol-gel (Woo et al., 2003), presipitasi (Debnath et al., 2016), dan hidrotermal (Pan et al., 2009). Diantara metode-metode yang telah dikembangkan memiliki kelebihan dan kekurangan tersendiri. Metode sol-gel memiliki kelebihan mudah mengontrol komposisi dan hasil partikel halus, sedangkan kekurangannya yaitu metode yang rumit, membutuhkan pelarut kimia, dan tingkat kemurnian yang rendah (Purnomo, 2013). Metode presipitasi memiliki keuntungan tingkat kemurnian tinggi tetapi, metode ini memiliki kerugian berupa temperatur tinggi, pelarut yang digunakan banyak, dan metode yang sulit (Septityana et al, 2013).

Metode hidrotermal memiliki kelebihan yaitu homogenitas, kemurnian, temperatur sintering yang lebih rendah, dan berukuran nanopartikel (Zhang et al, 2002). Kelebihan lainnya dari metode hidrotermal yaitu dapat mengurangi penggumpalan diantara partikel, mampu menghasilkan distribusi ukuran partikel yang relatif seragam, dan morfologi partikel yang terkontrol dan kemurnian produk yang tinggi selain itu teknik ini sangat murah dan sederhana (Arief, 2011) tetapi kelemahannya yaitu waktu yang relatif lama.

Hidrotermal adalah penggunaan air pada suhu dan tekanan tinggi untuk merubah struktur dan membentuk material nanostruktur. Metode hidrotermal telah dikenal dan menarik perhatian banyak peneliti (Arief, 2011). Metode ini telah banyak digunakan dalam ekstraksi banyak logam-logam oksida. Menurut studi yang dilakukan Hayashi dan Hakuta (2010) terdapat banyak material yang telah berhasil disintesis pada kondisi air superkritis.

Selama ini sintesis $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ menggunakan metode hidrotermal dilakukan dengan sampel awal preparat. Qin et al (2011) telah mensintesis $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan bahan dasar $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan suhu 160°C dengan beberapa variasi waktu 1-24 jam, sedangkan Xu dan Teja (2007) telah mensintesis hematite dengan suhu 487-648K ($214\text{-}375^\circ\text{C}$) superkritikal dari $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Dalam studinya, Qin et al (2011) menyebutkan bahwa waktu terbaik dalam pembuatan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pada suhu 160°C adalah selama 24 jam, sedangkan menurut chen et al (2014) waktu terbaik dalam pembuatan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ adalah 48 jam.

Pasir besi selain memiliki besi oksida yang terkandung di dalamnya, juga memiliki pengotor seperti silica (SiO_2). Cara memisahkan silica yang paling mudah adalah dengan cara melarutkan pasir besi ke dalam HCl pekat. Telah dilakukan sintesis besi oksida dari pasir besi menggunakan metode logam terlarut HCl 37% oleh Kartika dan Suminar (2014). Penggunaa HCl dalam penelitiannya untuk memisahkan besi oksida dari pengotornya dalam pasir besi. Pengotor dalam pasir besi seperti SiO_2 tidak bisa larut dalam HCl

Chen et al (2014) menggunakan NaOH dalam penelitiannya untuk mengatur campuran larutan agar dalam kondisi basa. Peng *et al* (2010) menyatakan NaOH

2M dalam reaktor *autoclave* akan mempengaruhi morfologi struktur kristal saat terjadi hidrotermal dan pembentukan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

Berdasarkan uraian di atas, akan dilakukan sintesis $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dari pasir besi menggunakan metode hidrotermal dengan variasi temperatur dan waktu. Metode ini memungkinkan terjadinya kristalisasi. Metode ini diharapkan dapat menghasilkan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan persentase efisiensi massa yang tinggi.

1.2 Rumusan Masalah

batasan masalah pada penelitian ini yaitu

2. Bagaimana pengaruh temperatur terhadap struktur kristal $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dari pasir besi?
3. Bagaimana pengaruh waktu hidrotermal terhadap struktur kristal $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dari pasir besi?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu

2. Mengetahui pengaruh waktu hidrotermal terhadap struktur kristal $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang disintesis dari pasir besi.
3. Mengetahui pengaruh temperatur terhadap struktur kristal $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan.

1.4 Batasan Masalah

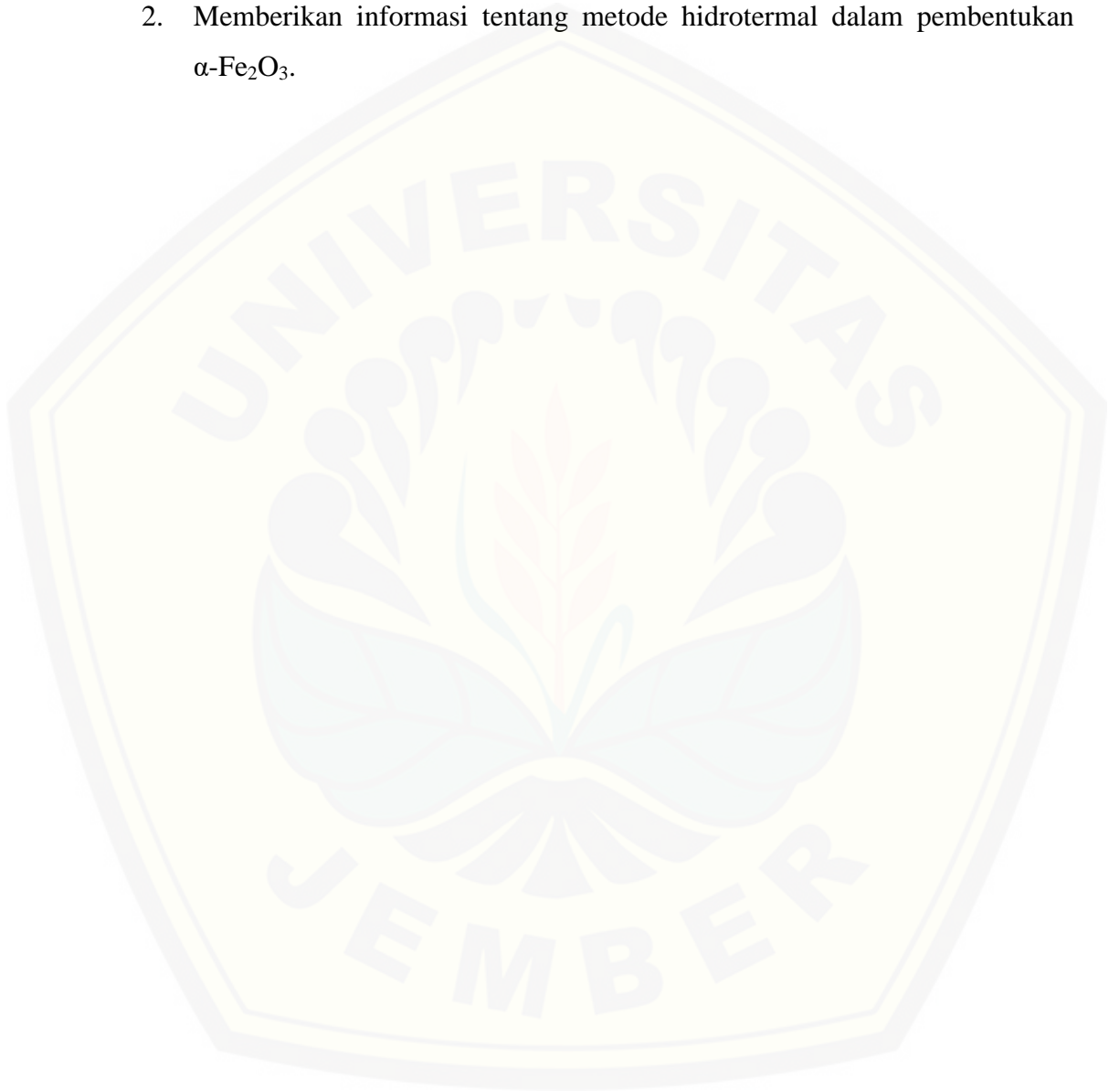
Batasan masalah yang diambil dalam penelitian ini yaitu

2. Pasir besi yang dipakai dari pasir besi Pantai Paseban Jember Jawa Timur.
3. Temperatur hidrotermal yang digunakan yaitu 160°C , 185°C , dan 210°C .
4. Waktu hidrotermal yang dilakukan yaitu 24, 36 dan 48 jam.
5. HCl yang digunakan adalah HCl pekat.
6. NaOH yang digunakan memiliki konsentrasi 2 M yang digunakan dalam hidrotermal

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diambil dari penelitian ini yaitu

1. Memberikan informasi tentang pemanfaatan pasir besi sebagai bahan pembuatan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.
2. Memberikan informasi tentang metode hidrotermal dalam pembentukan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.



BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Besi

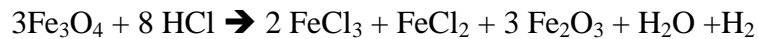
Menurut Komadoko (2010), pasir besi banyak terdapat di beberapa tempat di Indonesia, terutama di daerah pantai dan pegunungan selatan pulau Jawa, diantaranya Cilacap, Purwokerto, dan Yogyakarta. Selain itu pasir besi juga ditemukan di pantai barat Sumatera. Pasir besi di Indonesia banyak ditemukan di wilayah pantai seperti pesisir selatan Lampung Barat, pantai Sunur Kota Pariaman, pesisir selatan Pandeglang - Banten dan sepanjang pesisir Jawa Tengah. Kekayaan alam tersebut saat ini belum dimanfaatkan secara optimal dan lebih banyak di ekspor dalam bentuk bahan mentah (raw material). Adapun kendala dalam memanfaatkan pasir besi ini adalah teknik penambangan yang belum baik, sehingga banyak masyarakat yang melarang aktifitas pertambangan yang akan merusak keseimbangan alam. Pasir besi pada umumnya mempunyai komposisi utama besi oksida yaitu magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) serta silikon oksida (SiO_2) serta senyawa-senyawa lain yang kandungannya lebih rendah (Nursa et al, 2016). Menurut Alimin dkk (2016), kandungan Oksida logam pada pasir Pantai Losari terlihat pada Tabel 2.1:

Senyawa (oksida logam)	Persentase (%)
SiO_2	63,76
Fe_2O_3	14,6
CaO	8,91
Al_2O_3	4,96
K_2O	4,16
TiO_2	1,56
P_2O_5	0,65
SrO	0,56
MnO	0,38
BaO	0,19
ZrO_2	0,12

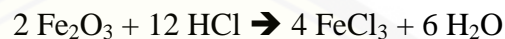
Tabel 2.1 Hasil analisis kandungan pasir pantai Losari menggunakan XRF

Pasir besi banyak digunakan sebagai material dasar, akan tetapi pasir besi tidak dapat langsung diolah sebagai bahan dasar suatu produk. Diperlukan suatu proses untuk memisahkan zat yang diinginkan dari pengotornya. Asam klorida pekat adalah asam yang biasa digunakan untuk melarutkan pasir besi.

Asam ini berguna untuk mengubah besi oksida menjadi besi klorida, hal ini dilakukan untuk mempermudah sintesis senyawa yang akan digunakan. Menurut reaksi (Sholihah, 2010):



Magnetite dapat diubah menjadi besi klorida (Sholihah, 2010), dan menurut reaksi (Kaloari *et al*, 2014):



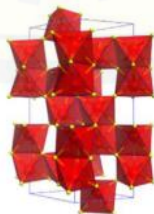
Berdasarkan reaksi tersebut maka besi oksida yang terdapat dalam pasir besi diubah seluruhnya menjadi besi klorida.

2.2 Besi Oksida

Terdapat beberapa jenis oksida yang terdapat dalam pasir besi di Indonesia. Pasir besi tersebut adalah hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), FeO, maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan magnetite (Fe_3O_4). Selain besi oksida terdapat pula beberapa jenis besi oksida yang jarang ditemukan karena tingkat kestabilannya seperti $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$, terdapat pula jenis oksida lain yaitu $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Danno *et al*, 2013).

2.2.1 Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Hematite merupakan salah satu jenis oksida besi yang stabil. Banyak penelitian yang dilakukan tentang hematite, dari pembuatan nano partikel hematite sampai mencari tingkat kemagnetannya. Terdapat banyak kegunaan dari hematite, pembuatan radar, sebagai semikonduktor, sebagai anoda pada baterai Li, bahan baku pembuatan baja dan lain-lain. Hematite memiliki struktur kristal rhombohedral (Ohkoshi *et al.*, 2015) seperti Gambar 2.1:



Gambar 2.1 struktur Kristal $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ berbentuk rhombohedral

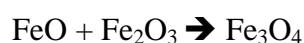
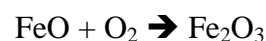
Kebanyakan hematite α - Fe_2O_3 dibuat dari bahan dasar $\text{FeCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang dikalsinasi hingga suhu 700 - 1100°C . Menurut studi yang dilakukan oleh Umar et al (2011), telah diidentifikasi sifat dari nano partikel α - Fe_2O_3 mulai dari struktur, optikal dan degradasi fotokatalitiknya. Besar diameter yang telah berhasil disintesis yaitu 5 - 35 nm. Terdapat 2 pita optikal, yaitu transisi langsung dan transisi tidak langsung. Menurut penelitian lain yang dilakukan oleh Pan et al (2009), sintesis α - Fe_2O_3 telah dilakukan menggunakan bahan dasar $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ yang dilarutkan dalam air destilasi yang kemudian di hidrotermal pada temperatur 140°C selama 48 jam dengan sistem autoclave, setelah itu didinginkan lalu dicuci dengan etanol dan air dan terakhir di keringkan pada suhu 60°C selama 8 jam yang menghasilkan α - Fe_2O_3 pada suhu rendah yang dapat digunakan sebagai elektroda pada baterai litium.

Cao et al. (2005), telah melakukan studi tentang sifat magnetik dari α - Fe_2O_3 yang telah disintesis dari $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ menggunakan metode hidrotermal. Menurutnya hematite tidak cocok dijadikan magnet pada temperatur rendah dan memiliki sifat kemagnetan yang rendah pada temperatur 260°K . Menurut Habib et al. (2015), sifat kemagnetan dari hematite akan berubah seiring dengan perubahan suhu.

2.2.2 Ferrous Oxide (FeO)

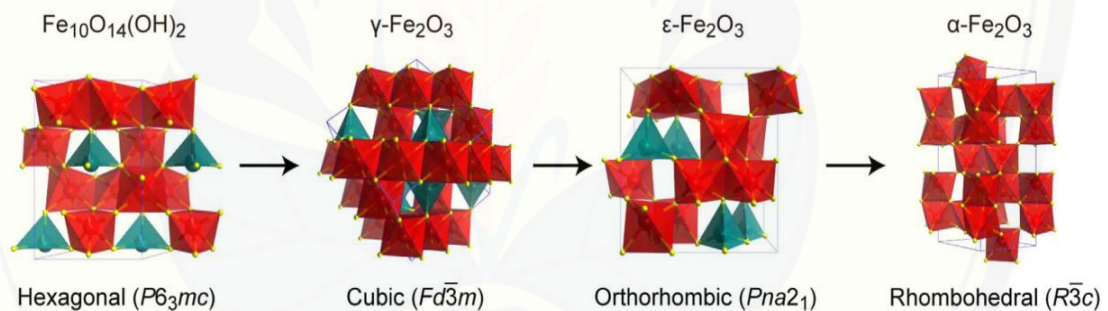
Ferrous oxide adalah salah satu jenis besi oksida, ferrous oxide merupakan besi oksida dengan rumus struktur paling sederhana yaitu FeO . Ferrous oxide dikatakan sebagai non-ferromagnetic (Wyckoff dan Crittenden, 1925) karena sifatnya yang tidak magnetic. Besi oksida biasa disintesis dengan bahan dasar besi oksalat yang dipanaskan.

FeO dapat diubah menjadi Fe_2O_3 ataupun Fe_3O_4 tergantung pada reaksi yang terjadi. FeO jika dibakar menggunakan oksigen akan membentuk Fe_2O_3 , akan tetapi jika FeO bereaksi dengan Fe_2O_3 akan membentuk Fe_3O_4 berikut reaksi yang terjadi:



2.2.3 ϵ -Fe₂O₃

ϵ -Fe₂O₃ adalah jenis besi oksida yang mirip seperti β -Fe₂O₃, ditemukan pada temperatur 500°C oleh Ohkoshi menggunakan Fe₁₀O₁₄(OH)₂ yang dilekatkan pada SiO₂ lalu dipanaskan pada suhu 250-1295°C. Awalnya terbentuk maghemite pada suhu sekitar 250°C, lalu seiring bertambahnya temperatur ϵ -Fe₂O₃ terbentuk pada temperatur sekitar 500°C dan pada temperatur 951°C telah ditemukan ϵ -Fe₂O₃ secara murni. Jarak temperatur yang diperoleh dari sintesis ϵ -Fe₂O₃ diperoleh lebih jauh jika dibandingkan yang pernah dilakukan sebelumnya dengan metode lain, selain itu biasanya pada temperatur 650°C hematite sudah terbentuk sehingga mengganggu proses pembentukan, akan tetapi dengan metode ini hematite dihasilkan mulai pada temperatur 1142°C. Perubahan struktur kristal tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.2. ϵ -Fe₂O₃ memiliki sifat kemagnetan yang sangat bagus.

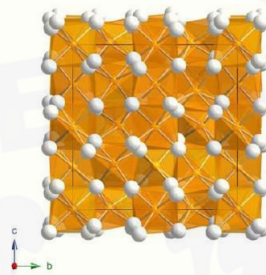


Gambar 2.2 perubahan yang terjadi dari Fe₁₀O₁₄ (OH)₂ hingga menjadi α -Fe₂O₃ seiring dengan bertambahnya temperatur (Danno et al, 2013).

2.2.4 β -Fe₂O₃

β -Fe₂O₃ merupakan jenis besi oksida yang meta stabil. Hal ini terjadi karena sulitnya mendapatkan monofase β -Fe₂O₃. Studi yang telah dilakukan Li et al. (2007) mengatakan bahwa β -Fe₂O₃ akan bertransformasi menjadi α -Fe₂O₃ pada suhu yang relatif tinggi. β -Fe₂O₃ yang disintesis oleh Danno (2013) dilakukan pada temperatur 500 – 700°C, meskipun pada temperatur 650°C α -Fe₂O₃ sudah berhasil disintesis akan tetapi pembentukan α -Fe₂O₃ masih dapat dikontrol. Semakin lama waktu proses maka semakin banyak pula yang α -Fe₂O₃

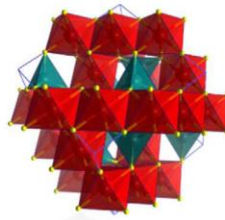
yang dihasilkan, menurut penelitiannya setelah proses berjalan selama 120 menit maka $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ akan sepenuhnya bertransformasi menjadi $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Meskipun 650°C adalah temperatur yang relatif tinggi, akan tetapi $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bertransformasi dengan perlahan. Sifat kemagnetan $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ telah diteliti, pada temperatur 119K $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bersifat antiferromagnetism, $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ memiliki struktur kristal bixbyte seperti yang terlihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 struktur kristal bixbyte dari $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$

2.2.5 Maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ merupakan salah jenis oksida besi yang bersifat stabil dan banyak terdapat di alam seperti Fe_3O_4 dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ biasa disintesis menggunakan teknik kalsinasi. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ tidak bisa disintesis menggunakan teknik hidrotermal hal ini disebabkan karena $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ menjadi tidak stabil, akan tetapi hidrotermal merupakan teknik yang sangat stabil jika digunakan dalam mensintesis $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Menurut Zhang et al. (2013) sifat kemagnetan dari $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ jauh lebih kecil jika dibandingkan dengan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dan Fe_3O_4 , sedangkan kemagnetan dari Fe_3O_4 lebih kecil jika dibandingkan dengan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dapat bertransformasi menjadi Fe_3O_4 setelah mengalami reduksi, sedangkan Fe_3O_4 mengalami oksidasi menjadi $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Hei et al. (2104) telah melakukan penelitian terhadap maghemite, hasilnya $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dapat digunakan untuk menghilangkan logam berat dalam perairan. Ukuran pori $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang diperoleh adalah nano pori. Gambar 2.4 menunjukkan struktur kristal dari maghemite



Gambar 2.4 Struktur kristal kubus $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$

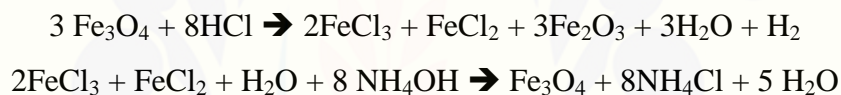
2.2.6 Magnetite (Fe_3O_4)

Magnetite merupakan mineral ferrimagnetik dengan rumus kimia Fe_3O_4 yang merupakan salah satu dari beberapa besi oksida. Nama kimia magnetite menurut IUPAC adalah besi (II,III) oksida dan nama kimia secara umum adalah ferit oksida (ferrous-ferric oxide). Rumus kimia magnetite sering ditulis $\text{FeO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ dimana satu bagian adalah wustite (FeO) dan bagian lainnya adalah hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (Prasetya et al., 2011). Menurut Trilismana dan Budiman (2015) terdapat cara mengubah magnetite menjadi maghemite dengan cara oksidasi atau dipanaskan hingga suhu sekitar 500°C . Pada suhu 500°C hematite sudah terbentuk dari proses pemanasan magnetite, akan tetapi jumlahnya sangat sedikit jika dibandingkan dengan magnetite dan maghemite. Pada temperatur 700°C , sebagian besar magnetit telah berubah menjadi hematit dengan menurunnya nilai suseptibilitas sekitar 95,0% dan hematit sudah berubah menjadi paramagnetik. Hematit mulai terbentuk pada temperatur 500°C walaupun hanya sedikit yang mengalami penurunan nilai suseptibilitas magnetik.

Sampai saat ini sudah banyak penelitian mengenai sintesis maghemite, bahkan beberapa tahun belakangan ini terdapat metode pembuatan maghemite nano partikel yang memiliki banyak kegunaan seperti keramik, katalis, *energy storage*, *magnetic data storage*, ferrofluida, maupun dalam diagnosis medis. Material ferimagnetik atau biasa disebut ferit adalah bahan magnetik yang mempunyai sifat khas yaitu keras, rapuh, tahan terhadap panas dan zat kimia, mempunyai tahanan jenis listrik yang tinggi, sehingga banyak digunakan dalam bidang elektronika. Ferit dapat termagnetisasi secara spontan pada temperatur currie dan bersifat paramagnetic untuk temperatur di atas temperatur Currie.

Magnetit mempunyai rumus kimia Fe_3O_4 dan mempunyai struktur spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, di mana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Delapan ion Fe^{3+} dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedral (A), karena berlokasi di tangan sebuah tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen sisanya delapan ion Fe^{3+} dan delapan ion Fe^{2+} berada pada bagian oktahedral.

Beberapa tahun belakangan ini, para peneliti dapat mensintesis partikel nano Fe_3O_4 dengan metode-metode yang berbeda. Seperti metode sol gel yang dikembangkan oleh Xu dan Teja (2007). Iida et al (2007) yang memilih mensintesis partikel nano Fe_3O_4 dengan metode hidrolisis terkontrol, sedangkan Hong et al (2007) memilih metode kopresipitasi dalam air. Berikut adalah reaksi pembuatan nano magnetite dengan cara kopresipitasi menggunakan asam klorida dan NH_4OH yang dilakukan oleh sholihah (2010):



2.3 Metode Hidrotermal

Pada tahun 1839, ahli kimia Jerman Robert Whilhelm Bunsen menggunakan larutan encer sebagai media dan menempatkannya dalam tabung pada keadaan temperatur diatas 200°C dan tekanan diatas 100 barr. Hal tersebut digunakan untuk proses hidrotermal pada suatu material. Material yang digunakan adalah barium karbonat dan stronsium karbonat. Kristal yang terbentuk pada material dalam kondisi tersebut merupakan proses hidrotermal yang pertama kali dilakukan dengan menggunakan larutan encer sebagai media (Fernandes et al., 2011). Larutan hidrotermal adalah suatu cairan atau fluida yang panas, kemudian bergerak naik ke atas dengan membawa komponen-komponen mineral logam.

Metode hidrotermal juga dapat digunakan untuk mengatasi rendahnya tingkat kelarutan beberapa garam anorganik ketika digunakan metode precursor. Kebanyakan reaktan anorganik tidak larut dalam air atau pelarut organik. Sehingga menyebabkan terbatasnya metode precursor, namun dengan

menggunakan tekanan tinggi, masalah kelarutan ini dapat diatasi (Ismundar, 2006).

Metode hidrotermal adalah metode yang melibatkan air dan tekanan (dari 1 atm – beberapa kilobars) dan temperatur dari 100-10000°C (Somiya dan Roy, 2000). Sedangkan menurut Ningsih (2016), hidrotermal yang menggunakan system autoclave digunakan pada sintesis material pada rentangan tekanan 10-150 kilobar. Hidrotermal adalah salah satu metode untuk memproduksi serbuk oksida. Terdapat beberapa jenis hidrotermal yaitu:

1. Hidrotermal dekomposisi
2. Hidrotermal metal oksidasi
3. Hidrotermal reaksi
4. Hidrotermal presipitasi dan hidrotermal hidrolisis
5. Hidrotermal elektrokimia
6. Reactive electrode submerged arc
7. Hidrotermal microwave
8. Hidrotermal sonochemical (Somiya dan Roy, 2000).

Menurut Ningsih (2016) bahwa sintesis hidrotermal banyak digunakan dalam pembuatan logam oksida. Sintesis logam oksida dapat terjadi dengan 2 tahap. Tahap pertama yaitu hidrolisis dari larutan garam menghasilkan logam hidroksida. Tahap kedua yaitu hidroksida akan terdehidrasi menghasilkan oksida logam yang diinginkan.

Air merupakan pelarut yang paling efektif dalam melarutkan senyawa ionic. Air dapat melarutkan senyawa ionic dalam suhu dan tekanan yang tinggi. Air dapat berperan sebagai transmisi tekanan dan sebagai pelarut untuk precursor, sehingga bubuk yang dihasilkan dapat berbentuk amorf atau Kristal.

Metode ini memiliki keuntungan diantaranya:

1. mampu menghasilkan produk kristal yang dapat dicapai pada temperatur yang cukup rendah dengan derajat kristalinitas yang tinggi.
2. Dapat mengurangi penggumpalan (*agglomeration*) diantara partikel
3. Mampu menghasilkan distribusi ukuran partikel yang relatif seragam
4. Kemurnian produk yang tinggi

5. Relatif lebih murah (Arief, 2011)
6. Langsung terbentuk powder dari larutan
7. Ukuran bentuk dan partikelnya dapat dikontrol dari material awal dan kondisi hidrotermal yang berbeda
8. Kereaktifan bubuk yang dihasilkan tinggi.
9. Memungkinkan dilakukannya sintentesis senyawa yang memiliki bilangan oksidasi yang sulit diperoleh, terutama golongan transisi.

Selain itu juga memiliki kelemahan yaitu

1. Solubilitas awal harus diketahui
2. Slurry hidrotermal bersifat korosif
3. Penggunaan bejana tekanan tinggi akan berbahaya jika terjadi kecelakaan.

Kristal yang baik dapat diperoleh dengan menambahkan *mineralizer*. *Mineralizer* berfungsi untuk meningkatkan kepolaran air sehingga memperbesar kelarutan suatu zat yang terlarut. Senyawa yang digunakan sebagai *mineralizer* tidak boleh terlibat dalam reaksi, dan senyawa tersebut mudah dipisahkan dari produk reaksi. Beberapa senyawa yang umum digunakan adalah basa alkali, NaOH, dan KOH.

Hidrotermal dilakukan dalam kondisi tertutup, untuk skala laboratorium, system ini senyawa ini digunakan dalam suatu *bomb/autoclave* yang terbuat dari baja tahan karat untuk menahan tekanan dan temperatur tinggi, sedangkan tempat terjadinya reaksi digunakan suatu wadah yang terbuat dari Teflon yang bersifat inert.

Untuk menumbuhkan Kristal yang baik dengan teknik hidrotermal, perlu diperhatikan beberapa hal berikut:

1. Harus ditemukan kombinasi yang tepat antara pelarut, temperatur, dan tekanan sehingga kristal target stabil secara termodinamika, tetapi memiliki kelarutan memiliki kelarutan yang cukup untuk mencapai keadaan super jenuh yang masih dapat ditolerir.
2. Ketidaktepatan stoikiometri akan menyebabkan ketidakmurnian produk yang diperoleh (Ismundar, 2006).

2.4 Karakterisasi Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-X atau yang lebih dikenal dengan X-Ray Diffraction (XRD) merupakan salah satu metode karakterisasi senyawa. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Material dianalisis terlebih dahulu digiling halus dan homogen. Sinar-X pertama kali ditemukan oleh ilmuwan Jerman bernama W. Rontgen pada tahun 1895 (Arief, 2011).

Sinar-X umumnya dihasilkan dari tabung sinar-X, sinar-X dihasilkan ketika berkas elektron yang dipercepat dengan medan voltase tinggi diarahkan untuk menumbuk suatu target padatan tertentu yang diam atau berputar. Saat elektron berenergi dan berkecepatan tinggi tersebut menumbuk atom-atom didalam padatan target maka elektron-elektron itu mengalami perlambatan sekaligus melepaskan radiasi sinar-X dengan spectrum kontinu. Elektron-elektron berenergi tinggi dapat pula melepaskan elektron pada kulit terdalam melalui proses ionisasi, sehingga elektron kulit terluar dapat mengisi tempat kosong di kulit terdalam sekaligus melepaskan sinar-X, seperti yang terlihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Diagram sinar X datang dan terdifraksi oleh atom-atom kristal (Budi, 2011)

Jika berkas sinar-X monokromatik menumbuk suatu material, maka sinar-X tersebut dipantulkan oleh atom-atom penyusun material sesuai dengan hukum pemantulan sinar tampak oleh cermin. Pola difraksi adalah pola gelap terang dari sinar yang dipantulkan akibat interaksi berkas sinar yang saling melemah menguatkan. Berkas dari dua atau lebih sinar dengan panjang gelombang dan fasa gelombang yang sama akan menghasilkan pola terang karena berkas-berkas sinar tersebut saling menguatkan, sementara itu berkas dua atau

lebih sinar dengan fasa berbeda walaupun panjang gelombang yang sama akan menghasilkan fasa yang gelap karena terjadi pelemahan. Untuk memenuhi kondisi tersebut maka berkas sinar yang dihasilkan oleh dua bidang pemantul atau lebih hanya akan saling menguatkan apabila memenuhi persamaan yang dikenal sebagai hukum bragg sebagai berikut:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Dimana:

n = orde sinar (bilangan bulat mulai dari 1),

λ = panjang gelombang dari berkas sinar,

d = jarak antara bidang pemantul, dan

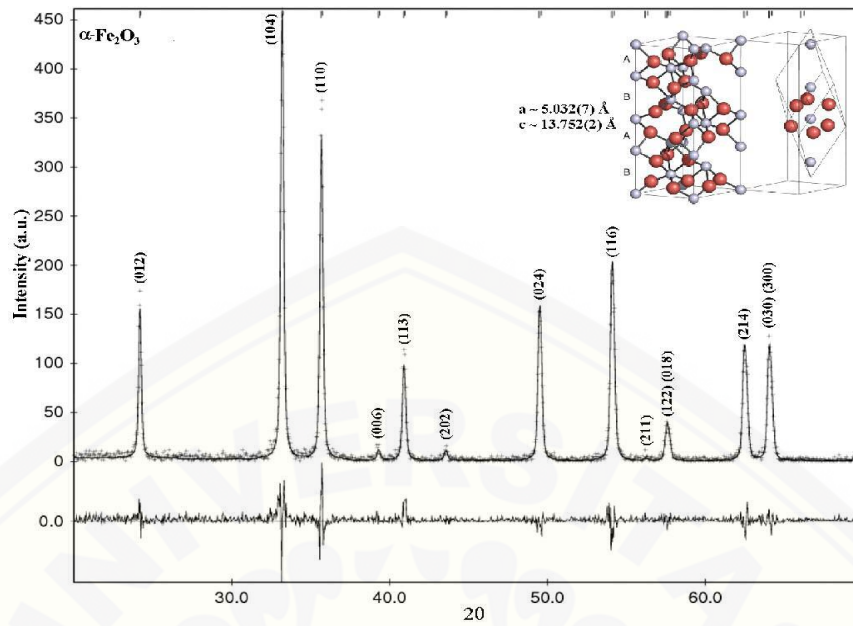
θ = sudut pantulan

Teknik eksperimen difraksi serbuk mengamati sampel yang berbentuk serbuk halus dan instrument difraktometer, dimana sampel diputar dengan sudut θ terhadap sudut datang sinar-X, sedangkan detektornya diputar dengan sudut 2θ dari sudut datang sinar-X. pada material kristalin, atom-atom penyusunnya tersusun sedemikian rupa sehingga bentuknya menyerupai bidang-bidang dengan jarak antar bidang tertentu dan tiap atom tersebut dapat memantulkan berkas sinar-X. pola difraksi suatu material kristalin adalah khas, sesuai dengan struktur kristalnya serta atom-atom penyusunnya.

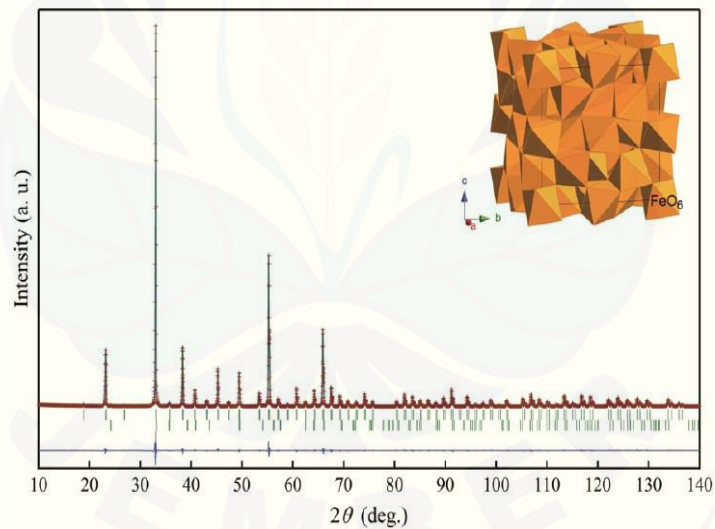
Data yang baik dapat diperoleh dengan beberapa syarat sebagai berikut:

1. Ukuran partikel harus cukup kecil dan orientasinya bersifat acak agar diperoleh kebolehjadian yang sama pada semua bidang kisi Kristal yang ada untuk memantulkan sinar-X.
2. Permukaan sampel yang diukur harus rata.
3. Struktur sampel harus stabil, minimal tidak berubah selama proses pengambilan data (Prasetyoko et al., 2016).

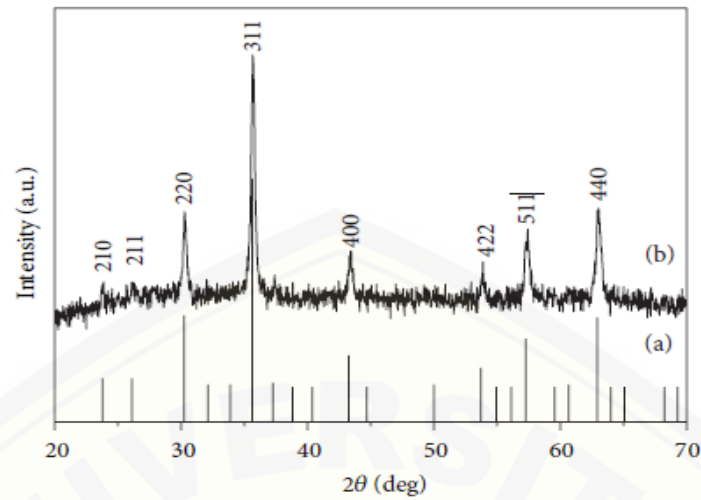
Berikut adalah beberapa contoh hasil difraktogram XRD dari besi oksida dari berbagai penelitian



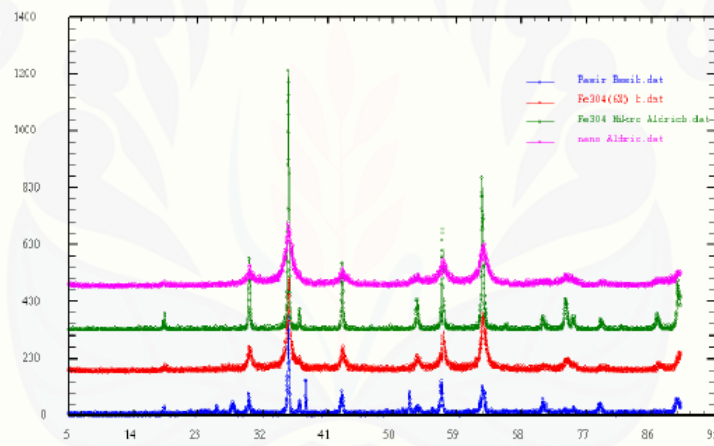
Gambar 2.6 difraktogram nano partikel hematite yang menunjukkan struktur hexagonal dan rhombohedral (Habib et al., 2015)



Gambar 2.7 hasil XRD dari $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang telah disintesis (Ohkishi et al, 2015)



Gambar 2.8 pola difraksi dari γ -Fe₂O₃ (Zhang et al, 2013)



Gambar 2.9 diffraktogram dari Fe₃O₄ (Sholihah et al., 2011)

Gambar 2.6, 2.7, 2.8, dan 2.9 merupakan contoh gambar difraktogram hasil XRD dari analisis suatu senyawa yang telah diteliti. Gambar 2.6 yang merupakan difraktogram struktur kristal α -Fe₂O₃ memiliki puncak pada sudut sekitar 2θ 24, 33, 35, 39, 41, 43, 49, 54 dan 57 yang merupakan puncak-puncak khas dari hematite. Gambar 2.7 merupakan difraktogram struktur kristal β -Fe₂O₃ menunjukkan puncak pada sudut 2θ pada 23, 32, 39, 40, 46, 49 dan 55. Gambar 2.8 difraktogram dari γ -Fe₂O₃ menunjukkan puncak pada sudut 2θ 24, 26, 30, 35, 37, 39, 39, 44, 54, 55, dan 57. Gambar 2.9 merupakan difraktogram dari Fe₃O₄ menunjukkan puncak pada sudut 2θ 20, 30, 35, 35, 37, 43, dan 53. Puncak-puncak tersebut menunjukkan puncak-puncak khas dari masing-masing senyawa tersebut.

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember dan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Pelaksanaan penelitian berlangsung pada bulan Februari 2018 hingga Desember 2018.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

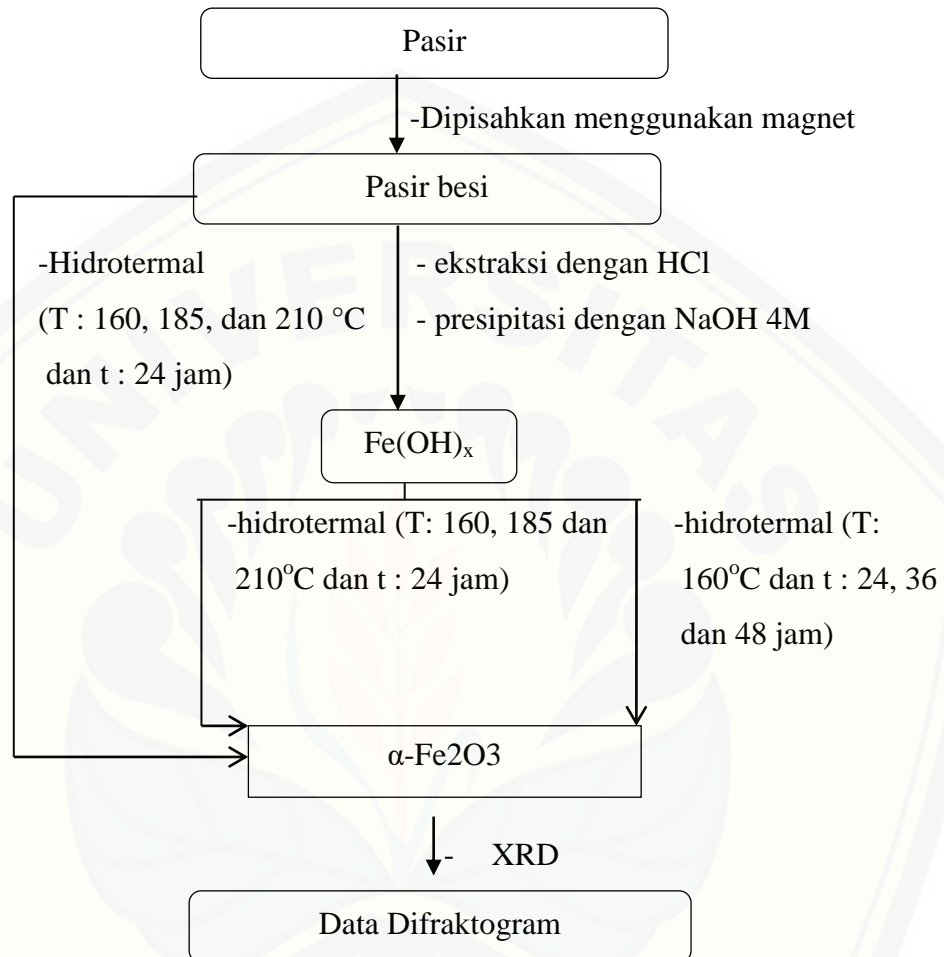
Alat yang digunakan dalam penelitian ini Beaker Glass, Botol semprot, Labu ukur, Gelas ukur, tabung reaksi, Penangas air, termometer, komputer personal, Kristalografi Sinar-X (XRD) merk *Xpert MPD*, reaktor hidrotermal, pengaduk stirer, neraca digital, magnet, plastic, dan beaker glass.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Aquademineral, Pasir Besi Pantai Paseban, HCl 37% fuming (merck) dan NaOH (merck).

3.3 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.1



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan larutan NaOH

3.4.1.1 Pembuatan Larutan NaOH 2M

NaOH padat ditimbang sebanyak 8 gram setelah itu dilarutkan dengan aquademineral 50 mL dalam gelas kimia, campuran diaduk dan didiamkan sampai suhu turun menjadi suhu kamar, selanjutnya larutan NaOH dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambah aquades sampai tanda batas.

3.4.1.2 Pembuatan Larutan NaOH 4M

NaOH padat ditimbang sebanyak 16 gram setelah itu dilarutkan dengan aquademineral 50 mL dalam gelas kimia, campuran diaduk dan didiamkan sampai suhu turun menjadi suhu kamar, selanjutnya larutan NaOH dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambah aquades sampai tanda batas.

3.4.2 Sampling dan Pemisahan Pasir Besi

Lokasi pengambilan sampel tanah Pasir ini berada di Pantai Paseban Kecamatan Kencong, Kabupaten Jember, Jawa Timur. Pengambilan sampel pasir menggunakan tabung pipa paralon. Pengambilan sampel dilakukan setiap titik 5 meter dari tepi ombak dan diberi jarak masing-masing 10 meter dari titik awal ke kanan dan kiri dari 3 titik awal. Seluruh titik diambil dengan menekan pipa sampai pipa terisi penuh oleh pasir. Masing-masing sampel dipisahkan pasir besinya dengan magnet, kemudian seluruh sampel dicampur sampai dianggap telah bercampur sempurna.

3.4.3 Sintesis $\text{Fe}(\text{OH})_x$ dari Pasir Besi

Pasir besi 10 gram yang sudah dipisahkan dengan magnet ditambahkan 100ml asam klorida pekat, campuran disaring dan diambil filtratnya, campuran sambil dipanaskan pada suhu 70°C dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam . Filtrat ditambahkan NaOH 4 M dengan perbandingan mol 1:3. Didapatkan hasil berupa koloid berwarna coklat pekat.

3.4.4 Sintesis α -Fe₂O₃ Menggunakan Metode Hidrotermal

Ke dalam 2 reaktor *autoclave*, masing-masing dimasukkan sampel 1 gram pasir besi dan 100 ml Fe(OH)_x dalam reaktor lainnya. Masing-masing ditambahkan 30 mL ditambah larutan NaOH 2 M sebanyak 30 mL dalam reaktor *autoclave*. Reaktor dipanaskan dalam oven dengan variasi suhu 160, 185 dan 210°C, selama 24 jam dan variasi waktu 24, 36 dan 48 jam dengan suhu optimum yang diperoleh. Selanjutnya sampel diambil dan dicuci dengan aquades sampai netral (ditandai dengan filtrat yang jernih). Selanjutnya sampel tersebut dikeringkan dengan suhu 60°C selama 5 jam dan disimpan dalam desikator. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD (Peng, 2010).

3.4.5 Pengujian Menggunakan XRD

Serbuk α -Fe₂O₃ hasil sintesis hidrotermal yang diperoleh diambil sebanyak 0,5 gram, dimasukkan dalam holder dengan X-Ray difraktometer. Sampel dianalisa pada panjang gelombang 2θ (10-60) (Purnomo, 2013).

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang didapatkan dari penelitian ini adalah

1. Suhu hidrotermal 160°C menghasilkan struktur Kristal α -Fe₂O₃ dengan sampel awal pasir besi yang dilarutkan dengan HCl dan ditambahkan dengan NaOH. Semakin tinggi suhu intensitas Kristal α -Fe₂O₃ semakin menurun dan menghasilkan struktur Kristal γ - Fe₂O₃ dan atau Fe₃O₄ penggunaan pasir besi langsung sebagai sampel awal menunjukkan hasil yang diperoleh pada reaksi hidrotermal adalah γ - Fe₂O₃ dan atau Fe₃O₄.
2. Semakin tinggi suhu reaksi hidrotermal dapat menurunkan intensitas puncak Kristal α - Fe₂O₃ dan mulai membentuk fase Kristal γ - Fe₂O₃ dan atau Fe₃O₄ pada suhu 210°C.

5.2 Saran

Saran dari penelitian ini yaitu perlu dilakukan pemilihan jenis presipitasi lain untuk meningkatkan kemurnian Kristal α - Fe₂O₃, perlu dilakukan karakterisasi XRF untuk melihat persentase α - Fe₂O₃ yang diperoleh dan karakterisasi lebih lanjut untuk melihat perbedaan struktur γ - Fe₂O₃ dan atau Fe₃O₄.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahoranta, S. H., M. K. Peltola, A. M. Lakaniemi, dan J. A. Puhakka. 2016. Enhancing the Activity of Iron-Oxidizing Bacteria: A Case Study with Process Liquors from Heap Bioleaching of A Complex Sulphide Ore. *Journal of Hydrometallurgy*. 167 (2017); 163-172.
- Alimin, Maryono, Suriyati E.P. 2016. Analisis Kandungan Mineral Pasir Pantai Loasri Kota Makasar Menggunakan XRF dan XRD. *Journal chemical*. 2 (17): 19-23.
- Arief, M. 2011. Sintesis dan karakterisasi nanopartikel seng oksida (ZnO) dengan metode proses pengendapan kimia basah dan hidrotermal untuk aplikasi fotokatalis. *Skripsi*. Depok: Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Bilalodin, Sunardi, dan M. Effendy. 2013. Analisis Kandungan Senyawa Kimia dan Uji Sifat Magnetik Pasir Besi Pantai Ambal. *Jurnal Fisika Indonesia*. XVII (50); 29-31.
- Budi, E. 2011. Kaidah Difraksi Sinar X dalam analisis struktur kristal KBr. *Jurnal instrument XI* (1); 1-6.
- Caesaria, M. A. dan N. Belvanita. 2011. Pengaruh Sonikasi Sebagai Perlakuan Awal Pada Degradasi Selulosa Untuk Memperoleh Oligosakarida dengan Metode Hydrothermal. *Skripsi*. Surabaya. ITS
- Cao, M., T. Liu, S. Gao, G. Sun, X. Wu, C. Hu, dan Z. L. Wang. 2005. Single-Crystal Dendritic Micro-Pines of Magnetic α -Fe₂O₃: Large-Scale Synthesis, Formation Mechanism, and Properties. *Journal of chemistry*. 44; 2-6.
- Cao, S. 2008. Hierarchically Nanostructured Magnetic Hollow Spheres of Fe₃O₄ and γ -Fe₂O₃: Preparation and Potential Application in Drug Delivery. Chinese academy of scient: Shanghai. *Journal of physics*. 112; 2-6.

- Chen, J., L. Xu, W. Li, dan X. Gou. 2005. α -Fe₂O₃ Nanotubes in Gas Sensor and Lithium-Ion Battery Applications. *Journal Advanced Materials*. 17 (5): 582-586.
- Cui, H. Yan L. dan Wanzhong R. 2103. Structure switch between α -Fe₂O₃, γ -Fe₂O₃ and Fe₃O₄ during the large scale and low temperature sol-gel synthesis of nearly monodispersed iron oxide nanoparticles. *Advance Powder Technology*. 24 (5): 93-97.
- Darmayanti, N. C. E., A. Mnaf dan B. Briyamoko. 2000. Identifikasi Kandungan Senyawa Kimia Pada Pasir Mineral. *Jurnal Fisika*. 358; 40-43.
- Danno, T., D. Nakatsuka, Y. Kusano, H. Asaoka, M. Nakanishi, T. Fujii, Y Ikeda, dan J. Takada. 2013. Crystal Structure of β -Fe₂O₃ and Topotactic Phase Transformation to α -Fe₂O₃. *Journal Cryst. Growth*. 13 (2); 770-774.
- Debnath, A. K. Deb, N. S. Das, K. K. Chattopadyay, dan B. Saha. 2016. Simple Chemical Route Synthesis of Fe₂O₃ Nanoparticles and its Application for Adsorptive Removal of Congo Red from Aqueous Media: Artificial Neural Network Modeling. *Journal Of Dispersion Scient and Technology*. 37; 775-785.
- Fernandez, B.R. 2011. Sintesis Nanopartikel. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
- Habib A. H., S. H. Gee, K. Y. Goh, T. Nuhfer, M. E. Mchenry, Y. K. Hong, Member, dan IEEE. 2015. Spin Orientation, Structure, Morphology and Magnetic Properties of Hematite Nanoparticles. *Journal of Applied Physics*. 1-3.
- Hayashi, H. dan Y. Hakuta. 2010. *Hydrothermal Synthesis of Metal Oxide Nanoparticle in Supercritical Water*. Research Center for Compact Chemical System: Sendai. *Journal of materials*. 3; 3794-3817.
- Hei, S., Y. Jin, dan F. Zhang. 2014. Fabrication of γ -Fe₂O₃ Nanoparticles by Solid-State Thermolysis of A Metal-Organic Framework, MIL-100(Fe), for Heavy Metal Ion Removal. *Journal of Chemistry*. 2014; 1-6.

- Hong, R.Y., Z.Q. Ren, Y.P. Han, H.Z. Li, Y. Zheng, J. Ding. 2007. Rheological Properties Of Water-Based Fe₃O₄ Ferrofluids. *Journal Of Chemical Engineering Science*. 62 (21): 5912-5924.
- Iida, H., K. Takayanagi, T. Nakanishi, T. Osaka. 2007. Synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles with various sizes and magnetic properties by controlled hydrolysis. *Journal of Colloid and Interface Science*. 341; 274-280.
- Indra, M.A.T., Lukman N., dan Hariyati P. 2016. *Pengaruh Konsentrasi Lisin Pada Pembentukan Fe₂O₃ Hasil Proses Sintesis Hidrotermal Sebagai Anoda Baterai Ion Lithium*. 5 (2); B324-B330.
- Ismundar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya*. Penerbit ITB: Bandung.
- Jeong Y., M. Fan, S. Singh, C. L. Chuang, B. Saha, dan J. H. V. Leeuwen. Evaluation of Iron Oxide and Aluminum Oxide As Potential Arsenic(V) Adsorbents. *Journal Chemical engineering and proses*. 46; 1030-1039.
- Jia, B., Lian G., dan Jing S. 2007. Synthesis of Single Crystalline Hematite Polyhedral Nanorods Via a Facile Hydrothermal Process. *J. Am. Ceram. Soc*. 90 (4); 1315-1318.
- Juliansyah, Ratnawulan, dan Ahmad F. 2015. Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Struktur Mineral Granit Yang Terdapat Di Nagari Surian Kecamatan Pantai Cermin Kabupaten Solok. *Pillar Of Physics*. 6; 09-16.
- Kaloari, R. M., A. Setiawan, N. K. Wardani, dan Subaer. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis α -Fe₂O₃ dengan Bahan Penyangga Mesopori SiO₂. *Jurnal fisika*. XXVIII; 158-161.

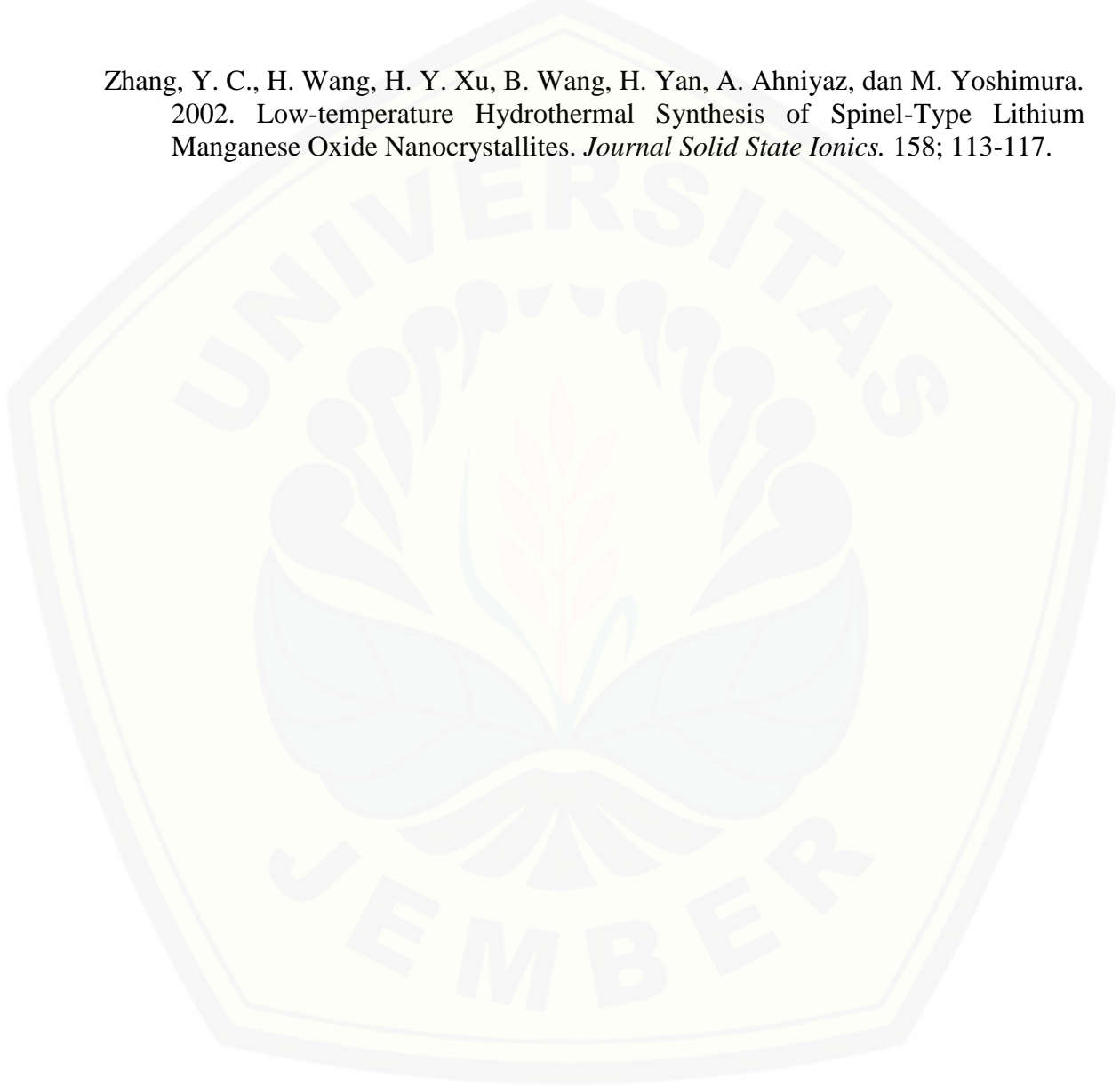
- Khalil, M. I. 2015. Co-precipitation in aqueous solution synthesis of magnetite nanoparticles using iron(III) salts as precursors. *Arabian Journal of Chemistry*. 8 (6): 279-284.
- Kishimoto, M., Kei A., Akari H., Hideto Y., Yukio N., dan Eiji K. 2013. Characterization of Spinel-Structured Iron Oxide Particles Synthesized by Heating γ -Fe₂O₃ Platelets in Tetra-Ethylene Glycol. *Material Transaction*. 54 (2): 222-224.
- Li, L, Y. Liu, dan L. Dong. 2006. Template-Free Synthesis and Photocatalytic Properties of Novel Fe₂O₃ Hollow Spheres. *Journal of physics*. 111; 2123-2127.
- Liang, M.T., Shih H.W., Yu L.C. Hsing I.H., Huang J.H., Meng H.T., Wen C.J., Shih F.L. 2009. Iron oxide synthesis using a continuous hydrothermal and solvothermal system. *Ceramics International*. 36: 1131-1135.
- Melinda, U. 2015. Pembuatan Silika Gel Dari Campuran Abu Cangkang Kelapa Sawit Dan Serabut Kelapa Sawit Dengan Pengaruh Komposisi Bahan Baku. *Skripsi Politeknik Negeri Surabaya*.
- Ningsih, S.K.W. 2016. *Sintesis Anorganik*. UNP Press Padang: Padang.
- Nuraini, E.D. 2017. Sintesis Pigmen Geothit (α -FeOOH) Dari Limbah Bubut Besi Dengan Variasi Suhu Sintesis. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Nursa. I, D. Puryanti, A. Budiman. (2016). Pengaruh Polietilen Glikol (PEG) Terhadap Ukuran Partikel Magnetit (Fe₃O₄) yang Disintesis dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika*. 5 (3); 209-213.
- Ohkoshi, S., A. Namai, K. Imoto, M. Yoshikio, W. Tarora, K. Nakagawa, M. Komine, Y. Miyamoto, T. Nasu, S. Oka, dan H. Tokoro. 2015. Nanometer-size Hard Magnetic Ferrit Exhibiting High Optical-Transparecy and Nonlinear Optical Magneto-electric Effect. The University of Tokyo: Tokyo. *Journal Solid State Ionics*. 6; 113-117.

- Pan, Q, K. Huang, S. Ni, F. Yang, S. Lin, dan D. He. 2009. Synthesis of α -Fe₂O₃ Dendrites by a Hydrothermal Approach and Their Application in Lithium-Ion Batteries. *Journal of Physics*. 42; 1-5.
- Peng, D., Sadeh B., Qiang L., dan Linyu Y. 2010. Hydrothermal Synthesis Of Monodisperse A-Fe₂O₃ Hexagonal Platelets. *Particuology*. 8: 386-389.
- Prasetya, D., Darminto, M. A. Baqiya. 2011. Efek Pengadukan dan Variasi pH pada Sintesis Fe₃O₄ dari Pasir Besi dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika*. 1-8.
- Prasetyoko, D., H. Fansuri, Y.L. Ni'mah, dan A. Fadlan. 2016. *Karakterisasi Padatan*. DEEPUBLISH: Yogyakarta.
- Purnomo, P. 2013. Sintesis α -Fe₂O₃ Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Qin, W., C. Yang, R. Yi, dan G. Gao. 2010. Hydrothermal Synthesis and Characterization of Single-Crystalline α -Fe₂O₃ Nanocubes. *Journal of Nanomaterials*. 2011: 1-6.
- Anonim. 2018. *Mineral data sheet*. <http://rruff.info> [diakses tanggal 1 Desember 2018].
- Umar, A., M. Abaker, S. W. Hwang, S. Baskoutas, dan S. A. Al-Sayari. 2011. High-Yield Synthesis of Well-Crystalline α -Fe₂O₃ Nanoparticles: Struktural, Optical and Photocatalytic Properties. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 11: 3474-3480.
- Setiani, A. 2015. Sintesis CuO/Silika Gel Dari Pasir Kuarsa Dan Aplikasinya Pada Reaksi Oksida Fenol. Universitas Negeri Semarang; Semarang.
- Septiana, K.D. 2013. Sintesis Dan Karakterisasi Pigmen Hematite Dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Physics journal*. 4 (1): 95-100.

- Sholihah, L K. 2010. *Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe₃O₄ yang Berasal dari Pasir Besi Dan Fe₃O₄ Bahan Komersial (Aldrich)*. Institut Teknologi Sepuluh November: Surabaya.
- Sun. Y., Huiqun Z., Kun Y., Mengqi Z., Shijin X., dan Xiancai L. 2018. Transport Properties Of Fe₂SiO₄ Melt At High Pressure From Classical Molecular Dynamics: Implication For the Lifetime Of The Magma Ocean. *Journal of Geophysical Reaserch*.
- Somiya, S dan R. Roy. 2000. Hydrothermal Synthesis of Fine Oxide Powders. *Bulletin Material Scient*. 23 (6): 1-8.
- Usman, D.N. 2008. Ketersediaan Potensi Endapan Bijih Besi Indonesia Dalam Mendukung Industri Besi Dan Baja Internasional. *Jurnal Pertambangan*. 20: 1-20.
- Woo, K., H. J. Lee, J. P. Ahn, dan Y. S. Park. 2003. Sol-Gel Mediated Synthesis of Fe₂O₃ Nanorods. *Journal Advanced Materials*. 15 (20): 1761-1764.
- Wyckoff, R. W. G. dan E. D. Crittenden. 1925. Crystal Struktur of Ferrous Oxide. 47; 2876-2882.
- Xu, C. dan A. S. Teja. 2007. Continuous Hydrothermal Synthesis of Iron Oxide and PVA-Protected Iron Oxide Nanoparticles. *Journal Of Supercritical Fluids*. 44; 85-91.
- Yulianto, A, S. Bijaksana, dan W. Loekmanto. 2003. Compare study on magnetic characterization of iron sand from several location in central java. *Journal of Physics*. 14 (2): 63-66.

Zhang, X., Y. Niu, X. Meng, Y. Li dan J. Zhao. 2013. Structural evolution and characteristics of the phase transformations between α -Fe₂O₃, Fe₃O₄ and γ -Fe₂O₃ nanoparticles under reducing and oxidizing atmosphere. *Journal of CryEngComm Accepted Manuscript*. 15; 8166-8172.

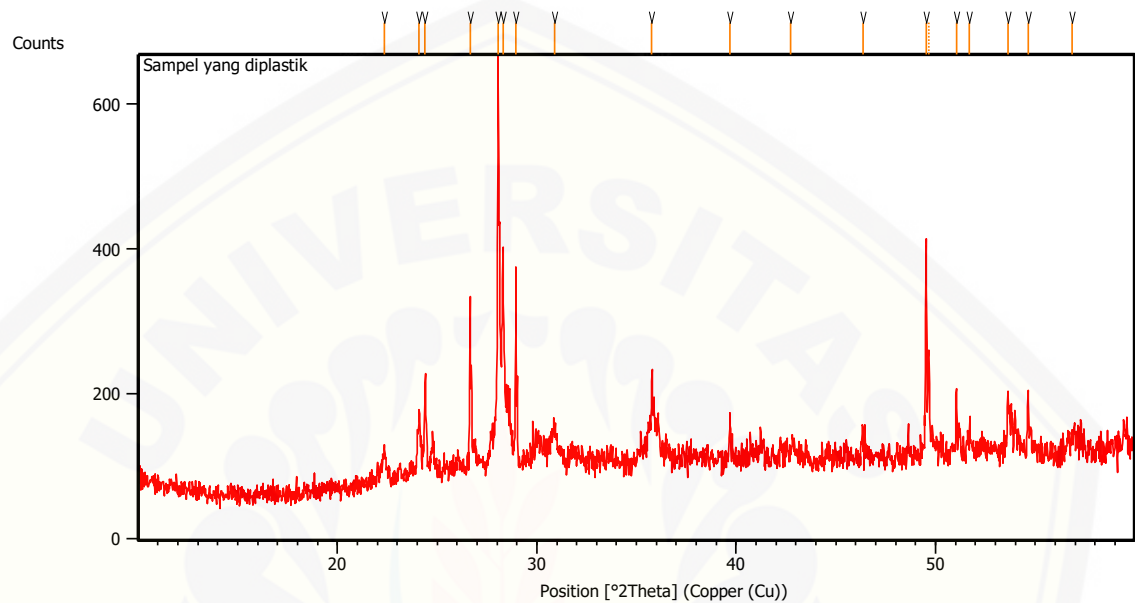
Zhang, Y. C., H. Wang, H. Y. Xu, B. Wang, H. Yan, A. Ahniyaz, dan M. Yoshimura. 2002. Low-temperature Hydrothermal Synthesis of Spinel-Type Lithium Manganese Oxide Nanocrystallites. *Journal Solid State Ionics*. 158; 113-117.



LAMPIRAN

Lampiran 4.1. hasil XRD difraktogram variasi suhu

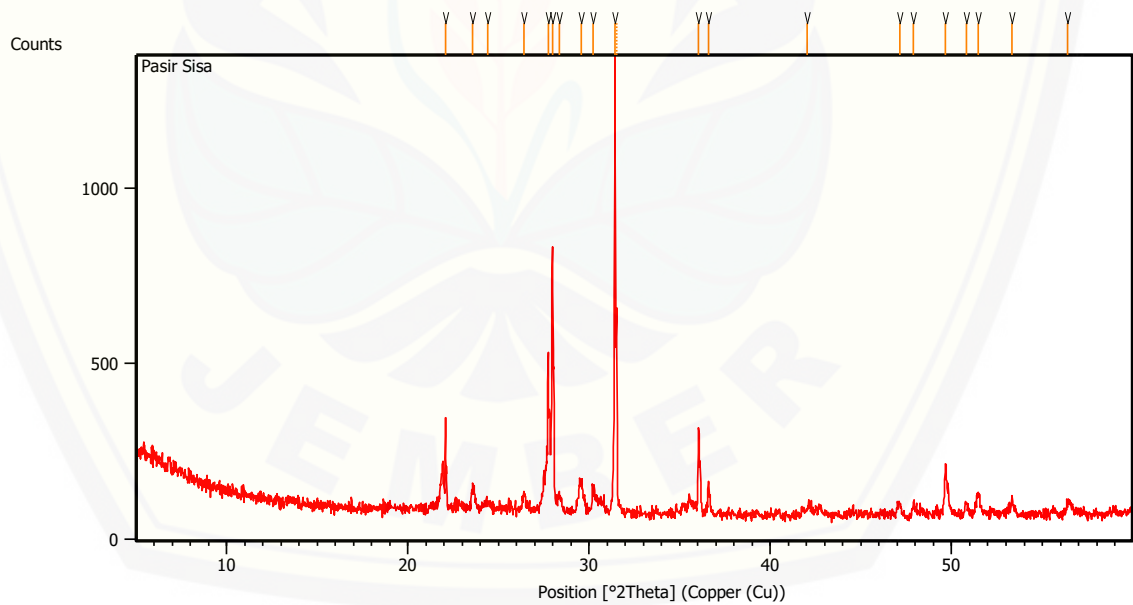
4.1.1 Hasil XRD pasir besi

**Daftar Puncak:**

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.3371	42.20	0.2007	3.98015	7.42
24.0847	87.88	0.1338	3.69516	15.46
24.4019	140.70	0.0669	3.64784	24.75
26.6502	237.88	0.0502	3.34498	41.85
28.0613	568.38	0.0669	3.17989	100.00
28.3071	301.11	0.0669	3.15284	52.98
28.9425	266.74	0.0502	3.08505	46.93
30.8877	42.34	0.2676	2.89506	7.45
35.7745	124.61	0.0502	2.51001	21.92

39.7039	49.65	0.0669	2.27020	8.74
42.7433	15.12	0.8029	2.11554	2.66
46.3752	27.28	0.2007	1.95797	4.80
49.5272	294.73	0.0612	1.83897	51.86
49.6558	149.66	0.0612	1.83907	26.33
51.0439	95.10	0.0612	1.78783	16.73
51.7040	26.64	0.2448	1.76655	4.69
53.6521	74.86	0.1224	1.70691	13.17
54.6435	87.02	0.0816	1.67826	15.31
56.8399	20.67	0.8160	1.61851	3.64

4.1.2 sisa pelarutan pasir besi

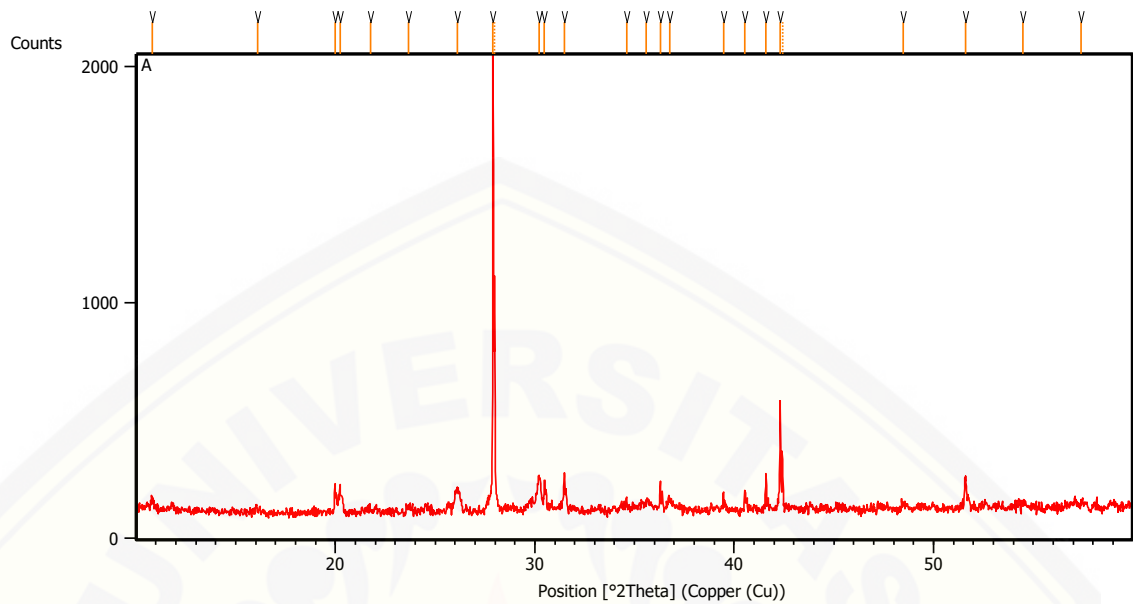


Daftar Puncak:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
--------------	--------------	-------------------	---------------	---------------

22.0718	263.67	0.0669	4.02739	20.36
23.5818	64.69	0.2007	3.77281	5.00
24.3887	23.94	0.3346	3.64978	1.85
26.4179	45.61	0.1673	3.37387	3.52
27.7353	451.55	0.0502	3.21653	34.87
27.9692	746.75	0.0836	3.19015	57.67
28.3461	54.14	0.2007	3.14860	4.18
29.5404	82.58	0.1673	3.02396	6.38
30.2150	66.51	0.1004	2.95797	5.14
31.4235	1294.90	0.0612	2.84455	100.00
31.5207	539.28	0.0408	2.84305	41.65
36.0350	247.84	0.0612	2.49040	19.14
36.5756	86.23	0.0816	2.45482	6.66
42.0336	19.89	0.4896	2.14782	1.54
47.1546	29.06	0.2448	1.92582	2.24
47.8854	31.55	0.1224	1.89812	2.44
49.6605	141.58	0.1224	1.83435	10.93
50.8224	28.37	0.2448	1.79510	2.19
51.4790	58.46	0.2856	1.77374	4.51
53.3414	43.46	0.1224	1.71611	3.36
56.3987	31.51	0.2448	1.63012	2.43

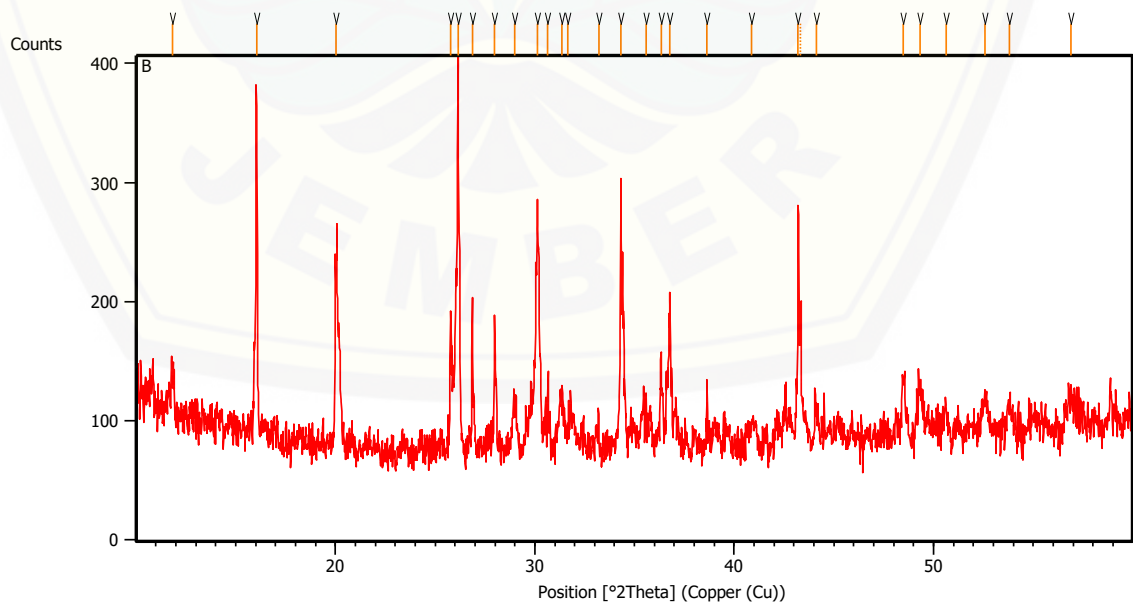
4.1.3 Hasil XRD hidrotermal pasir besi tanpa pelarutan suhu 160°C

**Daftar Puncak:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.8010	50.27	0.1004	8.19126	2.64
16.1096	15.08	0.4015	5.50196	0.79
19.9735	124.49	0.0502	4.44547	6.54
20.2243	95.50	0.1673	4.39091	5.02
21.7594	10.80	0.8029	4.08448	0.57
23.6751	23.10	0.1338	3.75815	1.21
26.1291	95.41	0.2676	3.41049	5.02
27.9063	1902.53	0.0408	3.19456	100.00
27.9945	842.72	0.0408	3.19261	44.29
30.2312	145.22	0.2040	2.95397	7.63
30.4881	138.77	0.0612	2.92966	7.29
31.4815	153.38	0.0612	2.83945	8.06

34.6045	59.49	0.0612	2.59000	3.13
35.5814	36.74	0.4896	2.52110	1.93
36.2971	133.88	0.0612	2.47302	7.04
36.7552	45.80	0.2448	2.44324	2.41
39.4572	76.97	0.0612	2.28193	4.05
40.5313	94.17	0.0612	2.22390	4.95
41.5876	146.30	0.0612	2.16982	7.69
42.3131	479.58	0.0612	2.13428	25.21
42.4252	219.74	0.0408	2.13419	11.55
48.4753	22.47	0.4080	1.87639	1.18
51.5883	116.31	0.1020	1.77024	6.11
54.4795	17.99	0.9792	1.68292	0.95
57.4192	17.36	0.9792	1.60355	0.91

4.1.4 Hasil XRD hidrotermal pasir besi tanpa pelarutan suhu 185°C

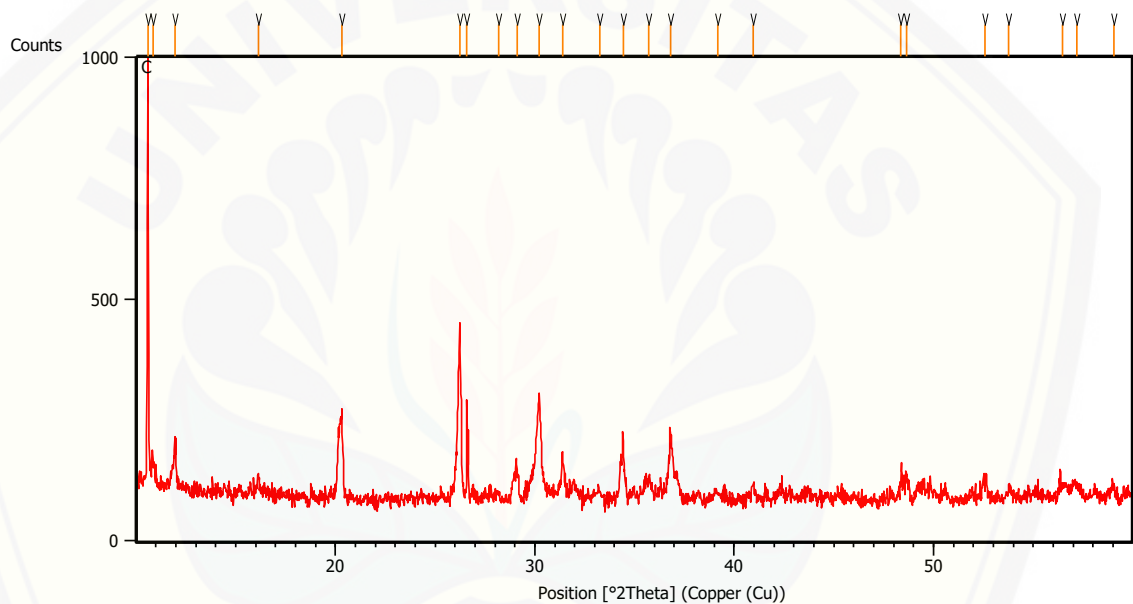


Daftar Puncak:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
11.8463	30.13	0.1004	7.47074	9.13
16.0383	285.22	0.0669	5.52627	86.40
20.0381	163.38	0.1004	4.43130	49.49
25.7728	113.77	0.0502	3.45682	34.46
26.1467	330.13	0.0502	3.40823	100.00
26.8685	124.35	0.0502	3.31830	37.67
27.9873	109.57	0.0502	3.18814	33.19
28.9865	35.93	0.2007	3.08047	10.88
30.1449	190.68	0.1673	2.96468	57.76
30.6302	31.14	0.2007	2.91881	9.43
31.3416	44.38	0.2676	2.85416	13.44
31.6502	25.30	0.5353	2.82703	7.66
33.2260	11.90	0.2007	2.69647	3.60
34.3159	226.28	0.0502	2.61329	68.54
35.5861	26.74	0.2676	2.52286	8.10
36.3515	63.81	0.1004	2.47149	19.33
36.7709	132.19	0.0669	2.44425	40.04
38.6262	43.09	0.0502	2.33102	13.05
40.8881	14.58	0.2676	2.20714	4.42
43.2159	205.28	0.0612	2.09176	62.18
43.3356	109.21	0.0612	2.09145	33.08
44.1186	23.99	0.2448	2.05103	7.27
48.4963	43.02	0.2040	1.87562	13.03

49.3204	42.51	0.3264	1.84620	12.88
50.6261	24.16	0.3264	1.80160	7.32
52.5834	29.02	0.3264	1.73905	8.79
53.8116	26.41	0.2448	1.70223	8.00
56.9013	27.31	0.6528	1.61691	8.27

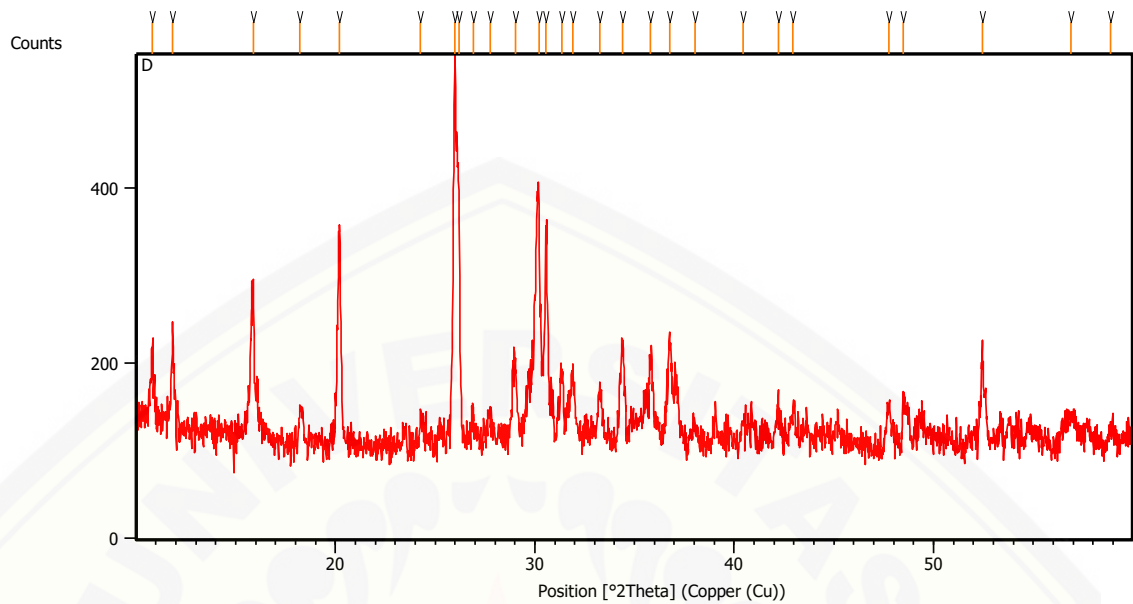
4.1.5 Hasil XRD hidrotermal pasir besi tanpa pelarutan suhu 210°C



Daftar Puncak:

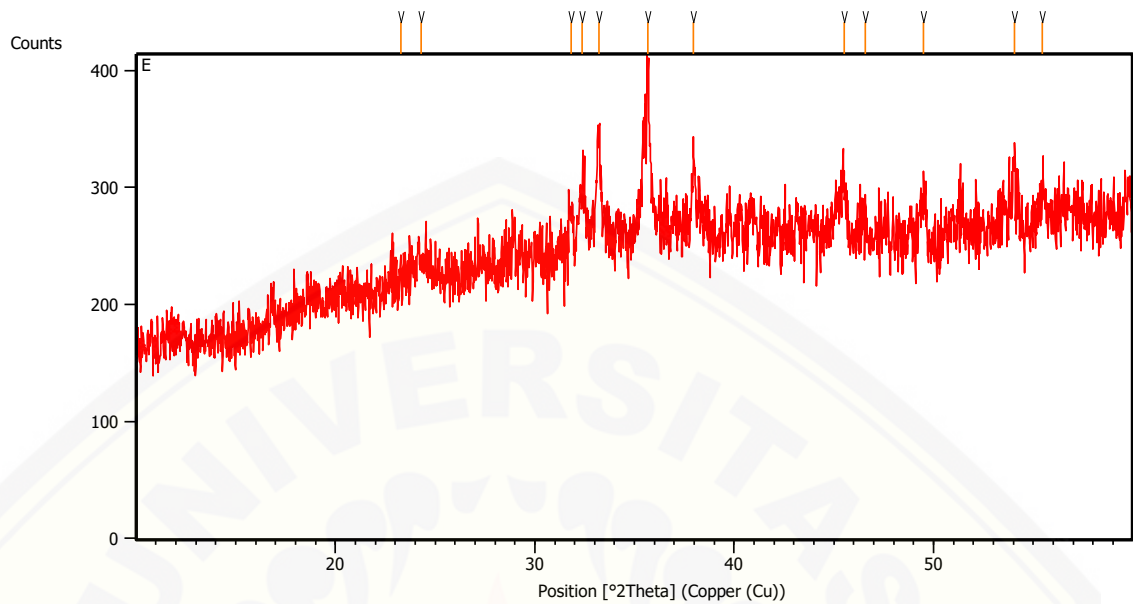
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.5969	924.12	0.0502	8.34853	100.00
10.8495	67.93	0.1004	8.15472	7.35
11.9724	74.91	0.1004	7.39230	8.11
16.1225	40.09	0.1004	5.49761	4.34
20.3198	169.76	0.2676	4.37050	18.37
26.2365	371.13	0.0836	3.39677	40.16

26.5990	202.82	0.0502	3.35130	21.95
28.1689	13.36	0.2342	3.16799	1.45
29.1117	55.27	0.1338	3.06750	5.98
30.2234	215.09	0.1171	2.95717	23.28
31.3981	91.91	0.1338	2.84915	9.95
33.2614	18.12	0.3346	2.69368	1.96
34.4307	131.80	0.0502	2.60484	14.26
35.7078	41.60	0.4015	2.51455	4.50
36.7922	142.24	0.0836	2.44289	15.39
39.1722	16.26	0.5353	2.29977	1.76
40.9356	28.88	0.1673	2.20469	3.13
48.3731	44.02	0.1004	1.88167	4.76
48.6514	41.96	0.2007	1.87156	4.54
52.5783	38.71	0.2676	1.74065	4.19
53.7852	25.14	0.2676	1.70441	2.72
56.4726	31.02	0.4015	1.62951	3.36
57.1821	30.47	0.4015	1.61097	3.30
59.0318	27.78	0.2676	1.56483	3.01

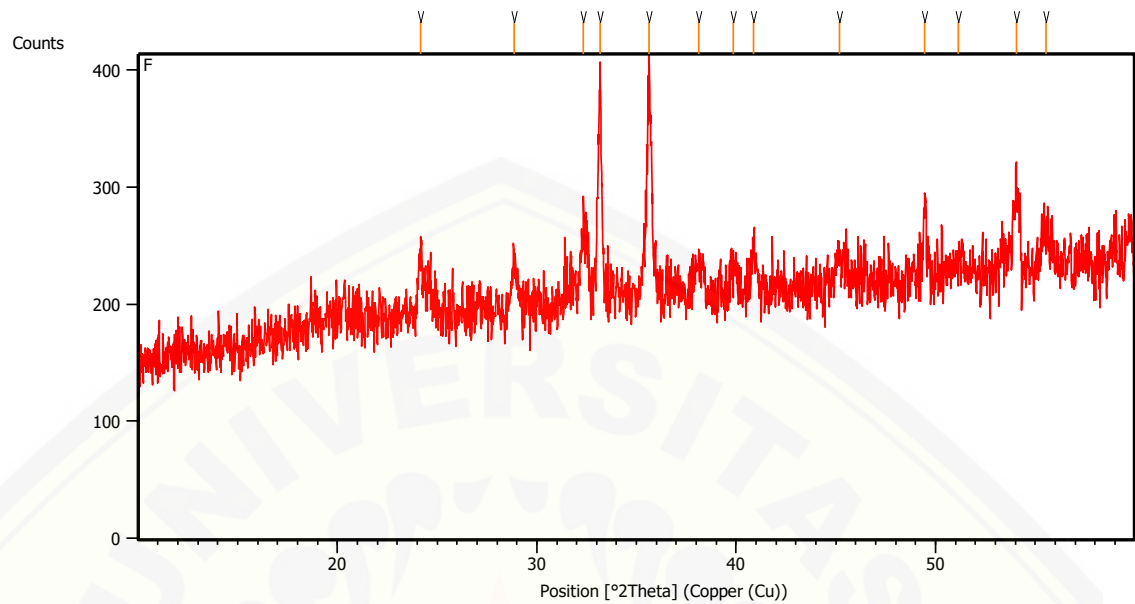
4.1.6 Hasil XRD hidrotermal $\text{Fe}(\text{OH})_x$ suhu 210°C **Daftar Puncak:**

Pos. [$^\circ 2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^\circ 2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
10.8073	92.13	0.1338	8.18652	21.13
11.8332	109.89	0.1338	7.47898	25.21
15.8908	154.86	0.1171	5.57722	35.52
18.2137	36.70	0.2007	4.87084	8.42
20.2030	253.21	0.0836	4.39550	58.09
24.2760	40.75	0.1673	3.66647	9.35
25.9883	435.93	0.1171	3.42865	100.00
26.1905	294.87	0.0669	3.40263	67.64
26.9214	30.48	0.2007	3.31190	6.99
27.7588	35.14	0.2676	3.21386	8.06
29.0133	93.10	0.2007	3.07769	21.36

30.2036	277.26	0.1506	2.95906	63.60
30.5713	227.52	0.0836	2.92429	52.19
31.3492	82.82	0.1338	2.85348	19.00
31.9127	75.82	0.1673	2.80438	17.39
33.2636	63.52	0.2342	2.69351	14.57
34.4068	114.41	0.2342	2.60659	26.25
35.8122	98.36	0.1338	2.50746	22.56
36.7645	118.60	0.1673	2.44466	27.21
38.0491	18.52	0.4015	2.36503	4.25
40.4301	19.84	0.2342	2.23108	4.55
42.2062	38.72	0.2007	2.14121	8.88
42.9360	29.13	0.2007	2.10649	6.68
47.7491	43.13	0.1673	1.90479	9.89
48.4935	40.27	0.1673	1.87728	9.24
52.4420	111.57	0.0669	1.74486	25.59
56.8781	34.16	0.6691	1.61885	7.84
58.8878	17.36	0.3346	1.56831	3.98

4.1.7 Hasil XRD hidrotermal $\text{Fe}(\text{OH})_x$ suhu 185°C **Daftar Puncak:**

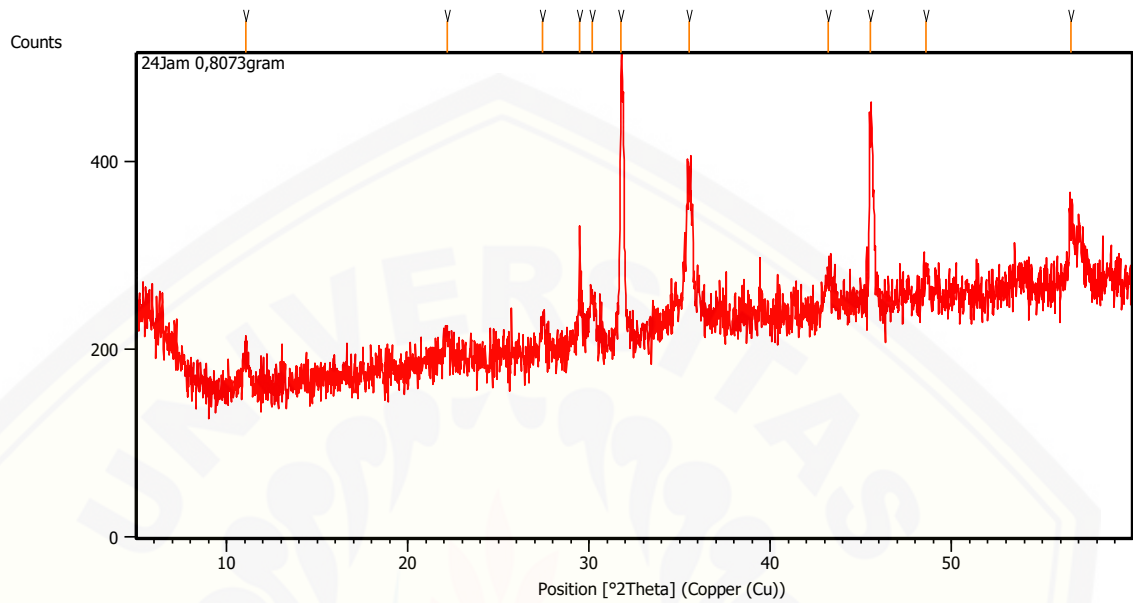
Pos. [$^\circ 2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^\circ 2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
23.2803	14.70	0.1171	3.82097	10.11
24.2869	21.14	0.8029	3.66485	14.54
31.8051	38.31	0.2007	2.81361	26.35
32.3827	52.01	0.3346	2.76474	35.77
33.2023	100.68	0.2007	2.69834	69.24
35.6809	145.40	0.1004	2.51638	100.00
37.9590	67.59	0.2007	2.37044	46.48
45.5158	52.96	0.2676	1.99292	36.42
46.5658	20.92	0.4684	1.95040	14.39
49.5134	39.86	0.4015	1.84097	27.42
54.0699	54.39	0.2007	1.69610	37.41
55.4554	21.08	0.4015	1.65697	14.50

4.1.8 Hasil XRD hidrotermal $\text{Fe}(\text{OH})_x$ suhu 160°C **Daftar Puncak:** (Bookmark 3)

Pos. [$^\circ 2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^\circ 2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
24.1740	55.66	0.1673	3.68171	26.75
28.8570	41.99	0.4015	3.09400	20.18
32.3477	75.53	0.3011	2.76765	36.30
33.1817	208.05	0.0669	2.69997	100.00
35.6272	183.19	0.2342	2.52005	88.05
38.1283	27.70	0.4015	2.36030	13.32
39.8715	23.79	0.4015	2.26103	11.43
40.8916	39.84	0.2676	2.20696	19.15
45.1869	20.49	0.8029	2.00666	9.85
49.4550	69.43	0.1004	1.84301	33.37
51.1621	16.13	0.8029	1.78545	7.75
54.0801	71.12	0.2676	1.69581	34.18

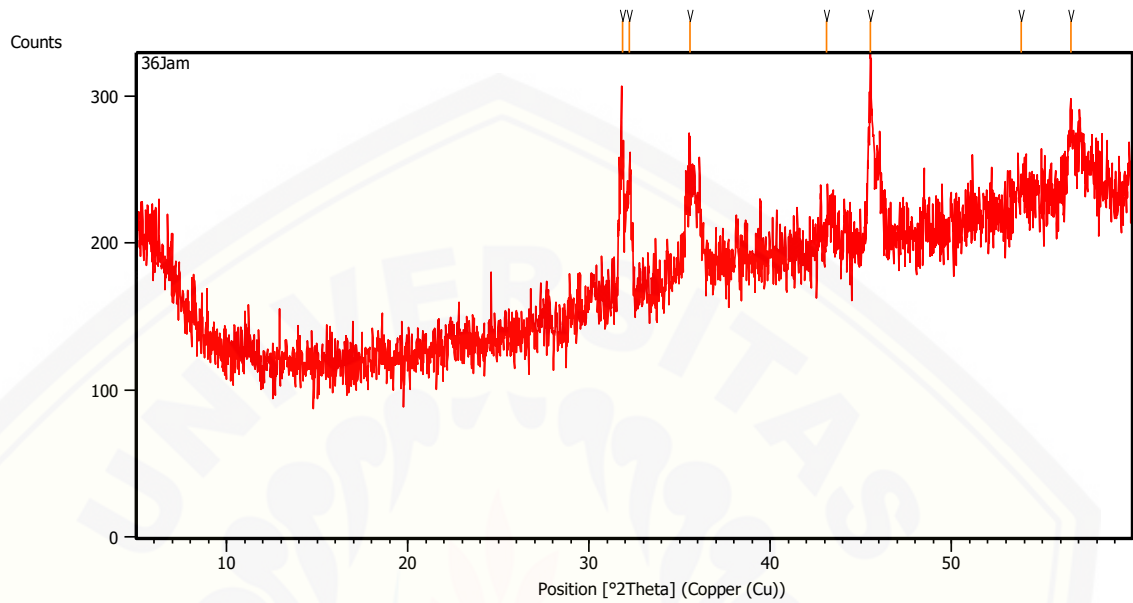
Lampiran 4.2 Hasil XRD difraktogram Variasi Waktu

4.2.1 Hasil XRD difraktogram Fe(OH)_x waktu 24 jam

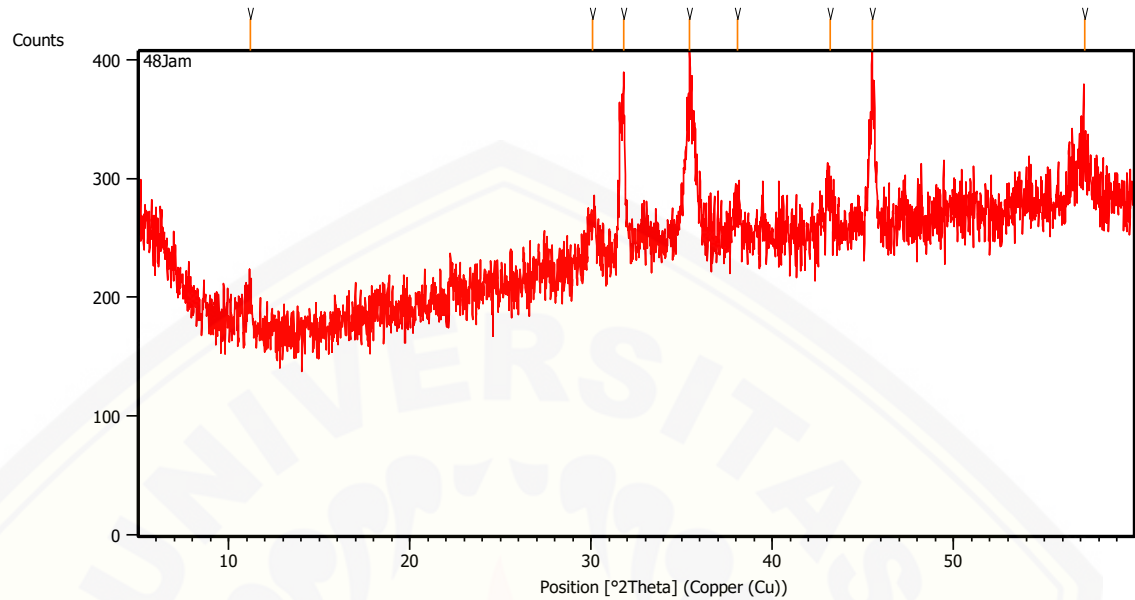


Daftar Puncak:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
11.0463	40.95	0.2676	8.00993	15.27
22.1768	26.20	0.5353	4.00854	9.77
27.4362	35.41	0.2007	3.25091	13.21
29.4668	104.46	0.1004	3.03135	38.96
30.1860	53.31	0.3346	2.96074	19.88
31.7543	268.13	0.1171	2.81800	100.00
35.5320	148.96	0.3346	2.52658	55.56
43.1956	37.43	0.4015	2.09443	13.96
45.5246	185.39	0.2342	1.99255	69.14
48.5823	30.98	0.3346	1.87406	11.56
56.5961	68.31	0.2007	1.62625	25.48

4.2.2 Hasil XRD difraktogram $\text{Fe}(\text{OH})_x$ waktu 36 jam**Daftar Puncak:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.8268	82.53	0.2342	2.81175	62.77
32.2333	79.58	0.2007	2.77721	60.53
35.5488	63.43	0.8029	2.52543	48.24
43.1039	16.39	0.8029	2.09868	12.46
45.5328	131.48	0.2007	1.99222	100.00
53.8519	13.34	0.8029	1.70246	10.15
56.5882	49.92	0.2676	1.62646	37.97

4.2.2 Hasil XRD difraktogram Fe(OH)_x waktu 48 jam**Daftar Puncak:**

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	HM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
11.1843	34.27	0.2007	7.91139	25.30
30.0843	35.31	0.4015	2.97052	26.07
31.8015	135.47	0.1004	2.81393	100.00
35.4140	127.43	0.4015	2.53473	94.07
38.0503	23.61	0.8029	2.36496	17.43
43.1731	32.08	0.5353	2.09547	23.68
45.5324	115.93	0.1673	1.99223	85.58
57.2129	40.20	0.4015	1.61018	29.67