

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIK Fe_3O_4
PASIR BESI GLAGAH KULON PROGO DENGAN METODE
KOPRESIPITASI**

TUGAS AKHIR SKRIPSI

Diajukan Kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Yogyakarta
untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Guna Memperoleh gelar Sarjana Sains



oleh :

Siti Nurjanah

14306141004

**PROGRAM STUDI FISIKA
JURUSAN PENDIDIKAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
2018**

Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe₃O₄ Pasir Besi Glagah Kulon Progo dengan Metode Kopresipitasi

**Oleh :
Siti Nurjanah
14306141004**

ABSTRAK

Tujuan penelitian ini adalah mengetahui langkah-langkah dalam mensintesis magnetit Fe₃O₄ dari ekstrak pasir besi dengan metode kopresipitasi, mengetahui pengaruh perbedaan suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi terhadap struktur kristal dan parameter kisi magnetit Fe₃O₄ hasil sintesis dengan metode kopresipitasi, dan mengetahui pengaruh perbedaan suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi terhadap ukuran magnetit Fe₃O₄ hasil sintesis dengan metode kopresipitasi.

Penelitian dimulai dengan mengekstrak pasir pantai sehingga diperoleh pasir besi dengan kandungan magnetit yang tinggi. Hasil ekstraksi pasir pantai kemudian disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan 3 variasi suhu pelarutan yaitu 55°C, 65°C, dan 75°C. Kopresipitasi dilakukan menggunakan HCl 12 M sebagai pelarut pasir besi dan NH₄OH 6,3 M sebagai pengendap magnetit. Hasil sintesis dipanaskan pada suhu 200°C.

Hasil sintesis menunjukkan bahwa suhu pelarutan ekstrak pasir besi mempengaruhi struktur kristal magnetit yang terbentuk. Semakin rendah suhu pelarutan maka magnetit yang terbentuk memiliki susunan atom membentuk struktur kristal. Pada suhu pelarutan 55°C diperoleh material magnetit yang memiliki ukuran 45,46 nm dengan struktur kristal kubik.

Kata Kunci : *pasir besi, magnetit, kopresipitasi.*

Synthesis and Characterization of Magnetic Fe₃O₄ Nanoparticle Sand iron Glagah Kulon Progo Beach by Coprecipitation Method

**By :
Siti Nurjanah
14306141004**

ABSTRACT

The purpose of this research is to know steps about synthesis of magnetite Fe₃O₄ from extract of iron sand by coprecipitation method, know the influence of the difference of the temperature of the iron sand extract against dissolving the crystal structure and lattice parameter of magnetite Fe₃O₄ synthesis results with the method kopresipitasi, and the dissolving temperature difference know how to extract sand iron magnetite Fe₃O₄ size against the results of a synthesis by coprecipitation method.

The study began by extracting sand beaches so retrieved sand iron with a high content of magnetite. The results of the extraction of sand and then synthesized by coprecipitation method with 3 temperature variations i.e. 55°C, 65°C, and 75°C. Coprecipitation performed using HCl 12 M as the solvent sand iron and 6.3 M NH₄OH as precipitation of magnetite. The results of the synthesis of heated at 200°C.

Results of synthesis shows that temperature affects dissolving extract sand iron magnetite crystals formed structure. The lower the temperature the dissolving then magnetite which formed the atomic arrangement of the form has a crystal structure. Dissolving at a temperature of 55°C magnetite material obtained has a size of 45.46 nm with a cubic crystal structure.

Key word : *sand beach, magnetite, coprecipitation.*

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini

Nama : Siti Nurjanah

NIM : 14306141004

Program Studi : Fisika

Judul TAS : **Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4 Pasir Besi Glagah Kulon Progo dengan Metode Kopresipitasi**

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini adalah benar-benar karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya, tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan yang telah lazim. Tanda tangan dosen penguji yang tertera dalam halaman pengesahan adalah asli. Jika tidak asli saya bersedia menerima sanksi yang diberikan.

Yogyakarta, 1 Juli 2018

Yang menyatakan,



Siti Nurjanah
NIM. 14306141004

LEMBAR PERSETUJUAN

Tugas Akhir Skripsi dengan Judul

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIK Fe_3O_4
PASIR BESI GLAGAH KULON PROGO DENGAN METODE
KOPRESIPITASI**

Disusun oleh:

Siti Nurjanah
NIM 14306141004

telah memenuhi syarat dan disetujui oleh Dosen Pembimbing untuk dilaksanakan

Ujian Akhir Tugas Akhir Skripsi bagi yang bersangkutan.

Yogyakarta, 2 Juli 2018

Mengetahui,
Ketua Program Studi

Nur Kadarisman, M.Si
NIP. 19640205199101 1001

Disetujui,
Dosen Pembimbing,

Rita Prasetyowati, S.Si, M.Si
NIP. 198007282006042001

LEMBAR PENGESAHAN

Tugas Akhir Skripsi dengan judul

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIK Fe_3O_4 PASIR BESI GLAGAH KULON PROGO DENGAN METODE KOPRESIPITASI

Disusun oleh:

Siti Nurjanah
14306141004

Telah dipertahankan di depan Dewan Penguji Tugas Akhir Skripsi
Program Studi Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Yogyakarta
Pada tanggal 17 Juli 2018


Dewan Penguji

Nama	Jabatan	Tanda Tangan	Tanggal
Rita Prasetyowati, M.Si NIP. 198007282006042001	Ketua Penguji		24-07-2018
Dr. Ariswan NIP. 195909141988031003	Penguji Utama		20-07-2018
Bambang Ruwanto, M.Si NIP. 196512251991011001	Penguji Pendamping		24-07-2018

Yogyakarta, 24-7-2018

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Yogyakarta
Dekan,




Dr. Hartono
NIP. 196203291987021002

MOTTO



فَإِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا

5. *Fa-inna ma'al 'usri yusran*

"Karena sesungguhnya, sesudah kesulitan itu ada kemudahan,"

إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا

6. *Inna ma'al 'usri yusran*

"Sesungguhnya, sesudah kesulitan itu ada kemudahan."

QS. Al-Insyirah (5-6)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Karya ini kupersembahkan untuk:

Keluarga terkasih, Ibu Maryani dan Bapak Samsuri

Serta Mbak Nurul dan Adikku Yusron

Teman-temanku yang selalu memberi dukungan dan semangat

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warohmatullahi Wabaraakatuh

Puji syukur penyusun panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayahNYA, sehingga penyusun dapat menyelesaikan penyusunan Tugas Akhir Skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4 Pasir Besi Glagah Kulon Progo dengan Metode Kopresipitasi” dengan lancar. Dalam penyusunan Tugas Akhir Skripsi, penyusun banyak mendapatkan dukungan, bimbingan, dan motivasi dari berbagai pihak, oleh karena itu penyusun mengucapkan terimakasih kepada :

1. Dr. Hartono, selaku Dekan FMIPA UNY atas pemberian fasilitas dan bantuannya untuk memperlancar administrasi Tugas Akhir Skripsi.
2. Yusman Wiyatmo, M.Si., selaku Ketua Jurusan Pendidikan Fisika FMIPA UNY yang telah memberikan izin dalam pelaksanaan penelitian Tugas Akhir Skripsi.
3. Nur Kadarisman, M.Si., selaku Ketua Program Studi Fisika FMIPA UNY, yang telah memberikan izin dalam pelaksanaan Tugas Akhir Skripsi ini.
4. Ibu Rita Prasetyowati, S.Si, M.Si yang telah memberikan banyak bimbingan sehingga penyusunan Tugas Akhir Skripsi ini dapat berjalan dengan lancar.
5. Bapak Bambang Ruwanto, M.Si selaku dosen pembimbing akademik.
6. Seluruh dosen Jurusan Pendidikan Fisika yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat.
7. Laboran fisika dan kimia, sehingga penulis dapat melaksanakan penelitian Tugas Akhir Skripsi dengan lancar.

8. Pemerintah Indonesia, khususnya BEASISWA BIDIKMISI DIKTI yang telah membiayai penulis untuk menuntut ilmu di UNY.
9. Ibuku Maryani dan Bapak Samsuri, serta seluruh keluarga di rumah yang selalu memberikan dukungan dan doa.
10. Teman-teman Fisika B 2014.

Meskipun penyusun telah berusaha semaksimal mungkin, namun penyusun menyadari bahwa penyusunan Tugas Akhir Skripsi ini masih banyak kekurangan. Penyusun berharap semoga Tugas Akhir Skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua. Aamiin.

Wassalamu'alaikum Warohmatullahi Wabaraakatuh.

Yogyakarta,
Penyusun

Siti Nurjanah
NIM. 14306141004

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
ABSTRAK	ii
ABSTRACT	iii
SURAT PERNYATAAN	iv
LEMBAR PERSETUJUAN	iv
LEMBAR PENGESAHAN	Error! Bookmark not defined.
MOTTO	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	viii
KATA PENGANTAR.....	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Batasan Masalah.....	4
D. Rumusan Masalah	5
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
A. Deskripsi Teori.....	7
1. Pasir Besi	7
2. Kemagnetan Bahan.....	7
3. Magnetit (Fe_3O_4)	11
4. Kopresipitasi.....	12
5. X-Ray Diffraction (X-RD).....	14

6. Kristal	18
B. Kerangka Berpikir	23
BAB III METODE PENELITIAN	24
A. Waktu dan Tempat Penelitian	24
B. Bahan dan Alat Penelitian	24
C. Variabel Penelitian	26
D. Jenis Penelitian	27
E. Teknik Pengambilan Data	27
F. Teknik Analisis Data	30
G. Diagram Alir Penelitian	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	31
A. Hasil Penelitian	31
B. Pembahasan Hasil Penelitian	33
BAB V PENUTUP	42
A. Simpulan	42
B. Saran	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN	47

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Tujuh Sistem Kristal	20
Tabel 2. Variabel Sintesis Magnetit	33

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Sel satuan magnetit	12
Gambar 2. Skema XRD.....	15
Gambar 3. Skema Difraksi Bragg	16
Gambar 4. Susunan Struktur Atom	18
Gambar 5. Sumbu dan Sudut Kristal	19
Gambar 6. Sel unit dari 14 kisi Bravais	21
Gambar 7. Diagram Alir Penelitian	30
Gambar 8. Tahap Sintesis	31
Gambar 9. (a) Ekstrak pasir besi, (b) Hasil sintesis magnetit.	33
Gambar 10. Difraktogram hasil sintesis dengan suhu $(55 \pm 2)^{\circ}\text{C}$	34
Gambar 11. Analisis <i>MATCH</i> hasil sintesis pada suhu $(55 \pm 2)^{\circ}\text{C}$	35
Gambar 12. Difraktogram hasil sintesis dengan suhu $(65 \pm 2)^{\circ}\text{C}$	37
Gambar 13. Analisis <i>MATCH</i> hasil sintesis pada suhu $(65 \pm 2)^{\circ}\text{C}$	38
Gambar 14. Difraktogram hasil sintesis dengan suhu $(75 \pm 2)^{\circ}\text{C}$	39
Gambar 15. Analisis <i>MATCH</i> hasil sintesis pada suhu $(75 \pm 2)^{\circ}\text{C}$	40

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Reaksi Kimia	47
Lampiran 2. Hasil Karakterisasi XRD	50
Lampiran 3. Kartu JCPDS 19-629 magnetit	52
Lampiran 4. Perhitungan Lebar Kisi	53
Lampiran 5. Perhitungan Ukuran Kristal	54
Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian	56

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Pesisir pantai selatan khususnya pulau Jawa memiliki potensi alam yang besar, salah satunya adalah pasir besi. Pasir besi jika diolah dapat digunakan sebagai bahan tambahan di pabrik semen. Di Indonesia pasir besi merupakan salah satu sumber besi yang dalam pemanfaatannya masih belum optimal. Di negara Selandia Baru pasir besi sudah digunakan sebagai bahan baku pembuatan besi baja. Begitu juga di negara Tiongkok yang sudah menggunakan pasir besi sebagai bahan baku pembuatan besi baja (Wida & Josephine, 2015).

Pasir besi tidak hanya dimanfaatkan sebagai bahan tambahan semen dan besi baja, namun dalam perkembangan teknologi pasir besi juga dapat bermanfaat dalam dunia teknologi nano. Menurut Yohanes Surya, teknologi nano adalah teknologi yang melibatkan atom dan molekul dengan ukuran lebih kecil dari 1.000 nanometer. Perubahan ukuran material dari skala *bulk* menjadi skala nano dapat merubah sifat fisika dan sifat kimia dari sebuah material. (Surya, Y. 2008).

Salah satu mineral yang terkandung dalam pasir besi adalah magnetit. Magnetit merupakan mineral yang mengandung unsur besi (Fe) dan oksigen (O₂), dengan rumus kimia Fe₃O₄. Magnetit bersifat tertarik oleh magnet (disebut sebagai bahan magnetik). Penelitian yang dilakukan oleh Erika dan Astuti pada tahun 2012 telah membuktikan bahwa nanopartikel magnetit yang dicampur dengan polianilin dapat dimanfaatkan sebagai bahan penyerap gelombang mikro

(*microwave*). Pada dasarnya bahan yang dapat digunakan sebagai penyerap gelombang mikro adalah bahan yang memiliki sifat listrik dan magnetik. (Nasution, E. L. Y & Astuti. 2012).

Salah satu aplikasi bahan penyerap gelombang mikro adalah sebagai komponen dalam pembuatan RAM (*Radar Absorbing Material*). RAM adalah bahan yang dapat mendeteksi posisi benda dengan menggunakan gelombang mikro atau gelombang radio. Sampai saat ini material berupa batuan besi masih menjadi pilihan material yang sangat baik digunakan sebagai material penyerap magnetik pada gelombang mikro (Rahmawati, 2015).

Selain dapat dimanfaatkan sebagai bahan penyusun pembuatan RAM, nanopartikel magnetit dapat dimanfaatkan sebagai bahan penyerap gelombang mikro yang dicampurkan pada cat kabin pesawat. Penambahan nanopartikel magnetit pada cat kabin pesawat ini bertujuan agar cat tersebut dapat menyerap gelombang elektromagnetik yang terpancar dari ponsel sehingga tidak mengganggu komunikasi dan navigasi penerbangan. Penelitian tersebut dilakukan oleh Dessy Putri Efhana dkk pada tahun 2013, yang mensintesis pasir alam yang ada di Jawa Timur menjadi nanopartikel magnetit. Nanopartikel magnetit didoping dengan ion Zn pada Barium Heksaferit sehingga terbentuk Barium M-Heksaferit sebagai material magnetik yang dapat menyerap gelombang mikro. (Efhana, D. P, et al., 2017)

Nanopartikel magnetit dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang, maka dilakukan penelitian mengenai magnetit yang terkandung dalam pasir besi pantai Glagah Kulon Progo untuk mengetahui karakteristik dari magnetit tersebut

sehingga dapat dimanfaatkan lebih jauh. Pemurnian pasir besi perlu dilakukan untuk mendapatkan mineral magnetit Fe_3O_4 yang terkandung dalam pasir besi. Teknik pemurnian pasir besi dilakukan dengan mengekstrak pasir besi menggunakan magnet permanen. Penggunaan magnet permanen untuk mengekstrak pasir besi tersebut memanfaatkan sifat magnetik dari magnetit yang terkandung dalam pasir besi sehingga mineral magnetit dapat diambil dan dipisahkan dari pengotor.

Salah satu yang dapat digunakan dalam pembentukan nanopartikel magnetit adalah menggunakan reaksi padat-cair. Reaksi padat-cair dapat dilakukan dengan beberapa metode, yaitu (1) metode sol-gel, (2) metode *solvothermal*, (3) metode *hydrothermal*, (4) metode sonokimia, (5) metode kopresipitasi, (6) metode mikroemulsi, dan (7) metode *molten salts* dan cairan ionik pada suhu kamar (Ningsih, 2016). Dari ketujuh macam metode tersebut, dipilih metode kopresipitasi dalam pembentukan nanopartikel magnetit. Metode kopresipitasi merupakan metode yang paling efektif karena metode ini dapat dilakukan pada kondisi lingkungan yang normal. Padatan yang dihasilkan dari metode kopresipitasi stabil dan tidak dapat larut dalam pelarut. Sintesis nanopartikel dengan metode kopresipitasi melibatkan kation logam dari medium tertentu diendapkan secara bersama dalam bentuk hidroksida, karbonat, oksalat, atau sitrat.

Teknik pengkarakterisasian nanopartikel dapat menggunakan teknik spektroskopi, teknik hamburan cahaya, difraksi sinar-x (XRD), mikroskop elektron, mikroskop pemindai elektron (SEM), mikroskop transmisi elektron

(TEM), mikroskop gaya atomik (AFM), spektrometer dispersiv sinar-x (EDS), vibrasi sampel magnetometer (VSM), dan lain-lain. Pada penelitian magnetit Fe_3O_4 dikarakterisasi dengan XRD. Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui parameter kisi kristal, struktur kristal, dan ukuran kristal.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas dapat diidentifikasi permasalahan sebagai berikut:

1. Melimpahnya sumber daya alam, utamanya pasir besi namun dalam pemanfaatannya masih sangat terbatas pada penggunaan secara langsung yaitu sebagai bahan bangunan tanpa adanya proses lain sehingga nilai ekonomisnya masih rendah.
2. Belum dilakukan pemurnian mineral magnetit Fe_3O_4 yang terkandung dalam pasir pantai Glagah Kulon Progo.
3. Belum dilakukannya karakterisasi mineral magnetit Fe_3O_4 sehingga belum dapat dimanfaatkan secara maksimal dalam dunia material *science*.

C. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah pasir besi yang digunakan adalah pasir besi yang diekstraksi dari pasir alam yang diambil dari pasir pantai Glagah Kulon Progo. Sintesis dilakukan menggunakan metode kopresipitasi dengan pelarut asam yaitu HCl dan pengendap basa yaitu NH_4OH , dengan variasi

suhu pelarutan ekstrak pasir besi. Karakterisasi hasil sintesis magnetit Fe_3O_4 menggunakan XRD.

D. Rumusan Masalah

Berdasarkan identifikasi masalah dan batasan masalah yang ada, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

1. Bagaimana cara mensintesis magnetit Fe_3O_4 dari ekstrak pasir besi dengan metode kopresipitasi?
2. Bagaimana pengaruh perbedaan suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi terhadap struktur kristal dan parameter kisi magnetit Fe_3O_4 hasil sintesis dengan metode kopresipitasi?
3. Bagaimana pengaruh perbedaan suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi terhadap ukuran magnetit Fe_3O_4 hasil sintesis dengan metode kopresipitasi?

E. Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas dapat ditentukan tujuan dari penelitian ini, yaitu :

1. Mengetahui langkah-langkah dalam mensintesis magnetit Fe_3O_4 dari ekstrak pasir besi dengan metode kopresipitasi.
2. Mengetahui pengaruh perbedaan suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi terhadap struktur kristal dan parameter kisi magnetit Fe_3O_4 hasil sintesis dengan metode kopresipitasi.

3. Mengetahui pengaruh perbedaan suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi terhadap ukuran magnetit Fe_3O_4 hasil sintesis dengan metode kopresipitasi.

F. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah :

1. Meningkatkan kemampuan dalam melakukan sintesis magnetit Fe_3O_4 yang diekstrak dari pasir besi pantai Glagah Kulon Progo.
2. Meningkatkan kemampuan dalam analisis hasil karakterisasi XRD.
3. Mendapatkan pengetahuan baru mengenai karakteristik magnetit yang terkandung dalam pasir besi pantai Glagah Kulon Progo.
4. Sebagai referensi lebih lanjut untuk penelitian mengenai sintesis magnetit yang diambil dari pasir besi pantai Glagah Kulon Progo, sehingga dapat dimanfaatkan secara maksimal.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Deskripsi Teori

1. Pasir Besi

Pasir besi adalah sejenis pasir dengan kandungan besi yang tinggi. Pasir besi biasanya berwarna abu-abu gelap atau berwarna kehitaman. Pasir ini terdiri dari magnetite Fe_3O_4 dan juga mengandung sejumlah kecil titanium, silika, mangan, kalsium, dan vanadium. Pasir besi memiliki kecenderungan memanas di bawah sinar matahari langsung, menyebabkan suhu yang cukup tinggi untuk menyebabkan luka bakar ringan (wikipedia, diakses pada 27 Maret 2018). Pasir besi mengandung mineral besi utama yaitu magnetit dengan sedikit hematit yang disertai dengan mineral pengotor yang memiliki mineral dominan aluminium, silikon, dan vanadium. Pengotor lainnya yang biasa terdapat dalam pasir besi adalah fosfor dan sulfur.

2. Kemagnetan Bahan

Benda magnet mempunyai kemampuan menarik benda-benda lain (yang lebih ringan) ke arah dirinya. Dalam hal ini merupakan magnet permanen atau magnet tetap, artinya kemampuan menarik ini tidak lenyap jika penyebab timbulnya sifat magnet dihilangkan. Logam dililiti kawat yang dialiri arus listrik akan memiliki sifat seperti magnet yang kemudian disebut sebagai elektromagnet. Namun, jika arus listrik dihilangkan maka sifat magnet akan hilang pula. Logam

besi dapat ditarik atau dipengaruhi oleh magnet sehingga dikatakan bersifat magnetik. (Sugiyarto & Suyanti, 2010:209).

Menurut teori fisika klasik, secara sederhana dapat dikatakan bahwa setiap benda atau partikel yang berputar pada porosnya akan menghasilkan sifat magnetik. Sebuah elektron, yang secara individu merupakan partikel solid yang bermuatan, juga berputar pada porosnya yang diasosiasikan dengan bilangan kuantum spin s , dengan nilai $-\frac{1}{2}$ dan $\frac{1}{2}$. Dengan demikian, spin elektron menghasilkan sifat kemagnetan atau dengan kata lain elektron merupakan magnet elementer (Sugiyarto & Suyanti, 2010:209).

Berdasarkan percobaan *Stern-Gerlach*, sifat magnetik didefinisikan sebagai interaksi antara atom-atom yang mempunyai elektron berpasangan dalam orbitalnya dengan medan magnet menyebabkan atom ditolak medan magnet (diamagnetik). Jika dalam orbital atom terdapat elektron tidak berpasangan, maka atom akan ditarik medan magnet (paramagnetik). Semakin banyak terdapat elektron tidak berpasangan sifat paramagnetiknya semakin kuat.

Sifat dan karakteristik magnetik dari suatu bahan erat kaitannya dengan nilai suseptibilitas magnetik X_m dan permeabilitas magnetik μ . Rapat fluks magnet B , medan magnet H , dan magnetisasi M sangat diperlukan karena berhubungan dengan suseptibilitas dan permeabilitas magnetik suatu bahan. Hubungan antara B , H , dan M dapat ditulis dengan persamaan:

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (1)$$

$$M = X_m H \quad (2)$$

(Tipler, 2001: 326-327).

Berdasarkan permeabilitas magnetik (μ_m) bahan magnetik diklasifikasikan menjadi beberapa kelompok yaitu:

a. Paramagnetik

Bahan paramagnetisme adalah bahan yang memiliki suseptibilitas magnetik X_m positif dan sangat kecil. Paramagnetik muncul pada bahan yang atom-atomnya memiliki momen magnetik permanen yang berinteraksi satu sama lain secara sangat lemah (Tipler, 2001: 330).

Bahan yang bersifat paramagnetik jika dikenai medan magnet luar, atom-atom magnet permanen akan menata diri searah dengan medan sehingga tertarik menuju medan. Hal ini menghasilkan suseptibilitas magnetik positif yang tidak bergantung pada besar medan magnet yang mengenainya, tetapi bergantung pada temperatur karena agitasi termal akan melawan orientasi dwi kutub magnetik. Efektivitas medan magnetik akan hilang dengan naiknya suhu. Sifat paramagnetik normal suatu bahan bergantung pada: (1) jumlah elektron yang tidak berpasangan; (2) tingkat dasar spektroskopik dan tingkat eksitasi di atasnya jika pembelahan seharga orde kT ; dan (3) kuat medan ligan dan konfigurasi geometrinya (Sugiyarto & Suyanti, 2010: 212-214).

b. Diamagnetik

Bahan diamagnetik adalah bahan yang memiliki nilai suseptibilitas magnetik negatif dan sangat kecil (Tipler, 2001: 337). Diamagnetik adalah sifat yang selalu dimiliki oleh setiap atom dalam materi atau senyawa tanpa memandang tipe sifat magnetik total dari senyawa yang bersangkutan. Sifat ini hanya muncul jika ada medan magnet luar yang dikenakan pada atom yang

bersangkutan sehingga terjadi interaksi antara medan magnet luar dengan medan terinduksi dalam kulit-kulit yang terisi penuh elektron. Medan terinduksi ini harus melawan medan magnet luar sejauh mungkin untuk melenyapkan interaksi tersebut, sehingga suseptibilitas (kerentanan) diamagnetik berharga negatif (Sugiyarto & Suyanti, 2010: 210).

Sifat magnetik spin dari elektron-elektron dalam orbital yang terisi penuh saling meniadakan karena arah spin yang berlawanan, namun elektron-elektron yang berpasangan dalam orbital diperlakukan sebagai loop-loop arus, sehingga berinteraksi menolak medan magnet dari luar yang mengenainya. Oleh karena itu, sifat diamagnetik tidak dipengaruhi oleh suhu maupun besarnya kuat medan magnet, tetapi hanya dipengaruhi oleh ukuran dan bentuk orbital (Sugiyarto & Suyanti, 2010: 210).

c. Ferromagnetik

Bahan ferromagnetik adalah bahan yang memiliki nilai suseptibilitas magnetik positif yang sangat tinggi. Ferromagnetik muncul pada besi, kobalt, dan nikel serta paduan logam-logam ini. Dalam bahan-bahan ini sejumlah medan magnetik luar dapat menyebabkan derajat penyearahan yang tinggi pada momen dipol magnetik atomnya. (Tipler, 2001: 333).

Pada bahan ferromagnetik, jika sebelumnya pernah mengalami medan magnet luar, maka jumlah momen magnetiknya tidak nol (Guntoro, 2013: 184).

d. Anti Ferromagnetik

Material dengan sifat anti ferromagnetik mirip dengan ferromagnetik. Walaupun begitu magnetisasi dari dua sublatas yang berbeda adalah

magnitudonya sama. Bahan anti ferroagnetik dapat digambarkan oleh struktur kristal dengan kisi-kisi yang diisi oleh dua jenis atom dengan momen magnet yang berlawanan arah. Jika tidak ada medan luar, besarnya momen magnet yang berlawanan arah seimbang sehingga magnetisasi total sama dengan nol ($M=0$) (Yelfianhar, 2010).

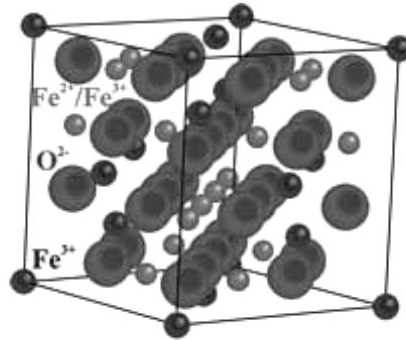
e. Ferrimagnetik

Masing-masing atom pada bahan ferrimagnetik memiliki momen magnet tidak sama, sehingga memiliki magnetisasi spontan M , walaupun tanpa adanya medan magnet luar. Jika dipanaskan diatas tempetarur kritis (temperatur curie, T_C) bahan ferrimagnetik dan antiferromagnetik akan berubah menjadi bahan paramagnetik (Yelfianhar, 2010).

3. Magnetit (Fe_3O_4)

Magnetit merupakan mineral magnetik pertama yang diketahui oleh manusia. Ilmuwan pertama yang mengkaji tentang magnet adalah Willian Gilbert (1540-1603), mempublikasikan bukunya “*On The Magnet*” pada tahun 1600. Dia bereksperimen dengan *lodestone* dan magnet besi.

Secara alamiah, magnetit termasuk dalam golongan bahan ferromagnetik. Cara paling mudah untuk mengetahui sifat kemagnetan suatu bahan biasanya menggunakan histerisis, yaitu fenomena yang dipelajari oleh James Ewig pada tahun 1881 (Coey, 2009: 7).



Gambar 1. Sel satuan magnetit
(Blaney, 2007)

Gambar 1 merupakan sel satuan dari mineral magnetit, yang terdiri dari atom Fe^{3+} , Fe^{2+} , dan O^{2-} . Sifat istimewa nanopartikel magnetit adalah superparamagnetik. Sifat superparamagnetik merupakan sifat yang muncul pada material berorde satu domain magnetik. Ukurannya yang kecil menyebabkan material tersebut sangat reaktif terhadap medan magnet luar, namun jika medan magnet luar dihilangkan pengaruhnya secara perlahan-lahan sifatnya akan mirip dengan material paramagnetik (Pauzan, 2013).

4. Kopresipitasi

Salah satu metode sintesis pada reaksi padat-cair yang paling sederhana dan paling tua adalah metode kopresipitasi. Padatan yang dihasilkan dari metode kopresipitasi stabil dan tidak dapat larut dalam pelarut. Proses kopresipitasi melibatkan kation logam dari medium tertentu diendapkan secara bersama dalam bentuk hidroksida, karbonat, oksalat, atau sitrat. Endapan dikalsinasi pada temperatur tertentu sehingga menghasilkan produk dalam bentuk bubuk. Proses

kopresipitasi melibatkan kontrol konsentrasi pelarut dan pengendap, temperatur, kecepatan pengadukan dalam pembuatan produk (Ningsih, 2016: 96).

Kopresipitasi merupakan salah satu metode yang digunakan untuk membuat preparasi material nanopartikel. Prinsip kerja metode ini adalah dengan mengubah suatu garam logam menjadi endapan dengan menggunakan pengendap basa hidroksida atau karbonat yang kemudian diubah ke bentuk oksidanya dengan cara pemanasan (Zainuri, 2013). Metode kopresipitasi merupakan metode yang paling efektif karena metode ini dapat dilakukan pada kondisi lingkungan yang normal. Dalam sintesisnya metode ini menggunakan pasangan asam dan basa. Asam berfungsi sebagai pelarut dan basa membawa zat terlarut kebawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. Sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi diharapkan memiliki sifat monodispersif. Sifat monodispersif artinya partikel magnetit terdistribusi secara merata atau seragam (Mairoza & Astuti, 2016).

Metode kopresipitasi menggunakan larutan asam untuk melarutkan bahan utama. Penggunaan asam sebagai pelarut karena logam besi dapat bereaksi cepat dengan HCl yang membentuk besi (II) dan gas H_2 . Larutan yang sudah diaduk sampai homogen perlu ditambahkan larutan pengendap sedemikian rupa sehingga endapannya mempunyai homogenitas yang tinggi. Larutan NH_4OH dapat digunakan sebagai pengendap. Penggunaan NH_4OH yang mengotori endapan dapat dihilangkan dengan jalan pemanasan (Merdekani, 2013).

Hasil endapan yang terbentuk dipengaruhi oleh konsentrasi pelarut dan pengendap, suhu pemanasan, serta durasi pengadukan. Penggunaan metode

kopresipitasi dengan variasi konsentrasi larutan garam besi dan larutan pengendap mempengaruhi jumlah serbuk dan sifat magnetik dari magnetit yang terbentuk (Aji, 2008). Pada penelitian ini, metode penumbuhan magnetit dilakukan dengan memvariasi suhu pelarutan ekstrak pasir besi sehingga dapat diketahui pengaruhnya terhadap parameter kisi, struktur kristal, ukuran kristal, dan sifat kemagnetan yang muncul.

5. X-Ray Diffraction (X-RD)

Difraksi adalah peristiwa terhamburnya gelombang oleh adanya suatu gangguan (misalnya kisi), diikuti oleh hamburan ke segala arah yang menimbulkan penguatan atau pelemahan pada kondisi tertentu. Difraksi terjadi jika ada kesetaraan orde geometris antara panjang gelombang dengan lebar kisi. Hasil penguatan hamburan menggambarkan karakter dari penghambur atau gangguan itu. Jika berkas dengan panjang gelombang seorde dengan jarak antar bidang kristal ditembakkan ke suatu material kristal, maka akan terjadi difraksi kristal (Pratapa, 2009).

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar JCPDS yang dikeluarkan oleh ICDD (*International Center of Diffraction Data*).

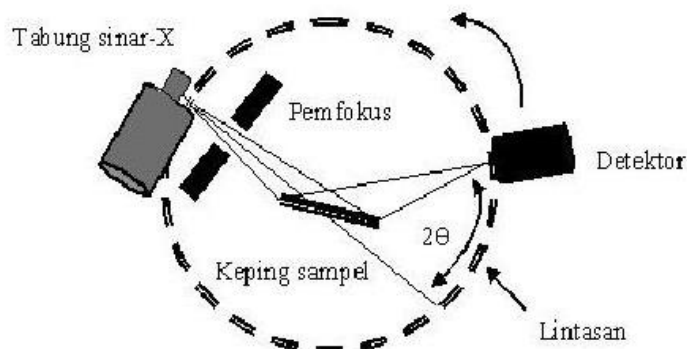
Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar

tersebut akan terhamburkan dan sebagian lain akan diteruskan ke lapisan berikutnya.

XRD merupakan salah satu metode untuk mengetahui struktur kristal suatu bahan. Apabila analisis dari pola difraksi mineral tertentu diketahui, maka mineral tersebut dapat ditentukan. Komponen XRD ada 3 yaitu (Suryanarayana & Norton, 1998: 63):

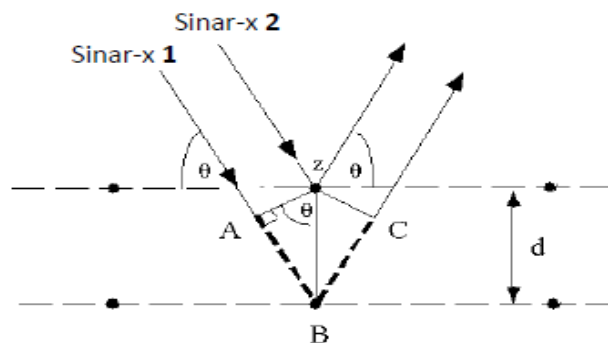
- a. Sumber X-Ray
- b. Spesimen
- c. Detektor X-Ray

Rancangan skematik XRD berdasarkan analisis Bragg ditunjukkan pada Gambar 2. Seberkas sinar X jatuh pada sampel dengan sudut θ dan sebuah detektor diletakkan untuk mencatat sinar yang sudut hamburnya sebesar θ . Ketika θ diubah maka detektor akan mencatat puncak intensitas yang bersesuaian dengan orde- n yang divisualisasikan dalam bentuk difraktogram (Rusli, 2011).



Gambar 2. Skema XRD
(Rusli, 2011)

Pada kristalografi, padatan dikarakterisasikan oleh XRD mempunyai ruang kisi dengan distribusi orde 3 dimensi (kubik, rombik, dan lain-lain) atom-atom. Atom itu membentuk rangkaian bidang paralel terpisah oleh jarak d , yang bervariasi sesuai dengan bahan alam. Untuk tiap kristal, bidang-bidang mempunyai jarak pisah d yang spesifik. Bila sebuah berkas sinar X monokromatik dengan panjang gelombang λ diradiasikan ke dalam bahan kristal dengan jarak pisah d , sudut θ , difraksi yang terjadi hanya bila jarak lintas oleh sinar dipantulkan dari bidang berikutnya berbeda oleh sebuah bilangan n panjang gelombang untuk menghasilkan pola interferensi konstruktif hanya terjadi bila sudut datang memenuhi kondisi Bragg sebagai berikut:



Gambar 3. Skema Difraksi Bragg
(Nayiroh, 2014)

Sesuai dengan skema difraksi Bragg pada Gambar 3, maka interferensi konstruktif hanya terjadi jika kedua sinar tersebut memiliki beda jarak $n\lambda$ yang dapat ditulis dengan:

$$n\lambda = AB + BC \quad (3)$$

$$AB = BC \quad (4)$$

$$n\lambda = 2AB \quad (5)$$

n merupakan bilangan bulat (1,2,3,...). Dengan menggunakan prinsip Phytagoras, maka panjang AB yaitu:

$$\sin \theta = \frac{AB}{d} \quad (6)$$

$$AB = d \sin \theta \quad (7)$$

Berdasarkan persamaan (5) dan (7) maka diperoleh persamaan:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (8)$$

Persamaan (8) merupakan persamaan difraksi Bragg.

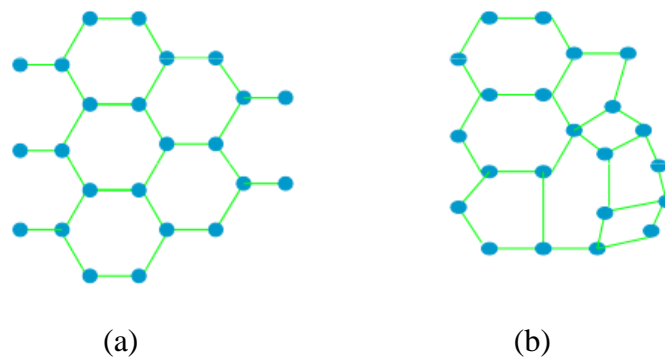
Hukum Bragg menyatakan kondisi untuk ketajaman puncak difraksi yang timbul dari kristal yang secara sempurna tersusun. Puncak difraksi sebenarnya mempunyai lebar terbatas yang dihasilkan dari ketidak-sempurnaan, baik karena sumber radiasi atau sampel. Hal yang dapat diperhatikan adalah bahwa sebagaimana dimensi kristal memasuki skala nano, pelebaran puncak dengan mengecilnya ukuran kristal. Itu dikenal bahwa lebar puncak difraksi memungkinkan penentuan ukuran kristal. Secara praktis, ukuran kristal dapat ditentukan dengan varian persamaan Schererr:

$$t = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (9)$$

Dimana t adalah ketebalan kristal, K adalah konstanta yang tergantung pada bentuk kristal, dan B adalah lebar puncak pada setengah intensitas dalam radian. Bila fungsi *Gaussian* digambarkan untuk mendiskripsikan puncak pelebaran, kemudian konstanta K adalah sama dengan 0,89, persamaan Shcerrer diperoleh dari hukum Bragg dan dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal bila kristal lebih kecil dari 1.000 Å. (Muis, 2013: 92-93).

6. Kristal

Kristal merupakan susunan atom-atom yang teratur dalam ruang 3 dimensi. Keteraturan susunan tersebut terjadi karena harus terpenuhinya kondisi geometris, ketentuan ikatan atom, serta susunan yang rapat. Ditinjau dari struktur atomnya, zat padat dibagi menjadi 3 yaitu kristal tunggal, polikristal, dan amorf (Suryanarayana & Norton, 1998: 21). Kristal tunggal adalah padatan yang memiliki unit-unit kristal tersusun secara homogen membentuk bangun yang sama. Polikristal adalah padatan yang tersusun dari susunan kristal yang tidak homogen dan adanya perbedaan orientasi antara kristal-kristal. Amorf merupakan susunan atom-atom atau molekul-molekul yang acak dan tidak teratur secara berulang. Partikel-partikel dari zat amorf tersebut tidak mempunyai bentuk tertentu dan permanen. Berikut Gambar 4 merupakan perbedaan susunan atom kristal dan *amorf*.



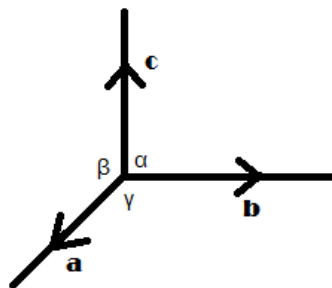
Gambar 4. Susunan Struktur Atom (a) Kristal, (b) *Amorf*

Kisi ruang (*space lattice*) adalah susunan titik-titik dalam ruang tiga dimensi dimana setiap titik memiliki lingkungan yang serupa. Titik dengan lingkungan yang serupa itu disebut simpul kisi (*lattice points*). Simpul kisi dapat

disusun hanya dalam 14 susunan yang berbeda, disebut kisi-kisi *Bravais*. Jika atom-atom dalam kristal membentuk susunan teratur yang berulang maka atom-atom dalam kristal haruslah tersusun dalam salah satu dari 14 bentuk kisi-kisi tersebut. Setiap simpul kisi dapat ditempati oleh lebih dari satu atom, dan atom atau kelompok atom yang menempati tiap-tiap simpul kisi haruslah identik dan memiliki orientasi sama sesuai dengan pengertian simpul kisi (Sudirham, 2013).

a. Struktur Kristal

Kristal yang sempurna merupakan susunan atom secara teratur dalam kisi ruang, maka atom tersebut dapat dinyatakan secara lengkap dengan menyatakan posisi atom dalam suatu kesatuan yang berulang. Kesatuan yang berulang itu disebut unit sel (*sel unit*). Satuan unit sel didefinisikan sebagai hubungan antara panjang (a, b, c) sisi kristal dan sudut interaksial (α, β, γ) antara keduanya.



Gambar 5. Sumbu dan Sudut Kristal
(Ariswan, 2016)

Gambar 5 merupakan sumbu dan sudut kristal. Sumbu a , b , dan c merupakan sumbu-sumbu yang dikaitkan dengan parameter kisi kristal.

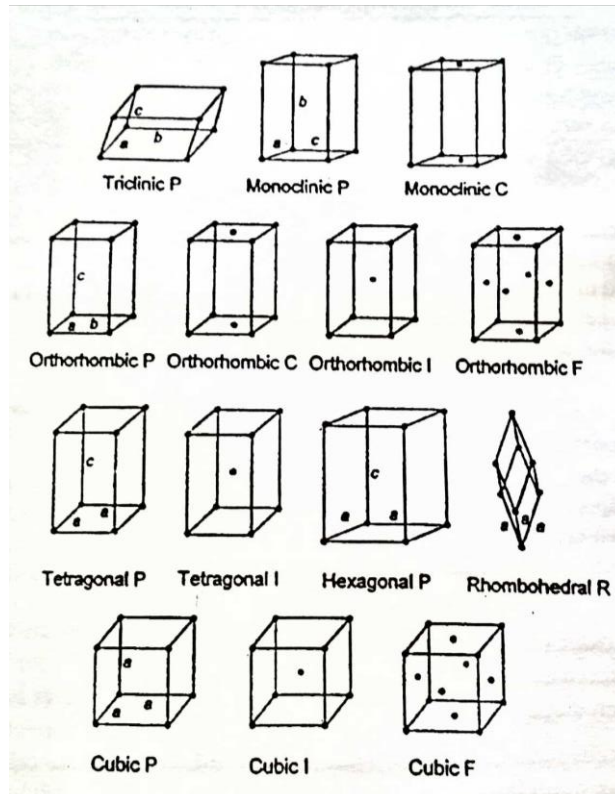
Sedangkan α , β , dan γ merupakan sudut antara sumbu-sumbu referensi kristal. Berdasarkan sumbu-sumbu a, b, dan c (kisi bidang) dan sudut α , β , dan γ (kisi ruang) ke14 kisi Bravais dikelompokkan menjadi 7 sistem kristal interaksial seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Tujuh Sistem Kristal

No.	Sistem Kristal	Parameter Kisi
1	Trikinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
2	Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ; \beta \neq 90^\circ$
3	Orthorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
4	Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
5	Heksagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ; \gamma = 120^\circ$
6	Trigonal	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$
7	Kubik	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

Rusuk dari suatu sel unit dalam struktur kristal harus merupakan translasi kisi, yaitu vektor yang menghubungkan dua simpul kisi. Jika sel unit disusun bersentuhan antar bidang sisi, mereka akan mengisi ruang tanpa meninggalkan

ruang kosong dan membentuk kisi ruang. Satu kisi ruang yang sama mungkin bisa dibangun dari sel unit yang berbeda, akan tetapi yang disebut sel unit dipilih yang memiliki geometri sederhana dan mengandung hanya sejumlah kecil simpul kisi. Sel unit dari 14 kisi Bravais diperlihatkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Sel unit dari 14 kisi Bravais
(Suryanarayana & Norton, 1998: 26)

b. Parameter Kisi

Apabila suatu kristal memiliki simetrik kubik, dengan $a = b = c$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, maka sudut berkas dari bidang kristal (hkl) dapat dihitung dari hubungan jarak antar bidang.

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2} \quad (10)$$

Nilai a diperoleh dari persamaan (8) untuk $n = 1$, kemudian disubstitusikan dengan persamaan (10),

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d}$$

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4d^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4\sin^2 \theta}{\lambda^2} \quad (11)$$

Sesuai dengan persamaan (10) dan (11) maka dapat diperoleh persamaan:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2} \quad (12)$$

Maka,

$$\sin^2 \theta = \left(\frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h^2 + k^2 + l^2) \quad (13)$$

Nilai $\frac{\lambda^2}{4a^2}$ tetap, maka dapat ditulis dengan:

$$\sin^2 \theta = A(h^2 + k^2 + l^2) \quad (14)$$

$$\text{Sehingga } A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \text{ atau } a = \frac{\lambda}{2\sqrt{A}} \quad (15)$$

Dengan demikian maka parameter kisi untuk struktur kubik dapat diketahui.

c. Indeks Miller

Melalui titik-titik kisi suatu kristal dapat dibentuk suatu bidang datar. Masing-masing bidang datar memiliki orientasi yang berbeda kecuali pada bidang yang sejajar orientasinya adalah identik. Untuk menentukan orientasi bidang

tersebut digunakan sistem indeks yang dinamakan indeks miller (hkl). Indeks miller adalah kebalikan dari perpotongan suatu bidang dengan ketiga sumbu, dinyatakan dalam bilangan utuh bukan pecahan atau kelipatan bersama. Indeks miller digunakan untuk menyatakan bidang kristal (Sudirham, 2013).

B. Kerangka Berpikir

Penelitian ini bertema tentang mineral magnetit Fe_3O_4 pada pasir besi pantai Glagah Kulon Progo. Alasan peneliti mengambil penelitian ini adalah kurang dimanfaatkannya mineral magnetit Fe_3O_4 yang terkandung dalam pasir besi pantai Glagah Kulon Progo. Dari berbagai masalah yang muncul pada latar belakang, penelitian ini dilakukan untuk mensintesis magnetit Fe_3O_4 dari ekstrak pasir besi menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi suhu pelarutan ekstrak pasir besi. Pelarutan ekstrak pasir besi menggunakan larutan HCl, sedangkan pengendapan menggunakan larutan NH_4OH . Adanya perubahan suhu sintesis, diharapkan dapat memberikan informasi mengenai perubahan karakteristik dari Fe_3O_4 yang terbentuk.

Hasil sintesis magnetit dikarakterisasi menggunakan XRD. Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui parameter kisi, struktur kristal, dan ukuran kristal. Hasil karakterisasi XRD dianalisis menggunakan program *MATCH*.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

1. Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari sampai dengan bulan April 2018.

2. Tempat Penelitian

- a. Pengukuran massa ekstrak pasir besi menggunakan neraca digital dilakukan di Laboratorium Koloid Universitas Negeri Yogyakarta.
- b. Sintesis magnetit Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi dan karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Yogyakarta.
- c. Pemanasan hasil sintesis magnetit Fe_3O_4 menggunakan *oven* dilakukan di Laboratorium Fisika Universitas Negeri Yogyakarta.

B. Bahan dan Alat Penelitian

1. Bahan Penelitian

- a. Pasir besi pantai Glagah Kulon Progo
- b. Asam klorida (HCl)
- c. Amonium hidroksida (NH_4OH)
- d. *Aquades*

2. Alat penelitian

- a. Magnet Permanen digunakan untuk mengekstrak pasir pantai Glagah Kulon Progo.

- b. Neraca digital digunakan untuk menimbang pasir pantai Glagah Kulon Progo.
- c. *Hot plate* digunakan untuk memanaskan pasir besi dan HCl.
- d. *Magnetik Stirrer* digunakan untuk mengaduk pasir besi dan HCl.
- e. *Erlenmeyer* digunakan sebagai wadah untuk melarutkan pasir besi.
- f. Termometer digunakan untuk mengukur suhu pemanasan ketika melarutkan pasir besi dengan HCl.
- g. Gelas ukur digunakan untuk mengukur volum HCl dan NH_4OH yang akan digunakan.
- h. Pipet digunakan untuk mengambil cairan HCl dan NH_4OH dari wadah.
- i. Tabung sampel digunakan untuk menyimpan hasil sintesis nanopartikel magnetit Fe_3O_4 .
- j. Cawan digunakan untuk meletakkan hasil sintesis nanopartikel magnetite Fe_3O_4 saat dipanaskan menggunakan *oven*
- k. Corong digunakan untuk memasukkan ekstrak pasir besi ke dalam erlenmeyer.
- l. Sumbat digunakan untuk menutup permukaan *erlenmeyer* saat dilakukan pemanasan HCl agar asap tidak menyebar.
- m. *Oven* digunakan untuk menguapkan air yang digunakan untuk mencuci hasil endapan.

3. Perangkat Penelitian

- a. Perangkat Keras: *X-Ray Diffraction (XRD) Miniflex* digunakan untuk mengkarakterisasi hasil sintesis magnetit mengenai parameter kisi kristal, struktur kristal, dan ukuran kristal magnetit.

- b. Perangkat Lunak: *MATCH* digunakan untuk menganalisis data hasil karakterisasi menggunakan XRD.

C. Variabel Penelitian

Pada penelitian ini, ada beberapa variabel yang muncul dalam pengujian karakter hasil sintesis nanopartikel magnetit Fe_3O_4 yang terdapat pada pasir besi pantai Glagah Kulon Progo yaitu sebagai berikut:

1. Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang dapat ditentukan secara bebas untuk variasi tertentu. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah suhu pelarutan ekstrak pasir besi yang dilarutkan dalam larutan HCl 12 M yaitu 55°C, 65°C, dan 75°C.

2. Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang diukur sebagai hasil perubahan dari variabel bebas. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah:

- a. Struktur kristal
- b. Parameter kisi
- c. Ukuran kristal

3. Variabel Kontrol

Variabel kontrol adalah variabel yang keadaannya dikontrol agar selalu tetap sama. Dalam penelitian ini variabel kontrolnya adalah:

- a. Massa Bahan
- b. Volume HCl
- c. Volume NH_4OH

- d. Waktu pemanasan pelarutan ekstrak pasir besi
- e. Kecepatan pengadukan
- f. Waktu pengendapan
- g. Pencucian hasil sintesis
- h. Suhu pemanasan hasil sintesis
- i. Waktu pemanasan hasil sintesis

D. Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian eksperimen. Eksperimen dilakukan untuk mengetahui pengaruh perbedaan suhu pelarutan ekstrak pasir besi terhadap sifat fisis hasil sintesis magnetit Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi. Hasil dari sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal.

E. Teknik Pengambilan Data

Penelitian dilakukan dalam tiga tahapan, yaitu: (1) tahap ekstraksi pasir pantai Glaga Kulon Progo, (2) tahap sintesis mineral magnetit Fe_3O_4 , dan (3) tahap karakterisasi sintesis mineral magnetit Fe_3O_4 .

1. Tahap ekstraksi pasir pantai Glagah Kulon Progo

Ekstraksi pasir pantai Glagah Kulon Progo dilakukan dengan menggunakan magnet permanen. Ekstraksi pasir pantai memanfaatkan sifat magnetik dari mineral magnetit sehingga dapat memisahkan diri dari pengotor.

Ekstraksi dilakukan untuk memperoleh magnetit yang lebih murni. Ekstraksi dilakukan sebanyak 10 kali.

2. Tahap Sintesis Mineral Magnetit Fe_3O_4 dari pasir pantai Glagah Kulon Progo.
 - a. Menyiapkan seluruh alat dan bahan yang diperlukan untuk sintesis mineral magnetit Fe_3O_4 .

Alat dan bahan yang digunakan untuk sintesis mineral magnetit Fe_3O_4 adalah gelas ukur, *erlenmeyer*, sumbat, pipet, *hot plate*, magnetik *stirrer*, dan termometer.

- b. Sintesis nanopartikel magnetit Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi.

Penelitian ini dilakukan untuk memperoleh mineral magnetit Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi.

- 1) Menimbang pasir pantai Glagah Kulon Progo menggunakan neraca digital sebanyak 20 gram.
- 2) Mengukur volum HCl (37%) sebanyak 19,1 ml dan NH_4OH (25%) sebanyak 36,5 ml menggunakan tabung ukur.
- 3) Memanaskan HCl menggunakan *hot plate* dengan suhu variasi yaitu 55°C , 65°C , dan 75°C .
- 4) Memasukkan magnet permanen dan ekstrak pasir besi ke dalam cairan HCl yang telah panas, menyalakan tombol *stir*, menunggu hingga 1 jam hingga ekstrak pasir besi larut dalam cairan HCl.
- 5) Mengambil hasil larutan yang terbentuk.
- 6) Mengendapkan hasil larutan terbentuk menggunakan larutan NH_4OH sebanyak 36,5 ml selama 1 jam.

- 7) Mencuci hasil pengendapan dengan aquades sebanyak 3 kali pencucian.
- 8) Menaruh hasil endapan ke dalam porslen untuk dipanaskan menggunakan oven.
- 9) Memanaskan hasil pencucian menggunakan oven pada suhu 200°C selama 2 jam.

3. Tahap Karakterisasi Mineral Magnetit Fe_3O_4

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal. Karakterisasi menggunakan alat XRD seri MiniFlex dari Rigaku. XRD MiniFlex mampu menscan dengan sudut 2θ dari $2^\circ - 90^\circ$, dengan kenaikan sudut 2θ sebesar $0,02^\circ$. Kecepatan peninjauan (*scan speed*) sebesar $0,12^\circ/\text{s}$ (Rigaku, 2017).

XRD adalah metode yang efektif untuk menentukan komposisi fasa dari kristal yang belum diketahui. Analisis ditunjukkan dengan membandingkan posisi puncak difraksi dan nilai intensitas terhadap data yang telah tercatat dalam data standar JCPDS.

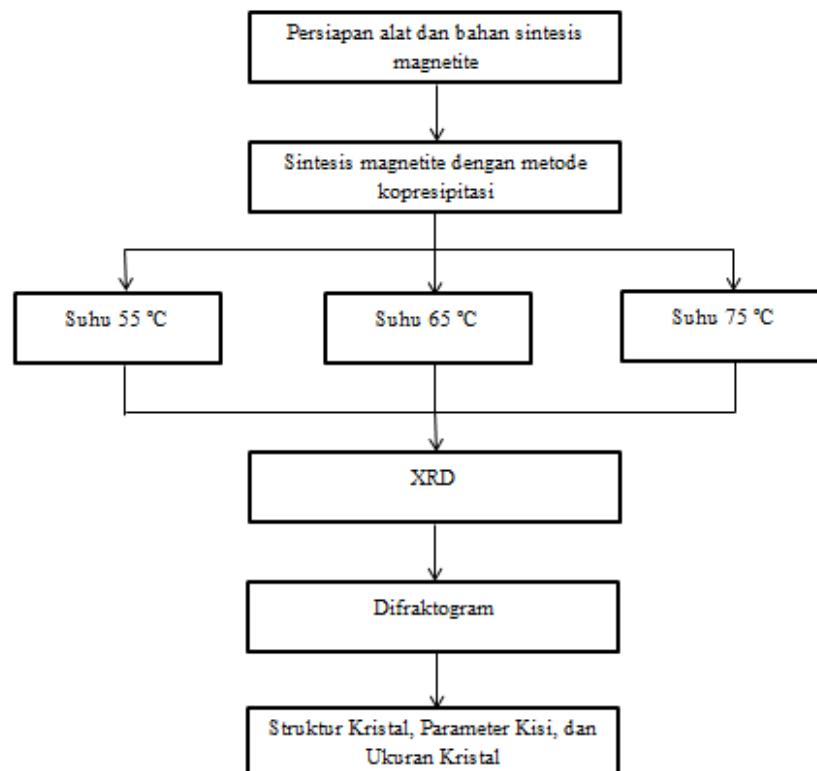
Hasil keluaran dari karakterisasi menggunakan XRD adalah dalam bentuk data 2θ dan intensitas. Dari data tersebut kemudian diplotkan dalam bentuk grafik (difraktogram) sehingga terlihat puncak-puncak hasil difraksi yang dihasilkan dari kristal bahan. Dengan menggunakan perangkat lunak *MATCH* maka puncak-puncak difraksi tersebut dapat diketahui fase yang bersesuaian.

F. Teknik Analisis Data

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD adalah difraktogram. Difraktogram menunjukkan puncak-puncak difraksi pada sudut-sudut tertentu. Berdasarkan data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan XRD kemudian data yang diperoleh tersebut dibandingkan dengan data yang tersimpan dalam JCPDS sebagai acuan kebenaran data sampel yang dibuat.

G. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7 . Diagram Alir Penelitian

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian

Pada penelitian ini, pasir besi pantai Glagah Kulon Progo dijadikan sebagai bahan utama dalam proses sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi. Sebanyak 20 gram ekstrak pasir besi digunakan untuk sintesis magnetit dengan 3 variasi suhu pelarutan. Sintesis menghasilkan 3 sampel dengan variasi suhu pelarutan ekstrak pasir besi yaitu 55°C, 65°C, dan 75°C. Metode kopresipitasi terdiri dari 2 tahap utama yaitu tahap pelarutan dan tahap pengendapan. Pelarutan ekstrak pasir besi menggunakan larutan HCl (37%) sebanyak 19,1 ml (lampiran 1.). Pengendapan hasil pelarutan menggunakan larutan NH₄OH (25%) sebanyak 36,5 ml (lampiran 1.). Berikut Gambar 8 menunjukkan kedua tahap tersebut.



(a)



(b)

Gambar 8. Tahap Sintesis (a) Pelarutan ekstrak pasir besi dengan larutan HCl, (b) Pengendapan garam besi dengan larutan NH₄OH

Tahap pelarutan ekstrak pasir besi menghasilkan larutan berwarna hitam pekat yang menunjukkan adanya kandungan garam besi. Pelarutan ekstrak pasir

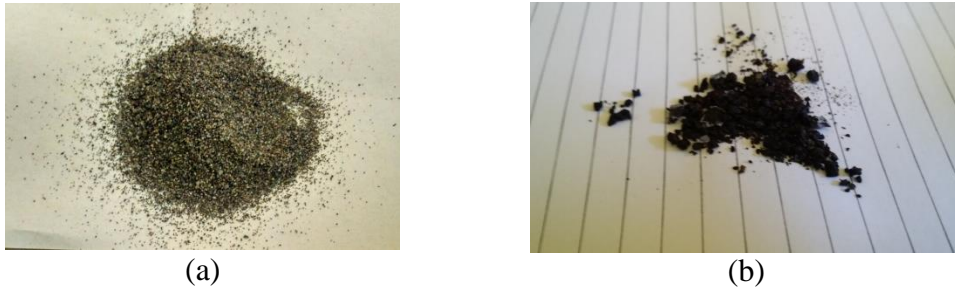
besi menggunakan larutan HCl berkonsentrasi tinggi karena logam besi yang terkandung dalam ekstrak pasir besi dapat bereaksi cepat dengan HCl membentuk besi (II) klorida. Larutan garam besi yang terbentuk kemudian diendapkan menggunakan larutan NH_4OH . Pengendapan garam besi dapat terjadi karena terbentuknya kristal campuran atau oleh adsorpsi ion-ion selama proses pengendapan. Endapan yang terbentuk merupakan hasil dari proses oksidasi material logam besi yang terkandung dalam garam besi hasil pelarutan.

Tabel 2 menunjukkan variabel-variabel yang digunakan dalam proses sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi.

Tabel 2. Variabel Sintesis Magnetit

Variabel	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3
Suhu Pelarutan ($^{\circ}\text{C}$)	55	65	75
Massa Bahan (gram)	20	20	20
Volum HCl (ml)	19,9	19,9	19,9
Volum NH_4OH (ml)	36,5	36,5	36,5
Durasi Pelarutan (jam)	1	1	1
Durasi Pengendapan (jam)	1	1	1
Suhu Pemanasan ($^{\circ}\text{C}$)	200	200	200
Durasi Pemanasan (jam)	2	2	2

Hasil yang diperoleh dari proses pengendapan adalah berupa endapan magnetit. Endapan magnetit tersebut kemudian dipanaskan sehingga membentuk serbuk magnetit. Gambar 9 menunjukkan perbedaan ekstrak pasir besi sebelum dan sesudah dilakukan sintesis dengan metode kopresipitasi.



Gambar 9. (a) Ekstrak pasir besi pantai Glagah, Kulon Progo, (b) Hasil sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi.

Berdasarkan pengamatan secara langsung dapat dilihat bahwa ekstrak pasir besi dan hasil sintesis menunjukkan adanya perbedaan. Mineral magnetit hasil sintesis tampak lebih hitam pekat dibanding dengan ekstrak pasir besi. Butiran hasil sintesis lebih halus dibanding dengan ekstrak pasir besi.

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD. Dari hasil karakterisasi menggunakan XRD diperoleh difraktogram yang dapat digunakan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal. Dengan demikian diperoleh informasi mengenai pengaruh perbedaan suhu pelarutan ekstrak pasir besi terhadap sifat fisis material magnetit hasil sintesis.

B. Pembahasan Hasil Penelitian

Bahan utama untuk sintesis magnetit adalah ekstrak pasir besi yang diambil dari pasir alam pasir pantai Glagah, Kulon Progo. Magnetit merupakan mineral yang terdiri dari atom Fe dan O_2 (oksigen). Magnetit merupakan hasil dari reaksi oksidasi atom Fe oleh O_2 .

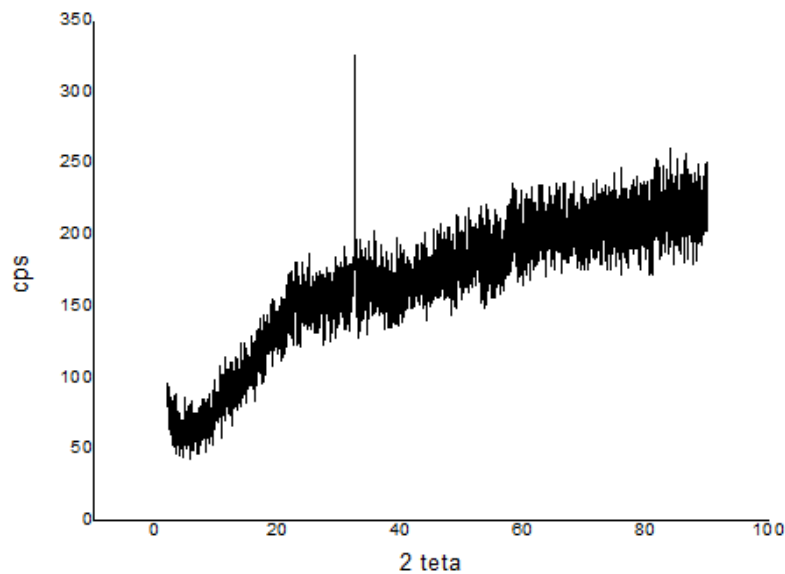
Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal dari material magnetit hasil

sintesis yang telah dilakukan. XRD menggunakan Rigaku Miniflex 600. Keluaran hasil karakterisasi dibaca menggunakan perangkat lunak Miniflex PDXL berupa data 2θ dan intensitas. Dari data 2θ dan intensitas kemudian diplotkan sehingga membentuk difraktogram yang menunjukkan puncak-puncak difraksi yang terbentuk.

Cara karakterisasi XRD yaitu diawali dengan menempatkan sampel pada dudukan, kemudian sinar-X ditembakkan pada sampel sehingga akan terjadi difraksi gelombang untuk bidang yang berjarak d dengan sudut 2θ yang memenuhi difraksi Bragg. Karakterisasi XRD dilakukan pada ketiga sampel hasil sintesis, yaitu sampel hasil sintesis dengan suhu pelarutan 55°C , 65°C , dan 75°C . Variabel kontrol yang digunakan dalam karakterisasi adalah panjang gelombang yang digunakan untuk ditembakkan pada sampel yaitu panjang gelombang $\text{CuK}\alpha$ $1,54059 \text{ \AA}$ dan sudut penembakan sinar yaitu dari $2,01^{\circ}$ sampai $89,99^{\circ}$.

1. Hasil Karakterisasi XRD Sampel 1 (Suhu Pelarutan 55°C)

Sintesis magnetit sampel 1 menghasilkan material dengan pola difraksi seperti pada Gambar 10. Dari difraktogram tersebut dapat diketahui bahwa sintesis pada sampel 1 menghasilkan magnetit dengan susunan atom membentuk struktur kristal.

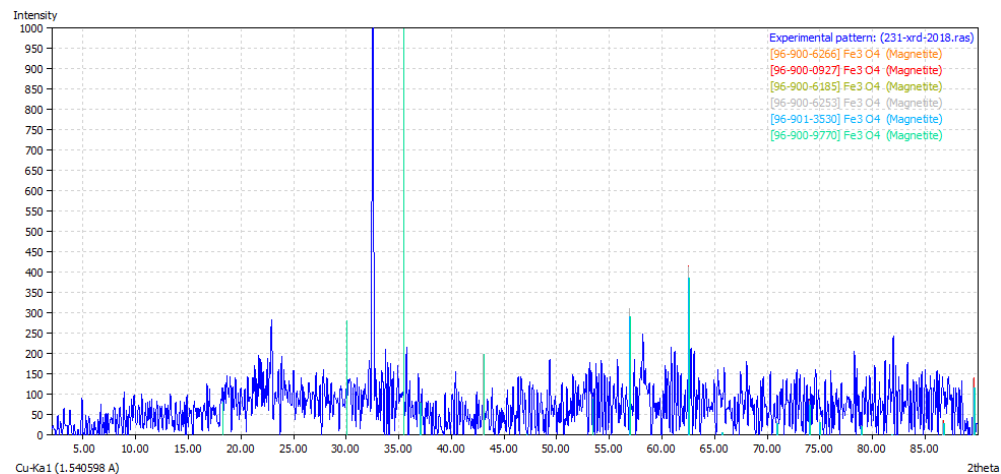


Gambar 10. Difraktogram hasil sintesis dengan suhu $(55 \pm 2)^{\circ}\text{C}$

Hasil XRD menunjukkan adanya puncak difraksi pada sudut $2\theta = 32,507^{\circ}$ dengan intensitas relatif tinggi dibanding dengan sudut-sudut yang lain. Pola difraksi yang terbentuk tersebut pada intensitas maksimum mewakili material magnetit. Puncak tersebut menunjukkan adanya kesetaraan orde antara panjang gelombang dengan lebar kisi material magnetit. Penguatan hamburan ini menggambarkan karakter dari material magnetit hasil sintesis yang terbentuk. Diketahuinya sudut pada puncak difraksi dapat digunakan untuk menghitung lebar kisi material magnetit hasil sintesis sesuai dengan Persamaan (8). Hasil perhitungan (lampiran 4) menunjukkan lebar kisi material magnetit yaitu $2,75 \text{ \AA}$.

Analisis karakter material magnetit berdasarkan hasil XRD selain dapat digunakan untuk menghitung lebar kisi juga dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran partikel. Penentuan struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran partikel magnetit hasil sintesis menggunakan

perangkat lunak *MATCH*. Hasil analisis menggunakan *MATCH* ditunjukkan pada Gambar 11.



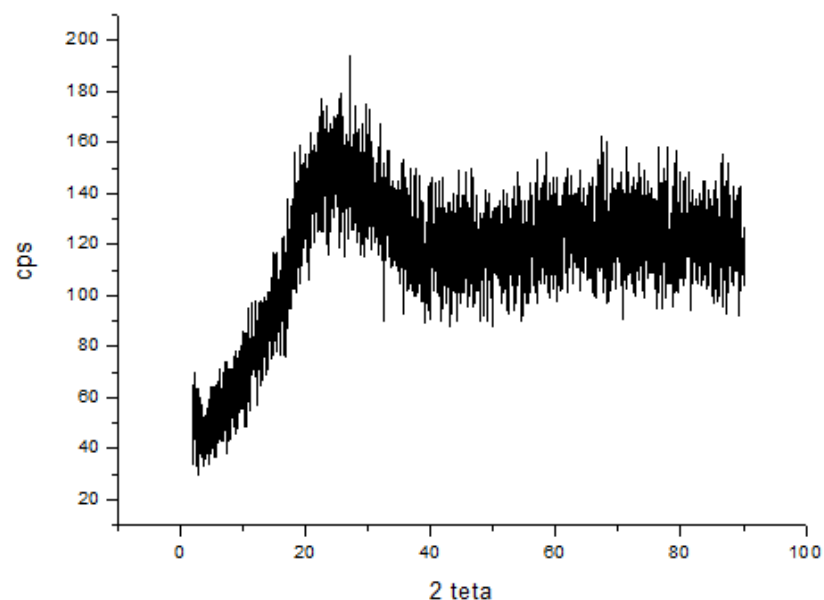
Gambar 11. Analisis *MATCH* hasil sintesis pada suhu $(55 \pm 2)^\circ\text{C}$

Berdasarkan analisis yang telah dilakukan tersebut maka dapat diperoleh informasi mengenai struktur kristal magnetit. Dengan menggunakan perangkat lunak *MATCH*, analisis struktur kristal dapat dilakukan dengan mencocokkan puncak difraksi dengan data *base* dari COD (*Crystallography Open Database*) yang sudah tersedia dalam perangkat lunak *MATCH*. Puncak difraksi hasil XRD menunjukkan kemiripan dengan puncak magnetit dalam data *base*. Hal tersebut menunjukkan bahwa material yang terbentuk hasil sintesis merupakan material magnetit. Selain magnetit, material yang terbentuk juga muncul material dalam fase hematit Fe_2O_3 dan geotit FeO . Berdasarkan data hasil penghalusan menunjukkan bahwa magnetit memiliki struktur kubik dengan parameter kisi $a = b = c = 8,3970 \text{ \AA}$, sesuai dengan data *base* dalam COD nomor 96–900–6266.

Perhitungan ukuran partikel dapat didekati dengan persamaan Scherrer, Persamaan (9). Hasil perhitungan (lampiran 5) diperoleh ukuran partikel magnetit sampel 1 yaitu 45,46 nm. Dalam *appendix* yang ditulis oleh Blaney, sifat kemagnetan dari magnetit pada skala nano adalah superparamagnetik.

2. Hasil Karakterisasi XRD pada Sampel 2 (Suhu Pelarutan 65°C)

Sintesis magnetit sampel 2 menghasilkan material dengan pola difraksi seperti pada Gambar 12. Dari difraktogram tersebut dapat diketahui bahwa sintesis pada sampel 2 menghasilkan magnetit dengan susunan atom tidak beraturan hingga mendekati amorf. Material amorf memiliki struktur susunan atom yang acak. Hal tersebut mengakibatkan jika material amorf di XRD maka tidak akan muncul puncak-puncak difraksi.

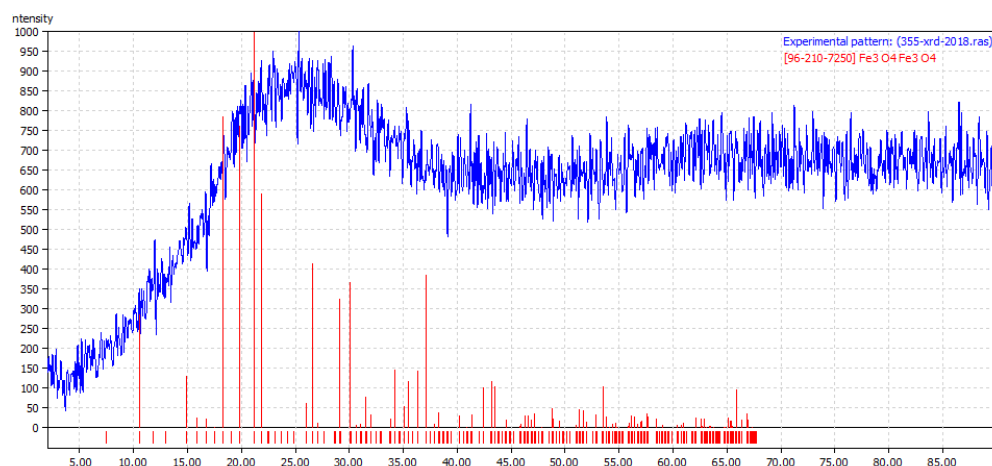


Gambar 12. Difraktogram hasil sintesis dengan suhu $(65 \pm 2)^{\circ}\text{C}$

Pada Gambar 12 menunjukkan pola yang terbentuk dari hasil XRD untuk sampel 2 tidak terlihat adanya puncak difraksi. Kenaikan suhu pelarutan ekstrak pasir besi dari 55°C menjadi 65°C menyebabkan meningkatkan energi difusi pada atom-atom sehingga terjadi pertumbuhan partikel. Kenaikan suhu pelarutan ekstrak pasir besi menyebabkan tergesernya puncak difraksi.

Puncak difraksi bergeser ke sudut 2θ yang lebih kecil. Sesuai dengan persamaan Bragg pada Persamaan (8), lebar kisi berbanding terbalik dengan sudut difraksi. Hal ini menunjukkan terjadinya pelebaran jarak kisi dalam material dengan meningkatnya suhu pelarutan.

Berdasarkan pengolahan data menggunakan *MATCH*, pergeseran puncak difraksi terjadi karena munculnya fase baru dalam material. Pergeseran puncak difraksi dari sampel 1 ke sampel 2 dapat dilihat dengan membandingkan difraktogram dari Gambar 10 & 12.

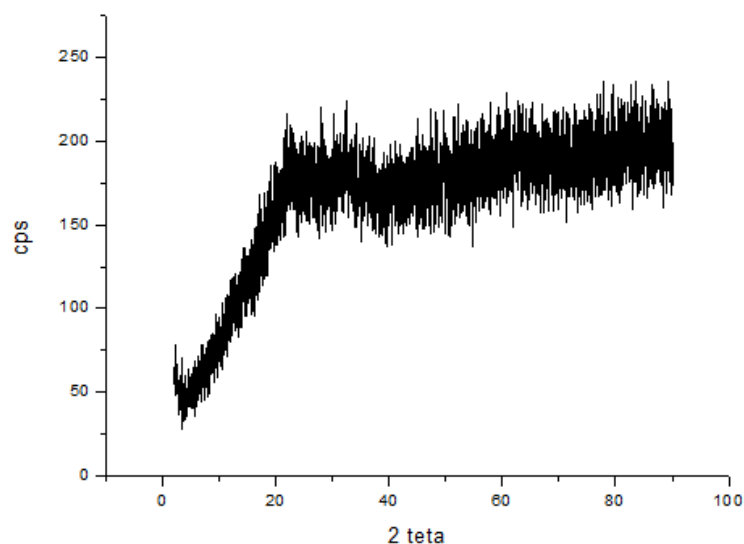


Gambar 13. Analisis *MATCH* hasil sintesis pada suhu $(65\pm 2)^{\circ}\text{C}$

Gambar 13 menunjukkan hasil analisis difraktogram hasil XRD untuk material hasil sintesis pada sampel 2. Dari Gambar 13 dapat dilihat bahwa hasil difraksi tidak menunjukkan adanya puncak difraksi. Hampir seluruh sudut difraksi dari $2,01^\circ$ sampai $89,99^\circ$ tidak menunjukkan adanya puncak difraksi. Hal ini dapat disimpulkan bahwa pada material ini tidak memiliki struktur atom yang teratur. Ketidakteraturan atom pada material hasil sintesis menyebabkan tidak dapat dilakukannya perhitungan mengenai ukuran partikelnya.

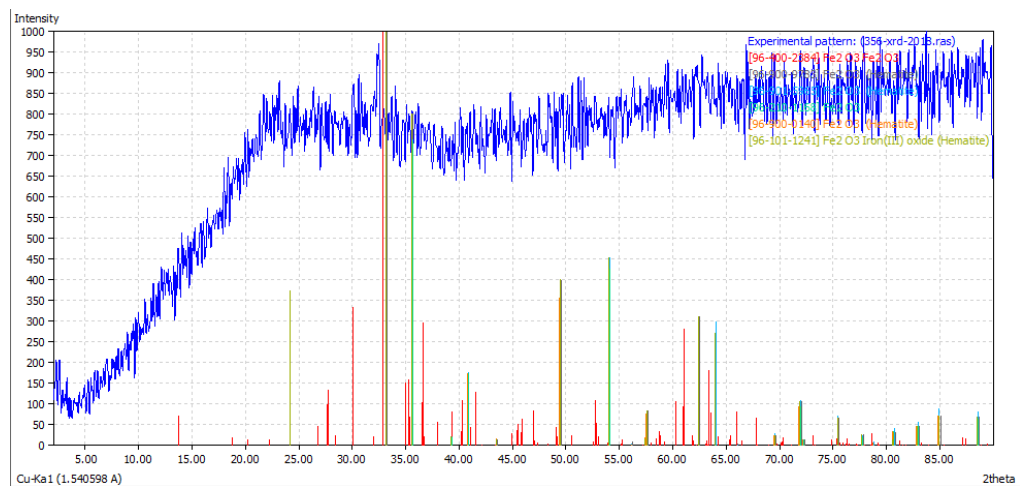
3. Hasil Karakterisasi XRD Sampel 3 (Suhu Pelarutan 75°C)

Sintesis magnetit sampel 3 menghasilkan material dengan pola difraksi seperti pada Gambar 14. Dari difraktogram tersebut dapat diketahui bahwa sintesis pada sampel 3 menghasilkan magnetit dengan susunan atom tidak beraturan (*amorf*).



Gambar 14. Difraktogram hasil sintesis dengan suhu $(75 \pm 2)^\circ\text{C}$

Gambar 14 menunjukkan hasil XRD pada material hasil sintesis sampel 3. Kenaikan suhu pelarutan dari 65°C menjadi 75°C menyebabkan hilangnya puncak difraksi. Hilangnya puncak difraksi disebabkan karena pada material *amorf* tidak memiliki susunan atom yang teratur sehingga pola konstruktif tidak muncul. Hilangnya puncak difraksi dapat dilihat dengan membandingkan difraktogram pada Gambar 12 & 14.



Gambar 15. Analisis *MATCH* hasil sintesis pada suhu (75±2)°C

Gambar 15 menunjukkan hasil analisis difraktogram hasil XRD untuk material hasil sintesis pada sampel 3. Gambar 15 merupakan difraktogram hasil penghalusan menggunakan perangkat lunak *MATCH*.

Intensitas tertinggi dari hasil XRD memiliki kedekatan dengan fase hematit Fe_2O_3 . Hal ini menunjukkan bahwa kenaikan suhu pelarutan dari 55°C, 65°C, menjadi 75°C material magnetit mengalami oksidasi sehingga berubah menjadi fase baru yaitu hematit. Fase hematit yang terbentuk merupakan hal yang

wajar karena pada prinsipnya magnetit Fe_3O_4 akan cepat mengalami oksidasi selama proses sintesis.

Ketiga hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan adanya pengaruh suhu pelarutan ekstrak pasir besi terhadap struktur kristal magnetit hasil sintesis yang terbentuk. Struktur atom material magnetit hasil sintesis yang membentuk struktur kristal terjadi pada perlakuan pelarutan ekstrak pasir besi dengan suhu 55°C . Dengan membandingkan difraktogram magnetit hasil sintesis dengan difraktogram magnetit data standar yang tercatat pada JCPDS No.19-629 (lampiran 3), menunjukkan adanya kemiripan puncak difraksi yang ditandai dengan intensitas paling tinggi dibanding dengan sudut-sudut yang lain.

Berdasarkan tiga variasi suhu pelarutan ekstrak pasir besi, hasil sintesis yang terbaik yang ditunjukkan dengan terbentuknya struktur kristal terjadi pada suhu pelarutan paling rendah yaitu 55°C . Seiring dengan kenaikan suhu pelarutan maka keteraturan susunan atom pada material semakin rendah hingga membentuk *amorf*.

BAB V

PENUTUP

A. Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Sintesis magnetit Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi terdiri dari 2 tahap utama yaitu pelarutan dan pengendapan. Tahap pertama yaitu pelarutan menggunakan larutan asam HCl yang menghasilkan larutan garam besi. Tahap kedua yaitu pengendapan menggunakan larutan basa NH_4OH yang menghasilkan endapan magnetit. Endapan magnetit dipanaskan sehingga terbentuk serbuk magnetit. Sintesis dilakukan dengan berbagai variasi suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi yang menghasilkan mineral magnetit serbuk berorde nano meter.
2. Perbedaan suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi mempengaruhi letak susunan atom material magnetit yang terbentuk. Pada suhu pelarutan 55°C membentuk susunan struktur kristal kubik dengan parameter kisi $8,3985 \text{ \AA}$ sesuai dengan data *base COD*. Namun, pada suhu pelarutan 65°C & 75°C tidak membentuk struktur kristal.
3. Perbedaan suhu HCl pada proses pelarutan ekstrak pasir besi mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk. Ukuran kristal mineral magnetit hasil sintesis dengan suhu pelarutan 55°C yaitu $45,46 \text{ nm}$. Pelarutan ekstrak pasir besi dengan suhu 65°C & 75°C tidak membentuk struktur kristal sehingga persamaan Scherrer tidak dapat digunakan untuk menghitung ukuran partikelnya.

B. Saran

Saran yang dapat disampaikan untuk penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut:

1. Perlu dilakukan penelitian dengan variasi variabel yang lain, misalnya konsentrasi larutan HCl dan NH_4OH .
2. Hasil sintesis diaplikasikan secara *real*, sehingga manfaatnya jauh lebih bisa didapatkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Aji, M. P. (2008). *Kajian Sifat Magnetik Magnetit (Fe_3O_4) Hasil Penumbuhan Dengan Metode Presipitasi Berbahan Dasar Pasir Besi*. Thesis. Institut Teknologi Bandung.
- Ariswan. (2016). Struktur Kristal Zat Padat. *Modul Kuliah Tidak Diterbitkan*.
- Blaney, L. (2007). Magnetite (Fe_3O_4): Property, Synthesis, and Applications. *Lehigh Review Volume 15-2007*.
- Coey, J. M. D. (2009). *Magnetism And Magnetic Materials*. UK: Cambridge University Press.
- Efhana, D. P, et al., - . “PEMBUATAN PELAPIS PENYERAP GELOMBANG MIKRO BERBASIS *M-HEXAFERRITE* $Ba_{0.12}Fe_{1.88}O_{3.9}$ DARI PASIR ALAM PADA KABIN PESAWAT”. Diakses dari <https://digilib.its.ac.id> 2 Agustus 2017.
- Guntoro, N. A. (2013). *Fisika Terapan*. Bandung: PT Remaja Rosdakarya.
- Mairoza, A & Astuti. (2016). Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dari Batuan Besi Menggunakan Asam Laurat sebagai Zat Aditif. *Jurnal Fisika Unand Vol. 5, No. 3, Juli 2016*.
- Merdekani, S. (2013). SINTESIS PARTIKEL NANOKOMPOSIT Fe_3O_4/SiO_2 DENGAN METODE KOPRESIPITASI. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir PTNBR - BATAN Bandung, 04 Juli 2013*.
- Muis, S. (2013). *Teknologi Nano Dalam Pembuatan Sensor Layar Sentuh Jilid 1*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Nasution, E. L. Y & Astuti. (2012). Sintesis Nanokomposit $PANI/Fe_3O_4$ Sebagai Penyerap Magnetik pada Gelombang Mikro. *Jurnal Fisika Unand Vol 1, No. 1, Oktober 2012*.
- Nayiroh, N. (2014). *Difraksi Sinar X*. Modul Kuliah. Diakses dari nurun.lecturer.uin-malang.ac.id.
- Ningsih, S. K. W. (2016). *Sintesis Anorganik*. Padang: UNP Press.
- Pauzan, M, et al., (2013). Pengaruh Ukuran Butir DAN Struktur Kristal terhadap Sifat Kemagnetan pada Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4). *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng & DIY, Solo, 23 Maret 2013 ISSN: 0853-0823*
- Pratapa, S. (2009). Difraksi Sinar-X untuk Sidik Jari dalam Analisis Nanostruktur. *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X k 7, Serpong 27 Oktober 2009*.

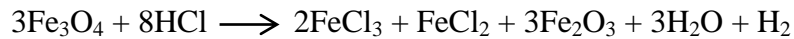
- Rahmawati, D. T. (2015). Variasi Penambahan Fe_3O_4 Pada Paduan PANi Sebagai Bahan Penyerap Gelombang Mikro. *Jurnal Fisika Volum 04 Nomor 01 Tahun 2015*, hal 1-5
- Rigaku. -. *Benchtop X-ray diffraction (XRD) instrument*. Diakses dari <https://www.rigaku.com/> pada 21 November 2017.
- Rusli, Rolan 2011. *Difraksi Sinar X*. Diakses dari <http://rolanrusli.com> pada 4 April 2018.
- Sudirham, S. (2013). *Struktur Kristal dan Nonkristal*. Diakses dari www.daripublik.com pada 19 Februari 2018.
- Sugiyarto, K. H & Retno, D. S. (2010). *Kimia Anorganik Logam*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Suryanarayana, C. & M Grant Norton. (1998). *X-Ray Diffraction A Partical Approach*. USA
- Surya, Y. (2008). *Tekhnologi si Mungil*. Diakses dari <https://www.yohanessurya.com> pada 4 Januari 2018
- Tipler. (2001). *FISIKA Untuk Sains dan Teknik Edisi Ketiga*. Jakarta: Erlangga.
- Wida, E A & Josephine R. 2015. *Penambangan Pasir Besi di Glagah, Temon, Kulon Progo, Yogyakarta*. Diakses dari <http://citralekha.com/> pada 10 April 2017.
- Wikipedia. 2017. *Pasir Besi*. Diakses dari id.wikipedia.org pada 27 Maret 2018
- Yelfianhar, I. (2010). *Bahan Magnetik*. Diakses dari <https://iwan78.files.wordpress.com>.
- Zainuri, R. A. (2013). *II Tinjauan Pustaka*. Diakses dari digilib.unila.ac.id pada 15 Maret 2018.

LAMPIRAN

LAMPIRAN

Lampiran 1. Reaksi Kimia

1. Reaksi pelarutan 20 gram Fe_3O_4 dalam larutan HCl 37% = 12,063 M



Massa Fe_3O_4 yang digunakan untuk bereaksi dengan HCl adalah 10 gram. Volume HCl yang digunakan agar tepat bereaksi dengan 10 gram Fe_3O_4 dapat ditentukan dengan menggunakan perhitungan konsep mol yaitu sebagai berikut:

- a. Menghitung mol Fe_3O_4

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

Ket :

m : Massa senyawa

Mr : Massa molekul relatif

Mr Fe_3O_4 = 231,51 gram/mol

$$\text{Sehingga, mol Fe}_3\text{O}_4 = \frac{20 \text{ gram}}{231,51 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} = 0,086 \text{ mol}$$

- b. Menghitung mol HCl

Mol HCl dapat ditentukan dengan perbandingan koefisien HCl dengan koefisien Fe_3O_4 pada persamaan reaksi.

koefisien HCl : koefisien Fe_3O_4 = 8 : 3

$$\begin{aligned} \text{mol HCl} &= \frac{\text{koefisien HCl}}{\text{koefisien Fe}_3\text{O}_4} \times \text{mol Fe}_3\text{O}_4 \\ &= \frac{8}{3} \times 0,086 \text{ mol} = 0,22934 \text{ mol} \end{aligned}$$

c. Menghitung volume HCl yang akan digunakan

Volume HCl yang akan digunakan dapat dihitung dengan persamaan :

$$mol = volum \times Molaritas$$

Sehingga,

$$\begin{aligned} volum &= \frac{mol}{Molaritas} \\ &= \frac{0,22934}{12} = 0,0191 L = 19,1 ml \end{aligned}$$

Maka volume HCl yang digunakan untuk melarutkan 20 gram Fe_3O_4 adalah 19,1 ml.

2. Reaksi pengendapan garam besi dalam larutan NH_4OH 25% = 6,28571 M



a. Menghitung mol garam besi hasil reaksi pelarutan Fe_3O_4 pada HCl

Mol garam besi yang terbentuk dapat dihitung menggunakan perbandingan koefisien $FeCl_3$ dengan koefisien Fe_3O_4 pada reaksi pelarutan, atau dapat dengan menggunakan perbandingan koefisien $FeCl_2$ dengan koefisien Fe_3O_4 .

koefisien $FeCl_3$: koefisien Fe_3O_4 = 2 : 3

$$\begin{aligned} mol FeCl_3 &= \frac{\text{koefisien } FeCl_3}{\text{koefisien } Fe_3O_4} \times mol Fe_3O_4 \\ &= \frac{2}{3} \times 0,086 mol = 0,05734 mol \end{aligned}$$

b. Menghitung massa garam besi yang terbentuk

$$\begin{aligned} massa FeCl_3 &= mol \times Mr FeCl_3 \\ &= 0,05734 mol \times 162,2 \frac{gram}{mol} = 9,30054 gram \end{aligned}$$

c. Menghitung mol NH_4OH

Mol NH_4OH dihitung dari perbandingan koefisien dengan FeCl_3

Koefisien NH_4OH : koefisien $\text{FeCl}_3 = 8 : 2$

$$\begin{aligned}\text{mol NH}_4\text{OH} &= \frac{\text{koefisien NH}_4\text{OH}}{\text{koefisien FeCl}_3} \times \text{mol FeCl}_3 \\ &= \frac{8}{2} \times 0,05734 \text{ mol} = 0,22936 \text{ mol}\end{aligned}$$

d. Menghitung volume NH_4OH yang digunakan untuk pengendapan garam besi

$$\begin{aligned}\text{volum NH}_4\text{OH} &= \frac{\text{mol NH}_4\text{OH}}{\text{Molaritas NH}_4\text{OH}} \\ &= \frac{0,2293}{6,28571} = 0,036488 \text{ L} = 36,488 \text{ ml}\end{aligned}$$

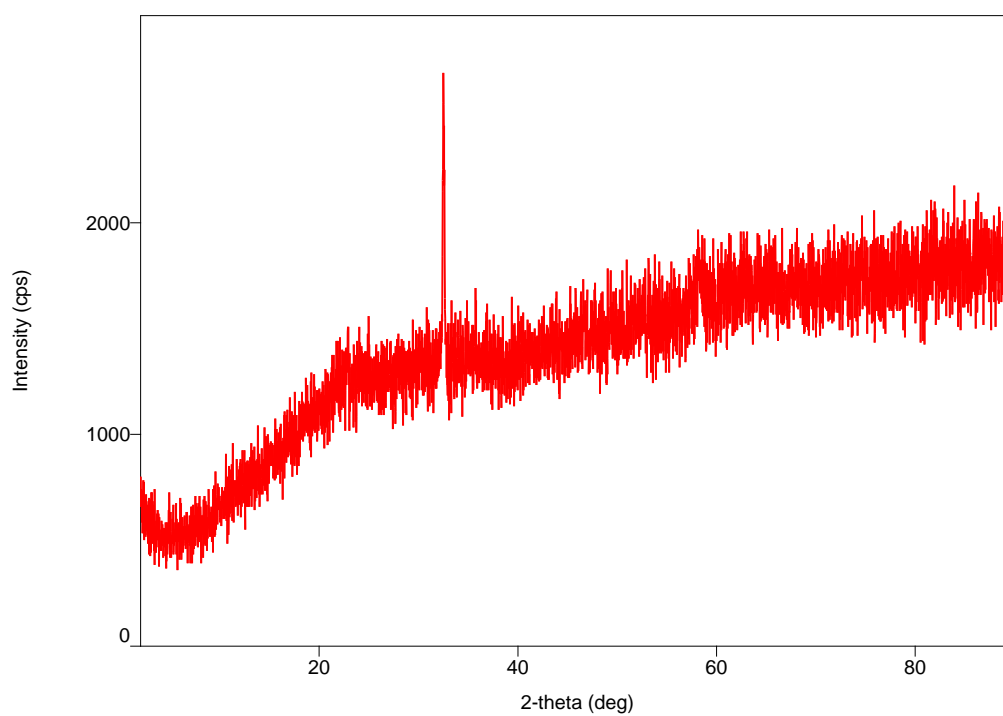
Maka volume NH_4OH yang digunakan untuk mengendapkan garam besi adalah 36,488 ml.

Lampiran 2. Hasil Karakterisasi XRD

1. Difraktogram sampel 1

Peak List

Measurement profile



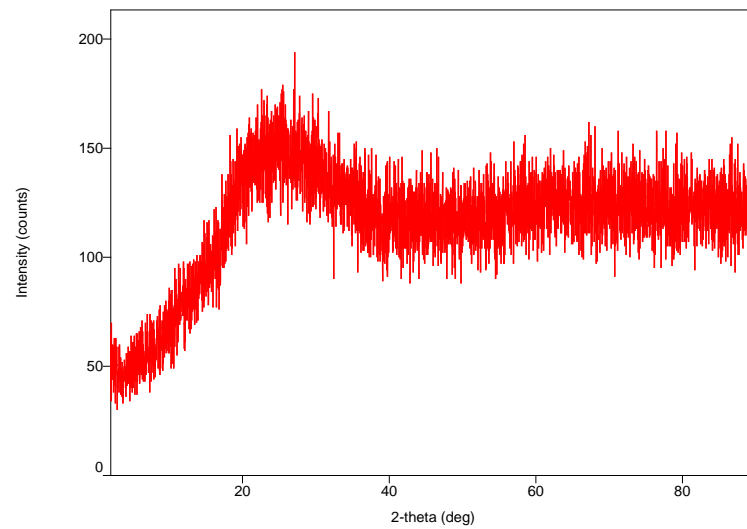
Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	32.507(16)	2.7521(13)	1100(96)	0.13(2)	208(38)	0.19(5)	1.4(9)

2. Difraktogram sampel 2

Peak List

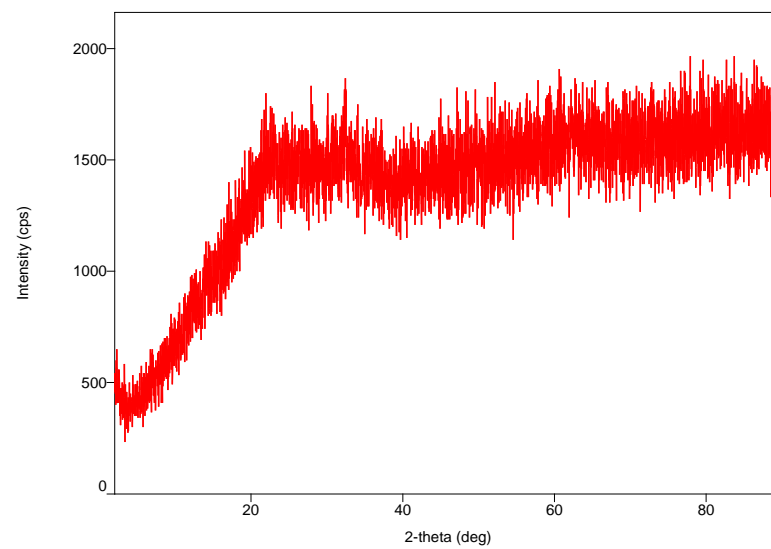
Measurement profile



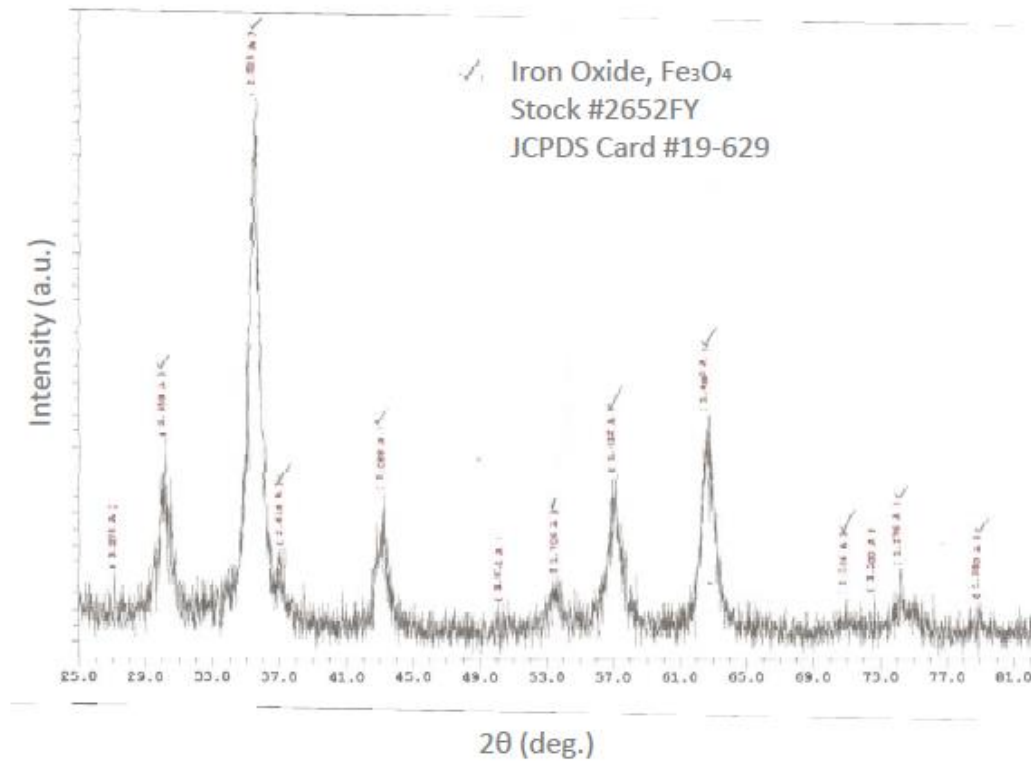
3. Difraktogram sampel 3

Peak List

Measurement profile



Lampiran 3. Kartu JCPDS 19-629 magnetite



Gambar . JCPDS Card 19-629 magnetite ([nanoamor.com/xrd/xrd-Fe₃O₄-2652-15-20nm.pdf](http://nanoamor.com/xrd/xrd-Fe3O4-2652-15-20nm.pdf))

Lampiran 4. Perhitungan Lebar Kisi

Perhitungan lebar kisi menggunakan persamaan Bragg, persamaan 15.

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

Ket :

n : Orde (1,2,3,...)

λ : Panjang Gelombang

d : Lebar Kisi

θ : Sudut Difraksi

Lebar kisi pada sudut $\theta = 16,2535$, yaitu:

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

Dengan $n=1$, karena merupakan puncak ke-1, maka:

$$d = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta}$$

$$d = \frac{1 \times 1,54059 \text{ \AA}}{2 \sin 16,2535}$$

$$d = \frac{1 \times 1,54059 \text{ \AA}}{2 \sin 16,2535}$$

$$d = 2,75 \text{ \AA}$$

Lampiran 5. Perhitungan Ukuran Kristal

Perhitungan ukuran kristal material magnetit pada suhu pelarutan 55°C

menggunakan persamaan *Scherrer* yaitu:

$$t = \frac{K\lambda}{B \cos \theta}$$

Dengan:

K : 0,89

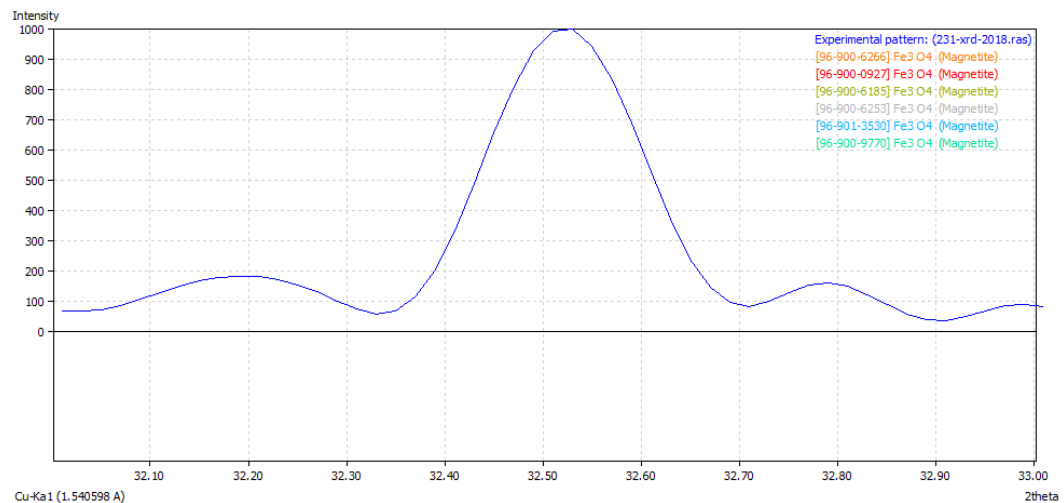
λ : Panjang gelombang sinar X 1,54059 Å

B : FWHM, lebar setengah puncak gelombang maksimal

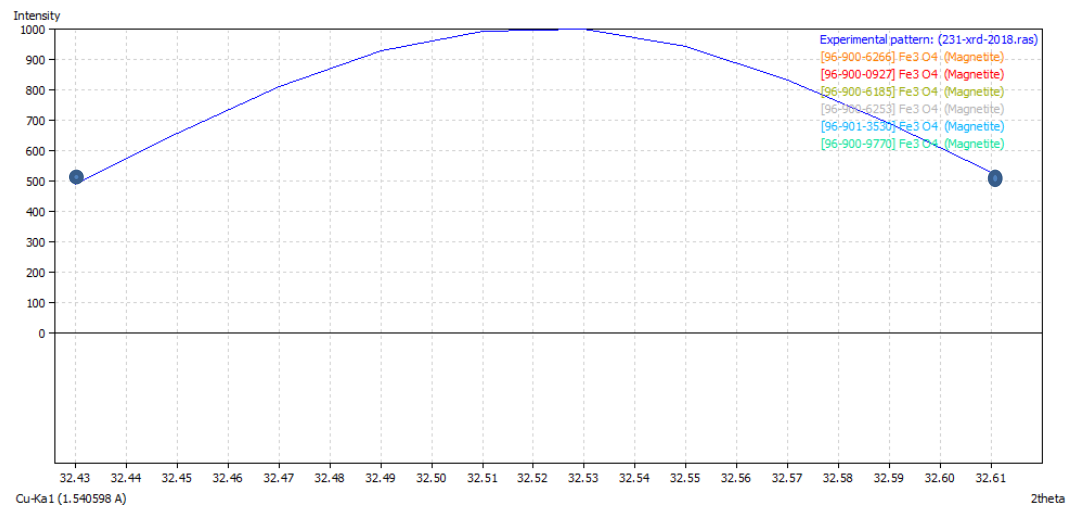
θ : Sudut puncak gelombang

1. Sampel 1

Puncak Maksimal Difraksi



Nilai FWHM



$$\text{FWHM} = 32,61^\circ - 32,43^\circ$$

$$= 0,18^\circ$$

$$= 0,003314 \text{ rad}$$

$$t = \frac{K\lambda}{B \cos \theta}$$

$$t = \frac{0,89 \times 0,154059 \text{ nm}}{0,00314 \times \cos 16,2535}$$

$$t = 45,46 \text{ nm}$$

Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian



Menimbang Pasir



Menimbang Pasir



HCl (37%)



NH₄OH (25%)



Aquades



Ekstrak Pasir Besi 20 gram



Pelarutan ekstrak pasir besi



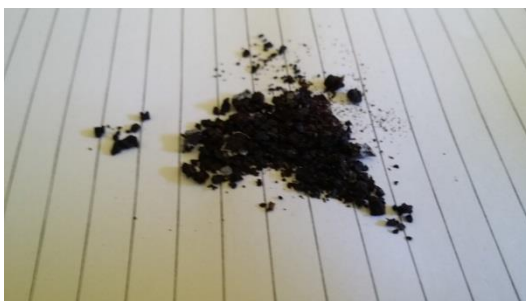
Hasil pelarutan



Pengendapan



Pencucian dengan aquades



Hasil Pengeringan



Oven



Hot plate