

**Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)
Berbahan Pasir Besi Alam**

Skripsi

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar
Sarjana Sain*



Oleh :

AHMAD FAJRI SOEKANSA

17036066/2017

PROGRAM STUDI KIMIA

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2021

PERSETUJUAN SKRIPSI


SINTESIS DAN KARAKTERISASI PIGMEN MERAH HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) BERBAHAN PASIR BESI ALAM

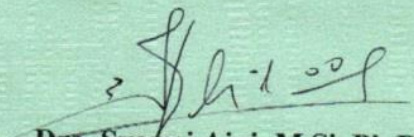
Nama : Ahmad Fajri Soekansa
NIM : 17036066
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 30 September 2021

Mengetahui:
Ketua Jurusan

Disetujui oleh:
Dosen Pembimbing


Fitri Amelia, S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 19800819 200912 2 002


Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D
NIP. 19650727 199203 2 010

PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

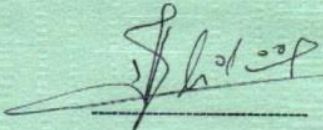
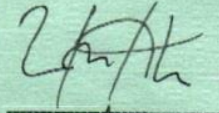
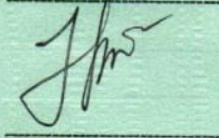
Nama : Ahmad Fajri Soekansa
NIM : 17036066
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

SINTESIS DAN KARAKTERISASI PIGMEN MERAH HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) BERBAHAN PASIR BESI ALAM

Dinyatakan Lulus Setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 30 September 2021

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
Ketua	: Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D	
Anggota	: Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D	
Anggota	: Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Ahmad Fajri Soekansa
NIM : 17036066
Tempat/Tanggal lahir : Padang / 30 November 1998
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Hematit
(α -Fe₂O₃) Berbahan Pasir Besi Alam

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani Asli oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi

Padang, 30 September 2021

Yang menyatakan



Ahmad Fajri Soekansa
NIM. 17036066

Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Hematit (α -Fe₂O₃) Berbahan Pasir Besi Alam

Ahmad Fajri Soekansa

ABSTRAK

Pigmen merah hematit (α -Fe₂O₃) telah berhasil disintesis dari pasir besi alam yang berasal dari daerah Sijunjung, Sumatera Barat, Indonesia. Pasir besi alam yang telah dimurnikan mengandung partikel magnetik dioksida untuk menghasilkan ion ferri (Fe³⁺) yang dapat digunakan sebagai prekursor sintesis pigmen merah hematit. Sintesis pigmen merah hematit dilakukan dengan metode kopresipitasi dengan agen pengendap NaOH. Sintesis pigmen merah hematit ini dilakukan dengan variasi kelarutan pasir besi murni dengan massa 1 g, 1,5 g, dan 2 g yang direaksikan dengan HCl 4 M, 5 M, dan 6 M untuk menghasilkan prekursor dengan kelarutan ion ferri yang tertinggi. Prekursor dengan kelarutan ion ferri tertinggi terbentuk dari reaksi antara 1 g pasir besi murni dengan HCl 6 M. Variasi kedua adalah kenaikan suhu kalsinasi yaitu suhu 650 °C, 700 °C, 750°C dan 800 °C, dengan suhu kalsinasi 800 °C menghasilkan pigmen merah hematit tercerah. Seiring meningkatnya suhu kalsinasi menyebabkan peningkatan kecerahan pigmen merah hematit hasil sintesis. Karakterisasi dilakukan dengan XRD untuk melihat struktur kristal produk dan UV-Vis untuk melihat panjang gelombang penyerapan.

Kata Kunci : Pasir Besi, Pigmen Merah Hematit (α -Fe₂O₃)

Synthesis and Characterization of Hematite Red Pigment (α -Fe₂O₃) from Natural Iron Sand

Ahmad Fajri Soekansa

ABSTRACT

Hematite red pigment (α -Fe₂O₃) has been successfully synthesized from natural iron sand originating from the Sijunjung area, West Sumatra, Indonesia. The purified natural iron sand contains magnetic dioxide particles to produce ferric ions (Fe³⁺) which can be used as precursors for the synthesis of the hematite red pigment. Hematite red pigment synthesis was carried out by coprecipitation method with NaOH precipitating agent. The synthesis of the hematite red pigment was carried out by varying the solubility of pure iron with masses of 1 g, 1.5 g, and 2 g reacted with 4 M, 5 M, and 6 M HCl to produce a precursor with the highest ferric ion solubility. The precursor with the highest ferric ion solubility was formed from the reaction between 1 g of pure iron sand and 6 M HCl. The second variation was the increase in calcination temperature, namely 650 °C, 700 °C, 750 °C and 800 °C, with a calcination temperature of 800 °C producing the brightest red pigment hematite. As the calcination temperature increases, the brightness of the synthetic hematite red pigment increases. Characterization was carried out using XRD to see the crystal structure of the product and UV-Vis to see the absorption wavelength.

Keywords: Iron Sand, Hematite Red Pigment (α -Fe₂O₃).

KATA PENGANTAR

Puji dan Syukur penulis haturkan kehadirat Allah SWT yang memberikan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul “ **Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Hematit (α -Fe₂O₃) Berbahan Pasir Besi Alam** “. Skripsi ini diajukan untuk memenuhi dan melengkapi syarat kelulusan dalam memperoleh gelar sarjana pada Progran Studi Kmia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penulisan skripsi ini banyak mengalami kendala, namun berkat bantuan, bimbingan, kerjasama dari berbagai pihak dan berkah dari Allah SWT sehingga kendala-kendala yang dihadapi tersebut dapat diatasi. Maka pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Ibu Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D sebagai pembimbing dalam penulisan proposal sekaligus Penasehat Akademik (PA).
2. Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D selaku dosen pembahas.
3. Bapak Hary Sanjaya, M.Si selaku dosen pembahas.
4. Ibu Fitri Amelia, S.Si, M.Si, Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Padang.
5. Bapak Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D selaku Ketua Program Studi Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.
6. Bapak dan Ibu dosen, pegawai beserta seluruh laboran Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.

7. Ayahanda, ibunda beserta keluarga yang senantiasa memberikan dukungan.

Walaupun demikian, penulis menyadari masih terdapat kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, kami dengan kerendahan hati mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari berbagai pihak guna kami jadikan sebagai bahan evaluasi untuk meningkatkan kesempurnaan penulisan skripsi ini. Semoga penulisan skripsi ini dapat memberikan manfaat.

Padang, Agustus 2021

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah.....	3
C. Batasan Masalah.....	3
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian	4
F. Manfaat penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
A. Pasir Besi	5
B. Pigmen Merah Hematit (α -Fe ₂ O ₃).....	8
C. Metode Sintesis Pigmen Merah Hematit	11
D. Instrumen Karakterisasi yang Digunakan.....	12
1. Difraktometer Sinar-X (XRD).....	12
2. Spektrofotometri UV-Vis.....	15
BAB III METODE PENELITIAN	17
A. Waktu dan Tempat Penelitian	17
B. Objek Penelitian.....	17
C. Variabel Penelitian	17
D. Alat dan Bahan.....	17
1. Alat.....	17
2. Bahan	18
E. Prosedur Kerja.....	18
1. Persiapan Bahan Baku.....	18
2. Sintesis Pigmen Merah Hematit	18
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	20

A. Prekursor FeCl ₃ dari variasi perbandingan kelarutan massa serbuk besi dengan konsentrasi HCl.....	20
B. Kopresipitasi FeOOH	24
C. Pigmen merah hematit degan variasi suhu kalsinasi	25
D. Karakterisasi pigmen merah hematit	26
1. Difraktometer Sinar – X (XRD)	26
2. Spektrofotometri UV-Vis	27
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	28
A. Kesimpulan	28
B. Saran	28
DAFTAR PUSTAKA	29
LAMPIRAN.....	33

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Pasir besi Sijunjung (Aini et al., 2019).	6
Gambar 2. (a) Kisi Kristal Heksagonal, (b) Bentuk Bola dan Stick (Habibah, 2019) dan (c) Rombohedral (MacHala et al., 2011).	9
Gambar 3. Pigmen Merah Hematit pada Suhu a) 750 oC, b) 800 oC, c) 850 oC (Miftahul Khoiroh et al., 2013).	10
Gambar 4. Hasil XRD Pasir Besi di Sumatera Barat (Aini et al., 2019).	13
Gambar 5. XRD Hematit pada Suhu a) 750 °C, b) 800 °C, c) 850 °C.....	14
Gambar 6. XRD Hematit Standar dari JCPDS 33-0664 (Wu et al., 2013).	15
Gambar 7. Absorbansi pada Suhu 800 °C (Ali et al., 2017).	16
Gambar 8. (a) Serbuk besi murni; (b) Larutan prekursor FeCl ₃ ; (c) Larutan prekursor encer.....	21
Gambar 9. Identifikasi ion ferri.	22
Gambar 10. Persentase kelarutan pasir besi terhadap kosentrasi HCl (a) HCl 4 M; (b) HCl 5 M; (c) HCl 6 M.	23
Gambar 11. (a) Kopresipitasi dengan pH 6; (b) FeOOH setelah di sentrifugasi.	24
Gambar 12. Pigmen merah hematit dengan suhu kalsinasi : a). 650 °C, b). 700 °C, c). 750 °C, d). 800 °C.	25
Gambar 13. XRD pigmen merah hematit dengan suhu kalsinasi 800 °C.....	26
Gambar 14. Spektrofotometri UV-Vis pigmen merah hematit.	27

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Persiapan Bahan Baku	33
Lampiran 2. Sintesis Pigmen Merah Hematit	34
Lampiran 3. Dokumentasi Persiapan Bahan Baku.....	35
Lampiran 4. Dokumentasi Sintesis Pigmen Merah Hematit.....	37
Lampiran 5. Pengujian dengan UV-Vis	40
Lampiran 6. Pengujian dengan XRD	44
Lampiran 7. Perhitungan Persentase Rendemen.....	46
Lampiran 8. Perhitungan Ukuran Kristal Menggunakan Persamaan Scherer.....	49

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia memiliki sumber daya alam melimpah misalnya pasir besi alam. Pasir besi di alam terdapat di sepanjang pantai, sungai dan daerah hasil degradasi batuan ledakan vulkanik. Tercatat pada tahun 2013 hasil produksi dari tambang indonesia sebanyak 19.000 ton. Hasil ini tidak begitu besar bila dilihat dari ketersediaan cadangan pasir besi alam Indonesia yang mencapai 1,0 miliar ton (Hilman et al., 2014).

Sumatera barat termasuk daerah dengan kandungan pasir besi yang melimpah, misalnya di daerah Pesisir selatan, Pasaman, Pariaman dan Sijunjung (Aini et al., 2019). Pasir besi umumnya terdapat dalam bentuk oksidasi seperti magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Salah satu pemanfaatan pasir besi dengan nilai jual yang lebih tinggi adalah dimanfaatkan untuk sintesis pigmen (Wahyuni, 2013).

Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) memiliki sifat sukar terkorosi sehingga cocok untuk aplikasi seperti sensor gas, katalis, baterai *lithium ion*, dan pigmen. Keunggulan pigmen hematit diantaranya rendah polusi lingkungan, tidak beracun, stabilitas kimia, kemampuan pewarnaan yang tinggi, daya penutup dan ketahanan yang baik (Septityana et al., 2013). Kemurnian dan sifat pigmen anorganik dari oksida besi dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya sumber besi oksida, metoda sintesis, pH sintesis dan suhu kalsinasi (Miftahul Khoiroh et al., 2013).

Telah ditemukan berbagai metoda untuk mensintesis nanopartikel hematit diantaranya sol-gel, hidrotermal, *microwave*-kalsinasi, dekomposisi termal, hidrolisis garam, dan kopresipitasi. Dibandingkan dengan metode lain, kopresipitasi relatif lebih sederhana, relatif mudah dan relatif murah dimana hasil pemanasan, lama penggilingan, dan ekstraksi relatif lebih optimal (Fahlepy et al., 2018).

Kopresipitasi bekerja dengan cara mereaksikan garam dengan hidroksida atau karbonat sehingga didapatkan endapan yang diinginkan dan kemudian dikalsinasi. Metoda ini merupakan salah satu metoda yang banyak digunakan dalam mensintesis zat warna karena memiliki kelebihan dalam proses persiapan lebih sederhana, energi yang dibutuhkan lebih rendah dan produk yang didapat murni (Chiang, 2019). Dalam mengontrol ukuran partikel, morfologi serta kristalinitas yang baik dari oksida besi dapat digunakan metode sonikasi agar menghasilkan pigmen (Sulungbudi et al., 2017).

Sebelumnya pada penelitian (Mufti et al., 2014) telah berhasil menggunakan pasir besi Pantai Dlodo, di Tulungagung untuk disintesis menjadi nanopartikel pigmen merah yang *difurnace* pada suhu antara 400 °C sampai 700 °C. Karakas & Kanca (2020) juga telah berhasil mensintesis hematit dan warna lainnya dari padatan besi hasil sampingan pabrik baja (Karakas & Kanca, 2020). Sintesis hematit dengan variasi massa pasir besi dan konsentrasi HCl menunjukkan, semakin banyak massa semakin sedikit Fe terlarut, sedangkan semakin tinggi konsentrasi HCl semakin banyak Fe terlarut menghasilkan hematit yang semakin banyak dan memiliki kemurnian lebih tinggi (Prasetyo et al., 2014).

Berdasarkan uraian diatas, maka penulis telah mempelajari sintesis pigmen hematit menggunakan bahan pasir besi dari Kabupaten Sijunjung menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi massa pasir besi dan konsentrasi HCl, dan variasi suhu kalsinasi. Oleh sebab itu, maka penelitian ini diberi judul **“Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Hematit (α -Fe₂O₃) Berbahan Pasir Besi Alam”**.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka identifikasi masalah pada penelitian ini adalah :

1. Pasir besi dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar dalam sintesis pigmen hematit.
2. Ada beberapa metoda yang dapat digunakan dalam sintesis pigmen hematit.
3. Ada beberapa variasi yang mempengaruhi kualitas pigmen hematit dari pasir besi seperti metode reaksi, pH reaksi, suhu kalsinasi, dan oksida besi yang digunakan.

C. Batasan Masalah

Berdasarkan uraian diatas, batasan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Pasir besi yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir besi Sijunjung
2. Metode yang digunakan dalam sintesis pigmen merah hematit adalah metode kopresipitasi.
3. Variabel yang diteliti adalah massa pasir besi, konsentrasi HCl dan suhu kalsinasi.

D. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Apa pengaruh perbedaan massa pasir besi dan konsentrasi HCl untuk mendapatkan prekursor FeCl_3 dengan persentase besi oksida terlarut paling tinggi?
2. Apa pengaruh peningkatan suhu kalsinasi terhadap kecerahan pigmen hematit yang dihasilkan?

E. Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah diatas, maka tujuan penelitian ini adalah :

1. Menentukan pengaruh perbedaan massa pasir besi dan konsentrasi HCl untuk mendapatkan prekursor FeCl_3 dengan persentase besi oksida terlarut paling tinggi.
2. Menentukan pengaruh peningkatan suhu kalsinasi terhadap kecerahan pigmen hematit yang dihasilkan.

F. Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menambah ilmu pengetahuan dan informasi mengenai cara mensintesis pigmen merah hematit yang dapat meningkatkan nilai ekonomi dari pasir besi untuk menunjang kemajuan industri bagian pigmen.