

**PENGARUH FREKUENSI GELOMBANG
ULTRASONIK TERHADAP STRUKTUR KRISTAL
DAN SIFAT MAGNET NANO PARTIKEL MAGNETIT
(Fe_3O_4)**

SKRIPSI

**Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan
Guna Memperoleh Gelar Sarjana S-1**

Program Studi Fisika



Diajukan Oleh:

**La Jonal
09620004**

Kepada

PROGRAM STUDI FISIKA

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA YOGYAKARTA

2014

**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Pengajuan Munaqosyah

Lamp :-

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

di Yogyakarta

Assalamu'alaikum wr. wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : La Jonal

NIM : 09620004

Judul Skripsi : PENGARUH FREKUENSI GELOMBANG ULTRASONIK

TERHADAP STRUKTUR KRISTAL DAN SIFAT MAGNET NANO
PARTIKEL MAGNETIT (Fe_3O_4)

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Bidang Fisika.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqosyahkan. Atas perhatiannya kami ucapan terima kasih.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 14 Mei 2013
Pembimbing,

Retno Rahmawati, M.Si
NIP. 19821116 200901 2 006



PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/1757/2014

Skripsi/Tugas Akhir dengan judul

: Pengaruh Frekuensi Gelombang Ultrasonik Terhadap Struktur Kristal dan Sifat Magnet Nano Partikel Magnetik (Fe_3O_4)

Yang dipersiapkan dan disusun oleh

:

Nama

: La Jonal

NIM

: 09620004

Telah dimunaqasyahkan pada

: 04 Juni 2014

Nilai Munaqasyah

: A

Dan dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

TIM MUNAQASYAH :

Ketua Sidang

Retno Rahmawati, M.Si
NIP.19821116 200901 2 006

Pengaji I

Karmanto, S.Si., M.Sc.
NIP.19820504 200912 1 005

Pengaji II

Asih Melati, S.Si.,M.Sc.
NIP. 198411102011012000

Yogyakarta, 19 Juni 2014

UIN Sunan Kalijaga

Fakultas Sains dan Teknologi

Dekan

Prof. Drs. H. Akh. Minhaji, M.A, Ph.D
NIP. 19580919 198603 1 002

PERNYATAAN BEBAS PLAGIARISME

Saya menyatakan bahwa skripsi yang saya susun sebagai syarat untuk memperoleh gelar sarjana merupakan hasil karya tulis pribadi. Adapun bagian-bagian tertentu dalam penulisan skripsi ini yang saya kutip dari hasil karya orang lain telah dituliskan sumbernya secara jelas sesuai dengan norma, kaidah dan etika penulisan ilmiah. Saya bersedia menerima sanksi pencabutan gelar akademik yang saya peroleh dan sanksi-sanksi lainnya yang sesuai dengan ketentuan yang berlaku, apabila dikemudian hari ditemukan adanya plagiat dalam skripsi ini.

Yogyakarta, 14 Mei 2014



La Jona
NIM. 09620004

MOTTO

*Apabila engkau ingin
berbuat sesuatu, mintalah
nasihat kawan-kawan
engkau; apabila engkau mau
berbuat sesuatu, janganlah
minta nasihat siapapun.
"(Princess Karadja)*

KATA PENGANTAR

Bissmillahirrahmaanirrahiim

Segala puji hanya bagi Allah Tuhan Semesta Alam, tidak ada kata yang patut dipersembahkan sealain kata *syukur* yang sedalam-dalamnya pada Allah SWT dengan Maha Kemurahan-Nya terhadap hamba-Nya berupa rahmat dan taufik dan hidayah-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh Frekuensi Gelombang Ultrasonik Terhadap Struktur Kristal Dan Sifat Magnet Nano Partikel Magnetit (Fe_3O_4)” dengan baik. Shalawat dan salam semoga tetap tercurahkan pada baginda Rasulullah SAW atas segala keikhlasan, kejujuran, amanah dan integritasnya sebagai pembawa kabar gembira dan menuntun umat manusia ke dalam peradaban yang beradab penuh dengan kedamaian dan ilmu pengetahuan.

Berawal dari tahap persiapan, pelaksanaan penelitian sampai penyusuanan skripsi ini, penulis telah mendapatkan bantuan, bimbingan serta pengarahan dari berabgai pihak. Dengan ini penulis ngucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. H. Musa Asy’ari, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta;
2. Bapak Prof. Dr. Minhaji, MA, Ph.D. dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta;
3. Frida Agung Rakhmadi, M.Sc, selaku Ketua Program Studi Fisika UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta;

4. Thaqibul Fikri Niyartama, M.Si, selaku Penasehat Akademik Program Studi Fisika UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta;
5. Ibu Retno Rahmawati, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu, pikiran, motivasi dan masukan;
6. Semua staf Tata Usaha dan karyawan di lingkungan Fakultas Sains dan Teknologi serta Laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga Yogakarta yang membantu terselesaikan skripsi ini;
7. Keluargaku yang paling kusayang penuh kasih ayah, ibu, Anton (alm), Risna, Rusni (alm), Tina, Yana dan Izul. Bibi paman dari pihak ibu dan ayah, saudara sepupuku atas jalinan kasih sayang, masukan dan dorongan positif yang ditujukan padaku menjadi motivasi dan pegangan hidup;
8. Keluarga seimanku Fidaus Al A'ala: Gunarno, Supriadi, Julianin, Sidiq, Supriono, Zudi, Dasri dan Siful. Kekompakan, canda, tindakan saling memotivasi dan tolong memolong dalam hal akademik dan lainnya menjadi motivasi agar segera mungkin menyelesaikan studi masing-masing;
9. Sahabat material Udin, Aulia, Alim, Hendi, Sri, Santi, Icha, Farida, Rentang, Dwi. Ayoo..! jaga kekompakan kita dalam memajukan bidang Fisika Material kita;
10. Saudara Fisika Murni terima kasih telah mengenal kalian “ayo...! berjuang terus” menyongsong masa depan.

Penulis berharap agar karya ilmiah ini memiliki manfaat dan dapat digunakan sebagai rujukan kegiatan riset selanjutnya. Aamiin..

Yogyakarta, 14 Mei 2014

Penulis

**PENGARUH FREKUENSI GELOMBANG ULTRASONIK TERHADAP
STRUKTUR KRISTAL DAN SIFAT MAGNET NANO PARTIKEL
MAGNETIT (Fe_3O_4)**

La Jonal

009620004

INTISARI

Telah disintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) berbasis bahan pasir besi melalui metode sonokimia yang frekuensinya divariasikan. Perbedaan ukuran nanopartikel magnetik sesuai dengan variasi frekuensi gelombang ultrasonik, yaitu 20 kHz, 40 kHz dan 80 kHz. Hasil sintesis magnetit (Fe_3O_4) dikarakterisasi menggunakan peralatan *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*, masing-masing dilakukan untuk mengetahui fasa yang terbentuk, ukuran butir, struktur kristal dan sifat kemagnetannya. Berdasarkan hasil karakterisasi struktur kristal magnetit sama dengan data *JCPDS (Joint Committee Powder Standart)* no. 19-0629 dengan ukuran rata-rata berturut-turut, yaitu $(19 \pm 1,8)$ nm, $(19 \pm 1,9)$ nm, $(19 \pm 2,4)$ nm. Hasil karakterisasi diketahui frekuensi ultrasonik tidak merubah struktur kristal magnetit, yaitu kubik pusat muka. Sifat magnetik nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) hasil karakterisasi, yaitu superparamagnetik. Penelitian ini menunjukkan bahwa sintesis melalui metode sonokimia menghasilkan nanopartikel magnetik berukuran kecil hingga ukuran nano dan bersifat superparamagnetik.

Kata kunci: pasir besi, sonokimia, nanopartikel magnetit (Fe_3O_4), struktur kristal, superparamagnetik.

**THE EFFECT OF ULTRASONIC WAVE FREQUENCY ON THE
CRYSTAL STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES OF NANO
MAGNETITE PARTICLES (Fe_3O_4)**

La Jonal

009620004

ABSTRACT

It synthesized magnetite nanoparticles (Fe_3O_4) iron sand based on material through a sonochemical method which frequency modulated. The differences in size of magnetic nanoparticles in accordance withthe variation of ultrasonic wave frequency: 20 kHz, 40 kHz and 80 kHz. The results of the magnetite synthesis (Fe_3O_4) were characterized using X-Ray Diffraction (XRD) and Vibrating Sampel Magnetometer (VSM), respectively performed to determinethe phase formed, grain size, crystal structure and magnetite properties. Based on the results of the crystal structure characterization of magnetite together with the data JCPDS (Joint Committee Powder Standart) no. 19-0629 with the average size, that is $(19 \pm 1,8)$ nm, $(19 \pm 1,9)$ nm, $(19 \pm 2,4)$ nm. The results of the characterization showed that ultrasonic frequency did not effect at the structure of magnetite crystals. This structure still have form face center cubic (fcc). The magnetic properties of magnetite nanoparticles (Fe_3O_4) of characterization results, namely superparamagnetic. This study showed that synthesis through sonochemical method generates a small magnetic nanoparticles to nano size with superparamagnetic characterized.

Keywords: Iron sand, sonochemical, magnetite nanoparticles (Fe_3O_4), crystal structure, superparamagnetic.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN PEMBIMBING	Error! Bookmark not defined.
HALAMAN PENGESAHAN.....	Error! Bookmark not defined.
PERNYATAAN BEBAS PLAGIARISME.....	Error! Bookmark not defined.
MOTTO	iv
KATA PENGANTAR	vi
INTISARI.....	ix
ABSTRACT	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah Penelitian.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II LANDASAN TEORI	7

2.1	Studi Pustaka.....	7
2.2	Landasan Teori.....	8
2.2.1	Pasir Besi	8
2.2.2	Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4).....	10
2.2.3	Metode Sonokimia.....	12
2.2.4	Sifat Kemagnetan Material	16
2.2.5	Kurva Histerisis	24
2.2.6	Klasifikasi Bahan Magnetik	29
	BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	29
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	29
3.1.1	Waktu Penelitian.....	29
3.1.2	Tempat Penelitian	29
3.2	Alat dan Bahan	29
3.3	Metode Sintesis	30
3.4	Metode Analisis.....	33
3.4.1	XRD (X-Ray Difractometer)	33
3.4.2	VSM (Vibrating Sample Magnetometer)	34
	BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	35
4.1	Hasil Penelitian	35
4.1.1	Serbuk Hasil Sintesis Dengan Sonokimia	35
4.1.2	Hasil Uji XRD Setelah Disintesis.....	36

4.1.3	Hasil Uji VSM Setelah Disintesis.....	39
4.2	Pembahasan.....	41
BAB V	<u>KESIMPULAN DAN SARAN</u>	48
5.1	Kesimpulan.....	48
5.2	Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA	50	
Lampiran	55	

DAFTAR TABEL

Tabel 3.2 Alat-alat yang dibutuhkan dalam penelitian	29
Tabel 3.3 Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian	30
Tabel 4.1 Perbandingan (rasio) larutan	36
Tabel 4.2 Bidang hkl magnetit (Fe_3O_4) pada frekuensi 20 kHz.....	37
Tabel 4.3 Bidang hkl magnetit (Fe_3O_4) pada frekuensi 40 kHz.....	37
Tabel 4.4 Bidang hkl magnetit (Fe_3O_4) pada frekuensi 80 kHz.....	38
Tabel 4.5 Hasil analisis partikel Fe_3O_4 dari data XRD	39
Tabel 4.6 Nilai momen magnetisai saturasi M_s dan medan koersivitas H_c dari beberapa frekuensi	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Pasir besi di pantai Congot.....	8
Gambar 2.2 Struktur Magnetit Fe_3O_4	11
Gambar 2.3 (a) Ilustrasi temperatur, tekanan dan gaya geser yang timbul ketika gelembung mengecil (<i>collapse</i>); (b) Proses rapatan dan regangan dalam kaitannya dengan osilasi kavitası	14
Gambar 2.4 Domain bahan diamagnetik ketika diterapkan medan magnet.....	19
Gambar 2.5 Domain bahan paramagnetik sebelum dan setelah diterapkan medan magnet.....	21
Gambar 2.6 Domain bahan ferromagnetik ketika diberikan medan magnet	22
Gambar 2.7 Domain bahan superparamagnetik	24
Gambar 2.8 Kurva histerisis.....	27
Gambar 2.9 Kurva histerisis <i>soft</i> magnetik dan <i>hard</i> magnetik material.....	28
Gambar 3.1 Diagram sintesis nano partikel magnetit	32
Gambar 4.1 Sampel magnetit hasil sintesis.....	35
Gambar 4.2 Hasil analisis XRD dengan frekuensi 20 kHz.....	36
Gambar 4.3 Hasil analisis XRD dengan frekuensi 40 kHz.....	37
Gambar 4.4 Hasil analisis XRD dengan frekuensi 80 kHz.....	38
Gambar 4.5 Difraksi XRD partikel magnetit (Fe_3O_4) dan <i>JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standar)</i> nomor 19-0629.....	38
Gambar 4.6 Kurva histerisis nanopartikel magnetit pada frekuensi 20 kHz.....	39

Gambar 4.7 Kurva histerisis nanopartikel magnetit pada frekuensi 40 kHz.....40

Gambar 4.8 Kurva histerisis nanopartikel magnetit pada frekuensi 80 kHz.....40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Rasio Larutan	55
Lampiran 2 % Fraksi Kemurnian Hasil XRD Sampel Fe ₃ O ₄	57
Lampiran 3 Perhitungan Ukuran Partikel Dengan Debye-Scherrer.....	60
Lampiran 4 Perhitungan <i>Indeks Miller</i>	64
Lampiran 5 Dokumentasi Proses Penelitian	72

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dalam beberapa tahun terakhir, para peneliti tertarik dalam memodifikasi partikel magnetik baik berkaitan dengan distribusi ukuran maupun bentuk partikelnya. Pemodifikasian partikel magnetit sangat penting dalam mengontrol distribusi partikel nanomagnetit (Fe_3O_4). Partikel tersebut dapat mempengaruhi tingkat aplikasi yang akan diterapkan. Partikel yang memiliki distribusi ukuran yang sempit memiliki tingkat keefektifan yang tinggi dalam penggunaannya (Baqiya dan Darminto: 2007). Bahan nanopartikel mempunyai ukuran yang bisa dikontrol dalam pembentukannya dari ukuran 1 nanometer sampai 10 nanometer. Karena ukuran yang kecil dibandingkan dengan sel (10-100 μm), virus (20-450 nm), protein (5-50 nm) atau gen (2 nm lebar dan 10-100 nm panjang) hal tersebut berarti bahan magnetik nanopartikel dapat berinteraksi dengan satuan biologi (morrish: 2001).

Partikel nanomagnetit dimanfaatkan dalam bidang industri dan bidang kesehatan. Pemanfaatan nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) diantaranya: sebagai *toner*, sebagai media pengangkatan ion logam berat dalam pengolahan air, media pencatat magnetik, media kontras *Magnetic Resonance Imaging*, untuk bahan diagnosa dan terapi kanker (Berkovsky & Hilberti at al: 1993,1997). Kegunaan lain yang lebih luas dan terus dikembangkan diantaranya sebagai

penerapan biomedis baik secara *in-vivo* maupun *in-vitro*. Di bidang medis secara *in-vivo* nanopartikel magnetit digunakan pada *hyperthermia treatment* untuk menyembuhkan penyakit tumor, sistem pengangkutan obat-obatan (*drug delivery system*). Pemakaian secara *in-vitro* antara lain untuk pelabelan sel, separasi sel (Dudchenko *et al*: 2013) dan analisis *genome* dengan teknik *immunoassay* (Pankhurst *et al*: 2003).

Sifat magnetik yang dimiliki magnetit atau besi oksida sangat baik. Magnetit (Fe_3O_4) menjadi prioritas dalam kegiatan riset ilmiah karena Fe_3O_4 memiliki keunggulan dari senyawa mineral lain. Magnetit dapat merespon medan magnet luar sehingga magnetit memiliki hubungan kuat dalam medan magnet dibandingkan senyawa besi oksida yang lain. Magnetit adalah senyawa kimia dalam bentuk besi oksida yang terdapat dalam mineral pasir selain kandungan pasir besi seperti maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Pasir tersebut biasa disebut pasir besi (*iron sands*) atau pasir hitam (*black sands*).

Di Indonesia, pasir besi dapat dijumpai diberbagai tempat seperti gunung vulkanik, aliran sungai dan pantai. Pasir besi merupakan hasil sedimentasi gunung vulkanik dan sedimentasi laut yang terendap di pesisir pantai. Pasir besi dari gunung vulkanik dihasilkan melalui letusan yang mengeluarkan semburan larva panas, debu, kerikil batu dari dalam dapur magma. Keberadaan sungai besar yang berhulu pada batuan produk gunung api, memungkinkan keberadaan endapan residual pasir besi di bagian hilirnya (Ansori dkk: 2011). Sedangkan pasir besi sedimentasi laut merupakan hasil

dari erosi air laut terhadap bebatuan yang ada di laut kemudian pecahan tersebut terbawa bersama ombak laut sampai ke pantai.

Pantai selatan Jawa secara umum memiliki potensi bahan tambang pasir besi. Keberadaan pasir besi ini menarik untuk diteliti potensi pasir besinya. Salah satu daerah yang terdapat pasir besi adalah Kabupaten Kulonprogo. Daerah yang wilayah selatannya merupakan pantai selatan Jawa memiliki sumber daya alam pasir besi yang melimpah. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan digunakan pasir besi dengan sampel sepanjang pesisir pantai selatan Jawa tepatnya di Pantai Congot Kabupaten Kulonprogo berupa sedimentasi laut.

Dari berbagai metode sintesis telah dikembangkan dalam penelitian, maka diperlukan pengembangan metode agar reaksi berlangsung lebih efisien. Sintesis material adalah reaksi antara dua zat atau lebih dengan menggunakan alat tertentu untuk membentuk zat baru. Sintesis ini dilakukan untuk memperoleh produk baru dan sifat fisis yang berbeda dari penyusun material tersebut. Metode yang digunakan dalam kegiatan riset ilmiah diantaranya metode ultrasonik (Dudchenko *et al:* 2013), metode pembakaran/reduksi bahan kimia pada temperatur tinggi, metode mikroemulsi (Zhang: 2008), metode hidrotermal, metode *mechano chemical* dan metode kopresipitasi (Wu S: 2011). Salah satu metode yang dapat dikembangkan dalam sintesis oksida adalah metode sonokimia (Suslick: 1999).

Sonokimia adalah penggunaan energi suara untuk mendorong perubahan fisika dan kimia dalam medium cairan. Sonokimia merupakan suatu metode sintesis material dengan menggunakan energi ultrasonik (sonik) pada proses sintesisnya. Sintesis dengan metode ultrasonik banyak dilakukan karena pengaruh ultrasonik yang dapat menghasilkan sampel kristal partikel nanomagnetik. Metode ini menggunakan *ultrasonic bath* dengan frekuensi tinggi, seperti 20 kHz atau 56 kHz. Selain metodenya lebih mudah dan jalur reaksinya lebih cepat, metode sonokimia juga memiliki kelebihan dapat memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat kristal berukuran kecil hingga dapat berskala nano (Lestari: 2012). Dari uraian yang telah dipaparkan di atas maka perlu dilakukan penelitian melalui pemanfaatan gelombang ultrasonik pada sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dari hasil ekstraksi pasir besi pantai selatan Jawa.

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang akan dibahas dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Bagaimana proses sintesis nano partikel magnetit (Fe_3O_4) dari pasir besi dengan metode sonokimia ?
2. Bagaimana pengaruh frekuensi gelombang ultrasonik terhadap struktur kristal dan sifat magnet nano partikel magnetit (Fe_3O_4) ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Melakukan proses sintesis nano partikel magnetit (Fe_3O_4) dari pasir besi dengan metode sonokimia;
2. Mengetahui pengaruh frekuensi gelombang ultrasonik terhadap struktur kristal dan sifat magnet nano partikel magnetit (Fe_3O_4).

1.4 Batasan Penelitian

Beberapa hal yang perlu dibatasi dalam penelitian ini, yaitu sebagai berikut.

1. Sampel penelitian yang digunakan adalah pasir besi selatan pulau Jawa daerah pantai Kulonprogo tepatnya pantai congot;
2. Sintesis nano partikel magnetit (Fe_3O_4) menggunakan metode sonokimia dengan pelarut HCl dan agen pengendap NaOH;
3. Karakterisasi magnetik yang akan dilakukan terdiri atas pengukuran kurva histerisis magnetik untuk menentukan besaran magnetisasi saturasi (M_s), magnetisasi remanen (H_c). Besaran tersebut sebagai penentuan hasil sintesis magnetit (Fe_3O_4) bersifat *soft* magnetik atau *hard* magnetik.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari hasil penelitian ini antara lain sebagai berikut.

1. Mengefektifkan penggunaan pasir besi pantai sebagai hasil sedimentasi laut untuk keperluan industri dan bidang kesehatan di Indonesia selain untuk pemenuhan keperluan ekspor dalam keadaan mentah atau *raw material* dengan harga yang masih rendah;
2. Adanya variasi mineral magnetik di dalam pasir besi memungkinkan alternatif untuk pemanfaatan pasir besi bernilai ekonomi;
3. Memberikan solusi dalam mensintesis nano partikel magnetit dengan menggunakan peralatan dan metode yang sederhana selain menggunakan metode sintesis lain;
4. Menambah informasi bahwa material hasil dari pasir besi selatan Jawa dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi setelah dilakukan penelitian;
5. Sebagai wacana untuk kegiatan penelitian lebih lanjut dalam rangka meningkatkan kualitas pasir besi terutama daerah-daerah yang belum tereksplorasi untuk kegiatan riset ilmiah.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Pasir besi yang mengandung magnetit (Fe_3O_4) disintesis melalui metode sonokimia. Larutan yang diperoleh dari reaksi pertama, yaitu pelarutan pasir besi dengan HCl. Selanjutnya diendapkan dengan NaOH dan disalurkan gelombang ultrasonik dengan variasi frekuensi 20 kHz, 40 kHz dan 80 kHz sampai 55 menit. Masing-masing hasil sintesis melalui metode ini menghasilkan partikel magnetit yang berukuran sangat kecil sampai ukuran nano.
2. Pengaruh frekuensi gelombang ultrasonik dari penelitian ini tidak merubah struktur kristal magnetit (Fe_3O_4) sebagai hasil reaksi setalah dilakukan uji XRD. Struktur tersebut sesuai dengan data *JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Standart)* no. 19-0629, yaitu kubik pusat muka (*face centered cubic*). Kemudian sifat kemagnetan nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dari uji VSM digambarkan melalui kurva magnetisasi. Data kurva magnetisasi bahwa nanopartikel magnetit bersifat superparamagnetik.

5.2 Saran

1. Sebaiknya ketika melakukan sintesis diperlukan kehati-hatian memvariasi kenaikan variabel seperti suhu, kecepatan pengadukan dan penyampuran sampel dengan bahan pelarut serta perlakuan waktu yang sama;
2. Sampel hasil sintesis segera di karakterisasi berdasarkan alat analisis yang diperlukan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah M., 2009. *Pengantar Nanosains*. Bandung: Penerbit ITB.
- Afandi S., 2006. *Sintesa dan Karakterisasi Partikel Magnetik Submikron Berbasis Oksida Fe dan Polimer Polilaktat (PLA)*. Bogor: IPB
- Afandi S., Dkk. (2006). *Efek Kondisi Pembasahan Dalam Pembentukan Nanosfer Berbasis Oksida Besi Dan PLA*. Tangerang: BATAN Kawasan Puspiptek Serpong.
- Al Rehaili. Abdullah. 2003. *Bukti kebenaran Al-Qur'an*. Penterjemah: Purna Sofiah Istianati. Penerbit: Tajidu Press, Yogyakarta.
- Ansori, dkk. 2011. *Distribusi Mineralogi Pasir Besi Pada Jalur Pantai Selatan Kebumen – Kutoarjo*. Peneliti Madya, Puslit Geoteknologi – LIPI.
- Baqiya M. A. dan Darminto. 2007. *Penggunaan Polietilenglikol-400 Pada Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ Dan Karakterisasi Struktur Serta Kemagnetannya*. Surabaya: FMIPA-ITS.
- Bang L. B., *Pure Appl. Chem.*, **68** (1996) 1873
- Berkovky. et al. 1993. *Magnetic Fluids : Engineering Application*. Oxford: Oxford University Press.
- Brennen C. E.. *Cavitation and Bubble Dynamics*. New York: Oxford University Press (1995).
- Cornell, RM, at al. (2003). *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. Wiley VCH.
- Daniel-da- Silva Ana L. and Trindade Tito. 2011. *Biofunctional Composites of Polysaccharides Containing Inorganic Nanoparticles*.

- Dudchenko N O. et al. 2013. *Influence of Ultrasound Treatment on the Properties of Synthetic Magnetite Nanoparticles.* Semenenko Institute of Geochemistry, Mineralogy and Ore Formation of NASU.
- Fajaroh, dkk. 2010. *Stabilisasi Nanopartikel Magnetite Hail Sintesis Denga Metode Elektrokmia Melalui Pelapisan Silika Secara In-Situ.* Surabaya: ITS.
- Fisli A. dkk. 2009. *Sintesis dan Karakterisasi Fe₃O₄ Dari Prekursor FeSO₄.* PTBIN BATAN Tangerang.
- Gao M. et al. 2011. *Synthesis And Caracterization of Superparamagnetic Fe₃O₄@SiO₂ Core-Shell Composite Nanoparticles.* China: Lanzhou University.
- Guimaraes P.A. 2009. *Prinsiples of Nanomagnetism.* German: Springer.
- Hariani, et al. 2013. *Synthesis and Properties of Fe₃O₄ Nanoparticles by Co-precipitation Method to Removal Procion Dye.* International Journal of Environmental Science and Development.
- Hasan. 2008. *Digital 129703-T 25326 Studi Sifat Literatur-1.* Jakarta: FMIPA UI.
- Hilberty et al. 1997. *Invest Radiol.* 32 (1997)705
- Horak, D., Lednický F., Petrovský E. And Kapicka A., *J. Macromolecular Materials and Engineering,* 289 (2004) 341-348
- <http://blogs.phys.unpad.ac.id/saragi/files/2010/02/Momen-Magnet-Hysteresis-Loop.pdf>. Pkl: 23.06 WIB; 12-08-2013.

- Januarita. 2010. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses 2010 Issn : 1411-4216 Sintesa Nanopartikel Magnetite Dengan Metode Elektrokimia.* Semarang: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro Semarang.
- Lestari D., 2012. *Preparasi Nanokomposit ZnO/TiO₂ Dengan Sonokimia serta Uji Aktivitasnya Untuk Foto Degradasi Fenol.* Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Linh P H. *et al. Magnetic Properties of Fe₃O₄ Nanoparticles Synthesized by Co-pesipitation Method.* Institute of Materials Science.
- Mason TJ, Lorimer JP. 2002. *Applied Sonochemistry: Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing.* Wiley-VCH Verlag GmbH: Weinheim
- M. Vaclavikova, G. Gallios, P. Misaelides, S. Hredzak, M. Matik, D. Gesperova, *The treatment of Waste Waters Containing Heavy Metals by Magnetic Nanoparticles, Acta Montanistica*, 9(4) (2000) 414-417.E
- Morrish A H. 2001. *The Physical Principles of Magnetism* (Newyork: IEEE Press)
- Muftie, Arifin. 2004. *Matematika Alam Semesta, Kodifikasi Bilangan Prima Dalam Al-Qur'an.* Bandung: Kiblat Buku Utama.
- Mujamilah, Ridwan, M.Refai Muslih, SetyoPurwanto, M.I.Maya Febri,Yohannes, A.M, Eddy Santoso, Herry Mugihardjo .2000. *Vibrating Sample Magnetometer (VSM) tipe Oxford VSM1.* 2. H. Prosiding Seminar Nasional Bahan Magnet 1 2000.
- Opel Matthias. 2012. *J. Phys. D: Appl. Phys. Spintronic oxides grown by laser-MBE.* **45** 033001.

- Perdana, Febie A., 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe₃O₄ Dengan Template PEG-1000*. Jurusan Fisika Fakultas MIPA ITS.
- Pankhurst, Q.A., Connolly J, Jones S.K. and Dobson, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **36** (2003) R167-R181.
- P.K.Gupta, C.T.Hung, F.C.Lam, D.G.Perrier, *International Journal of Pharmaceutics* 1988,43,167.
- K. M. Ralls, T. H. Courtney and J.Wulff. 1976. *Introduction to Materials Science and Engineering*. Copyright by John Wiley & Sons, New York. Reprinted by permission of John Wiley & Sons, Inc.
- Rahma, dkk. 2010 *Program Kreativitas Mahasiswa Penggunaan Sonokimia Untuk Pengukuran Dielektrisitas Senyawa Nanokristal Bimno₃ Variasi Suhu Annealing Bidang Kegiatan: Pkm-Gt*. Malang: Universitas Negeri Malang.
- Riyanto A. dkk. 2012. *Analisis Struktur Kristal Dan Sifat Magnetik Pada Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄) Sebagai Bahan Aktif Biosensor Surface Plasmon Resonance (SPR)*. Yogyakarta: UGM.
- Repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/26544/4/Chapter%20II.pdf Bab Literatur Tinjauan Pustaka 2.1 Pengertian Magnet. Pukul: 23.06; 12-08-2013.
- RYE P. D., *Bio Technology*, **14** (1996) 155
- Sholihah K.L., 2010. *Sintesis Dan Karaktrisasi Partikel Nano Fe₃O₄ Yang Berasal Dari Pasir Besi Dan Fe₃O₄ Bahan Komersial (ALDRICH)*. Surabaya: ITS.

- Siraj S., 2012. *Magnetic Properties of Materials*. Created on July 23, 2012.
- Sudaryanto, dkk. 2007. *Pembuatan Nanopartikel Magnetik Berlapis Polimer Biodegradable Dengan Metode Sonokimia*. Tangerang: BATAN.
- Sun, J., Zhou, S., Hou, Peng., Weng, J., Li, X. dan Mingyuan. (2007) : *Syntesis and Characterization of Biocompatible Fe₃O₄ Nanoparticles*, J. Biomed. Mater. Res. Part A, 80: 333-341.
- Suslick S.K., *The Chemistry of Ultrasound from The Yearbook of Science and The Future*,Chicago, Encyclopedia Britannica, (1994) 138-155.
- Suslick, S. Kenneth. 1999. *Aplications of Ultrasound To Material Chemistry*. Annual Reviews. Mater. Sci. 29:295–326.
- Sutanding K. 2008. *BAB II Penelitian Partikel Nanomagnetik*. FMIPA UI.
- Tartaj P., Moralesm.P., Veintemillasverdaguer., Gonzales-Carrenot and Serna C.J., *J. Phys. D:Appl. Phys.*, **36** (2003) R182-R197.
- Teja, Amyn S. and Koh, Pei Yoong, “*Synthesis properties and applications of magnetic iron oxide nanoparticles*”, *Progres in Crystal Growth and Characterization of Materials*, **xx**: 1-24. 2008.
- Weeks Joseph. 2008. *Area of science: Physics*. Date: Thu Aug 28 12:45:08.
- Wu S. et al. 2011. *Fe₃O₄ Magnetic Nanopartickles Synthesis From Tailings By Ultrasonic Chemical Co-presipitation*. Beijing: University of Science and Technology.
- Yulianti,dkk. 2007. *Sintesis dan Proses Enkapsulasi Sistem Ferrofluid Fe₃O₄-Fe₂O₃ Dengan Polimer Poly (LACTIC ACID)*. Tangerang: BATAN Kawasan Puspittek Serpong 15314.
- Zhang DE, Tong ZW, Li SZ, Zhang XB, Ying AL. Mater Lett 2008;62:4053–5.
- Yu B Y., and Kwak S Y. 2010. Assembly of Magnetite Nanoparticles into Spherical Mesoporous Aggregates with a 3-D Wormhole-Like Porous Structure.*
- Korea.

Lampiran

Lampiran 1

PERHITUNGAN RASIO LARUTAN

- Menentukan perbandingan sampel dengan HCl 12 M, bila 1 gram pasir besi mengandung 32% Fe persamaan reaksinya sebagai berikut.



Bila sampel yang digunakan 5 gram, maka

$$\begin{aligned} 5 \text{ gr Fe} \times 32\% &= 5 \text{ gr} \times 0.32 \\ &= 1.6 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\text{mol Fe} = \frac{\text{gr Fe}}{\text{Ar Fe}} = \frac{1.6 \text{ gr}}{56 \text{ gr/mol}} = 0.029 \text{ mol}$$

Menentukan volume HCl, yaitu

$$\frac{\text{mol HCl}}{\text{mol Fe}} = \frac{\text{koef HCl}}{\text{koef Fe}} = \frac{\text{mol HCl}}{0.029 \text{ mol}} = \frac{5}{2}$$

$$\text{mol HCl} = \frac{5}{2} \times 0.029 \text{ mol} = 0.073 \text{ mol}$$

$$\text{mol HCl} = M \times V \Rightarrow 0.073 \text{ mol} = 12 \text{ M} \times V, \text{ sehingga } V = 6 \times 10^{-3} \text{ L} = 6 \text{ mL}$$

\Rightarrow 1 gr sampel dibutuhkan 1.5 mL HCl, maka sampel akan larut

$$\text{jika } \frac{6 \text{ mL}}{1.5 \text{ mL}} = 4 \text{ mL HCl}$$

Jadi, 5 gram sampel dibutuhkan 20 mL HCl

2. Menentukan perbandingan garam besi dengan NaOH 3,5 M. Persamaan reaksinya sebagai berikut.



$$\clubsuit 1 \text{ gr FeCl}_3 \times \frac{2 \text{ mol FeCl}_3}{163 \text{ gr FeCl}_3} = 1,23 \times 10^{-2} \text{ mol Fe}_3\text{O}_4$$

$$1,23 \times 10^{-2} \text{ mol FeCl}_3 \times \frac{8 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ gr FeCl}_3} = 0,00984 \text{ mol NaOH}$$

$$0,098 \text{ mol NaOH} \times \frac{1000 \text{ mL laru tan}}{3,5 \text{ mol NaOH}} = 28 \text{ mL}$$

$$\clubsuit 1 \text{ gr FeCl}_2 \times \frac{1 \text{ mol FeCl}_2}{127 \text{ gr FeCl}_2} = 0,7 \times 10^{-2} \text{ mol Fe}_3\text{O}_4$$

$$0,7 \times 10^{-2} \text{ mol FeCl}_2 \times \frac{8 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ gr FeCl}_2} = 0,056 \text{ mol NaOH}$$

$$0,056 \text{ mol NaOH} \times \frac{1000 \text{ mL laru tan}}{3,5 \text{ mol NaOH}} = 16 \text{ mL}$$

Jadi, 1 gram sampel FeCl dibutuhkan 22 mL NaOH, maka jika 5 gram sampel FeCl dibutuhkan 110 NaOH.

Lampiran 2

% FRAKSI KEMURNIAN HASIL XRD SAMPEL Fe₃O₄

1. Frekuensi 20 kHz

2θ (deg)	d (Å)	I/II	Intensitas (counts)
18.4074	4.81603	17	60
18.8400	4.70641	10	34
30.1940	2.95753	27	97
30.7392	2.90630	6	21
35.5388	2.52403	100	354
37.1030	2.42113	7	24
37.7080	2.38367	3	12
43.1611	2.09429	21	75
43.7308	2.06832	6	22
53.4850	1.71185	9	31
53.8086	1.70231	7	26
56.9791	1.61489	30	105
62.5793	1.48316	37	132
65.7473	1.41915	6	21
73.9020	1.28142	7	25
74.9956	1.26542	11	38
78.9471	1.21169	9	32
86.7720	1.12140	9	32
89.6400	1.09281	14	50
Intensitas Fe ₃ O ₄			1191

Total intensitas fasa yang terdeteksi = 3460 counts.

$$\% \text{ fraksi kemurnian Fe}_3\text{O}_4 = \frac{1191}{3460} \times 100\% = 34.4\%$$

2. Frekuensi 40 kHz

2θ (deg)	d (Å)	I/II	Intensitas (counts)
18.5200	4.78700	5	17
30.7166	2.90839	7	24
35.3336	2.53821	100	368
35.7600	2.50892	14	53
35.9400	2.49677	6	23
37.3516	2.40559	4	13
43.3200	2.08698	5	17
43.8250	2.06409	9	33
53.3425	1.71608	7	27
53.6400	1.70727	4	14
56.8390	1.61854	27	101
62.4037	1.48691	38	139
62.8200	1.47805	8	29
65.2987	1.42781	4	16
70.9239	1.32773	9	33
73.9620	1.28052	8	30
74.5263	1.27222	9	32
78.9400	1.21178	8	29
86.4483	1.12476	9	32
89.6450	1.09276	10	37
Intensitas Fe_3O_4			1067

Total intensitas fasa yang terdeteksi = 3809 counts.

$$\% \text{ fraksi kemurnian } \text{Fe}_3\text{O}_4 = \frac{1067}{3809} \times 100\% = 28\%$$

3. Frekuensi 80 kHz

2θ (deg)	d (Å)	I/II	Intensitas (counts)
18.7450	4.73005	5	20
30.0483	2.97154	29	107
30.6225	2.91711	3	12
30.8335	2.89763	3	13
31.8727	2.80548	29	109
35.3968	2.53383	100	374
35.8800	2.50080	10	37
37.4221	2.40122	8	30
37.8478	2.37518	7	26
43.7125	2.06915	3	11
53.3058	1.71718	8	30
53.8900	1.69993	3	12
56.8357	1.61862	29	107
62.4596	1.48571	42	157
65.8950	1.41633	4	14
70.6966	1.33144	7	28
73.8926	1.28156	7	28
74.9875	1.26554	6	21
78.7000	1.21488	6	21
86.5725	1.12347	10	38
Intensitas Fe ₃ O ₄			1195

Total intensitas fasa yang terdeteksi = 4352 counts.

$$\% \text{ fraksi kemurnian Fe}_3\text{O}_4 = \frac{1195}{4352} \times 100 = 27.5\%$$

Lampiran 3

PERHITUNGAN UKURAN PARTIKEL DENGAN DEBYE-SCHERRER

Diketahui : $\lambda_{\text{Cu}} = 1.54060 \text{ \AA} = 0.154060 \text{ nm}$

$$1 \text{ rad} = 57.3 \text{ deg}$$

$$\text{Metode debbye-scherrer } D_{311} = \frac{0.9\lambda}{\beta_{1/2}} \cos \theta$$

1. Sampel magnetit dengan frekuensi 20 kHz

2θ (deg)	θ (deg)	FWHM (deg)	FWHM (rad)	Intensitas (counts)
35.5388	17.7694	0.35930	0.00627	354
62.5793	31.28965	0.41860	0.00731	132
56.9791	28.48955	0.35820	0.00625	105

$$\begin{aligned}
 D_1 &= \frac{(0.9)(0.154060 \text{ nm})}{(0.00627 \text{ rad})} \cos 17.7694 \text{ rad} \\
 &= \frac{0.139 \text{ nm} (0.9523)}{0.00627} \\
 &= \frac{0.1324 \text{ nm}}{0.00627} \\
 &= 21.1 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 D_2 &= \frac{(0.9)(0.154060 \text{ nm})}{(0.00731 \text{ rad})} \cos 31.28965 \text{ rad} \\
 &= \frac{0.139 \text{ nm} (0.8546)}{0.00731} \\
 &= \frac{0.1188 \text{ nm}}{0.00731} \\
 &= 16.3 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
D_3 &= \frac{(0.9) (0.154060 \text{ nm})}{(0.00625 \text{ rad})} \cos 28.48955 \text{ rad} \\
&= \frac{0.139 \text{ nm} (0.8789)}{0.00625} \\
&= \frac{0.1222 \text{ nm}}{0.00625} \\
&= 19.6 \text{ nm}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
\bar{D} &= \frac{D_1 + D_2 + D_3}{N} = \frac{(21.1 + 16.3 + 19.6) \text{ nm}}{3} = \frac{57}{3} = 19 \text{ nm} \\
\Delta D &= \frac{|D_1 - \bar{D}| + |D_2 - \bar{D}| + |D_3 - \bar{D}|}{N} = \frac{|21.1 - 19| + |16.3 - 19| + |19.6 - 19|}{3} \\
&= \frac{2.1 + 2.7 + 0.6}{3} = 1.8 \text{ nm}
\end{aligned}$$

2. Sampel magnetit dengan frekuensi 40 kHz

2θ (deg)	θ (deg)	FWHM (deg)	FWHM (rad)	Intensitas (counts)
35.3336	17.6668	0.35210	0.00614	368
62.4037	31.20185	0.34340	0.00599	139
56.8390	28.44195	0.42200	0.00736	101

$$\begin{aligned}
D_1 &= \frac{(0.9) (0.154060 \text{ nm})}{(0.00614 \text{ rad})} \cos 17.6668 \text{ rad} \\
&= \frac{0.139 \text{ nm} (0.9528)}{0.00614} \\
&= \frac{0.1324 \text{ nm}}{0.00614} \\
&= 21.6 \text{ nm}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
D_2 &= \frac{(0.9) (0.154060 \text{ nm})}{(0.00599 \text{ rad})} \cos 31.20185 \text{ rad} \\
&= \frac{0.139 \text{ nm} (0.8553)}{0.00599} \\
&= \frac{0.1189 \text{ nm}}{0.00599} \\
&= 19.8 \text{ nm}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
D_3 &= \frac{(0.9) (0.154060 \text{ nm})}{(0.00735 \text{ rad})} \cos 28.44195 \text{ rad} \\
&= \frac{0.139 \text{ nm} (0.8793)}{0.00735} \\
&= \frac{0.1222}{0.00735} \\
&= 16.6 \text{ nm}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
\bar{D} &= \frac{D_1 + D_2 + D_3}{N} = \frac{(21.6 + 19.8 + 16.6) \text{ nm}}{3} = \frac{58 \text{ nm}}{3} = 19.3 \text{ nm} \\
\Delta D &= \frac{\left| D_1 - \bar{D} \right| + \left| D_2 - \bar{D} \right| + \left| D_3 - \bar{D} \right|}{N} = \frac{|21.6 - 19.3| + |19.8 - 19.3| + |16.6 - 19.3|}{3} \\
&= \frac{2.3 + 0.5 + 2.7}{3} = 1.9 \text{ nm}
\end{aligned}$$

3. Sampel magnetit dengan frekuensi 80 kHz

2θ (deg)	θ (deg)	FWHM (deg)	FWHM (rad)	Intensitas (counts)
35.3968	17.6984	0.35930	0.00627	374
62.4596	31.2298	0.41860	0.00731	157
31.8727	15.93635	0.35820	0.00625	109

$$\begin{aligned}
D_1 &= \frac{(0.9)(0.154060 \text{ nm})}{(0.00627 \text{ rad})} \cos 17.6984 \text{ rad} \\
&= \frac{0.139 \text{ nm} (0.9527)}{0.00627} \\
&= \frac{0.1324}{0.00627} \\
&= 21.1 \text{ nm}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
D_2 &= \frac{(0.9)(0.154060 \text{ nm})}{(0.00731 \text{ rad})} \cos 31.2298 \text{ rad} \\
&= \frac{0.139 \text{ nm} (0.8551)}{0.00731} \\
&= \frac{0.1189 \text{ nm}}{0.00731} \\
&= 16.3 \text{ nm}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
D_3 &= \frac{(0.9)(0.154060 \text{ nm})}{(0.00625 \text{ rad})} \cos 15.93635 \text{ rad} \\
&= \frac{0.139 \text{ nm} (0.96157)}{0.00625} \\
&= \frac{0.1337}{0.00625} \\
&= 21.4 \text{ nm}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
\bar{D} &= \frac{D_1 + D_2 + D_3}{N} = \frac{(21.1 + 16.3 + 21.4) \text{ nm}}{3} = \frac{58.8 \text{ nm}}{3} = 19.6 \text{ nm} \\
\Delta D &= \frac{|D_1 - \bar{D}| + |D_2 - \bar{D}| + |D_3 - \bar{D}|}{N} = \frac{|21.1 - 19.6| + |16.3 - 19.6| + |21.4 - 19.6|}{3} \\
&= \frac{2.1 + 3.3 + 1.8}{3} = 2.4 \text{ nm}
\end{aligned}$$

Lampiran 4

PERHITUNGAN INDEKS MILLER

Diketahui : $a = 8.39 \text{ \AA} = 0.839 \text{ nm}$

$$\lambda = 1.54060 \text{ \AA} = 0.154060 \text{ nm}$$

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

Keterangan :

a = parameter kisi (nm)

λ Cu = panjang gelombang (nm)

h, k, l = Indeks *Miller*

a. Frekuensi 20 kHz

2θ	$h^2 + k^2 + l^2$	h	k	l
30.7392	8	2	2	0
35.5388	11	3	1	1
43.7308	16	4	0	0
53.8086	24	4	2	2
56.9791	27	5	1	1
62.5793	32	4	4	0

$$\bullet \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 15.3696} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.530089} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.290630 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (2.886832)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 8$$

• $0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 17.7694} \sqrt{(h+k+l)^2}$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.610374} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.252403 \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (3.324049)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 11$$

• $0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 21.8654} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.744855} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.206832 \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (4.056432)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 16$$

• $0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 26.9043} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.905003} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.170231 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (4.928597)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 24$$

- $0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 28.48955} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.953997} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.161489 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (5.195400)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 27$$

- $0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 31.28965} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{1.038729} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.148316 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (5.656841)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 32$$

b. Frekuensi 40 kHz

2θ	$h^2 + k^2 + l^2$	h	k	l
30.7166	8	2	2	0
35.3336	11	3	1	1
43.3200	16	4	0	0
53.3425	24	4	2	2
56.8390	27	5	1	1
62.8200	32	4	4	0

$$\clubsuit \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 15.3583} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.529709} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.290839 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (2.884758)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 8$$

$$\clubsuit \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 17.668} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.607002} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.253805 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$(h^2 + k^2 + l^2) = (3.305687)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 11$$

$$\bullet \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 21.9125} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.746380} \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.206409 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (4.064745)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 16$$

$$\bullet \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 26.67125} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.897741} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.171609 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (4.889021)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 24$$

$$\bullet \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 28.4195} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.951847} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.161854 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (5.183684)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 27$$

$$\bullet \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 31.41} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{1.042317} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.147805 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (5.676398)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 32$$

c. Frekuensi 80 kHz

2θ	h² + k² + l²	h	k	l
30.0483	8	2	2	0
35.8800	11	3	1	1
43.7125	16	4	0	0
53.3058	24	4	2	2
56.8357	27	5	1	1
62.4596	32	4	4	0

$$\bullet \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 15.02415} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.518452} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.297154 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (2.823452)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 8$$

$$\clubsuit \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 17.94} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.616042} \sqrt{(h+k+l)^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.250080 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (3.354926)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 11$$

$$\clubsuit \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 21.85625} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.744558} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.206915 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (4.954805)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 16$$

$$\clubsuit \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 26.6529} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.897169} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.171718 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (4.885918)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 24$$

$$\clubsuit \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 28.41785} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{0.951796} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.161862 \text{ nm} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (5.183428)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 27$$

$$\clubsuit \quad 0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{2 \sin 31.2298} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = \frac{0.154060 \text{ nm}}{1.036944} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$0.839 \text{ nm} = 0.148571 \text{ nm} \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = (5.647132)^2$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = 32$$

Lampiran 5

DOKUMENTASI PROSES PENELITIAN



Gambar 5.1. Proses Sintesis dengan penambahan HCl dan NaOH sambil disonifikasi



Gambar 5.2. Proses pencucian menggunakan aquadest



Gambar 5.3. Hasil sintesis