

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI STABILITAS  
Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-ASAM ASKORBAT**

**SKRIPSI**

**Untuk memenuhi sebagian persyaratan  
Mencapai derajat Sarjana S-1**

**Program Studi Kimia**



**Oleh:**

**Guliston Abdillah**

**08630023**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA  
YOGYAKARTA  
2013**



## SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir  
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 : Guliston Abdillah

NIM : 08630023

Judul Skripsi : Sintesis, Karakterisasi dan Uji Stabilitas Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat

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

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

*Wassalamu'alaikum wr. wb.*

Yogyakarta, 17 Juni 2013

Pembimbing

  
Maya Rahmayanti, M.Si.

NIP. 19810627 200604 2 003



### SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : NOTA DINAS KONSULTASI SKRIPSI  
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 konsultan berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Guliston Abdillah

NIM : 08630023

Judul Skripsi : Sintesis, Karakterisasi dan Uji Stabilitas  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam Askorbat

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

*Wassalamu`alaikum Wr. Wb.*

Yogyakarta, 02 Juli 2013  
Konsultan,

  
Irwan Nugraha, M.Sc  
NIP. 19820329 201101 1 005



### SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : NOTA DINAS KONSULTASI SKRIPSI  
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 konsultan berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Guliston Abdillah

NIM : 08630023

Judul Skripsi : Sintesis, Karakterisasi dan Uji Stabilitas Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat

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

*Wassalamu `alaikum Wr. Wb.*

Yogyakarta, 02 Juli 2013  
Konsultan,

Karnianto, M.Sc  
NIP. 19820504 200912 1 005

## **SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Guliston Abdillah

NIM : 08630023

Program studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul :

### **SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI STABILITAS Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-ASAM**

### **ASKORBAT**

merupakan hasil penelitian saya sendiri dan bukan duplikasi ataupun saduran dari karya orang lain kecuali pada bagian secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila di kemudian hari terbukti adanya penyimpangan dalam karya ini maka tanggung jawab sepenuhnya ada pada penulis.

Yogyakarta, 17 Juni 2013

Penulis,



424EDABF701704355

ENAM RIBU RUPIAH

6000

DJP

Guliston Abdillah  
NIM. 08630023



Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga

FM-UIN SK-BM-05-07/R0

PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/1885/2013

Skripsi/Tugas Akhir dengan judul : Sintesis, karakterisasi dan Uji stabilitas Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat

Yang dipersiapkan dan disusun oleh :

Nama : Guliston Abdillah

NIM : 08630023

Telah dimunaqsyahkan pada : 27 Juni 2013

Nilai Munaqsyah : A

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

**TIM MUNAQSYAH :**

Ketua Sidang

  
Maya Rahmayanti, M.Sc  
NIP.19810627 200604 2 003

Penguji I

  
Irwan Nugraha, M.Sc  
NIP.19820329 201101 1 005

Penguji II

  
Karmanto, M.Sc  
NIP.19820504 200912 1 005

Yogyakarta, 1 Juli 2013

UIN Sunan Kalijaga  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Dekan

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



## MOTTO

**“Sesungguhnya Tuhanmu sangat mengetahui benar segala apa saja yang tersembunyi dalam hatimu. Jika kamu melakukannya dengan ikhlas, maka sesungguhnya Dia itu maha pemaaf bagi orang yang mau kembali kepada-Nya dan bertaubat dengan benar.”**

**(Q.S Al-Isra)**

**“Setiap orang dari kamu adalah pemimpin, dan kamu bertanggungjawab terhadap kepemimpinan itu.”**

**(Al-Hadist, H.R. Tirmidzi, Abu Dawud, Shahih Bukhari dan Muslim)**

**“Jangan pernah berputus asa dan menyerah, karena apabila kamu tidak pernah menyerah berarti kamu tidak pernah kalah.”**

**(Ted Turner)**

**“Jangan pernah biarkan kehilangan rasa ingin tahu yang murni.”**

**(Albert Einstein)**

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Karya ini Ku Dedikasikan untukmu...

*Ayah dan Ibuku Tercinta  
Kakak-kakakku dan Adik-adikku Tersayang  
Keluarga Besarku Tersayang*

*Untuk Ahmamaterku Tercinta  
Program Studi Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta*

## **KATA PENGANTAR**

Alhamdulillah, Puji syukur penulis haturkan ke hadirat Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat, hidayah dan karunia-Nya, sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis, Karakterisasi dan Uji Stabilitas Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat”. Sholawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang menjadi suri tauladan umat-Nya.

Dalam penyusunan skripsi ini, baik pada saat persiapan dan pelaksanaan penelitian, penulis menyadari bahwa banyak pihak yang telah memberikan kontribusi baik berupa bantuan, dukungan, bimbingan maupun kritik yang membangun. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis menyampaikan terimakasih kepada:

1. Prof. Drs. H. Akh. Minhaji, M.A, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Ibu Esti Wahyu Widowati, M.Si, M.Biotech, selaku Kepala Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
3. Ibu Imelda Fajriyati, M.Si, selaku Dosen Pembimbing Akademik.
4. Ibu Maya Rahmayanti, M.Si, selaku Dosen Pembimbing Skripsi yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikirannya serta begitu sabar memberikan bimbingan, pengarahan, serta motivasi dalam penulisan skripsi ini.
5. Dosen-dosen Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang sudah membagi ilmu yang sangat bermanfaat.

6. Bapak A. Wijayanto, S.Si., Bapak Indra Nafiyanto, S.Si., dan Ibu Isni Gustanti, S.Si. selaku PLP Laboratorium Kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah memberikan pengarahan dan dorongan selama melakukan penelitian.
7. Kedua orang tuaku Bapak Amit Osbar dan Ibu Sumiasih tercinta yang telah mendidik, mendoakan dan memberi dukungan baik moral maupun material. Kakak-kakak dan iparku (Cahya Ramdhani, Deddy Nur Adha, Rudi Cahya Surya, Gundar Abdillah, Teh Iis, Teh Khusnul, Teh Eneng, Fitri), Adik-adikku (Windu Lasmita Dewi, Sri Lisdiawati dan Muhammad Aldi) kalianlah sumber inspirasi dan motivasiku, dan semua keluarga besarku tersayang yang selalu mendoakan penulis serta memberikan dorongan baik moril maupun materil yang tidak ternilai harganya.
8. Zahra Istiqomah yang selalu setia memberikan semangat, motivasi, kasih sayang serta tak pernah bosan mengingatkan ketika ku salah.
9. Sahabat-sahabat seperjuangan Hilmi Hamidi, Lingga Binagara, Wasis, Maigy Adhitasari, Ayu Nala, Ihya Ulumudin, Nur Anitaningsih, Fitriade Bere, Syafii Lawang, Miftah Rifai, Riana Sulistia, Danang Prasetio, Agustina B.W, Retno D. Astuti, Devi Susanti, Nur Multiawati, Irpan Purnama dan berbagai pihak baik dari Kimia 2008 dan lainnya yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu, kalian tidak akan terlupakan.
10. Sahabat-sahabat seperjuanganku Helium dan Warga PMII Fakultas Sains dan Teknologi.
11. Saudara-saudaraku penghuni Wisma Ibnu Atmojo Fahrur,Wasis, Jimi, Wisnu, Fajar, Syaiful, Faiq, Anggun, Tarman, Mumu, Dede, dan Cahyo terima kasih atas canda tawa setiap harinya.

12. Segenap pihak yang telah membantu penulis dari pembuatan proposal, penelitian, sampai penulisan skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga segala bantuan, bimbingan dan motivasi yang telah diberikan akan tergantikan oleh balasan pahala dari Allah SWT. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua.

Yogyakarta, 15 Juni 2013

Penulis

## DAFTAR ISI

**Halaman**

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	i
<b>SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR .....</b>	ii
<b>NOTA DINAS KONSULTAN .....</b>	iii
<b>SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI .....</b>	v
<b>PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR .....</b>	vi
<b>HALAMAN MOTTO .....</b>	vii
<b>PERSEMBAHAN .....</b>	viii
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	ix
<b>DAFTAR ISI.....</b>	xii
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	xv
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	xvi
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	xvii
<b>ABSTRAK .....</b>	xviii
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	1
A. Latar Belakang .....	1
B. Batasan Masalah .....	4
C. Rumusan Masalah .....	4
D. Tujuan Penelitian .....	4
E. Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI.....</b>	6
A. Tinjauan Pustaka .....	6
B. Landasan Teori.....	8
1. Magnetit .....	8
2. Sintesis Magnetit.....	11
3. Metode Kopresipitasi .....	12
4. Asam Askorbat.....	15
5. <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i> .....	16
6. Spektrofotometer Ultra Violet (UV) .....	19

7. Difraksi Sinar-X.....	22
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>24</b>
A. Waktu dan Tempat Penelitian .....	24
B. Alat dan Bahan.....	24
1. Alat Penelitian .....	24
2. Bahan Penelitian.....	24
C. Prosedur Penelitian .....	25
1. Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	25
2. Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat.....	25
a. Metode Langsung (1 Tahap) .....	25
b. Metode Tidak Langsung (2 Tahap) .....	26
1). Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	26
2). Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat .....	26
3. Uji Kemagnetan.....	27
4. Titrasi Senyawa Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat Menggunakan Larutan NaOH 0,001 M .....	27
5. Uji Stabilitas Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat .....	27
a. Pembuatan Larutan Induk Asam Askorbat (AA) 50 ppm.....	27
b. Penetapan panjang Gelombang Maksimum Asam Askorbat ...	27
c. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat .....	28
d. Uji Stabilitas Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat pada Medium pH 1-7.....	28
<b>BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>29</b>
A. Sintesis Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ).....	29
1. Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan Variasi Konsentrasi NaOH .....	29
2. Karakterisasi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	30
3. Karakterisasi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	33
B. Sintesis Magnetit Terlapisi Asam Askorbat (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat) .....	34
1. Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat dengan Metode Langsung ( Satu Tahap).....	35

2. Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam Askorbat dengan Metode Tidak Langsung ( Dua Tahap) .....	35
3. Hasil Karakterisasi Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	36
C. Uji Kemagnetan Menggunakan Medan Magnet Luar.....	38
D. Titrasi Senyawa $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam Askorbat Menggunakan Larutan NaOH 0,001 M.....	39
E. Uji Stabilitas.....	40
1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Asam Askorbat .....	40
2. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat .....	41
3. Uji Stabilitas $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam Askorbat.....	42
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	45
A. Kesimpulan .....	45
B. Saran .....	45
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	46
<b>LAMPIRAN</b> .....	50

## **DAFTAR GAMBAR**

Gambar 2.1 Struktur spinel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	10
Gambar 2.2 Sistem Kesetimbangan Fe dengan Variasi pH .....	14
Gambar 2.3 Struktur asam askorbat.....	16
Gambar 2.4 Bagan instrument UV.....	20
Gambar 2.5 Prinsip kerja XRD .....	22
Gambar 4.1 Spektra IR Hasil Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan Perbandingan Konsentrasi NaOH (A) 1 M (B) 2M (C) 3 M dengan Temperatur 60°C.....	31
Gambar 4.2 Hasil XRD Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (A) Standard dan (B) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan [Fe <sup>3+</sup> ]/[Fe <sup>2+</sup> ]=1,1:1.....	33
Gambar 4.3 Spektra IR (A) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat Metode Langsung T=25°C (B) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat Metode Tidak Langsung T=60°C dan (C) Asam Askorbat Standar.....	37
Gambar 4.4 Padatan Hasil Sintesis Saat Didekatkan dengan Medan Magnet Luar.....	39
Gambar 4.5 Kurva Hubungan Antara mL NaOH 0,001 M Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat: Metode Langsung (A) dan Metode Tidak Langsung (B) .....	40
Gambar 4.6 Kurva Hubungan Antara pH Larutan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat vs Konsentrasi Asam Askorbat .....	43

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Jenis-jenis Oksida Besi Berdasarkan Komposisi Penyusunnya .....	9
Tabel 2.2 Beberapa Pita Absorpsi Inframerah .....	18
Tabel 2.3 JCPDS untuk Oksida Besi Magnetit.....	23
Tabel 4.1 Data Hasil Sintesis dengan berbagai konsentrasi NaOH .....	30
Tabel 4.2 Data Hasil IR Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat Metode Langsung dan Metode Tidak Langsung .....	38
Tabel 4.3 Data Hasil Kurva kalibrasi Standar Asam Askorbat.....	42
Tabel 4.4 Data Hasil Perhitungan Konsentrasi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Asam Askorbat Menggunakan Hukum Lambert-Beer .....	43

## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1: Perhitungan Rendemen .....	50
Lampiran 2: Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pada Berbagai pH .....	51
Lampiran 3: Perhitungan Konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam Askorbat.....	54
Lampiran 4: Titrasi Menggunakan NaOH 0,01 M pada $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam Askorbat ..	55
Lampiran 5: Difraktogram Sinar-X $\text{Fe}_3\text{O}_4$ Standar.....	57
Lampiran 6: Difraktogram Sinar-X $\text{Fe}_3\text{O}_4$ $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] = 1,1:1$ $T=60^\circ\text{C}$ NaOH 2 M.....	60
Lampiran 7: Spektrum IR $\text{Fe}_3\text{O}_4$ $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] = 1,1:1$ $T=60^\circ\text{C}$ NaOH 1 M.....	65
Lampiran 8: Spektrum IR $\text{Fe}_3\text{O}_4$ $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] = 1,1:1$ $T=60^\circ\text{C}$ NaOH 2 M.....	66
Lampiran 9: Spektrum IR $\text{Fe}_3\text{O}_4$ $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] = 1,1:1$ $T=60^\circ\text{C}$ NaOH 3 M.....	67
Lampiran 10: Spektrum IR $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam Askorbat Metode Langsung (Satu Tahap) $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] = 1,1:1$ $T=60^\circ\text{C}$ NaOH 2 M .....	68
Lampiran 11: Spektrum IR $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam Askorbat Metode Tidak Langsung (Dua Tahap) $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] = 1,1:1$ $T=60^\circ\text{C}$ NaOH 2 M .....	69
Lampiran 12: Spektrum IR Asam Askorbat Standar .....	70

## ABSTRAK

### SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI STABILITAS $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -ASAM ASKORBAT

Oleh:  
Guliston Abdillah  
08630023

Pembimbing:  
Maya Rahmayanti, M.Si  
NIP 19810627 200604 2 003

Telah dilakukan sintesis magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) menggunakan metode kopresipitasi dan sintesis magnetit terlapisi asam askorbat ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam askorbat) dengan metode langsung (satu tahap) dan metode tidak langsung (dua tahap). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui stabilitas  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam askorbat pada berbagai pH.

Parameter kondisi yang diteliti pada sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  adalah perbandingan konsentrasi NaOH 1 M, 2 M dan 3 M. Metode yang digunakan pada sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam askorbat adalah metode langsung dan metode tidak langsung. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, *X-Ray Diffraction (XRD)* dan Spektrofotometer UV.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang disintesis dengan berbagai variasi konsentrasi NaOH tidak memberikan pengaruh yang signifikan. Rendemen maksimal yang diperoleh 99,53% pada temperatur 60 °C dengan konsentrasi NaOH 2 M sementara karakterisasi terbaik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam askorbat diperoleh melalui metode langsung ditunjukkan dengan hasil spektrum IR yang baik. Hasil uji stabilitas  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam askorbat pada rentang pH 1-7 menunjukkan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Asam askorbat cukup stabil pada rentang pH 2-7 dan tidak stabil pada pH 1.

Kata kunci: *sintesis magnetit, kopresipitasi, asam askorbat, uji stabilitas*

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **A. Latar Belakang**

Beberapa tahun terakhir ini magnetit telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, diantaranya sebagai penyimpan informasi dengan densitas yang tinggi (*high-density data storage*), pembentukan gambar dengan resonansi magnetik (MRI), sistem pengiriman untuk obat-obatan, kosmetik, pewarna, tinta serta berperan dalam berbagai proses pemisahan, termasuk adsorpsi (Horak *et al*, 2007). Magnetit juga diaplikasikan sebagai pelapis untuk mencegah korosi lanjut pada pembuatan baja dan sangat potensial untuk dijadikan adsorben logam-logam berat (Van Vlack, 1995).

$\text{Fe}_3\text{O}_4$  merupakan salah satu fase dari oksida besi yang merupakan salah satu mineral dalam tanah, bersifat amfoter dan memiliki daya serap yang tinggi. Selain  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , oksida besi memiliki beberapa fase lainnya, yaitu maghemit ( $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), hematit ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan goetit ( $\text{FeO(OH)}$ ). Hanya magnetit dan maghemit yang bersifat magnet. Senyawa magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ( $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ), berwarna hitam dengan struktur berbentuk inversi spinel dan mengandung ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  (Horak *et al*, 2007). Warna hasil sintesis magnetit adalah hitam dan untuk maghemit berwarna coklat tua (Schwertmann dan Cornell, 2000).

Sintesis senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , pada umumnya menggunakan metode fasa cair, metode ini relatif murah, reaksi berlangsung cepat dan menawarkan hasil yang memadai (Teja, 2009). Berbagai metode fasa cair antara lain, kopresipitasi, sintesis hidrotermal, metode prekusor sitrat, metode keramik gelas, dan proses

sol gel (Costaa, A. C. F. M, 2003). Dalam penelitian ini metode yang akan digunakan adalah metode kopresipitasi. Metode ini dinilai lebih cocok karena lebih mudah untuk dilakukan, bahan-bahan dan cara kerja yang digunakan juga lebih sederhana. Kelebihan dari metode ini adalah prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif singkat.

Penelitian tentang sintesis magnetit telah banyak dilakukan dengan berbagai metode seperti sonoelektrokimia (Cabrera *et al*, 2009), kopresipitasi dengan menggunakan Fe (III) dan Fe (II) garam klorida dan asam salisilat (Unal *et al*, 2009) dan metode sol-gel (Sugimoto *et al*, 1980). Metode sol-gel lebih unggul dalam hal mengontrol ukuran dan komposisi kimiawi magnetit yang dihasilkan dalam ukuran nanopartikel (Sugimoto *et al*, 1980). Namun di sisi lain cara sol-gel biasanya menggunakan reaktan alkoksida yang harganya relatif mahal, suhu kalsinasi tinggi dan waktu sintesis yang panjang.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mensintesis dan mengkaji kestabilan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat. Kestabilan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat dikaji pada berbagai variasi pH. Parameter yang digunakan dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi NaOH.

Tujuan jangka panjang dari penelitian ini adalah menghasilkan adsorben untuk *recovery emas* dari limbah elektronik. Untuk itu penelitian ini dirancang dengan cara melapisi magnetit menggunakan asam askorbat ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat). Senyawa organik seperti asam askorbat merupakan pendekatan yang menjanjikan dan penting dalam perkembangan *recovery emas*.

Santosa *et al*, (2011) menunjukkan bahwa gugus karboksilat (-COOH) dan hidroksi (-OH) pada asam humat memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi dan mereduksi  $\text{AuCl}_4^-$ . Interaksi antara gugus karboksilat dengan senyawa humin terjadi melalui pembentukan ikatan hidrogen dan reduksi Au(III) menjadi Au(0), proses ini terjadi karena adanya gugus hidroksi. Kekurangan pada penelitian tersebut terletak pada kegunaan adsorben itu sendiri, dimana adsorben tersebut tidak dapat digunakan berulang-ulang (*reuse*).

Berdasarkan keberhasilan penelitian sebelumnya, penelitian ini dilakukan untuk menghasilkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat yang dapat digunakan sebagai adsorben sekaligus sebagai reduktor yang dapat digunakan kembali (*reuse*). Asam askorbat merupakan senyawa organik yang memiliki hidroksi (-OH) yang diharapkan dapat mereduksi Au(III) menjadi Au(0). Proses pemisahan Au (0) dari adsorben akan dilakukan melalui metode ekstraksi fasa padat menggunakan medan magnet luar, sehingga adsorben akan ditarik oleh medan magnet luar dan akan dihasilkan Au murni.

Stabilitas  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat dikaji pada variasi pH 1-7. Uji stabilitas ini dilakukan untuk mendapatkan kondisi pH adsorben-reduktor  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat yang terbaik saat diaplikasikan dan untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh pH terhadap kestabilan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat.

## B. Batasan Masalah

Agar penelitian ini tidak meluas dalam pembahasannya, maka diambil pembatasan masalah sebagai berikut :

1. Metode yang digunakan dalam sintesis magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) adalah metode kopresipitasi.
2. Metode yang digunakan dalam sintesis magnetit terlapis asam askorbat ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat) adalah metode langsung (1 tahap) dan metode tidak langsung (2 tahap).
3. Parameter kondisi reaksi sintesis magnetit yang akan diteliti adalah konsentrasi larutan NaOH.
4. Uji stabilitas  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat dibatasi pada rentang pH 1-7.

## C. Rumusan Masalah

Dari uraian di atas, dapat dibuat rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi larutan NaOH terhadap karakteristik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan?
2. Bagaimana karakteristik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat yang dihasilkan pada metode langsung dan metode tidak langsung?
3. Bagaimana kestabilan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat pada berbagai variasi pH?

## D. Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah di atas, maka tujuan penelitian ini adalah:

1. Mempelajari pengaruh variasi konsentrasi larutan NaOH terhadap karakter  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan.

2. Mengetahui karakteristik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat yang dihasilkan pada metode langsung dan metode tidak langsung.
3. Mengetahui kestabilan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat pada berbagai variasi pH.

#### **E. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan beberapa manfaat diantaranya:

1. Memberikan informasi tentang stabilitas  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam askorbat pada variasi pH.
2. Menambah ilmu pengetahuan dalam ilmu pengetahuan kimia khususnya dalam kimia material.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Karakter senyawa magnetit ( $Fe_3O_4$ ) yang dihasilkan tidak menunjukkan adanya perubahan yang signifikan pada spektra IR  $Fe_3O_4$ , hal ini menunjukkan bahwa hasil sintesis  $Fe_3O_4$  tidak dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH.
2. Karakter terbaik senyawa magnetit terlapis asam askorbat ( $Fe_3O_4$ -asam askorbat) diperoleh melalui metode langsung yang ditunjukkan dengan hasil spektrum IR yang baik.
3. Hasil uji stabilitas  $Fe_3O_4$ -asam askorbat pada pH 1-7 menunjukkan bahwa  $Fe_3O_4$ - asam askorbat cukup stabil pada rentang pH 2-7 dan tidak stabil pada pH 1.

#### **B. Saran**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, hal yang perlu dilakukan untuk menyempurnakan penelitian ini adalah:

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh pH diatas pH 7 terhadap stabilitas  $Fe_3O_4$ -asam askorbat dan parameter lainnya selain pH.
2. Perlu dilakukan pelapisan magnetit menggunakan senyawa-senyawa organik yang lain khususnya yang mempunyai gugus hidroksi.

## DAFTAR PUSTAKA

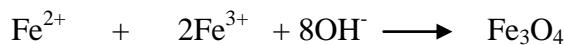
- Agustaf, H. 2012. *Preparasi, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Katalis CoMo/ZnO pada Konversi Etanol Menggunakan Metode Steam Reforming*. Skripsi S1. FMIPA. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- Arisandi, Dhesi Mia (2007). *Pengaruh Pemanasan dan Jenis Surfaktan Pada Sifat Magnetik Ferofluida Berbahan Dasar Pasir Besi*. Tugas Akhir, Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Surabaya.
- Balakrishnan, S., et al. 2005. *Dendrite-like Self Assembly of Magnetite Nanoparticles on Porous Silica*.
- Cabrera, L., Gutierrez, S., Menendez, N., Morales, M.P., Herrasti, P. (2008). “Magnetite nanoparticles: electrochemical synthesis and characterization”. *Electrochimica Acta*. 53: 3436-3441
- Costaa, A. C. F. M, dkk. (2003). Synthesis, Microstructure and Magnetic Properties Of Ni-Zn Ferrites, *Journal of Magenetism and Magnetic Materials* 256 : 174-182.
- Cotton, F.A dan Wilkinson. G. 1989. *Kimia anorganik dasar*, alih bahasa oleh Sokarto. S. UI Press. Jakarta.
- Dang, F., N. Enomoto., J. Hojo., and K. Enpuku. 2010. Sonochemical Coating of Magnetite Nanoparticles with Silica. *Ultrasonic Sonochemistry*. 17: 193-199.
- Day, Jr. R.A. dan Underwood, A.L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Diantoro, Yimi, ST. 2010. *Emas Investasi dan Pengolahannya*. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- El-kharrag, Rkia et al. 2011. Low Temperature Synthesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles. *J Ceramint*. 2011.01.052.
- Fajaroh, F.; Setyawan, H., Winardi, S., Widiyastuti (2009a) “Sintesis Nanopartikel Magnetite dengan Metode Elektrokimia Sederhana”, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi* Edisi Khusus. 2009.
- Gupta, A.K., M. Gupta. 2005. Synthesis and Surface Engineering of Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Applications. *J. Biomater*. 26. 3995-4021.
- Hamidi, H. 2013. *Sintesis, Karakterisasi dan Uji Stabilitas Magnetit Terlapisi Asam Salisilat ( $Fe_3O_4@AS$ )*. Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Yogyakarta.

- Horak, D., et al. (2007). Review: Preparation and properties of magnetic nano- and microsized particles for biological and environmental separations. *J. Sep. Sci.*, 30: 1751-1772.
- Kagel, R.D., and Nyquist, R.A. 1971. *Infrared Spectra of Inorganic Compound*, Volume 4. London: Academic Press Inc.
- Kartini, I., 1994. *Kajian Pengambilan Cr (III) dengan Menggunakan Koagulan dan Kombinasi Koagulan-Flokulan*. Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Kim DO, Lee KW, Lee HJ, Lee CY. 2002. Vitamin C equivalent antioxidant capacity (VCEAC) of phenolic phytochemicals. *J Agric Food Chem* 50(13):3713–17.
- Kim, D.K., Kikhaylova, M., Zhang, Y., and Muhammed, M. 2003. “Protective Coating of Superparamagnetic iron Oxide nanoparticles”. *Chem Mater*, 15, 1617-1627.
- Khopkar, S.M. 2007. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI Press. Jakarta.
- Klotz, M., Ayral, A., Guizard, C., Menager, C., and Cobail, V. 1999. “Silica Coating on Colloidal Maghemite Particle”. *Journal of Colloidal and Interface Sci.* 220. 357-361.
- Lee, J.D. 1993. *Concise inorganic chemistry*, 4rd Ed. Chapman and Hall London.
- Li, Tiefu, Deng, Y., Song, x., Jin, Z., and Zhang, Y. 2003. “The Formation of Magnetite Nanoparticle in Ordered System of the Soybean Lechitin”. *Bull. Korean Chem.Soc* 2003. 24.958-960.
- Lia Kurnia Sholihah. 2010. *Sintesis dan karakteristik partikel nano fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang berasal dari Pasir besi dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> bahan komersial (Aldrich)*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Liese, H.C. 1967. “An Infrared Absorption Analysis of Magnetite”. Am.Miner. Volume 52. 1198-1205.
- Liong, Sylvia (2005). *A Multifunctional Approach to Development, Fabrication, and Characterizations of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Composite*. Disertasi, Gorgia Institut of Technologi.  
[http://smartech.gatech.edu/bitstream/1853/7640/1/liong\\_silvia\\_200512\\_phd.pdf](http://smartech.gatech.edu/bitstream/1853/7640/1/liong_silvia_200512_phd.pdf)
- Moskowitz, Bruce M. (1991). *Classes of Magnetic Materials*.  
[http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m\\_b/hg2m\\_b.html](http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m_b/hg2m_b.html)
- Muzakir, Muhammad. 2005. *Sintesis Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dan kajian Adsorpsinya terhadap Ion Cr (III)*. Skripsi. FMIPA. UGM. Yogyakarta.

- Peak, D., Ford, R.G., dan Sparts, D.L. 1999. An in Situ ATR-FTIR Investigation of Surfate Bonding Mechanism of Goethit. *Journal of Colloid and Interface Sci.* 215. 190-192.
- Pertiwi, D. 2007. *Sintesis magnetit dengan Metode Kopresipitasi serta Kajian kelayakan Adsorpsinya terhadap Cr(III)*. Skripsi S1. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- Rahmawati M. 2011. Sintesis Partikel Magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Dengan Metoda Presipitasi, *Mulawarman Scientific*, Volume 10. Nomor 2. Oktober 2011 ISSN 1412-498X.
- Roberge, P.R. *Handbook of Corrosion Engineering*. 2000. New York: McGraw-Hill.
- Rusdiarso, Bambang, *Jurnal: Berkala MIPA* vol. 17 (2): Studi Ekstraksi Pelarut Emas (III) dalam larutan Konsetrat Tembaga Pt Freeport dengan Metylantin. Yogyakarta; FMIPA UGM. 2007.
- Santosa, S. J., Sudiono, S. S., Siswanta, D., Kunarti, E. S., Dewi, S. R. 2011. *Mechanism of  $\text{AuCl}_4^-$  Removal from Aqueous Solution by Menas of Peat Soil Humin*. Paper in Press: ads. Science and Technology 29 (8).
- Sastrohamidjojo, H. 1991. *Spektroskopi Inframerah*. cetakan pertama. Liberty. Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, H. 2007. *Spektroskopi*. Edisi ketiga. Liberty. Yogyakarta.
- Schwertmann, U., and Taylor, R.M. 1989. Iron Oxides In Minerals In Soil Environments, 2<sup>nd</sup> Ed., J.B. Dixon and S.B Weed, eds., *Soil Science Society of America*, Madison, Wisconsin, USA.
- Schwertmann, U., R.M. Connell. 2000. *Iron Oxides in the Laboratory: Preparation and Characterization*. New York: John Wiley & Sons. Inc.
- Shao, D., K. Xu., X. Song., J. Hu., W. Yang., and C. Wang. 2009. Effective Adsorption and Separation of Lysozyme with PAA-modified  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{Silica}$  Core-Shell Microsphere. *Journal of Colloid and Interface Science*. 336: 526-532.
- Shevla, G, pH. D, D.Sc, R.R.I.C. 1985. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimakro*, edisi ke lima. Alih bahasa: Setiono dan Pudjaatmaka. Jakarta: Kalman Media Pustaka.
- Shishehbore, M. Reza., Abbas Afkhami, dan Hasan Bagheri. 2007. Salicylic Acid Functionalized Silica-Coated Magnetite Nanoparticles for Solid Phase Extraction and Preconcentration of Some Heavy Metal Ions from Various

- Real Samples. *Chemistry Central Journal* 2011. 5:41. doi: 10.1186/1752-153x-5-41.
- Sugimoto, T., E. Matijevic. 1980. Formation of Uniform Spherical Magnetite Particles by Crystallization from Ferrous Hydroxide Gels. *J. Coll. Inter. Sci.*, 74, 227-243.
- Susanti, B. A. 2000. *Pengaruh pH dalam Sintesis Magnetit dengan Menggunakan Kalium Nitrat sebagai Elektrolit pendukung*. Skripsi. FMIPA. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- Suyanta dan kartini, I. 1999. *Kajian Pengaruh pH dalam Pembuatan Sol Magnetit Adsorben Logam*. Laporan penelitian M.A.K. 5250 Anggaran Rutin UGM, Yogyakarta.
- Tan, K.H., 1991. *Dasar-Dasar Kimia Tanah*. Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Teja, Amyn S. and Koh, Pei Yoong, “Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles”, *Progreses in Crystal Growth and Characterization of Materials*, xx: 1-24. 2008.
- Timuda, GE. 2009. *Sintesis nanopartikel TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sonokimia untuk Aplikasi Sel Surya Tersensitasi Dye Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Manggis dan Plum sebagai Photosensitizer*. Tesis. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Institut Pertanian Bogor.
- Turker. A.R., 2007. New sorbents for solid-phase extraction for metal enrichment. *Clean* 2007. 35:548-557
- Unal, B. *et.al.* 2010. “Synthesis, Conductivity and dielectric characterization of salicylic acid-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposite”. *Journal Elsevier: Materials Chemistry and Physics*, 123: 184-190.
- Van Vlack, L.H. 1995. *Ilmu dan Teknologi Bahan* (diterjemahkan oleh Djaprie, S. Edisi 5. Jakarta: Penerbit UI-Press.
- Vogel, A. I. 1979. *Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*. 5<sup>th</sup> ed. London: Longman. Inc.
- West, A.R. 1984. *Solid State Chemistry and its Application*. New York: John Willey and Sons, Ltd. Widjtowicz, A., A.
- Willard, H. H., Merrit, L; L., and Settle Jr, F. A. 1989. *Instrumental Methods of Analysis*. Wadsworth Publishing Company,'California.

Lampiran 1: Perhitungan Rendemen



Mula-mula:	0,011 mol	0,0121 mol	
Bereaksi	0,00055 mol	0,0121 mol	0,00055 mol
Sisa	0,00055 mol	0	0,00055 mol

$$\text{Berat teoritis} = \text{mol Fe}_3\text{O}_4 \times \text{Mr Fe}_3\text{O}_4$$

$$= 0,0005 \text{ mol} \times 232$$

$$= 1,276$$

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat percobaan}}{\text{Berat teoritis}} \times 100\%$$

1. Rendemen hasil sintesis dengan konsentrasi NaOH 1 M

$$\frac{1,23}{1,276} \times 100\% = 96,39\%$$

2. Rendemen hasil sintesis dengan konsentrasi NaOH 2 M

$$\frac{1,27}{1,276} \times 100\% = 99,53\%$$

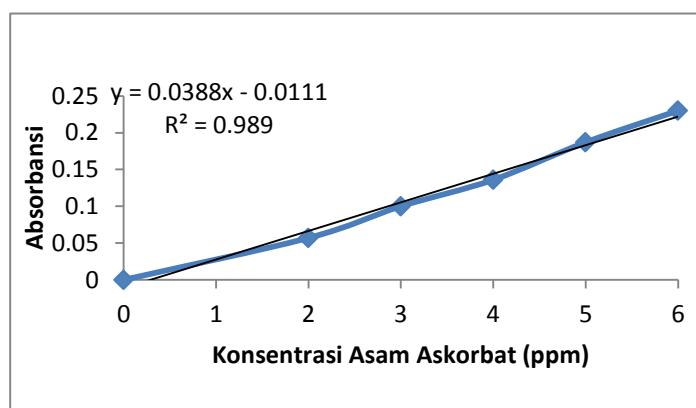
3. Rendemen hasil sintesis dengan konsentrasi NaOH 3 M

$$\frac{1,23}{1,276} \times 100\% = 96,39\%$$

Lampiran 2: Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pada Berbagai pH

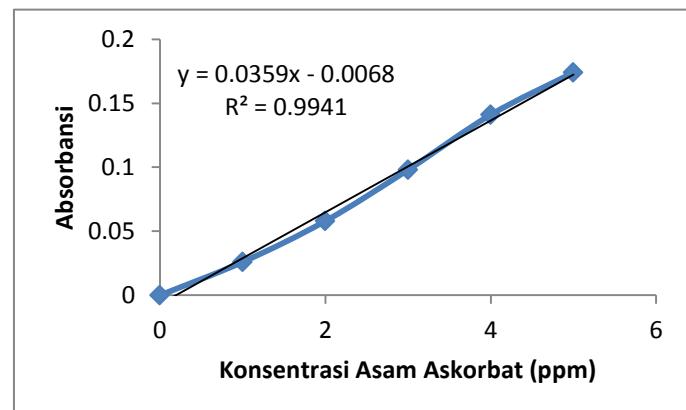
1. Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pH 1 ( $\lambda_{\text{maks}} = 242 \text{ nm}$ )

konsentrasi	Absorbansi
0	0
2	0.057
3	0.1
4	0.136
5	0.187
6	0.23



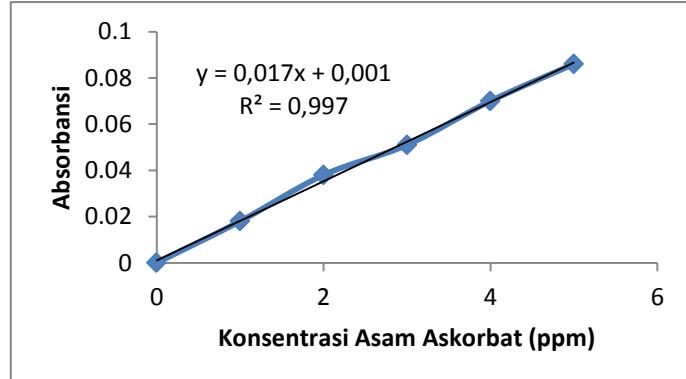
2. Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pH 2 ( $\lambda_{\text{maks}} = 244 \text{ nm}$ )

konsentrasi	Absorbansi
0	0
1	0.026
2	0.058
3	0.098
4	0.141
5	0.174



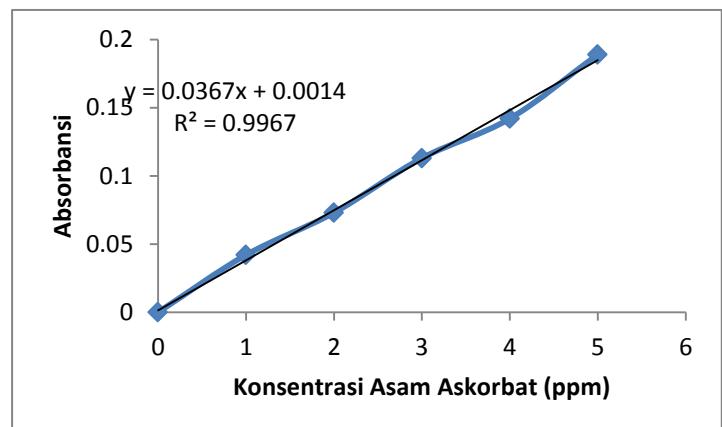
3. Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pH 3 ( $\lambda_{\text{maks}} = 245.5 \text{ nm}$ )

konsentrasi	Absorbansi
0	0
1	0.018
2	0.038
3	0.051
4	0.07
5	0.086



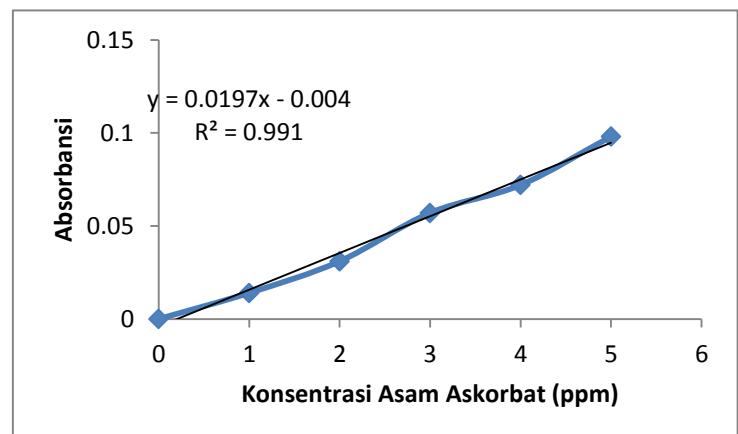
4. Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pH 4 ( $\lambda_{\text{maks}} = 260 \text{ nm}$ )

Konsentrasi	Absorbansi
0	0
1	0.042
2	0.073
3	0.113
4	0.142
5	0.189



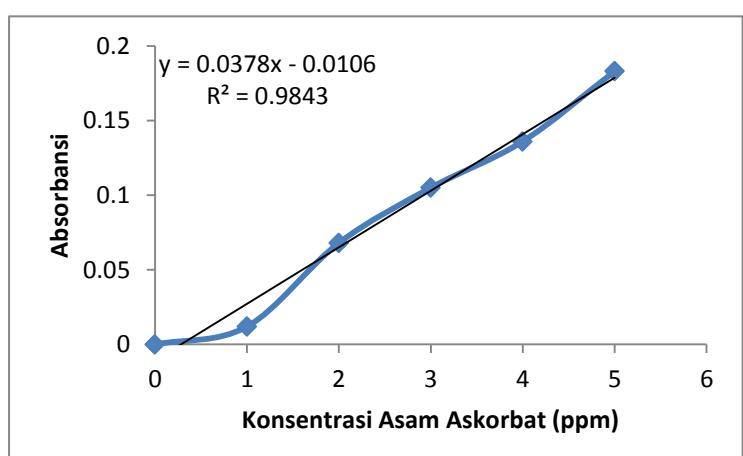
5. Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pH 5 ( $\lambda_{\text{maks}} = 265 \text{ nm}$ )

Konsentrasi	Absorbansi
0	0
1	0.014
2	0.031
3	0.057
4	0.072
5	0.098



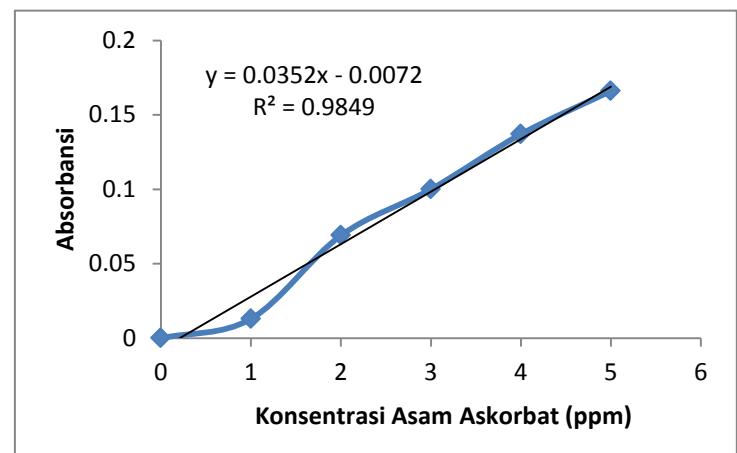
6. Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pH 6 ( $\lambda_{\text{maks}} = 266 \text{ nm}$ )

Konsentrasi	Absorbansi
0	0
1	0.012
2	0.068
3	0.105
4	0.136
5	0.183



7. Kurva Kalibrasi Standar Asam Askorbat pH 7 ( $\lambda_{\text{maks}} = 266.5 \text{ nm}$ )

konsentrasi	Absorbansi
0	0
1	0.013
2	0.069
3	0.1
4	0.137
5	0.166



### Lampiran 3: Perhitungan Konsentrasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat

Untuk menghitung konsentrasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat digunakan Hukum

Lambert Beer sebagai berikut:

Menghitung konsentrasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat dengan kurva kalibrasi pH 1

$$A = a \cdot b \cdot c$$

$$A = 0,038x[c] - 0,011$$

$$[c] = \frac{A + 0,011}{0,038}$$

$$[c] = \frac{0,196 + 0,011}{0,038}$$

$$[c] = 5,447 \text{ ppm}$$

dengan:

A = Absorbansi larutan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-AA

a = Absorptivitas molar larutan

b = Tebal kuvet

c = Konsentrasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-AA (ppm)

Hasil Perhitungan Konsentrasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>- Asam Askorbat Menggunakan Hukum

Lambert Beer

Absorbansi	Konsentrasi	pH
0,196	5,447	1
0,072	2,229	2
0,044	2,529	3
0,048	1,306	4
0,039	2,263	5
0,044	1,460	6
0,021	0,8	7

**Lampiran 4: Titrasi Menggunakan NaOH 0,001 M pada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat****1. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat Satu Tahap**

<b>mL NaOH 0,001 M</b>	<b>pH Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>- Asam Askorbat</b>
0	4.41
0.1	4.607
0.2	4.755
0.3	4.955
0.4	5.181
0.5	5.311
0.6	5.481
0.7	5.737
0.8	5.821
0.9	5.925
1	6.611
2	8.75
3	9.248
4	9.438
5	9.643
6	9.818
7	9.933
8	10.055
9	10.122
10	10.209

## Lanjutan Lampiran 4

### 2. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat Dua Tahap

<b>mL NaOH 0,01 M</b>	<b>pH Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat</b>
0	5.642
0.05	5.689
0.1	5.716
0.15	5.962
0.2	6.111
0.3	6.968
0.4	7.027
0.5	7.485
0.6	7.683
0.7	7.771
0.8	8.022
0.9	8.121
1	8.243
2	9.044
3	9.423
4	9.631
5	9.788
6	9.926
7	10.021
8	10.091
9	10.159
10	10.208

### Lampiran 5: Difraktogram Sinar-X Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Standar

```
*** Basic Data Process ***

Name : Data 2012
Name : Prof Nuryono-3
Name : Prof Nuryono-3.PKR
e Name : Fe3O4 std
nt : Fe3O4 std

longest 3 peaks
peak 2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity Integrated I
no.   (deg)       (Å)          (deg)      (Counts)   (Counts)
32    35.4822    2.52792   100     0.26490     957      13490
53    62.6200    1.48229   34      0.36000     326      6050
25    30.1286    2.96380   29      0.27270     277      4423

.k Data List
peak 2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity Integrated I
no.   (deg)       (Å)          (deg)      (Counts)   (Counts)
1     15.2465    5.80663   3       0.33810     31       1138
2     16.5404    5.35520   5       0.42580     47       1267
3     16.9975    5.21220   3       0.15500     29       294
4     17.5266    5.05603   4       0.33330     35       771
5     18.2900    4.84668   10      0.27820     94       1467
6     18.9466    4.68017   4       0.30670     38       545
7     19.4400    4.156248   4       0.60000     35       716
8     19.7600    4.48931   4       0.36000     43       564
9     20.1600    4.40113   4       0.28000     34       634
10    21.0650    4.21405   4       0.41000     37       949
11    21.5400    4.12218   5       0.38460     44       559
12    21.7200    4.08843   5       0.44000     44       618
13    22.3200    3.97986   3       0.50000     29       1013
14    23.1190    3.84409   4       0.37800     43       744
15    23.4791    3.78594   4       0.23820     34       376
16    24.0000    3.70494   4       0.44000     36       987
17    24.9005    3.57296   4       0.30110     40       705
18    25.2458    3.52486   4       0.28170     34       452
19    25.7985    3.45059   4       0.38700     34       699
20    26.4071    3.37243   4       0.29430     34       464
21    27.1710    3.27932   10      0.32600     91       1659
22    27.8171    3.20460   4       0.37150     40       816
23    28.4483    3.13492   4       0.25670     35       532
24    29.3120    3.04448   4       0.26400     37       733
25    30.1286    2.96380   29      0.27270     277      4423
26    30.6600    2.91363   5       0.11340     49       577
27    31.5562    2.83290   4       0.13640     43       476
28    31.9487    2.79898   27      0.23860     261      3223
29    32.3607    2.76428   5       0.23850     45       672
30    34.0439    2.63136   4       0.18780     42       602
31    34.8355    2.57336   3       0.11900     30       338
32    35.4822    2.52792   100     0.26490     957      13490
33    35.9400    2.49677   6       0.15500     53       708
34    36.1195    2.48477   4       0.13240     38       470
35    37.1210    2.42000   7       0.26200     66       1215
36    38.2392    2.35177   3       0.16730     33       547
37    38.7733    2.32059   8       0.26330     74       1093
38    39.3628    2.28718   3       0.19430     30       476
39    40.1642    2.24338   3       0.09650     32       208
40    43.1267    2.09588   22      0.30880     206      3758
41    47.1410    1.92634   3       0.23210     29       462
42    47.7266    1.90406   4       0.12960     36       400
43    51.0863    1.78645   9       0.23270     86       1318
44    53.5208    1.71079   12      0.24600     111      1712
45    53.9408    1.69845   3       0.22830     32       408
46    54.4114    1.68487   4       0.17710     42       376
47    55.0371    1.66719   4       0.21920     35       472
```

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
48	55.2753	1.66056	3	0.22070	33	290
49	55.6676	1.64979	5	0.19060	44	412
50	55.9974	1.64085	14	0.24520	133	1907
51	57.0155	1.61395	26	0.32890	246	3619
52	57.2600	1.60763	8	0.21780	73	1200
53	62.6200	1.48229	34	0.36000	326	6050
54	63.1977	1.47013	4	0.18960	39	487
55	65.8225	1.41771	4	0.16500	34	311
56	66.8882	1.39769	4	0.18360	34	440
57	71.1221	1.32452	5	0.20920	52	819
58	71.4919	1.31857	3	0.13040	31	188
59	74.1096	1.27834	9	0.29200	82	1494
60	75.0567	1.26454	3	0.18150	33	356
61	75.5096	1.25808	5	0.18430	46	530
62	78.9364	1.21183	3	0.22710	31	440
63	79.3066	1.20710	3	0.30670	29	474
64	80.2448	1.19533	4	0.20380	36	524
65	81.6233	1.17860	4	0.20670	37	554
66	84.7620	1.14278	4	0.17600	36	585
67	86.7525	1.12160	4	0.18500	35	388
68	89.5800	1.09338	7	0.35660	69	1360
69	89.8400	1.09089	5	0.00000	46	0

## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

```

# Data Information
Group Name : Data 2012
Data Name  : Prof Nuryono-3
File Name  : Prof Nuryono-3.RAW
Sample Name : Fe3O4 std
Comment    : Fe3O4 std
Date & Time: 07-19-12 11:14:30

# Measurement Condition
X-ray tube
  target      : Cu
  voltage     : 40.0 (kV)
  current     : 30.0 (mA)

Slits
  divergence slit : 1.00 (deg)
  scatter slit   : 1.00 (deg)
  receiving slit : 0.30 (mm)

Scanning
  drive axis    : Theta-2Theta
  scan range    : 5.0000 - 90.0000 (deg)
  scan mode     : Continuous Scan
  scan speed    : 5.0000 (deg/min)
  sampling pitch: 0.0200 (deg)
  preset time   : 0.24 (sec)

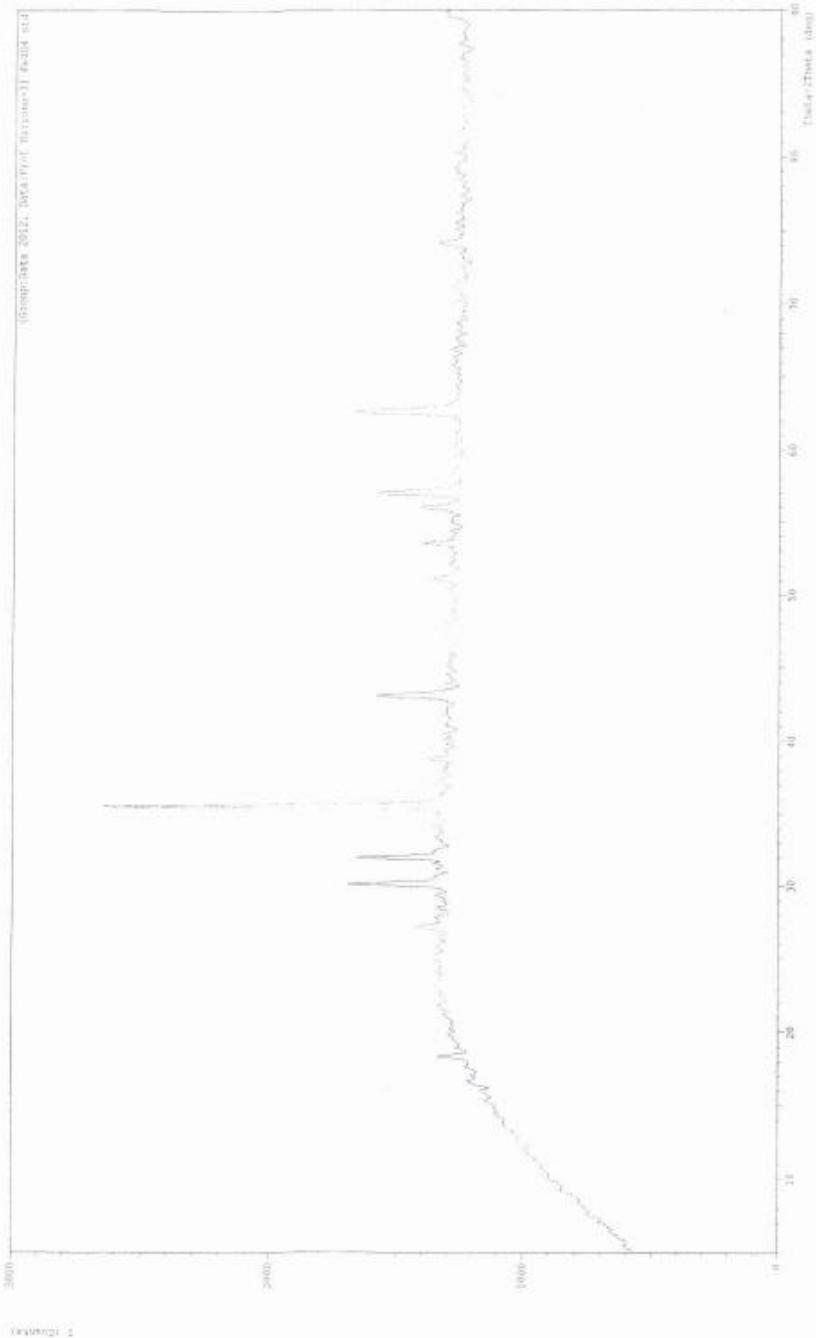
# Data Process Condition
Smoothing [ AUTO ]
  smoothing points : 21
B.G.Subtraction [ AUTO ]
  sampling points  : 27
  repeat times    : 30
Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio    : 50 (%)
Peak Search [ AUTO ]
  differential points: 15
  FWHM threshold   : 0.050 (deg)
  intensity threshold: 30 (par mil)
  FWHM ratio (n-1)/n: 2
System error Correction [ NO ]
Precise peak Correction [ NO ]

```

**Standar.**

\*\*\* MULTI\_PLOT \*\*\*

File Name : Data 2012\Prof Nuryono-3  
 Sample Name : Fe3O4 std Comment : Fe3O4 std  
 Date & Time : 07-19-12 11:14:30  
 Condition  
 X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA  
 Scan Range : 5.0000 <-> 90.0000 deg Step Size : 0.0200 deg  
 Count Time : 0.24 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



Lampiran 6: Difraktogram Sinar-X Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [Fe<sup>3+</sup>]/[Fe<sup>2+</sup>]=1,1:1 T=60°C NaOH 2 M

```
*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2012
Data Name : Maya R-4
File Name : Maya R-4.PKR
Sample Name : Magnetit (2:1) 60°
Comment : Magnetit (2:1) 60°

# Strongest 3 peaks
no. peak 2Theta d I/I1 FWHM Intensity Integrated Int
no. (deg) (A) (deg) (Counts) (Counts)
1 41 35.6025 2.51966 100 0.92500 100 4252
2 73 62.9800 1.47468 60 0.38400 60 1802
3 74 63.4566 1.46475 45 0.28670 45 758

# Peak Data List
peak 2Theta d I/I1 FWHM Intensity Integrated Int
no. (deg) (A) (deg) (Counts) (Counts)
1 3.8440 22.96733 6 0.07200 6 43
2 4.2550 20.74975 8 0.21000 8 116
3 5.3600 16.47427 8 0.23200 8 187
4 6.0566 14.58095 16 0.23330 16 194
5 6.6350 13.31111 14 0.31000 14 225
6 7.5625 11.68053 19 0.47500 19 559
7 8.3600 10.56797 21 0.70660 21 768
8 9.1000 9.71019 43 0.52000 43 1538
9 9.8400 8.98155 22 0.00000 22 0
10 10.1800 8.68233 31 0.00000 31 0
11 10.8400 8.15514 39 0.64000 39 2375
12 12.4800 7.08691 34 0.28000 34 1118
13 13.3800 6.61217 25 0.36000 25 694
14 14.1487 6.25461 27 0.45750 27 672
15 14.9800 5.90933 19 0.55200 19 769
16 16.0685 5.51139 20 0.19300 20 266
17 16.9100 5.23897 14 0.12000 14 110
18 17.8093 4.97640 12 0.12140 12 150
19 18.3400 4.83358 10 0.20000 10 210
20 18.8585 4.70184 14 0.15710 14 192
21 19.5433 4.53860 13 0.16670 13 199
22 20.0733 4.41995 13 0.10670 13 158
23 20.6280 4.30233 8 0.05600 8 53
24 21.3275 4.16277 10 0.13500 10 86
25 22.1366 4.01242 12 0.07330 12 81
26 22.2765 3.98753 12 0.06300 12 42
27 22.5400 3.94151 13 0.12000 13 126
28 23.8833 3.72278 22 0.23330 22 274
29 24.6233 3.61255 15 0.16670 15 205
30 25.3675 3.50823 15 0.21500 15 193
31 25.9791 3.42701 21 0.37170 21 542
32 26.9800 3.30210 27 0.20000 27 681
33 28.1816 3.16398 9 0.18330 9 128
34 29.0325 3.07315 11 0.20910 11 289
35 30.1130 2.96530 18 0.32600 18 508
36 30.4766 2.93074 21 0.27330 21 354
37 31.2000 2.86442 8 0.04000 8 49
38 32.2010 2.77763 25 0.18200 25 500
39 33.1620 2.69930 10 0.10000 10 69
40 34.8200 2.57447 35 0.20000 35 501
41 35.6025 2.51966 100 0.92500 100 4252
42 36.3800 2.46757 38 0.44000 38 1113
43 37.6400 2.38782 14 0.08000 14 130
44 38.2883 2.34886 21 0.27670 21 327
45 38.8050 2.31877 23 0.29000 23 602
46 39.8400 2.26088 14 0.24000 14 446
47 40.5450 2.22318 37 0.25000 37 629
```

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I <sub>1</sub>	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
48	41.0605	2.19645	12	0.11100	12	159
49	41.6852	2.16497	29	0.18380	29	363
50	43.0866	2.09774	44	0.34670	44	1568
51	44.6050	2.02979	11	0.07000	11	45
52	45.3090	1.99988	11	0.07800	11	80
53	46.3880	1.95584	18	0.12000	18	320
54	47.9833	1.89447	21	0.32670	21	630
55	48.8680	1.86223	25	0.29600	25	387
56	49.9060	1.82590	24	0.25200	24	596
57	50.8308	1.79483	32	0.24830	32	435
58	51.4883	1.77344	24	0.55000	24	749
59	52.4633	1.74275	21	0.21330	21	489
60	53.4176	1.71305	21	0.18190	21	254
61	54.0200	1.69615	15	0.28000	15	230
62	54.9866	1.66860	6	0.09330	6	68
63	55.7246	1.64824	17	0.17730	17	268
64	56.6340	1.62391	38	0.53200	38	1153
65	57.2800	1.60712	38	0.72000	38	1384
66	58.3833	1.57935	20	0.18000	20	214
67	59.0040	1.56421	20	0.19200	20	249
68	59.7655	1.54608	18	0.13900	18	139
69	60.2700	1.53434	18	0.14000	18	177
70	61.1833	1.51361	5	0.07330	5	36
71	61.8000	1.49998	29	0.29340	29	1098
72	62.4200	1.48656	40	0.00000	40	0
73	62.9800	1.47468	60	0.38400	60	1802
74	63.4566	1.46475	45	0.28670	45	758
75	64.1637	1.45030	16	0.19250	16	254
76	64.7766	1.43805	13	0.19330	13	184
77	65.4376	1.42512	23	0.18190	23	255
78	66.3950	1.40687	16	0.13000	16	155
79	67.0100	1.39545	4	0.10000	4	80
80	67.3625	1.38900	6	0.05500	6	31
81	68.1133	1.37551	14	0.25330	14	250
82	68.7766	1.36385	4	0.03330	4	9
83	69.3933	1.35323	4	0.05330	4	10
84	70.2680	1.33851	22	0.29600	22	333
85	70.8133	1.32953	16	0.17330	16	160
86	71.4286	1.31959	13	0.32930	13	221
87	71.9035	1.31203	31	0.22300	31	328
88	72.4925	1.30282	30	0.24500	30	416
89	73.9200	1.28115	22	0.20000	22	264
90	74.4183	1.27380	17	0.16330	17	146
91	75.0360	1.26484	16	0.27200	16	244
92	75.6300	1.25637	17	0.14000	17	208
93	76.3425	1.24641	16	0.15500	16	207
94	78.1364	1.22222	17	0.11720	17	117
95	78.6533	1.21548	23	0.14670	23	165
96	79.3400	1.20668	6	0.03000	6	32

```
*** Basic Data Process ***

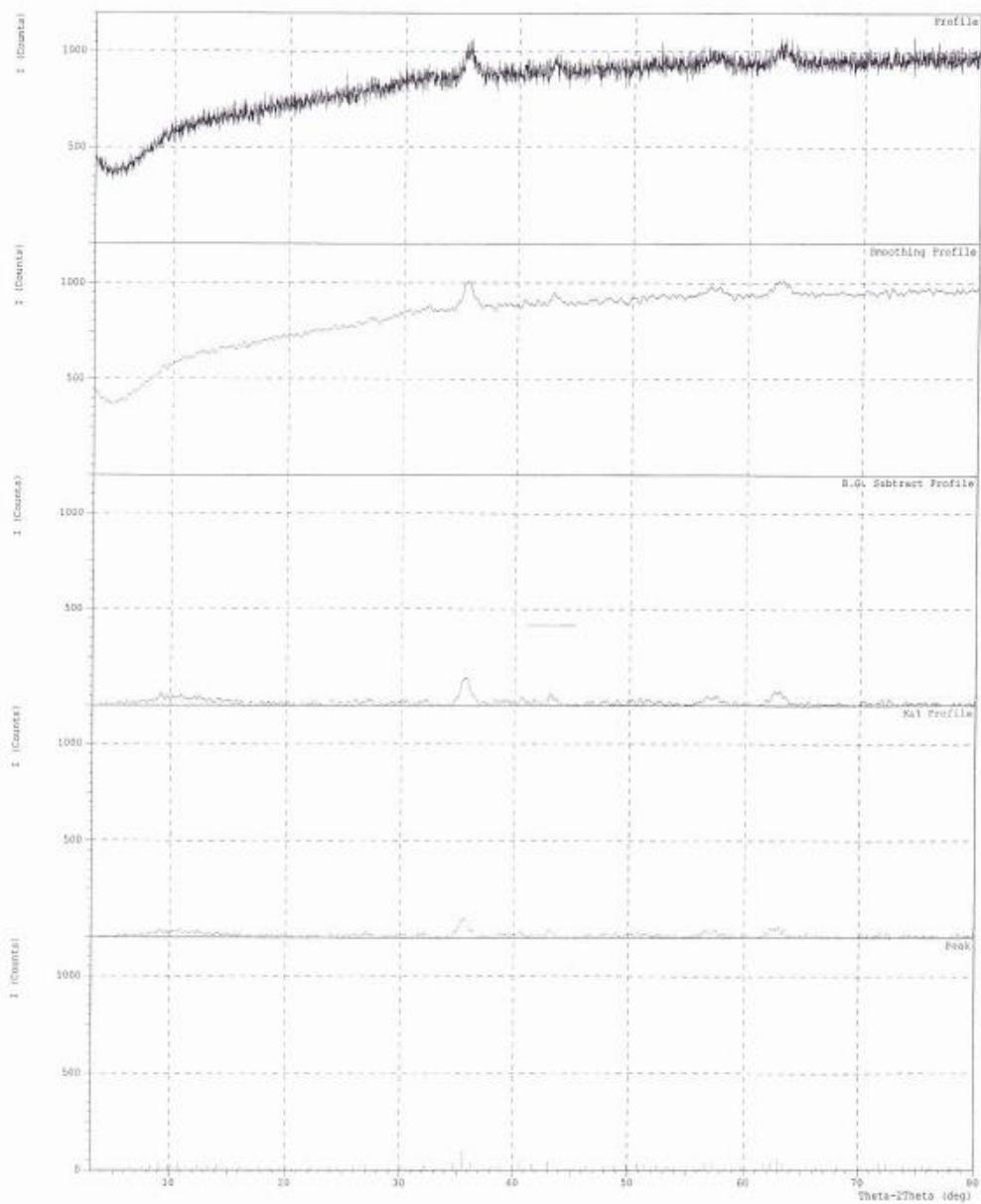
# Data Information
    Group Name      : Data 2012
    Data Name       : Maya R-4
    File Name       : Maya R-4.RAW
    Sample Name     : Magnetit (2:1) 60°
    Comment         : Magnetit (2:1) 60°
    Date & Time     : 10-15-12 11:13:23

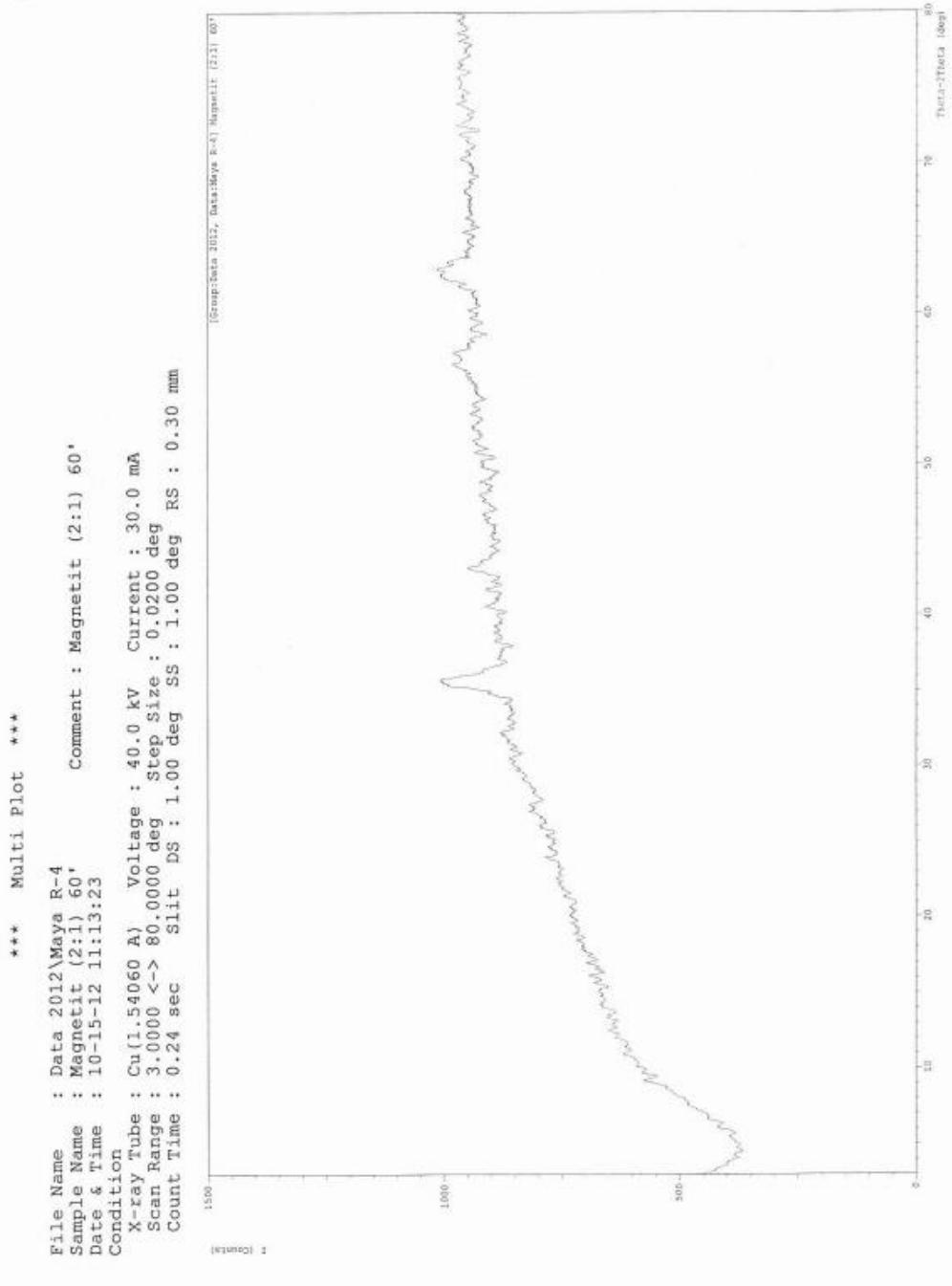
# Measurement Condition
    X-ray tube
        target      : Cu
        voltage     : 40.0 (kV)
        current     : 30.0 (mA)
    Slits
        divergence slit : 1.00 (deg)
        scatter slit   : 1.00 (deg)
        receiving slit : 0.30 (mm)
    Scanning
        drive axis    : Theta-2Theta
        scan range    : 3.0200 - 80.0000 (deg)
        scan mode     : Continuous Scan
        scan speed    : 5.0000 (deg/min)
        sampling pitch : 0.0200 (deg)
        preset time   : 0.24 (sec)

# Data Process Condition
    Smoothing      [ AUTO ]
        smoothing points : 27
    B.G.Subtraction [ AUTO ]
        sampling points : 27
        repeat times   : 30
    Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
        Kal a2 ratio   : 50 (%)
    Peak Search      [ AUTO ]
        differential points : 45
        FWHM threshold   : 0.050 (deg)
        intensity threshold : 30 (par mil)
        FWHM ratio (n-1)/n : 2
    System error Correction [ NO ]
    Precise peak Correction [ NO ]
```

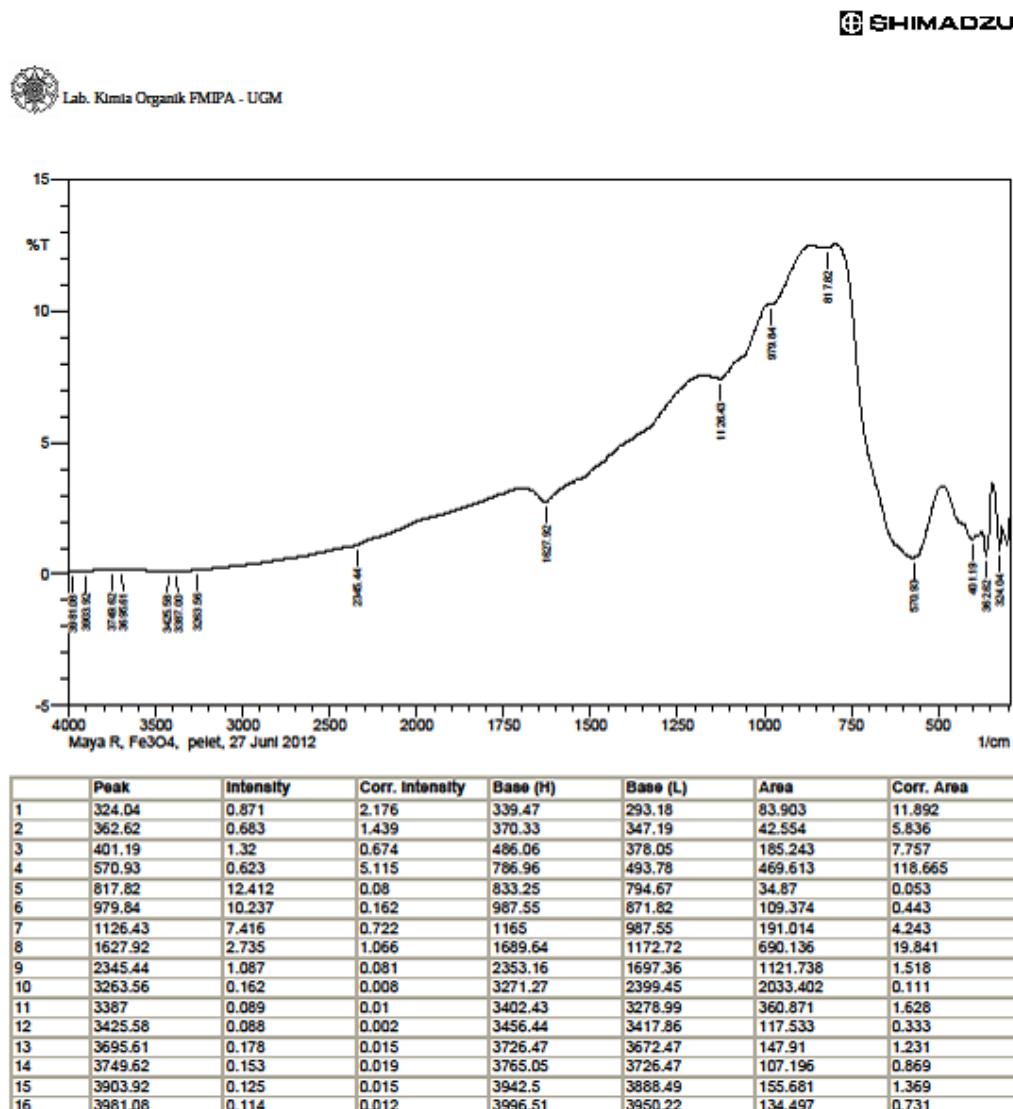
## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group Name : Data 2012  
Data Name : Maya R-4  
File Name : Maya R-4.PKR  
Sample Name : Magnetit (2:1) 60°  
Comment : Magnetit (2:1) 60°

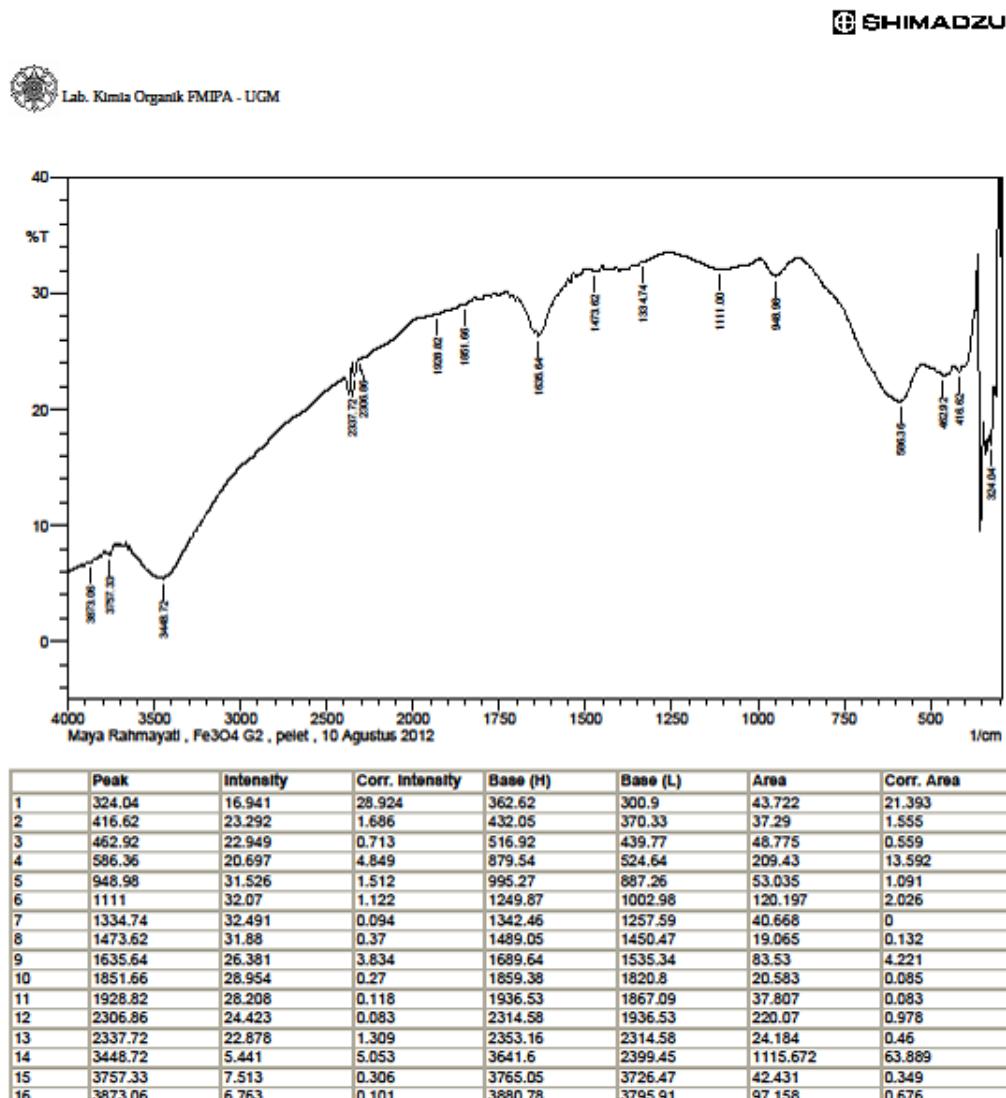




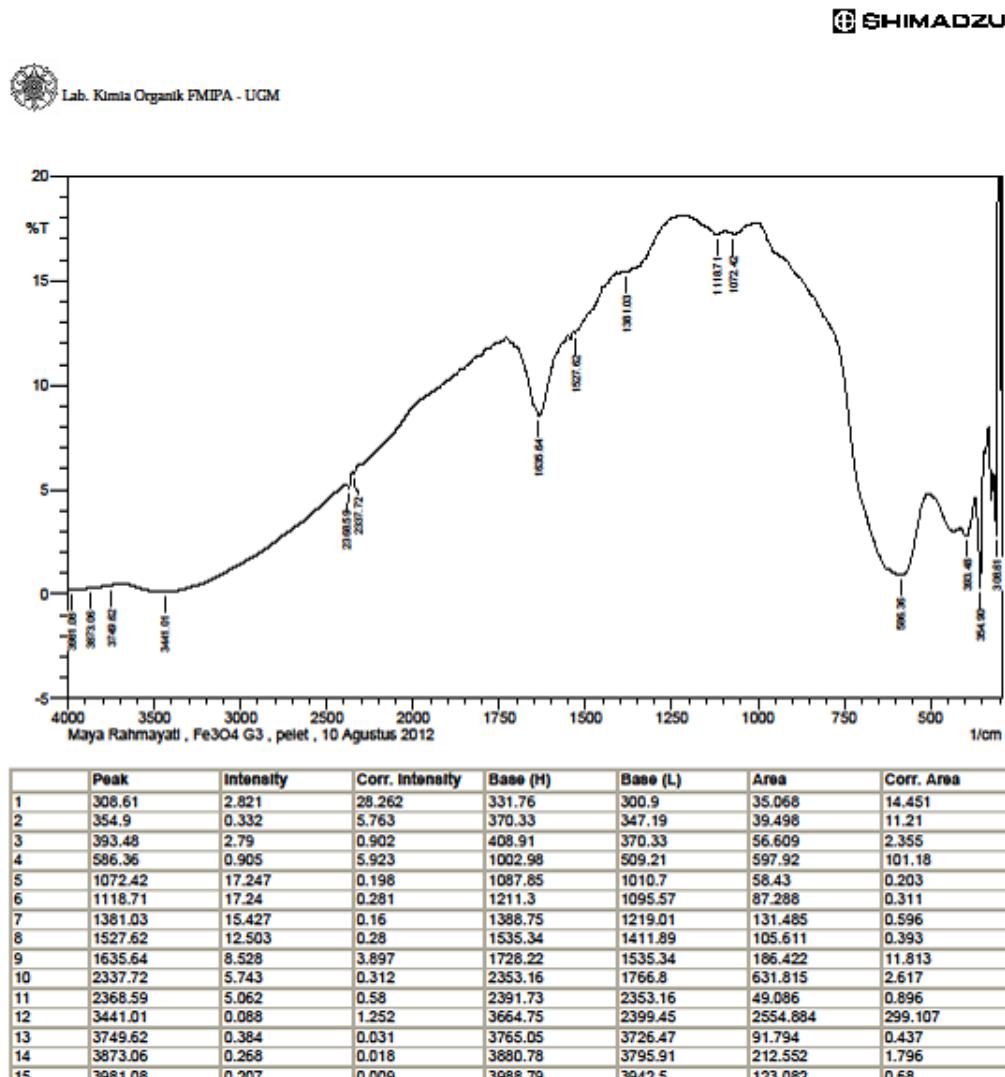
Lampiran 7: Spektrum IR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [Fe<sup>3+</sup>]/[Fe<sup>2+</sup>]=1,1:1 T=60°C NaOH 1 M



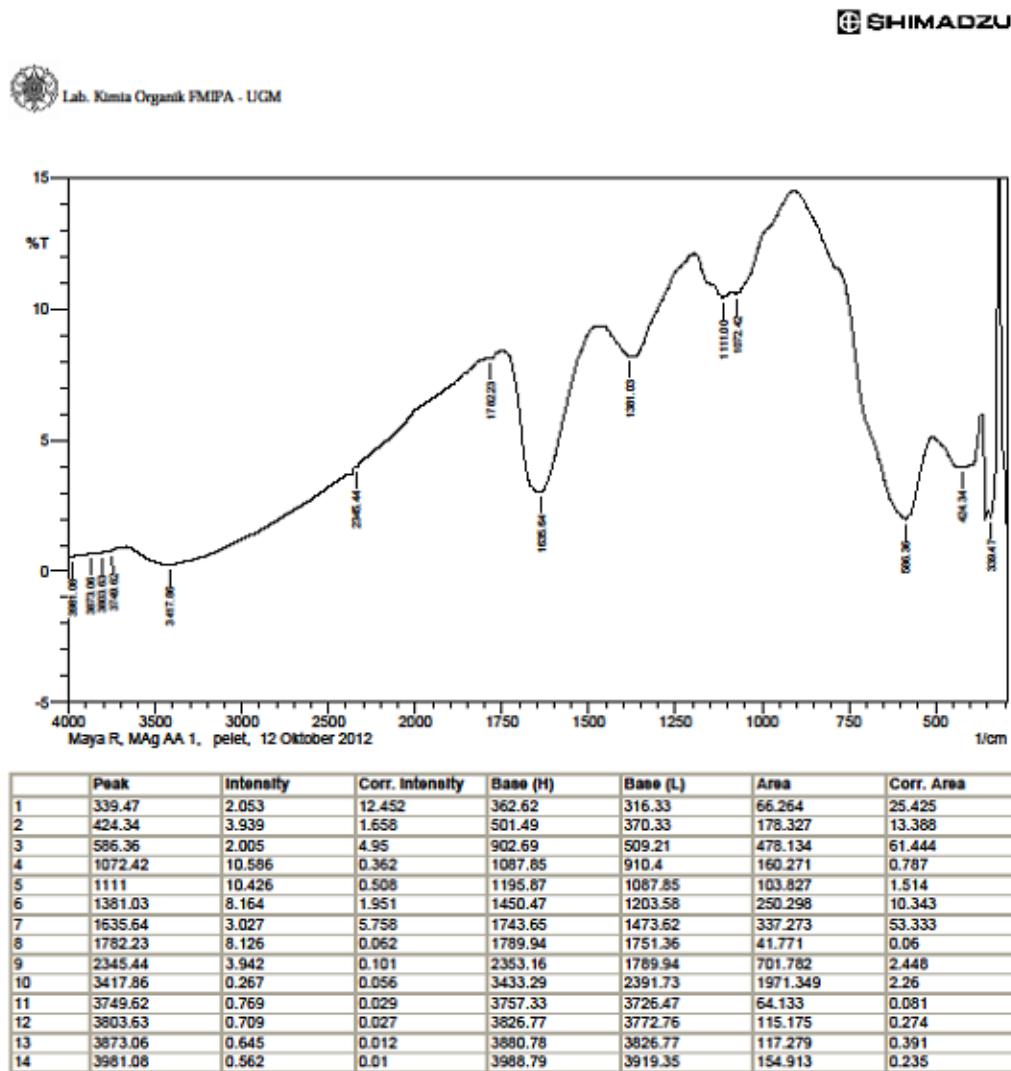
Lampiran 8: Spektrum IR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [Fe<sup>3+</sup>]/[Fe<sup>2+</sup>]=1,1:1 T=60°C NaOH 2 M



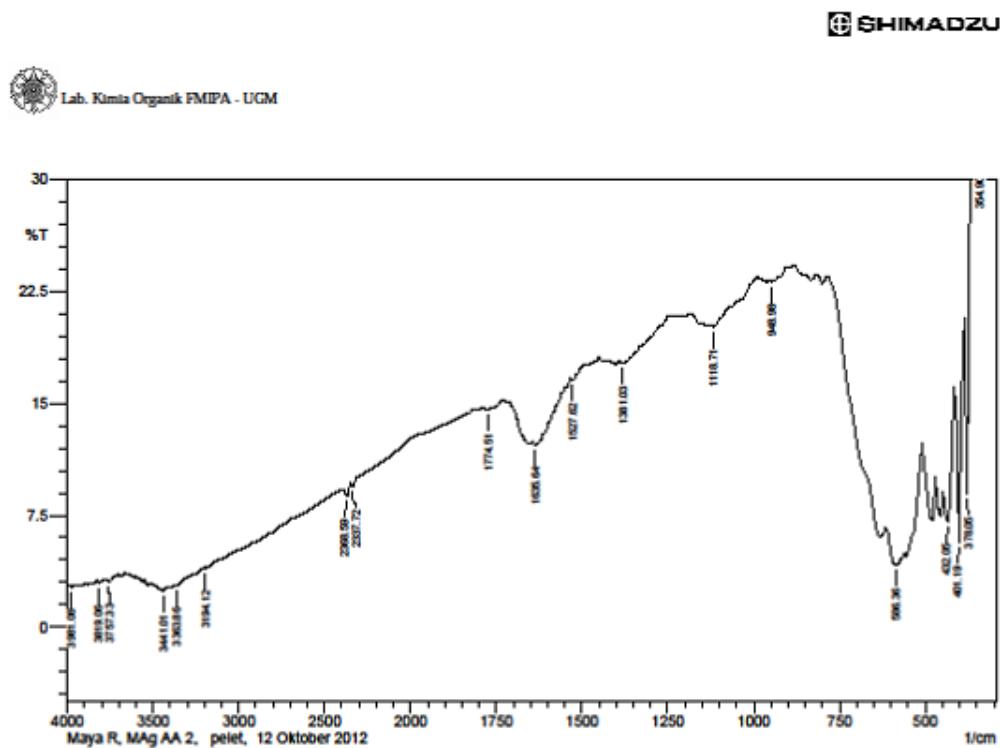
Lampiran 9: Spektrum IR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [Fe<sup>3+</sup>]/[Fe<sup>2+</sup>]=1,1:1 T=60°C NaOH 3 M



Lampiran 10: Spektrum IR  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - Asam Askorbat Metode Langsung (Satu Tahap)  $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] = 1,1:1$  T=60°C NaOH 2 M

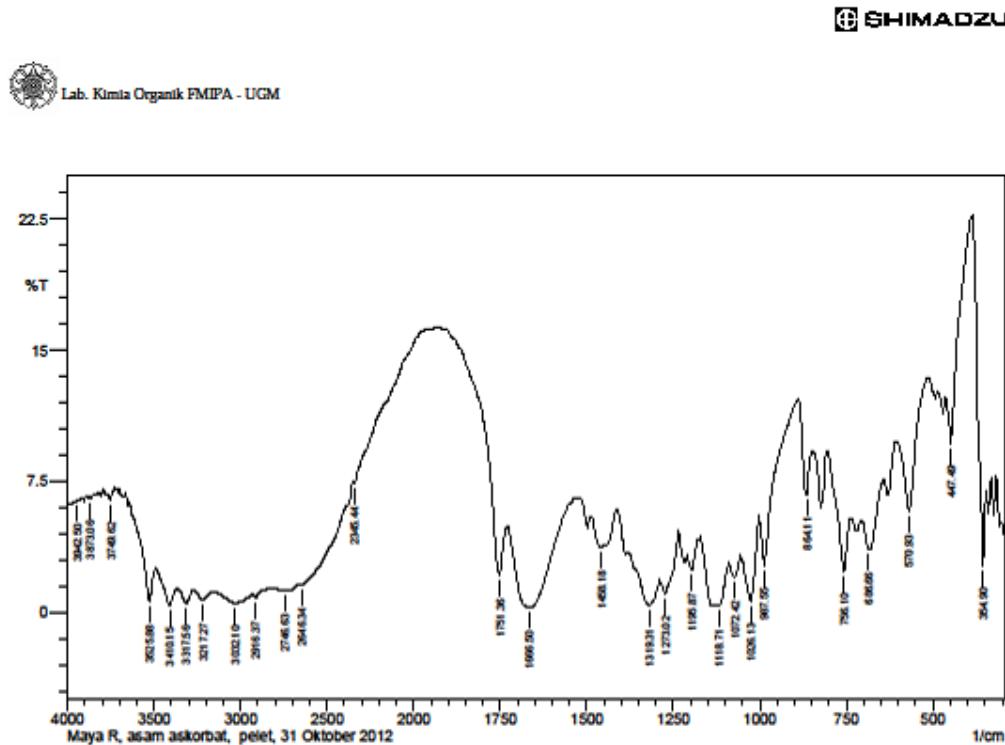


Lampiran 11: Spektrum IR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Asam Askorbat Metode Tidak Langsung (Dua Tahap) [Fe<sup>3+</sup>]/[Fe<sup>2+</sup>]=1,1:1 T=60°C NaOH 2 M



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	354.9	31.69	52.05	362.62	324.04	7.77	10.17
2	378.05	8.96	15.48	385.76	370.33	12.33	3.32
3	401.19	5.63	10.22	416.62	393.48	22.25	3.74
4	432.05	7.12	5.41	447.49	416.62	31.26	3.83
5	586.36	4.12	3.4	609.51	516.92	116.52	17.22
6	948.98	23.16	0.6	987.55	910.4	48.68	0.56
7	1118.71	20.16	1.65	1180.44	995.27	124.42	3.44
8	1381.03	17.72	0.23	1388.75	1234.44	110.32	0.38
9	1527.62	16.58	0.23	1535.34	1458.18	58.63	0.07
10	1635.64	12.25	0.46	1643.35	1535.34	91.46	1.03
11	1774.51	14.55	0.31	1789.94	1735.93	44.84	0.3
12	2337.72	9.41	0.47	2353.16	1813.09	500.05	1.63
13	2368.59	8.77	0.78	2391.73	2353.16	40.07	0.71
14	3194.12	3.99	0.06	3201.83	2399.45	961.26	0.24
15	3363.86	2.83	0.07	3371.57	3201.83	248.97	0.34
16	3441.01	2.42	0.4	3487.3	3371.57	182.76	3.56
17	3757.33	3.08	0.16	3765.05	3726.47	57.41	0.46
18	3819.06	2.98	0.16	3826.77	3795.91	46.69	0.39
19	3961.08	2.71	0.09	3988.79	3950.22	60.13	0.3

Lampiran 12: Spektrum IR Asam Askorbat Standar



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	354.9	5.66	5.683	385.76	339.47	52.147	6.412
2	447.49	9.686	4.847	462.92	393.48	55.848	2.718
3	570.93	5.762	5.3	601.79	516.92	87.92	8.471
4	686.66	3.63	2.181	702.09	648.08	70.733	6.084
5	756.1	2.384	3.929	802.39	740.67	81.589	9.481
6	864.11	6.756	3.666	887.26	848.68	41.638	3.595
7	987.55	2.705	2.305	995.27	894.97	110.456	2.809
8	1026.13	0.656	3.536	1049.28	1002.98	79.166	15.44
9	1072.42	1.986	1.076	1087.85	1056.99	49.515	3.018
10	1118.71	0.375	2.687	1172.72	1095.57	155.157	39.971
11	1195.87	2.421	1.901	1234.44	1180.44	81.129	7.783
12	1273.02	1.064	0.849	1280.73	1242.16	66.066	4.444
13	1319.31	0.406	1.992	1373.32	1288.45	164.543	27.541
14	1458.18	3.681	1.706	1481.33	1419.61	84.982	6.974
15	1666.5	0.281	5.175	1728.22	1535.34	332.662	93.018
16	1751.36	2.101	3.602	1928.82	1735.93	192.656	7.479
17	2345.44	7.328	0.314	2353.16	1959.68	365.157	0.255
18	2546.34	1.58	0.151	2654.05	2353.16	442.955	5.126
19	2746.63	1.22	0.218	2792.93	2661.77	246.515	6.228
20	2916.37	0.813	0.258	2931.8	2839.22	180.215	2.236
21	3032.1	0.532	0.531	3163.26	2939.52	473.221	32.4
22	3217.27	0.716	0.475	3271.27	3170.97	203.071	10.036
23	3317.56	0.533	0.747	3363.86	3278.99	174.18	13.481
24	3410.15	0.425	1.287	3495.01	3371.57	237.217	21.997
25	3525.88	0.618	2.402	3641.6	3502.73	215.003	17.475
26	3749.62	6.46	0.445	3765.05	3726.47	45.101	0.496
27	3873.06	6.547	0.118	3888.49	3849.92	45.487	0.206
28	3942.5	6.299	0.058	3950.22	3919.35	36.775	0.027