

**UJI STABILITAS MAGNETIT TERLAPISI ASAM GALAT
(Fe₃O₄-AG) PADA BERBAGAI PH**

SKRIPSI

Untuk memenuhi sebagian persyaratan

Mencapai derajat Sarjana S-1

Program Studi Kimia



Oleh:

Lingga Binagara

08630036

**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 : Lingga Binagara
NIM : 08630036
Judul Skripsi : Uji Stabilitas Magnetit Terapisi Asam Galat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$) pada Berbagai pH

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 berharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqsyahkan. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 20 Juni 2012

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 : Lingga Binagara

NIM : 08630036

Judul Skripsi : Uji Stabilitas Magnetit Terlapisi Asam Galat (Fe_3O_4 -AG) pada Berbagai pH

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, 3 Juli 2013

Konsultan,

Pedy Artsanti, M.Sc



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 : Lingga Binagara

NIM : 08630036

Judul Skripsi : Uji Stabilitas Magnetit Terlapisi Asam Galat (Fe_3O_4 -AG) pada Berbagai pH

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, 3 Juli 2013
Konsultan,

Karmanto, M.Sc

NIP 19820504 200912 1 005

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Lingga Binagara
NIM : 08630036
Program studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi

Menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul :

Uji Stabilitas Magnetit Terlapisi Asam Galat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$) pada Berbagai pH

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, 21 Juni 2013

Penulis,



Lingga Binagara
NIM. 08630036



PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/1893/2013

Skripsi/Tugas Akhir dengan judul : Uji Stabilitas Magnetit Terlapisi Asam Galat (Fe₃O₄-AG) Pada Berbagai Ph

Yang dipersiapkan dan disusun oleh :
Nama : Lingga Binagara
NIM : 08630036
Telah dimunaqasyahkan pada : 28 Juni 2013
Nilai Munaqasyah : A

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

TIM MUNAQASYAH :

Ketua Sidang


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

Penguji I



Pedy Artsanti, M.Sc

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. M. Minhaji, M.A, Ph.D
NIP.19580929 198603 1 002

MOTTO

**“Apa pun kebaikan yang terjadi padamu, (asalnya) dari Allah. Dan apa pun yang buruk menimpa dirimu, (asalnya) dari dirimu.”
(Q.S An Nisa 4:79)**

**“Di mata Tuhan seseorang yang sukses bukanlah seseorang yang berpangkat tinggi atau berpenghasilan besar. Orang yang sukses ialah orang yang baik dan berguna bagi orang banyak.”
(Mario Teguh: Golden Ways)**

**“Di dunia ini ada yang terlahir hebat, ada yang mencapai kehebatan, dan ada pula yang dipercayakan kehebatan pada mereka.”
(William Shakespeare)**

HALAMAN PERSEMBAHAN

Kudedikasikan karya ini:

- Untuk Ayah Bunda-ku tercinta
sebagai darma baktiku**
- Untuk adikku tersayang sebagai
peringat tanggung jawabku**
- Untuk almamaterku terhormat
sebagai ucapan terima kasihku**

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 “Uji Stabilitas Magnetit Terlapisi Asam Galat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$) pada Berbagai pH”. 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 Syamsuri dan Ibu Siti Jayimah tercinta yang telah mendidik, mendoakan dan memberi dukungan baik moral maupun material. Adikku Ridho Kurnia Putera yang sering mengingatkanku akan tugasku, dan semua keluarga besarku tersayang yang selalu mendoakan penulis serta memberikan dorongan baik moril maupun materil yang tidak ternilai harganya.
8. Sahabat-sahabat seperjuangan Hilmi Hamidi, Guliston Abdillah, Miftah Rifai, Riana Sulistia, Wasis, Ayu Nala, Ihya Ulumudin, Nur Anitaningsih, Fitriyadi Bere, Norra G.P, Ma'rifat, Syafii Lawang, Muhammad Sholehuddin, Danang Prasetio, Devi Susanti, Nur Multiawati, dan berbagai pihak baik dari Kimia 2008 dan lainnya yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu, kalian tidak akan pernah terlupakan.
9. Anak-anak GEMMA yang tidak pernah ragu dalam memberi dukungan pada “seniornya”.
10. 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, 21 Juni 2013

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR.....	ii
HALAMAN NOTA DINAS KONSULTAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
MOTTO	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	viii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
ABSTRAK	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Batasan Masalah.....	5
C. Rumusan Masalah	6
D. Tujuan Penelitian	6
E. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI.....	7
A. Tinjauan Pustaka	7

B. Landasan Teori.....	9
1. Magnetit.....	9
2. Asam Galat.....	12
3. Metode Kopresipitasi	14
4. <i>Fourier Transform infrared</i> (FTIR)	17
5. Difraksi Sinar-X	20
6. Spektrofotometer Ultra Violet (UV)	23
BAB III METODE PENELITIAN.....	27
A. Waktu dan Tempat Penelitian	27
B. Alat dan Bahan.....	27
C. Prosedur Penelitian.....	28
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	32
A. Sintesis Magnetit (Fe_3O_4).....	32
B. Sintesis Magnetit Terlapisi Asam Galat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$)	37
C. Uji Kemagnetan Menggunakan Medan Magnet Luar.....	40
D. Titrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$	41
E. Uji Kestabilan $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$	42
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	44
A. Kesimpulan	44
B. Saran.....	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN.....	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kristal Magnetit	11
Gambar 2.2 Struktur Asam Galat.....	12
Gambar 2.3 Sistem Kestimbangan Fe-Air dengan Variasi pH	16
Gambar 2.4 Prinsip Kerja XRD	20
Gambar 2.5 Bagan Instrumen UV.....	24
Gambar 4.1 Spektra IR Magnetit Hasil Preparasi dengan Perbandingan Mol Fe(III):Fe(II); 1,5:1(A), 1,75:1(B), dan 2:1(C).....	35
Gambar 4.2 Hasil XRD antara Magnetit Standar (A) dan Sampel (B).....	36
Gambar 4.3 Spektra IR Magnetit Terlapisi Asam Galat Metode Langsung (A), Tidak Langsung (B), dan Asam Galat Standar (C)	38
Gambar 4.4 Uji Kemagnetan dengan Medan Magnet Luar	40
Gambar 4.5 Kurva mL NaOH VS pH pada: Fe ₃ O ₄ -AG metode langsung(A) dan Fe ₃ O ₄ -AG metode tidak langsung (B).....	41
Gambar 4.6 Grafik pH Larutan VS Konsentrasi AG (ppm)	43

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Jenis-jenis Oksida Besi Berdasarkan Komposisi Penyusunnya.....	9
Tabel 2.2 Beberapa Pita Absorpsi Inframerah	19
Tabel 2.3 JCPDS untuk Oksida Besi Magnetit	23
Tabel 4.1 Hasil Preparasi Magnetit pada Berbagai Perbandingan Mol	33

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Perhitungan Rendemen Fe_3O_4	51
Lampiran 2: Perhitungan Konsentrasi Fe_3O_4 -AG	52
Lampiran 3: Titrasi Menggunakan NaOH pada Fe_3O_4 -AG	53
Lampiran 4: Spektrum IR Asam Galat Standar	55
Lampiran 5: Spektrum IR Fe_3O_4 $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]=1,5:1$	56
Lampiran 6: Spektrum IR Fe_3O_4 $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]=1,75:1$	57
Lampiran 7: Spektrum IR Fe_3O_4 $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]=2:1$	58
Lampiran 8: Spektrum IR Fe_3O_4 -AA Metode Langsung (Satu Tahap)	59
Lampiran 9: Spektrum IR Fe_3O_4 -AA Metode Tidak Langsung (Dua Tahap)	60
Lampiran 10: Difraktogram Sinar-X Fe_3O_4 Standar	61
Lampiran 11: Difraktogram Sinar-X Fe_3O_4 $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]=1,5:1$	65

ABSTRAK

UJI STABILITAS MAGNETIT TERLAPISI ASAM GALAT (Fe₃O₄-AG) PADA BERBAGAI PH

Oleh:

Lingga Binagara

08630036

Pembimbing:

Maya Rahmayanti, M.Si.

NIP 19810627 200604 2 003

Telah dilakukan sintesis magnetit (Fe₃O₄) menggunakan metode kopresipitasi dan sintesis magnetit terlapisi asam galat (Fe₃O₄-AG) dengan metode langsung (satu tahap) dan metode tidak langsung (dua tahap). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui stabilitas Fe₃O₄-AG pada berbagai pH.

Parameter kondisi yang diteliti pada sintesis Fe₃O₄ adalah perbandingan mol Fe³⁺/Fe²⁺: 1,1:1, 1,3:1, 1,5:1, 1,75:1, dan 2:1. Metode yang digunakan pada sintesis Fe₃O₄-AG 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 Fe₃O₄ dengan karakter terbaik diperoleh rendemen maksimal 92,87% pada temperatur 60 °C dengan perbandingan mol 2:1, sementara karakterisasi terbaik Fe₃O₄-AG diperoleh melalui metode langsung ditunjukkan dengan hasil spektrum IR yang baik. Hasil uji stabilitas Fe₃O₄-AG pada pH 1-8 menunjukkan bahwa Fe₃O₄-AG cukup stabil pada rentang pH 2-8 dan tidak stabil pada pH 1.

Kata kunci: magnetit, kopresipitasi, asam galat, uji stabilitas

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Oksida besi merupakan kelompok mineral yang tersusun dari oksida, hidroksida, atau oksid-hidroksida. Oksida besi memiliki beberapa sifat karakteristik yaitu kelarutan rendah, stabilitas yang tinggi, warna yang mencolok, dan luas permukaan yang tinggi. Karakteristik dari oksida besi tersebut menjadikan oksida besi adsorben yang sangat efektif untuk sejumlah spesies kimia terlarut (Schwertmann dan Cornell, 2000). Karakteristik dari adsorben yang diharapkan adalah keuntungan tinggi, ramah lingkungan, dan metode sintesis yang sederhana.

Magnetit merupakan salah satu bijih besi yang dikenal disamping hematit, limonit, dan siderit (Vlack, 1995). Magnetit secara alami terbentuk dalam kondisi bertemperatur tinggi. Tetapi ada juga yang mengatakan bahwa magnetit mungkin mengendap dalam bentuk koloid pada suhu rendah dan lalu berubah menjadi kristalin. Deposit magnetit terbesar di dunia dapat ditemukan di Norrbotten, Swedia Utara (Dana dan Ford, 1972).

Magnetit juga disebut sebagai oksida besi hitam, bijih besi magnetik, *lodestone*, *ferroferrit*, atau pasir besi hitam. Kristal magnetit memiliki rumus molekul Fe_3O_4 dengan rumus struktur $[\text{Fe}^{2+}(\text{Fe}^{3+})_2\text{O}_4]$ dan memiliki karakteristik fisik berwarna hitam, berkilauan seperti logam sampai tidak mengkilap, tidak tembus cahaya, berbentuk butiran/serbuk seperti granula

yang bisa mencapai ukuran nano hingga 0,003 mikron (www.mineral-galleries.com). Selain itu, magnetit juga bersifat ferrimagnetik (Vlack, 1995).

Magnetit mudah disintesis dalam skala laboratorium menggunakan reagen kimia $[\text{Fe}^{3+}]$ dan $[\text{Fe}^{2+}]$ pada umumnya (Alorro *et al.*, 2010). Magnetit dengan ukuran partikel kecil maka sifat magnetisnya kecil namun memiliki kemampuan adsorpsi yang besar (Navratil, 2004). Shishehbore *et al.*, 2011 menyatakan bahwa logam oksida berukuran nanometer tidak selektif terhadap target dan tidak sesuai untuk sampel dengan campuran yang kompleks sehingga berbagai metode dikembangkan untuk mendapatkan magnetit dengan sifat – sifat yang diinginkan.

Beberapa metode yang pernah dilakukan dalam sintesis magnetit diantaranya yaitu metode sol-gel (Sugimoto *et al.*, 1980) dan metode hidrotermal (Itoh *et al.*, 2003). Metode sol-gel dan hidrotermal lebih unggul dalam hal mengontrol ukuran dan komposisi kimiawi magnetit yang dihasilkan dalam ukuran nanopartikel (Sugimoto *et al.*, 1980; Itoh *et al.*, 2003). Namun di sisi lain cara sol-gel biasanya menggunakan reaktan alkoksida yang harganya relatif mahal, suhu kalsinasi tinggi dan waktu sintesis yang panjang. Demikian pula halnya dengan cara hidrotermal yang juga membutuhkan suhu tinggi dan waktu yang lama untuk mencapai produk akhir (Liu *et al.*, 2007).

Kopresipitasi atau pengendapan serentak dinilai sebagai metode paling sederhana dan paling efisien dibandingkan metode lain (Jain *et al.*, 2005; Faiyas *et al.*, 2010; Tsai *et al.*, 2010; Jolivet *et al.*, 2002). Pada metode ini magnetit diperoleh melalui penambahan campuran larutan $[\text{Fe}^{3+}]$ dan $[\text{Fe}^{2+}]$ dengan perbandingan tertentu ke dalam larutan alkali pH tinggi. Metode ini termasuk metode fasa cair yang relatif murah, reaksi berlangsung cepat dan menawarkan hasil yang memadai (Teja, 2009).

Dalam pemanfaatannya magnetit telah digunakan secara luas pada berbagai bidang seperti katalis, tinta magnetik, dan media perekam magnetik. Manfaat magnetit semakin luas dikembangkan dalam bidang bioteknologi dan biomedis sebagai agen magnetis bagi imobilisasi protein dan enzim, bioseparasi, penghantaran obat dan terapi hipertermia untuk tumor dan kanker serta pada pencitraan organ-organ dalam tubuh (Nishio *et al.*, 2007; Murbe *et al.*, 2008; Berry dan Curtis 2003). Pemanfaatan magnetit sebagai adsorben logam, terutama logam berat, telah dilaporkan oleh Sargett (1989) untuk adsorpsi logam U(VI), Kartini (1994) telah melaporkan adsorpsi Cr(III), dan Vaclavikova *et al* (2003) dengan magnetit nanopartikelnya dalam mengadsorpsi Pb(II), Cd(II), dan Cu(II) sedangkan Aloro *et al* (2010) dalam penelitiannya menggunakan magnetit untuk *recovery* emas terlarut.

Aplikasi magnetit sebagai adsorben untuk *recovery* emas terlarut diperkirakan masih membutuhkan metode untuk mereduksi emas yang diperoleh menjadi bentuk murninya. Santosa *et al*, (2011) dalam penelitiannya

menunjukkan bahwa pelapisan magnetit dengan senyawa organik asam humat dapat mereduksi AuCl_4^- . Hal ini terjadi akibat adanya gugus karboksilat (-COOH) dan gugus hidroksi (-OH) yang mereduksi Au(III) menjadi Au(0). Au(0) ini lalu dipisahkan dengan ekstraksi fasa padat dari adsorben menggunakan medan magnet luar, sehingga adsorben dapat dipergunakan kembali (*re-use*).

Penelitian ini diperkuat oleh Shishehbore *et al* (2011) yang menggunakan magnetit nanopartikel terlapisi silika dan dimodifikasi dengan asam salisilat dapat dengan mudah membawa dan memisahkan logam target. *Recovery* emas juga telah berhasil dilakukan oleh Ogata dan Nakano (2005) dengan menggunakan senyawa tannin yang mengandung banyak gugus hidroksi (-OH). Au(0) diperoleh melalui proses adsorpsi-reduksi dari Au(III) yang terjadi bersamaan disertai oksidasi gugus hidroksi pada senyawa tannin.

Uji stabilitas dimaksudkan untuk menjamin kualitas suatu produk yang telah disintesis dan/atau beredar sehingga dapat diketahui pengaruh faktor lingkungan seperti pH, suhu, dan/atau kelembaban terhadap produk. Lima tipe kestabilan, diantaranya: stabilitas kimia (mempertahankan stabilitas kimia/ketidak-campuran secara kimia), stabilitas fisika (meliputi sifat fisik, organoleptik, kelarutan, polimorfisme, kristalisasi, dll), stabilitas mikrobiologi (mempertahankan sterilitas atau mencegah pertumbuhan mikroorganisme), stabilitas farmakologi (tidak menyebabkan perubahan efek terapeutik pada

obat-obatan) dan stabilitas toksikologi (tidak menyebabkan peningkatan toksisitas secara signifikan).

Berdasarkan keberhasilan penelitian sebelumnya, penelitian ini dilakukan untuk menghasilkan magnetit terlapis asam galat ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$) yang akan dipergunakan sebagai adsorben sekaligus reduktor yang dapat dipergunakan kembali (*re-use*). Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$ dilakukan dengan dengan dua metode yaitu metode langsung dan tidak langsung. Produk hasil sintesis lalu akan diuji stabilitasnya pada kisaran pH 1-8 untuk mendapat hasil yang terbaik saat diaplikasikan.

B. Batasan Masalah

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

1. Metode yang digunakan dalam sintesis magnetit (Fe_3O_4) adalah metode kopresipitasi.
2. Parameter kondisi optimum yang akan diteliti dalam preparasi Fe_3O_4 dibatasi pada pengaruh perbandingan mol.
3. Uji stabilitas dilakukan pada $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$ dengan karakteristik terbaik.
4. Uji stabilitas $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$ dibatasi pada parameter pH 1-8.

C. Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana pengaruh perbandingan mol $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ terhadap karakteristik Fe_3O_4 yang dihasilkan?
2. Bagaimana karakteristik $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$ yang dihasilkan pada metode langsung dan tidak langsung?
3. Bagaimana pengaruh pH pada tingkat stabilitas $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$?

D. Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah di atas, tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh perbandingan mol $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ terhadap karakteristik Fe_3O_4 yang dihasilkan.
2. Mengetahui karakteristik $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$ yang dihasilkan pada metode langsung dan tidak langsung.
3. Mengetahui pengaruh pH pada tingkat stabilitas $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$.

E. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan memberikan beberapa manfaat diantaranya:

1. Memberikan informasi tentang adsorben-reduktor $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$ sebagai studi pendahuluan *recovery* emas.
2. Memberikan informasi tentang pengaruh pH terhadap stabilitas $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AG}$.
3. Memperkaya wawasan dalam ilmu pengetahuan khususnya kimia material

BAB V

KESIMPULAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan bahwa:

1. Karakter terbaik dari senyawa magnetit hasil preparasi dinyatakan pada perbandingan mol Fe(III):Fe(II) = 2:1 dengan rendemen terbesar mencapai 92,87%.
2. Karakter terbaik dari senyawa magnetit terlapisi asam galat (Fe_3O_4 -AG) diperoleh melalui metode langsung.
3. Hasil uji stabilitas menunjukkan bahwa Fe_3O_4 -AG sangat tidak stabil pada pH 1 dan relatif stabil pada rentang pH 2-8.

B. Saran

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

1. Perlu dilakukannya uji coba lebih lanjut dalam pelapisan magnetit menggunakan senyawa organik lain yang mengandung gugus hidroksi dan karboksil.
2. Perlu dilakukannya uji stabilitas lebih lanjut untuk kisaran pH diatas 8.

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A.W., 1990, *Physical Chemistry of Surface*, fourth edition, John Wiley and Sons, New York.
- Alberty, R.A., dan Daniels, F., 1992, *Kimia Fisika*, Edisi kelima, (diterjemahkan oleh : N.M. Surdia), Erlangga, Jakarta.
- Anonim. 2000. Magnetit. <http://mineral-galleries.com/mineral/oxides/magnetit.htm>. Diakses tanggal 4 Juni 2013.
- Alorro, R. D., Naoki, H., Hiroyoshi., Hajime, K., Mayumi, I., and Masami, T., 2010, On The Use of Magnetite for Gold Recovery from Chloride Solution, *Geo-Environmental Engineering*, DOI: 10.1080/08827508.2010.483359.
- Banerjee, S.S., D. Chen, Fast removal of copper ions by gum Arabic modified magnetic nano-adsorbent, *J. Hazard. Mater.* 147 (2007) 792-799.
- Bastch, Alan, 2005. *Spectroscopy in Analyze of Compound*. Wiley & Sons. Inc.
- Berry CC, Curtis ASG. 2003. Functionalization of Magnetic Nanoparticles for Applications in Biomedicine. *J Phys D App Phys* 36:R26–R198.
- Bruice, P. Y., 2001, *Organic Chemistry*, New Jersey: Prentice Hall International Inc.
- Cornell dan Schwertmann. 2003. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. New York: John Wiley & Sons. Inc.
- Cotton, F.A., G. Wilkinson, 1988, *Advanced Inorganic Chemistry*, Wiley Interscience, New York.
- Crozier A, Clifford MN, Ashihara H. 2006. *Plant Secondary Metabolites: Occurrence, Structure and Role in the Human Diet*. Oxford: Blackwell Publishing Ltd.
- Dana, E.S. and Ford, W.E., 1972. *A Textbook of Mineralogy, Ed 4*, New York: John Wiley & Sons. Inc.
- Dann, S.E. 2000. *Reaction and Characterization of Solids*. UK: Royal Society of Chemistry.

- Darmono, 1995, *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*, Jakarta: UI-Press.
- Day, Jr.R.A. dan Underwood, A.L., 1989, *Analisis Kimia Kuantitatif*, Jakarta: Erlangga.
- Faiyas, A.P.A., E.M. Vinod, J. Joseph, R. Ganesan, R.K. Pandey, Dependence of pH and surfactant effect in the synthesis of magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles and its properties, *J. Magn. Mater.* 322 (2010) 400-404.
- Feng, Y., J. Gong, G.M. Zeng, Q.Y. Niu, H.Y.Zhang, C.G. Niu, Adsorption of Cd(II) and Zn (II) from aqueous solutions using magnetic hydroxyapatite nanoparticles as adsorbents, *Chem. Eng. J.* 162 (2010) 487-494.
- Gei, F., Meng-Meng Li, Hui Ye, Bao-Xiang Zhao, 2011, Effective removal of heavy metal ions Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} from aqueous solution by polymer - modified magnetic nanoparticles, *J. Hazard. Matter.* (2012), doi: 10.1016/j. jhazmat. 2011.12. 013.
- Golumbic C dan Mattill HA. 2007. The antioxidant properties of gallic acid and allied compounds. *J of the American Oil Chemists' Society* 19(8):144-145.
- Gupta, A.K., M. Gupta, Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications, *J. Biomater.* 26 (2005) 3995-4021.
- Huang dan Hu B, 2008, Silica-coated Magnetic Nanoparticles Modified with γ -mercaptopropyltrimethoxysilane for Fast and Selective Solid Phase Extraction of Trace Amounts of Cd, Cu, Hg, and Pb in Environmental and Biological Samples prior to Their Determination by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. *Spectrochim Acta B* 2008, 63:437-444
- Indrianingsih, A.W., 2005, *Sintesis Magnetit (Fe_3O_4) dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Pb(II) dalam Medium Air*, Skripsi S1, FMIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Itoh, H., T. Sugimoto. 2003. Systematic Control of Size, Shape, Structure, and Magnetic Properties of Uniform Magnetite and Maghemite Particles. *J. Coll. Inter. Sci.*, 265, 283-295.
- Jain, T.K., M.A. Morales, S.K. Sahoo, D.L. Leslie, V. Labhasetwar, Iron oxide nanoparticles for substained delivery of anticancer agents, *Mol. Pharm.* 2 (2005) 194-205.

- Jainaea, K., K. Sanuwong, J.Nuangjammnong, N.Sukpirom, F.Unob, Extraction and recovery of precious metal ions in wastewater by polystyrene-coated magnetic particles functionalized with 2-(3-(2-aminoethylthio)propylthio)ethanamine, *Chem. Eng. J.* 160 (2010) 586-593.
- Jolivet, J.P., E.Tronc, C.Chaneac, Synthesis of iron oxide-based magnetic nanomaterials and composite, *J. C. R. Chimie* 5 (2002) 659-664.
- 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) dari Larutan dengan Menggunakan Koagulan dan Kombinasi Koagulan-Flokulan*, Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Khopkar, S.M., 2007, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press. Jakarta
- Kim, D.K., Kikhaylova, M., Zhang, Y., and Muhammed, M., 2003, "Protective Coating of Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles", *Chem Mater*, 15, 1617-1627.
- Klotz, M., Ayril, A., Guizard, C., Menager, C., and Cobail, V. 1999. "Silica Coating on Colloidal Maghemite Particle". *Journal of Colloidal and Interface.Sci.* 220.357-361.
- Liu, B., D. Wang, W. Huang, A. Yao, M. Kamitakahara, K. Ioku. 2007. Preparation of Magnetite Nanoparticles Coated with Silica via a Sol-Gel Approach. *J. Ceramic Soc. Japan*, 115, 877-881.
- Lynam, M.M., Kliduff, J.E, and Weber, Jr., 1995, Adsorption of p-Nitrophenol from Dilute Aqueous Solution, *J,chem.educ*, 72 : 80-84.
- Maity, D., Agrawal, D.C., Synthesis of iron oxide nanoparticles under oxidizing environment and their stabilization in aqueous and non-aqueous media, *J Magn. Magn. Mater.* 308 (2007) 46-55
- Mashhadizadeh, M.H., Z. Karami, Solid phase extraction of trace amounts of Ag, Cd, Cu, and Zn in environmental samples using magnetic nanoparticles coated by 3-(trimethoxysilyl)-1-propanol and modified with 2-amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazole and their determination by ICP-OES, *J.Hazard. Mater.* 190 (2010) 1023-1029.

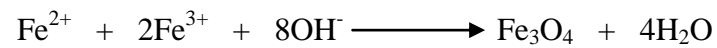
- Meera, K. M., Sheriffa Begum, N. Anantharaman, Removal of Chromium (VI) ions from aqueous solutions and industrial effluents using magnetic Fe_3O_4 nanoparticles, *Adsorp. Sci. Technol.* 27 (2009) 701-722.
- Mürbe J, Rechtenbach A, Töpfer J. 2008. Synthesis and Physical Characterization of Magnetite Nanoparticles for Biomedical Applications. *Materials Chem. Phys.* 110(2–3): 426-433
- Navratil, J.D., *Adsorption and Nanoscale Magnetic Separation of Heavy Metals from Water*, [www.epa.gov/ttbnrmrl/Arsenic Press/485.pdf](http://www.epa.gov/ttbnrmrl/ArsenicPress/485.pdf), 29 September 2004.
- Nishio K, Ikeda M, Gokon N, Tsubouchi S, Narimatsu H, Mochizuki Y, Sakamoto S, Sandhu A, Abe M, Handa H. 2007. Preparation of Size-Controlled (30–100 nm) Magnetite Nanoparticles for Biomedical Applications. *J Magn. Mater* 310:2408–2410.
- Ogata, T., and Nakano, Y. 2005. Mechanism of Gold Recovery from Aqueous Solutions Using A Novel Tannin Gel Adsorbent Synthesized from Natural Condensed Tannin. *J. Elsevier Water Reseach.* 4281-4286.
- Ozaki, H., K. Sharmab, W. Saktaywirf, Performance of an ultra-low-pressure reverse osmosis membrane (ULPROM) for separating heavy metal: effect of interference parameters, *Desalination* 144 (2002) 287-294.
- 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.
- Peng, Q., Y. Liu, G. Zeng, W. Xu, Biosorption of copper(II) by immobilizing “*Saccharomyces cerevisiae*” on the surface of chitosan-coated magnetic nanoparticles from aqueous solution, *J.Hazard. Matter.* 177 (2010) 676-799.
- Pertiwi, C., 2007, *Sintesis Magnetit (Fe_3O_4) dengan Metode Kopresipitasi serta Aplikasinya untuk Adsorpsi Cd(II)*, Skripsi S1, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Pertiwi, D., 2007, *Sintesis Magnetit dengan Metode Kopresipitasi serta Kajian Kelayakan Adsorbsinya terhadap Cr(III)*, Skripsi S1, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

- Roberge, P.R. *Handbook of Corrosion Engineering*. 2000. New York: McGraw-Hill.
- Salisbury FB dan Ross CW, 1995, *Fisiologi Tumbuhan, Jilid 2*, Bandung, ITB.
- Santosa, S.J., Sudiono, S.S., Siswanta, D., Kunarti, E.S., Dewi, S.R., 2011. Mechanism of AuCl₄⁻ Removal from Aqueous Solution by Menas of Peat Soil Humin, *Paper in Press: Ads. Science and Technology* 29 (8).
- Sastrohamidjojo, H., 2007, *Spektroskopi*, Edisi Ketiga, Liberty, Yogyakarta
- Sargett, N.H., Ho, C.H., dan Miller, N.H., 1989, the Adsorption of Uranium (VI) onto A Magnetite Sol, *J. Coll. And Int. Sci.*, 130, 1, 283-289.
- Schwertmann, U., and Cornell, R.M., 1991, *Iron Oxide in the Laboratory Preparation and Characterization*, New York: VCH Publisher. Inc.
- Schwertmann, U., R.M. Cornell, 2000, *Iron Oxides in the Laboratory: Preparation and Characterization*, New York: John Wiley & Sons. Inc.
- 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.
- Stum, W., dan Morgan, J.J., 1981, *Aquatic Chemistry*, Third Edition, John Wiley & Sons. Inc, new York.
- Sugimoto, T., E. Matijevic. 1980. Formation of Uniform Spherical Magnetite Particles by Crystallization from Ferrous Hydroxide Gels. *J. Coll. Inter. Sci.*, 74, 227-243.
- Tan, K.H., 1991. *Dasar-Dasar Kimia Tanah*. Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Taty-Costodes, V.C., H. Fauduet, C. Porte, A. Delacroix, Removal of Cd(II) and Pb(II) ions, from aqueous solutions, by adsorption onto sawdust of pinus sylvestris, *J. Hazard. Mater.* B105 (2003) 121-142.

- Teja, Aryn S. and Koh, Pei Yoong, "Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles", *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, **xx**: 1-24. 2008.
- Tsai, Z.T., J.F. Wang, H.Y. Kuo, C.R. Shen, J.J. Wang, T.C. Yen, In situ preparation of high relaxivity iron oxide nanoparticles by coating with chitosan: a potential MRI contrast agent useful for cell tracking, *J. Magn. Magn. Mater.* 322 (2010) 208-213.
- Ulewiczi, M., W. Walkowliak, J. gega, B. Pospiech, Zinc(II) selective removal from other transition metal ion by solvent extraction and transport through polymer inclusion membranes with D2EHPA, *Ars Separation Acta 2* (2003) 47-55.
- Underwood, A.L., dan Day, R.A. Jr, 2001, *Analisis Kimia Kuantitatif* (diterjemahkan oleh Sopyan), Edisi 6, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Vaclavikova, M., Jogabsky, S., dan Hredzrak, S., 2003, *Magnetit Nanoscale Particles for Removal of Heavy Metal Ion*, <http://Drexel.edu/coe/reseach/conferences/NATOASI2003/manuscripts/5.2.vaclavikova.pdf>.
- Van Vlack, L.H., 1995, *Ilmu dan Teknologi Bahan* (diterjemahkan oleh Djaprie, S., Edisi 5, Penerbit UI-Press, Jakarta.
- Vogel, A. I., 1979, *Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*, 5th ed., Longman, Inc., London.
- Widjtowicz, A., A. Stokuosa, Removal of heavy metal ions on smectite ion-exchange column, *Pol. J. Environ. Stud.* 11 (1) (2002) 97-101.
- Yun, H.C., R. Prasad, A.K. Guha, K.K. Sirkar'a, Hollow fiber solvent extraction removal of toxic heavy metals from aqueous waste streams, *Ind. Eng. Chem. Res.* 32 (1993) 1186-1195.

Lampiran 1: Perhitungan Rendemen Fe₃O₄

Untuk menghitung rendemen Fe₃O₄ hasil preparasi, terlebih dahulu perlu diketahui berat teoritis Fe₃O₄ dengan perhitungan berikut:



Mula-mula	0,0055	0,011	0,044	-
Bereaksi	0,0055	0,0055	0,0055	0,0055
Sisa	-	0,0055	0,0385	0,0055

Berat teoritis Fe₃O₄ = 0,0055 x 232

$$= 1,276 \text{ g}$$

Rendemen = (berat sampel/ berat teoritis) x 100%

Diperoleh rendemen untuk tiap perbandingan mol:

Perbandingan mol	Padatan Hasil Preparasi (gram)	Rendemen (%)
1,1:1	0,977	76,57
1,3:1	1,1105	87,03
1,5:1	1,0153	79,57
1,75:1	1,1064	86,71
2:1	1,2829	92,87

Lampiran 2: Perhitungan Konsentrasi Fe₃O₄-AG

Untuk menghitung konsentrasi AG dengan metode adisi standar tunggal pada setiap pH digunakan perbandingan sebagai berikut:

$$\text{Abs standar} = c \text{ standar}$$

$$\text{Abs camp} = c \text{ standar} + c \text{ sampel}$$

$$c \text{ sampel} = \frac{(\text{Abs camp} \cdot c \text{ standar}) - (\text{Abs standar} \cdot c \text{ standar})}{\text{Abs standar}}$$

Dengan:

$$\text{Abs standar} = \text{Absorbansi standar}$$

$$\text{Abs camp} = \text{Absorbansi campuran sampel} + \text{standar}$$

$$c \text{ standar} = \text{konsentrasi standar (ppm)}$$

$$c \text{ sampel} = \text{konsentrasi sampel (ppm)}$$

Diperoleh hasil perhitungan konsentrasi AG untuk setiap pH

pH	Konsentrasi (ppm)
1	8,15
2	0,081
3	0,451
4	1,258
5	0
6	0
7	0,752
8	1,431

Lampiran 3: Titrasi NaOH 0,01M pada Fe₃O₄-AG1. Fe₃O₄-AG Metode Langsung

mL NaOH 0,01M	pH Fe ₃ O ₄ -AG
0	5,403
0,05	5,47
0,1	5,541
0,15	5,61
0,2	5,856
0,3	6,071
0,4	6,928
0,5	7,337
0,6	7,512
0,7	7,722
0,8	7,993
0,9	8,274
1	8,401
2	8,877
3	9,315
4	9,58
5	9,737
6	9,853
7	10,001
10	10,119

2. Fe₃O₄-AG Metode Tidak Langsung

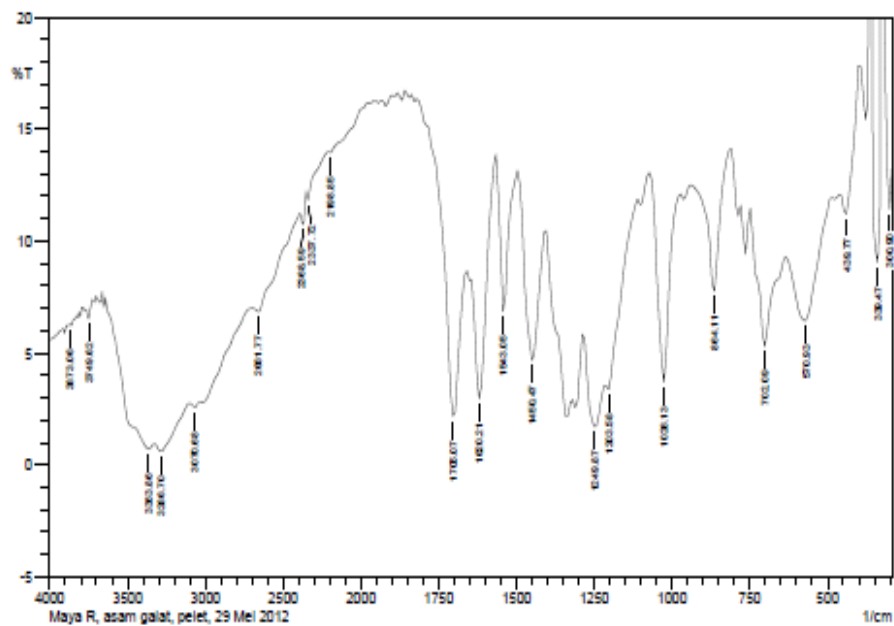
mL NaOH 0,01M	pH Fe ₃ O ₄ -AG
0	4,103
0,05	4,193
0,1	4,267
0,15	4,362
0,2	4,395
0,3	4,519
0,4	4,626
0,5	4,708
0,6	4,86
0,7	4,945
0,8	4,981
0,9	5,098
1	5,206
2	6,278
3	8,324
4	8,922
5	9,249
6	9,495
7	9,632
10	9,928

Lampiran 4: Spektrum IR Asam Galat Standar

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



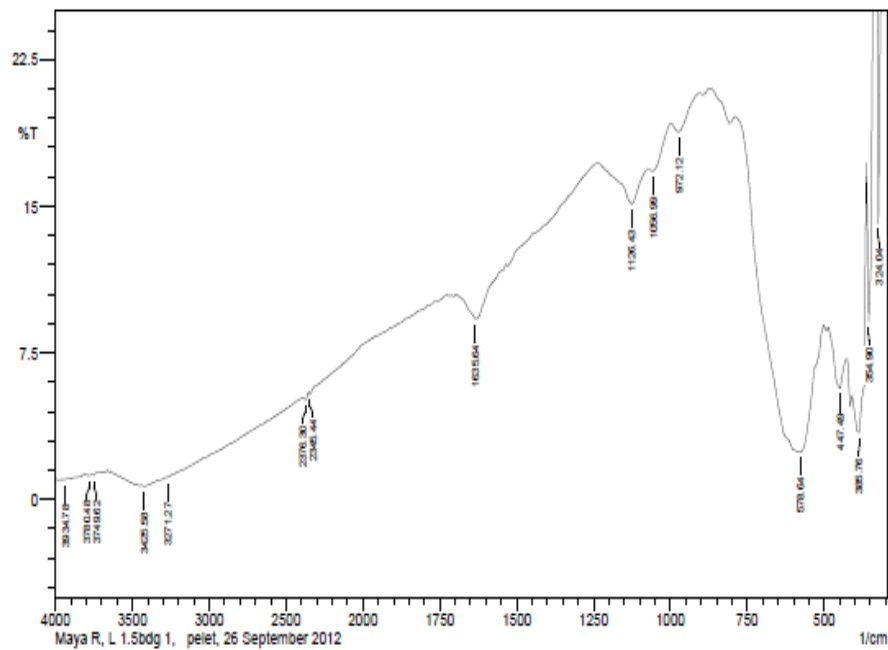
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	11.43	3.67	316.33	293.18	20.84	1.7
2	339.47	9.05	273.91	362.62	324.04	26.52	36.98
3	439.77	11.22	2.45	455.2	401.19	47.01	2.61
4	570.93	6.44	3.99	632.65	493.78	149.88	14.32
5	702.09	5.28	5.22	748.38	640.37	120.3	13.24
6	864.11	7.77	5.63	933.55	817.82	110.47	8.98
7	1026.13	3.7	8.82	1072.42	979.84	100.92	17.21
8	1203.58	3.37	1.41	1219.01	1118.71	116.62	1.64
9	1249.87	1.71	2.87	1280.73	1219.01	99.05	14.93
10	1450.47	4.66	6.82	1489.05	1411.89	88.54	15.54
11	1543.05	6.85	6.78	1566.2	1496.76	68.29	7.84
12	1620.21	2.96	7.8	1658.78	1573.91	99.09	17.51
13	1705.07	2.17	8.36	1813.09	1666.5	158.37	21.79
14	2198.85	13.96	0.09	2206.57	1959.68	203.52	0.96
15	2337.72	11.84	0.58	2353.16	2214.28	122.53	0.35
16	2368.59	10.73	1.09	2391.73	2353.16	36.59	0.8
17	2661.77	6.85	0.59	2692.63	2399.45	310.45	2.81
18	3070.68	2.58	0.51	3101.54	2700.34	547.36	9.46
19	3286.7	0.6	0.66	3325.28	3109.25	406.79	20.95
20	3363.86	0.7	0.84	3633.89	3332.99	503.92	24.97
21	3749.62	6.54	0.58	3765.05	3726.47	44.74	0.67
22	3873.06	6.23	0.08	3880.78	3834.49	55.33	0.18

Lampiran 5: Spektrum IR Fe₃O₄ [Fe³⁺]/[Fe²⁺]=1,5:1

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



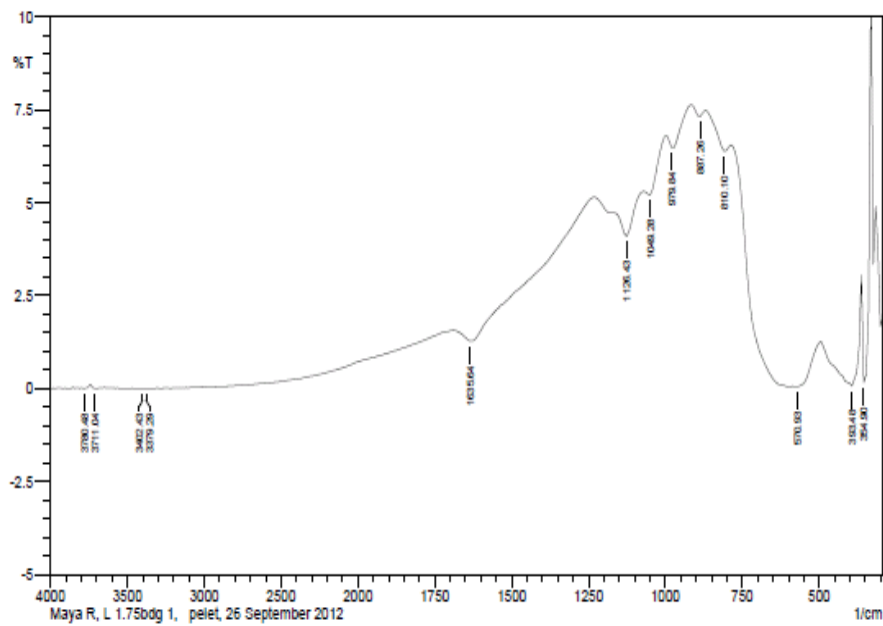
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	324.04	14.115	54.211	331.76	308.61	14.769	7.05
2	354.9	9.104	13.56	362.62	339.47	18.667	5.454
3	385.76	3.428	6.133	401.19	362.62	47.924	9.391
4	447.49	5.684	1.846	501.49	432.05	79.778	3.28
5	578.64	2.426	8.84	786.96	509.21	332.132	83.93
6	972.12	18.812	0.627	995.27	910.4	59.949	0.716
7	1056.99	16.806	0.591	1072.42	1002.98	52.128	0.628
8	1126.43	15.098	1.847	1234.44	1080.14	121.917	3.21
9	1635.64	9.239	1.994	1689.64	1242.16	397.103	7.141
10	2345.44	5.415	0.15	2353.16	1766.8	659.397	0.396
11	2376.3	5.099	0.237	2391.73	2353.16	49.382	0.452
12	3271.27	1.137	0.036	3278.99	2399.45	1365.538	0.042
13	3425.58	0.682	0.054	3433.29	3266.7	301.535	2.29
14	3749.62	1.242	0.083	3765.05	3726.47	72.528	0.394
15	3780.48	1.231	0.046	3811.34	3765.05	88.109	0.459
16	3934.78	1.026	0.02	3942.5	3880.78	121.651	0.527

Lampiran 6: Spektrum IR Fe_3O_4 $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]=1,75:1$

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



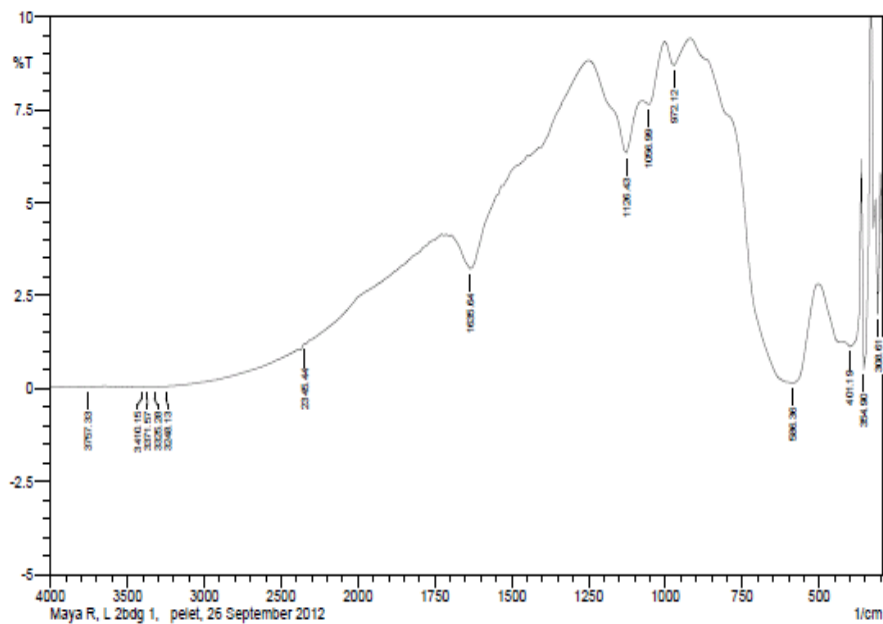
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	354.9	0.161	4.904	362.62	331.76	60.576	24.632
2	393.48	0.072	1.09	493.78	370.33	295.337	58.061
3	570.93	0.053	0.22	586.36	501.49	218.508	9.505
4	810.1	6.383	0.439	864.11	786.96	90.329	0.956
5	887.26	7.314	0.21	910.4	871.82	43.619	0.277
6	979.84	6.474	0.488	995.27	918.12	89.132	1.181
7	1049.28	5.215	0.441	1064.71	1002.98	75.982	0.924
8	1126.43	4.094	0.869	1165	1072.42	123.305	3.083
9	1635.64	1.278	0.71	1689.64	1234.44	714.809	13.183
10	3379.29	0.004	0.003	3394.72	3371.57	100.029	3.382
11	3402.43	0.001	0.005	3417.86	3394.72	109.738	11.48
12	3711.04	0.005	0.049	3734.19	3672.47	244.977	30.321
13	3780.48	0.005	0.039	3795.91	3741.9	199.95	21.976

Lampiran 7: Spektrum IR Fe₃O₄ [Fe³⁺]/[Fe²⁺]=2:1

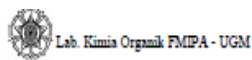
SHIMADZU



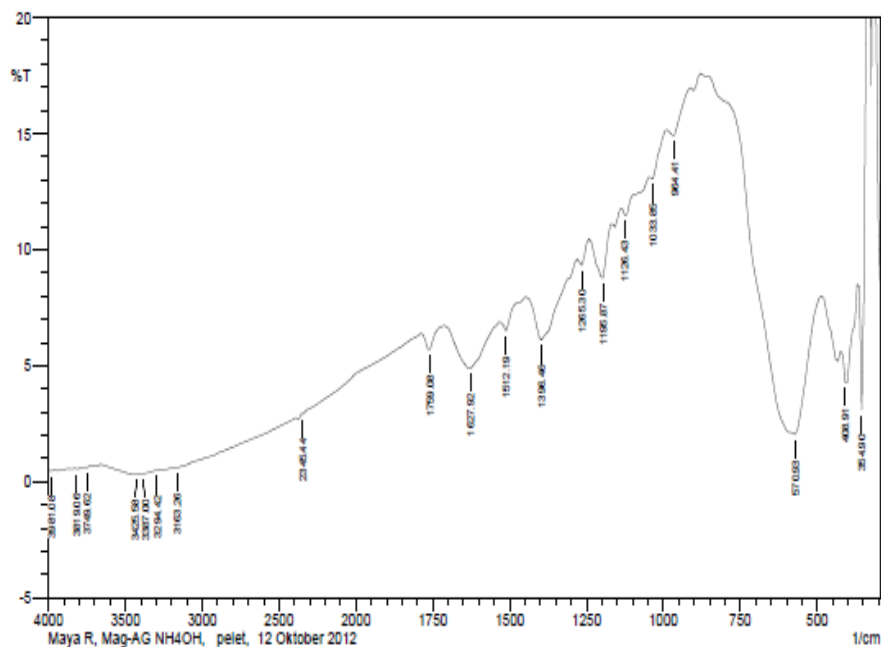
Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	308.61	1.994	5.495	331.76	300.9	43.166	8.886
2	354.9	0.521	4.874	362.62	339.47	43.837	12.711
3	401.19	1.129	0.44	424.34	370.33	101.799	5.278
4	586.36	0.14	3.907	918.12	509.21	692.418	169.083
5	972.12	8.689	0.613	995.27	925.83	72.597	1.072
6	1056.99	7.643	0.447	1072.42	1002.98	74.941	0.943
7	1126.43	6.335	1.704	1242.16	1080.14	182.644	6.885
8	1635.64	3.22	1.837	1728.22	1249.87	598.428	17.463
9	2345.44	1.185	0.056	2353.16	1728.22	1027.604	1.028
10	3248.13	0.05	0.024	3263.56	2391.73	2200.65	1.2
11	3325.28	0.042	0.008	3340.71	3271.27	229.053	1.795
12	3371.57	0.037	0.007	3387	3340.71	157.14	2.093
13	3410.15	0.031	0.008	3441.01	3394.72	161.111	2.999
14	3757.33	0.041	0.007	3772.76	3734.19	129.17	1.303

Lampiran 8: Spektrum IR Fe₃O₄-AG Metode Langsung (Satu Tahap)

Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



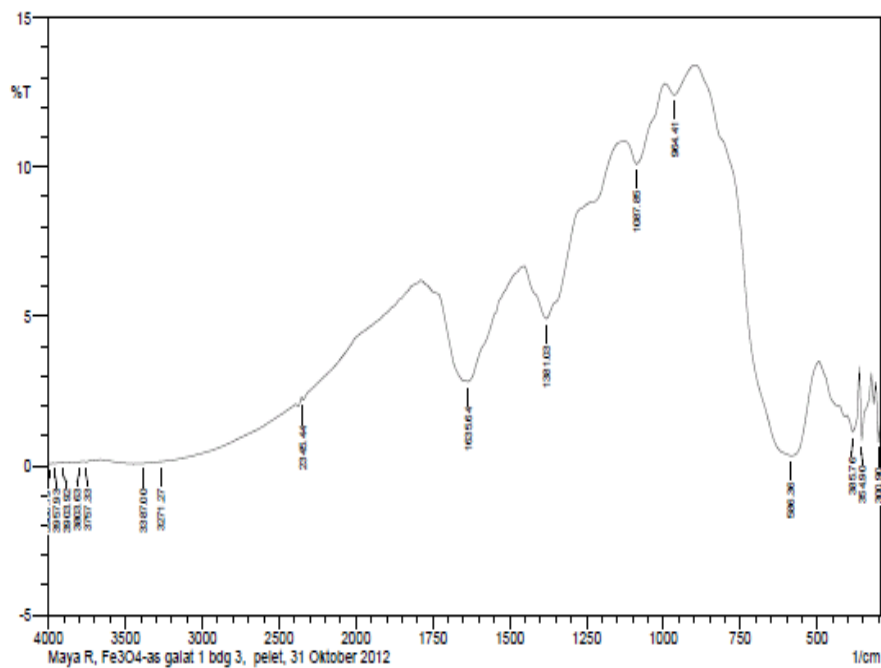
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	354.9	3.099	10.635	362.62	339.47	24.47	6.72
2	408.91	4.273	1.683	416.62	370.33	57.193	3.906
3	570.93	2.035	8.171	848.68	486.06	420.316	84.291
4	964.41	14.936	0.81	987.55	918.12	55.735	0.685
5	1033.85	13.041	0.652	1049.28	995.27	46.139	0.41
6	1126.43	11.5	0.408	1134.14	1049.28	77.202	0.559
7	1195.87	8.784	2.014	1234.44	1172.72	62.764	2.962
8	1265.3	9.338	0.611	1280.73	1242.16	38.845	0.461
9	1396.46	6.09	2.291	1442.75	1288.45	173.847	10.105
10	1512.19	6.504	0.569	1527.62	1450.47	87.456	0.585
11	1627.92	4.884	1.924	1712.79	1535.34	219.755	12.747
12	1759.08	5.709	0.761	1782.23	1720.5	74.466	1.334
13	2345.44	2.927	0.068	2353.16	1789.94	770.229	3.997
14	3163.26	0.615	0.025	3170.97	2391.73	1430.792	0.404
15	3294.42	0.479	0.01	3302.13	3178.69	280.334	1.146
16	3387	0.36	0.012	3394.72	3302.13	221.193	1.378
17	3425.58	0.332	0.009	3433.29	3394.72	94.941	0.257
18	3749.62	0.601	0.055	3765.05	3726.47	84.625	0.713
19	3819.06	0.543	0.035	3826.77	3772.76	120.823	0.785
20	3981.08	0.467	0.021	3996.51	3965.65	71.577	0.311

Lampiran 9: Spektrum IR Fe₃O₄-AG Metode Tidak Langsung (Dua Tahap)

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	0.786	1.401	308.61	293.18	30.132	3.295
2	354.9	0.846	2.178	362.62	331.76	55.458	6.324
3	385.76	1.124	0.525	401.19	370.33	57.723	2.614
4	586.36	0.333	5.243	894.97	501.49	601.583	144.008
5	964.41	12.408	0.518	987.55	902.69	75.648	0.737
6	1087.85	10.091	1.334	1126.43	995.27	124.843	3.319
7	1381.03	4.915	2.683	1450.47	1134.14	356.464	19.134
8	1635.64	2.809	3.582	1782.23	1458.18	433.172	46.663
9	2345.44	2.188	0.169	2353.16	1789.94	799.953	1.141
10	3271.27	0.132	0.02	3278.99	2391.73	1939.764	0.441
11	3387	0.077	0.005	3394.72	3309.85	257.293	1.599
12	3757.33	0.129	0.017	3765.05	3711.04	151.726	1.182
13	3803.63	0.115	0.014	3819.06	3772.76	133.439	0.594
14	3903.92	0.088	0.015	3911.64	3826.77	254.758	4.512
15	3957.93	0.075	0.007	3965.65	3919.35	141.898	0.973
16	3988.79	0.063	0.014	4004.22	3973.36	97.278	1.498

Lampiran 10: Difraktogram Fe₃O₄ Standar

```

*** Basic Data Process ***
Sample Name : Data 2012
Operator Name : Prof Nuryono-3
Sample Name : Prof Nuryono-3.FKR
Sample Name : Fe3O4 std
Sample Name : Fe3O4 std

Longest 3 peaks
peak no. 2Theta (deg) d (A) I/I1 FWHM (deg) Intensity (Counts) Integrated (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

JCPDS Data List
peak no. 2Theta (deg) d (A) I/I1 FWHM (deg) Intensity (Counts) Integrated (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 4.80668 10 0.27820 94 1467
6 18.9466 4.68017 4 0.30670 38 545
7 19.4400 4.56248 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 2.09508 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	55.9976	1.64085	14	0.24520	133	1987
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	0.18160	34	440
57	71.1221	1.32452	5	0.20920	52	819
58	71.4919	1.31057	3	0.13040	31	188
59	74.1096	1.27834	9	0.29200	82	1496
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    : Fe304 std
  Comment       : Fe304 std
  Date & Time    : 07-19-12 11:14:30

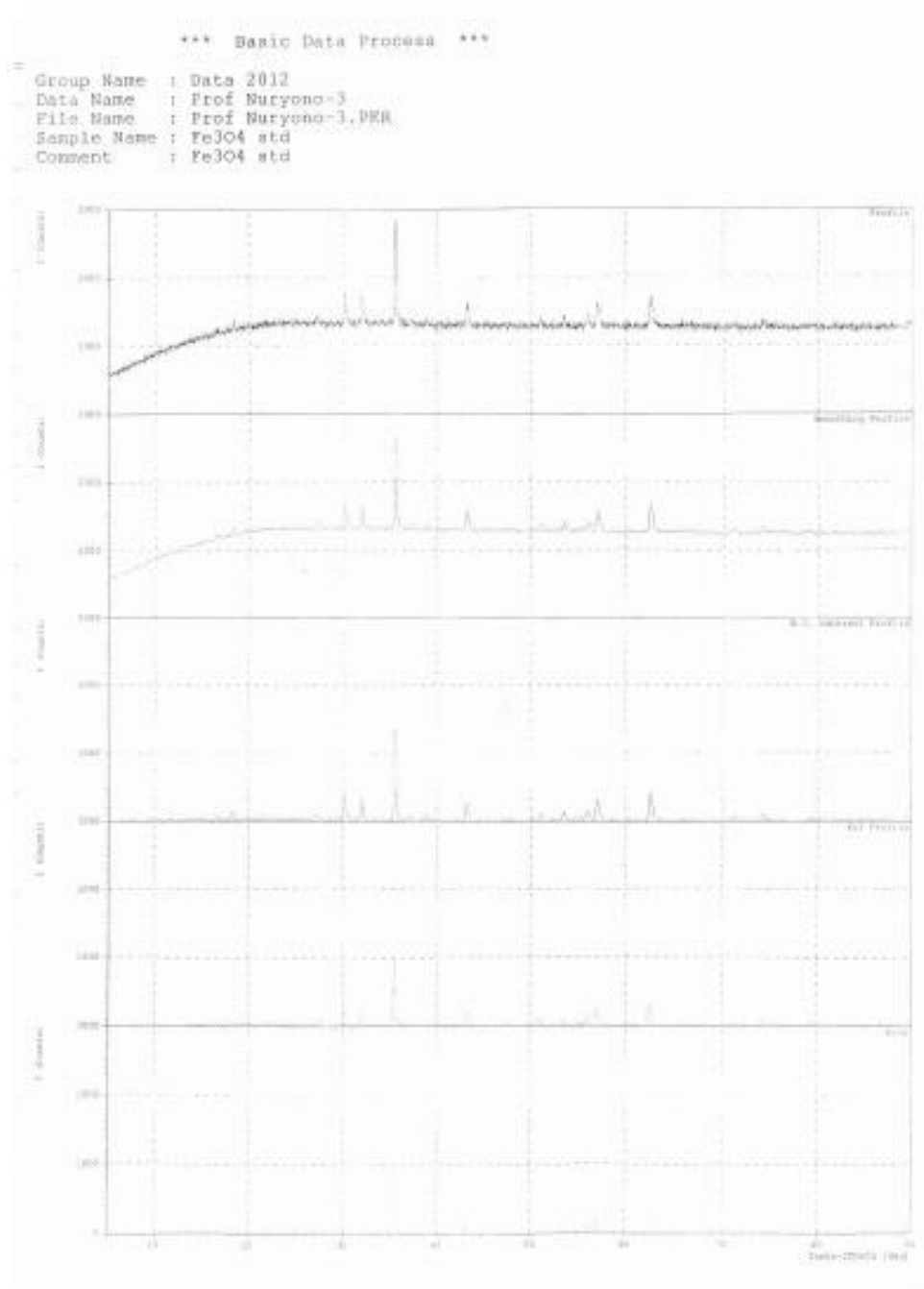
# Measurement Condition
  X-ray tube
    target        : Cu
    voltage       : 40.0 (kV)
    current       : 30.0 (mA)

  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 (per mil)
    FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]

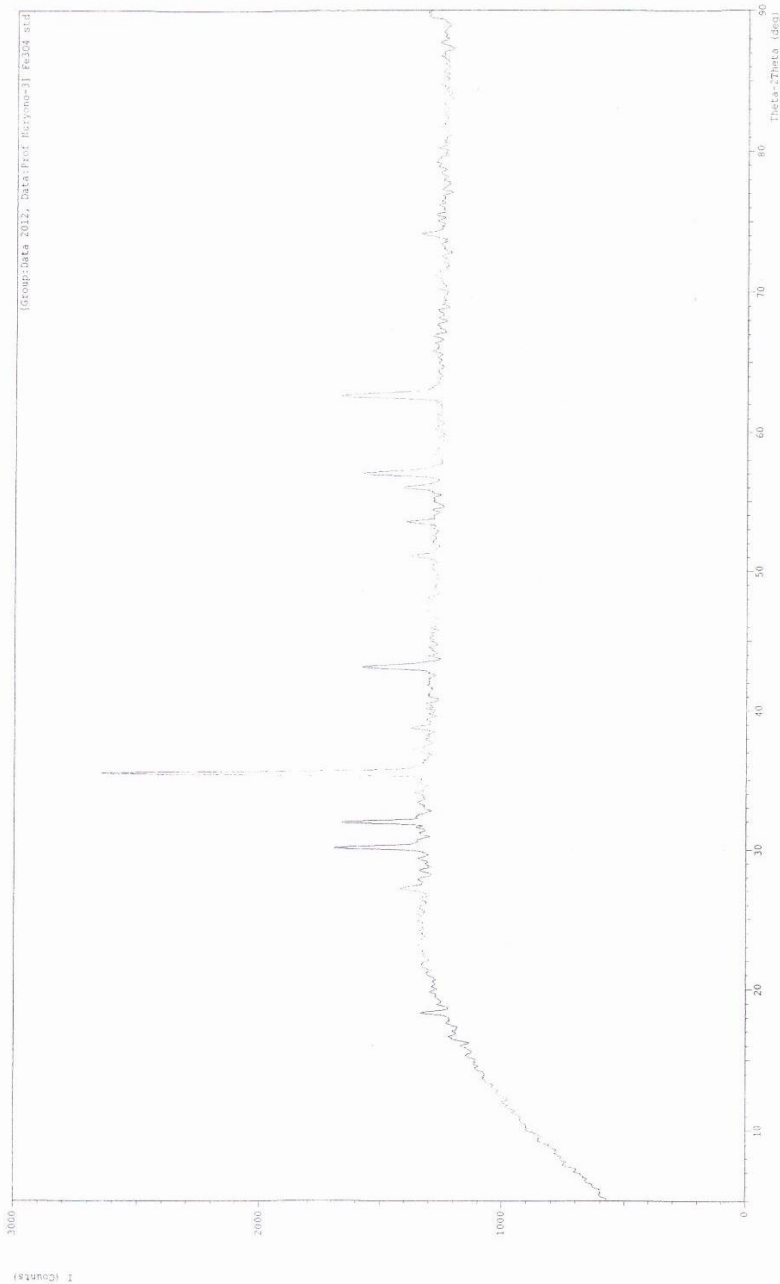
```



Standar.

*** MULTIFIT.PLOT ***

File Name : Data 2012\Prof Nuryono-3
Sample Name : Fe304 std
Date & Time : 07-19-12 11:14:30
Condition : Comment : Fe304 std
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 11: Difraktogram Sinar-X Fe₃O₄ [Fe³⁺]/[Fe²⁺]=1,5:1

```

*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2013
Data Name  : Maya R
File Name  : Maya R.PKR
Sample Name: Fe3O4 (NH4OH)
Comment    : Fe3O4 (NH4OH)

# Strongest 3 peaks
no. peak  2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
          no.      (deg)    (A)      (deg)    (Counts)   (Counts)
1         5      10.7000   8.26152  100    1.20000    41     1702
2         6      11.3200   7.81039   85    0.00000    35       0
3         4       9.8200   8.99980   83    1.36000    34     1734

# Peak Data List
peak      2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
no.      (deg)    (A)      (deg)    (Counts)   (Counts)
1         6.4950   13.59771  20    0.11000     8      101
2         7.3850   11.96087  20    0.07000     8      61
3         8.6050   10.26762  76    0.79000    31    1230
4         9.8200   8.99980   83    1.36000    34    1734
5        10.7000   8.26152  100    1.20000    41    1702
6        11.3200   7.81039   85    0.00000    35     0
7        11.8400   7.46851   80    0.00000    33     0
8        12.3600   7.15544   59    0.00000    24     0
9        12.9850   6.81240   66    0.43000    27    957
10       13.9640   6.33692   51    0.83200    21   1033
11       15.2120   5.81973   29    0.26400    12    247
12       16.3033   5.43254   29    0.35330    12    396
13       17.4200   5.08673    5    0.02000     2     11
14       17.7400   4.99568    5    0.00000     2     0
15       18.3675   4.82640   20    0.10500     8     94
16       19.4266   4.56560   24    0.10670    10    137
17       20.5166   4.32544   37    0.16670    15    275
18       21.7525   4.08239   37    0.12500    15    257
19       23.2850   3.81706   32    0.25000    13    289
20       23.9820   3.70768   37    0.31600    15    363
21       25.2700   3.52154   39    0.26000    16    310
22       25.6200   3.47422   15    0.03000     6     9
23       26.5400   3.35584   32    0.24000    13    275
24       27.0850   3.28954   24    0.23000    10    160
25       28.0583   3.17760   54    0.30330    22    495
26       28.7900   3.09849   27    0.10000    11    124
27       29.9650   2.97961   34    0.25000    14    280
28       30.5426   2.92456   27    0.10130    11    125
29       31.5150   2.83651   17    0.07000     7     42
30       32.1066   2.78558   37    0.29330    15    412
31       33.2150   2.69511   20    0.11000     8     54
32       33.9600   2.63767   20    0.20000     8     96
33       35.3733   2.53546   59    0.38670    24    680
34       35.9233   2.49789   29    0.31330    12    196
35       36.6266   2.45152   24    0.25330    10    121
36       37.8375   2.37580   20    0.11500     8     85
37       39.2800   2.29181    7    0.02000     3     4
38       40.2800   2.23719   20    0.20000     8    140
39       41.3375   2.18237   20    0.15500     8    127
40       42.1400   2.14265   15    0.16000     6     60
41       42.8100   2.11065   24    0.26000    10    176
42       43.8000   2.06522    5    0.02000     2     2
43       44.4550   2.03629   10    0.07000     4     14
44       45.3700   1.99733   15    0.10000     6     42
45       46.1250   1.96638   10    0.07000     4     34
46       46.9650   1.93315   22    0.17000     9     96
47       47.8000   1.90131   17    0.16000     7     86

```


peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I ₁	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
48	48.2900	1.88316	22	0.14000	9	101
49	49.0400	1.85610	24	0.12000	10	116
50	50.0900	1.81962	17	0.14000	7	102
51	50.8940	1.79275	32	0.13200	13	130
52	53.2333	1.71935	22	0.37330	9	291
53	54.3625	1.68627	29	0.24500	12	284
54	55.2500	1.66127	37	0.18000	15	225
55	55.7400	1.64782	27	0.36000	11	281
56	56.8600	1.61799	27	0.20000	11	164
57	57.3833	1.60447	24	0.23330	10	122
58	57.9616	1.58983	17	0.10330	7	56
59	58.8183	1.56870	12	0.06330	5	22
60	59.4066	1.55456	7	0.02670	3	14
61	60.8750	1.52053	15	0.27000	6	109
62	61.4550	1.50757	15	0.09000	6	38
63	62.8175	1.47811	22	0.19500	9	184
64	63.8750	1.45616	17	0.09000	7	47
65	64.1400	1.45078	2	0.00000	1	0
66	65.0200	1.43326	2	0.00000	1	0
67	65.8050	1.41805	20	0.25000	8	238
68	66.6600	1.40192	27	0.08000	11	56
69	66.7800	1.39969	24	0.12000	10	66
70	67.6867	1.38313	37	0.20000	15	195
71	68.1583	1.37471	32	0.17670	13	130
72	68.8000	1.36344	10	0.02660	4	10
73	69.3700	1.35363	24	0.20660	10	117
74	70.0350	1.34239	5	0.05000	2	15
75	70.8850	1.32837	17	0.11000	7	81
76	71.5925	1.31697	22	0.21500	9	137
77	72.3250	1.30542	7	0.05000	3	17
78	73.8300	1.28249	12	0.22000	5	79
79	74.1800	1.27730	17	0.08000	7	73
80	74.9350	1.26629	20	0.13000	8	65
81	75.0600	1.26449	12	0.04000	5	18
82	75.8266	1.25360	24	0.25330	10	168
83	76.4400	1.24506	29	0.26000	12	212
84	77.3900	1.23214	22	0.10000	9	72
85	78.0350	1.22356	12	0.13000	5	77
86	78.7216	1.21460	20	0.17670	8	108
87	79.4500	1.20528	24	0.30000	10	203

*** Basic Data Process ***

```
# Data Infomation
  Group Name      : Data 2013
  Data Name       : Maya R
  File Name       : Maya R.RAW
  Sample Name     : Fe3O4 (NH4OH)
  Comment         : Fe3O4 (NH4OH)
  Date & Time     : 02-27-13 12:04:47

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

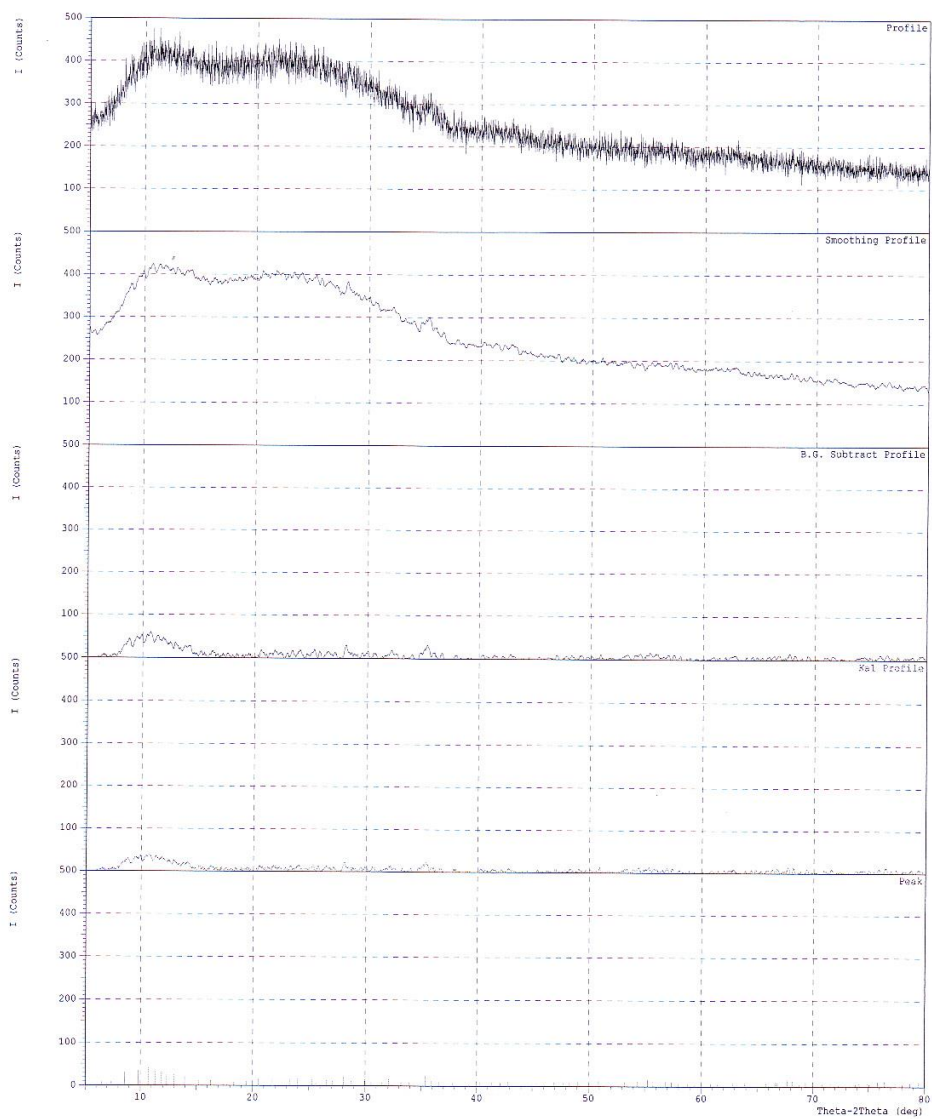
  Slits
    divergence slit : 1.00 (deg)
    scatter slit    : 1.00 (deg)
    receiving slit  : 0.30 (mm)

  Scanning
    drive axis     : Theta-2Theta
    scan range     : 5.0000 - 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 : 47
    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 2013
Data Name : Maya R
File Name : Maya R.PKR
Sample Name : Fe3O4 (NH4OH)
Comment : Fe3O4 (NH4OH)



*** Multi Plot ***

File Name : Data 2013\Maya R
Sample Name : Fe3O4 (NH4OH)
Date & Time : 02-27-13 12:04:47
Condition : Comment : Fe3O4 (NH4OH)
X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
Scan Range : 5.0000 <-> 80.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
Count Time : 0.24 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm

