

## Ekstraksi dan Karakterisasi Senyawa Besi Oksida dari Batuan Vulkanik Pulau Ambon menggunakan Metode Kopresipitasi

Gede Wiratma Jaya<sup>1,\*</sup>, Delpina Nggolaon<sup>1</sup>, Nikmans Hattu<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Kimia, Jurusan Teknik Geologi, Fakultas Teknik, Universitas Pattimura, Ambon 9723, Indonesia

<sup>2</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pattimura, Ambon 9723, Indonesia

### Info Artikel

#### Histori Artikel:

Diajukan: 1 Oktober 2023

Direvisi: 15 November 2023

Diterima: 22 Desember 2023

#### Kata kunci:

Batuan Vulkanik

Besi Oksida

Ekstraksi

Kopresipitasi

#### Keywords:

Volcanic Rocks

Iron Oxide

Extraction

Co-Precipitation

#### Penulis Korespondensi:

Gede Wiratma Jaya

Email:

[gedewiratmajaya.unpatti@gmail.com](mailto:gedewiratmajaya.unpatti@gmail.com)

### ABSTRAK

Senyawa besi oksida pada batuan vulkanik Pulau Ambon memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai material maju di masa depan. Penelitian ini bertujuan untuk mengekstraksi senyawa besi oksida pada batuan vulkanik Pulau Ambon menggunakan metode kopresipitasi. Hasil penelitian menunjukkan senyawa besi oksida yang dihasilkan memiliki kemurnian dibawah 50%. Hal ini dikarenakan masih adanya beberapa senyawa oksida yang terdeteksi oleh instrumen *X-Ray Fluorescence* (XRF). Fasa mineral oksida yang terdeteksi oleh instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) adalah magnetit ( $Fe_3O_4$ ), maghemit ( $\gamma-Fe_2O_3$ ), dan hematit ( $\alpha-Fe_2O_3$ ). Ukuran kristal dari hasil perhitungan persamaan *Scherrer* menghasilkan nilai rata-rata sebesar 13,732 nm. Dari hasil pengamatan *Scanning Electron Microscope* (SEM) menunjukkan adanya aglomerasi dengan bentuk permukaan yang bulat. Ukuran partikel yang dianalisis dari gambar SEM menggunakan *software ImageJ* menghasilkan nilai rata-rata sebesar 729,184 nm. Hasil ini menunjukkan metode kopresipitasi telah berhasil mempelajari senyawa besi oksida dari batuan vulkanik Pulau Ambon. Kedepannya senyawa besi oksida dari hasil ekstraksi dapat diaplikasikan sebagai material fotokatalis dan antimikroba.

*Iron oxide compounds in the volcanic rocks of Ambon Island have the potential to be used as advanced materials in the future. This research aims to extract iron oxide compounds from volcanic rocks of Ambon Island using the co-precipitation method. The research results showed that the iron oxide compounds produced had a purity below 50%. This is because there are some oxide compounds detected by the X-Ray Fluorescence (XRF) instrument. The oxide mineral phases detected from X-Ray Diffraction (XRD) instrument were magnetite ( $Fe_3O_4$ ), maghemite ( $\gamma-Fe_2O_3$ ), and hematite ( $\alpha-Fe_2O_3$ ). The average crystal size calculated from the Scherrer equation is 13.732 nm. The results of the Scanning Electron Microscope (SEM) observation show the presence of agglomerates with a spherical surface shape. The particle size analysed from the SEM image using the ImageJ software produced an average value of 729.184 nm. This result shows that the co-precipitation method has successfully studied iron oxide compounds from volcanic rocks of Ambon Island. In the future, iron oxide compounds from the extraction process can be applied as photocatalyst and antimicrobial materials.*

Copyright © 2024 Author(s). All rights reserved

## I. PENDAHULUAN

Provinsi Maluku, khususnya pulau Ambon merupakan pulau yang menjadi bagian dari sistem busur Banda dengan karakteristik perbukitan. Perbukitan ini dibentuk melalui aktivitas vulkanik pada akhir *Pliosen* hingga awal *Pleistosen*. Kemudian aktivitas tektonik mendominasi dengan membentuk sesar-sesar aktif hingga saat ini (Vandani et al., 2014). Secara geologi pulau Ambon terdiri dari batuan vulkanik dan batuan sedimen karbonat (Lewerissa et al., 2018; Tjokrosapoetro et al., 1993). Batuan vulkanik lebih banyak terdapat batuan beku mafik dan *intermediet* serta *breksi* dan *tuf*. Batuan vulkanik tersebut secara tidak selaras ditumpangi oleh batu gamping koral yang mengalami proses pembentukan pada akhir *Pleistosen* hingga *Holosen* (Vandani et al., 2014).

Batuan vulkanik Pulau Ambon memiliki kandungan geokimia yang terdiri dari beberapa senyawa antara lain  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , dan LOI dengan komposisi senyawa tertinggi yaitu  $\text{SiO}_2$  (Honthaas et al., 1999). Senyawa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang ditemukan pada batuan vulkanik di Pulau Ambon memiliki kandungan dengan presentase 1,25 s/d 7,44 wt% (Honthaas et al., 1999). Senyawa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada batuan vulkanik termasuk senyawa besi oksida dan senyawa besi oksida yang ada di batuan vulkanik memiliki potensi untuk dilakukan ekstraksi dengan tujuan untuk mendapatkan senyawa besi oksida murni. Secara alami senyawa besi oksida memiliki berbagai bentuk polimorfik atau fasa mineral oksida, yaitu magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), dan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (AL-Husseini et al., 2021; Campos et al., 2015).

Energi pita celah yang dimiliki oleh senyawa besi oksida dalam bentuk magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), dan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) masing-masing sebesar 2,69 eV (Radoń et al., 2017), 2,60 eV (Nnadozie & Ajibade, 2022), dan 2,28 eV (Hmamouchi et al., 2022). Berdasarkan energi pita celah tersebut, senyawa besi oksida dalam bentuk nanopartikel memiliki potensi yang sangat luas untuk digunakan sebagai material fotokatalis (Tharani et al., 2021), elektroda superkapasitor (Gaire et al., 2021; Kumar et al., 2020), agen kontras *Magnetic Resonance Imaging* (Yang et al., 2022), anti mikroba (Mohamed et al., 2023), anti kanker (Alangari et al., 2022), dan biosensor (Akram et al., 2019).

Senyawa besi oksida dapat disintesis menggunakan bahan alam, yaitu pasir besi (Widodo et al., 2020) dan bijih besi (Muhammad et al., 2019). Selain itu sintesis besi oksida dapat menggunakan limbah besi bubuk (Rahmawati et al., 2020), karat besi (Abid et al., 2021), dan *red mud* (Wang et al., 2020). Metode sintesis yang digunakan untuk mendapatkan senyawa besi oksida yaitu *hydrothermal* (Hadi et al., 2023), *sol-gel* (Sundar et al., 2018), *microwave-assisted* (Panariello et al., 2022), *electrospark* (Zhuravlev et al., 2019), *chemical vapor* (Levish et al., 2023), dan kopresipitasi (Mufti et al., 2014). Dari beberapa metode sintesis senyawa besi oksida, metode kopresipitasi merupakan metode sintesis kimia yang secara luas telah digunakan untuk menghasilkan nanopartikel oksida besi (Samrot et al., 2021).

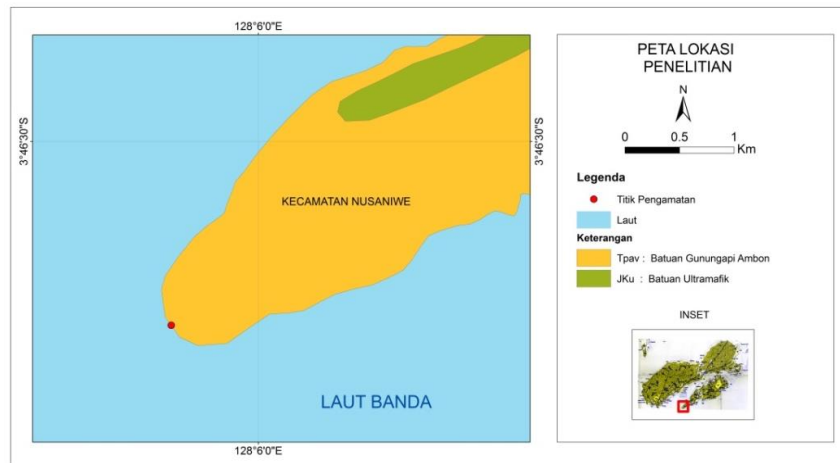
Metode kopresipitasi memiliki tahapan sintesis yang tidak terlalu rumit dan menghasilkan distribusi ukuran butir yang relatif kecil (Muflihatun et al., 2015). Untuk mengoptimalkan ukuran partikel dan sifat magnetik yang dimiliki oksida besi dari hasil sintesis dapat dilakukan dengan cara mengontrol berbagai macam parameter seperti pH, konsentrasi garam, temperature, kecepatan pengadukan, dan konsentrasi surfaktan (Kim et al., 2003; Salavati-Niasari et al., 2009). Penggunaan metode kopresipitasi untuk mensintesis senyawa besi oksida dari bahan batuan vulkanik masih belum banyak dilakukan.

Berdasarkan peluang penelitian tersebut, maka penelitian ini memiliki tujuan untuk mengekstraksi senyawa besi oksida dari batuan vulkanik Pulau Ambon menggunakan metode *kopresipitasi*. Hasil ekstraksi tersebut kemudian dikarakterisasi untuk menginvestigasi komposisi senyawa oksida, fase senyawa oksida besi, dan struktur morfologi yang dihasilkan.

## II. METODE

### 2.1 Geologi Daerah Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah batuan vulkanik dan berdasarkan referensi penelitian yang telah dilakukan oleh Honthaas et al. (1999). Lokasi pengambilan sampel berada di Pantai Tanjung Nusaniwe, Kota Ambon dengan titik koordinat  $03^{\circ}47'33''$  LS dan  $128^{\circ}05'23,70''$  BT (Gambar 1). Kondisi geologi regional di titik lokasi pengambilan sampel sebagian besar didominasi oleh formasi batuan gunungapi Ambon (Tpav) (Tjokrosapoetro et al., 1993).



**Gambar 1** Peta lokasi pengambilan sampel dan kondisi geologi regional

Lokasi pengambilan sampel merupakan daerah pantai dan ditemukan adanya beberapa singkapan batuan gunungapi Ambon (Tpav) (Gambar 2) dari hasil proses erupsi gunung api dibawah permukaan air terlihat dari hadirnya tekstur *pillow lava* yang didating terjadi sekitar 5-3,2 Ma (*Million age*) (Honthaas et al., 1999).



(a)

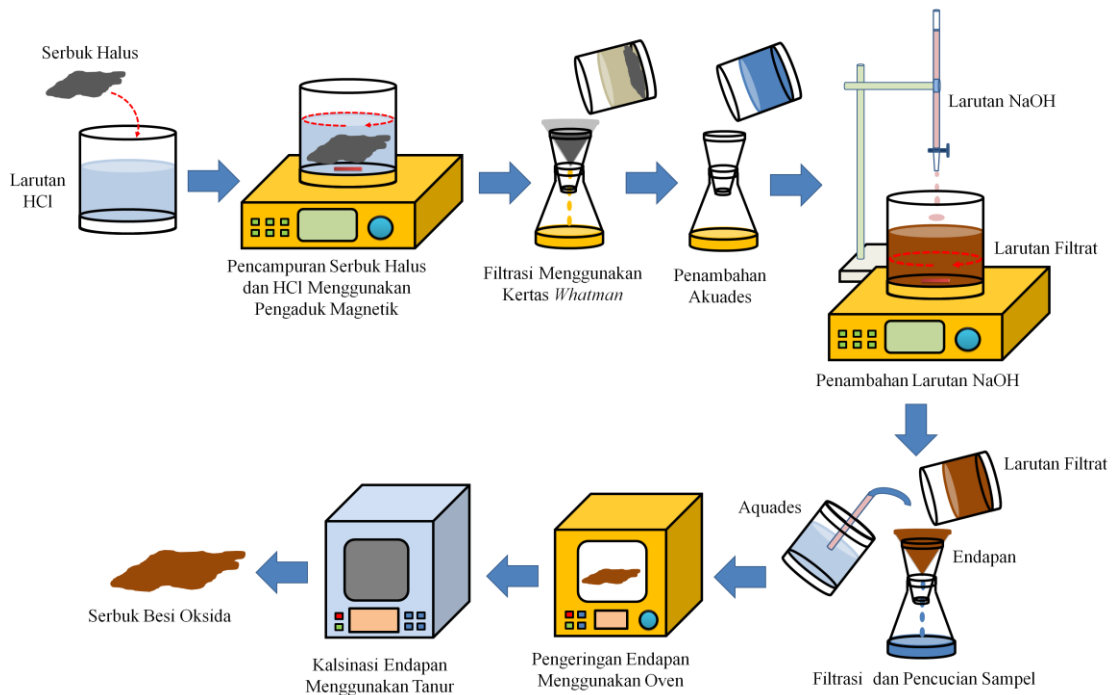
(b)

**Gambar 2** Lokasi pengambilan sampel yang ditemukan (a) singkapan batuan gunungapi Ambon (Tpav) dan (b) sampel batuan yang diambil dari singkapan

## 2.2 Sintesis Senyawa Besi Oksida

Proses sintesis senyawa besi oksida menggunakan metode kopresipitasi dengan beberapa material antara lain batuan vulkanik, HCl 12M (*Merck*), NaOH (*Merck*), dan akuades. Proses ini diawali dengan menghancurkan batu vulkanik dan hasil serpihan batu diayak menggunakan ayakan 100 mesh untuk mendapatkan serbuk batu yang lebih halus. Serbuk batu kemudian ditimbang sebanyak 10 gram dan dilarutkan dalam 25 mL larutan HCl 12 M. Dalam proses pelarutannya, serbuk diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam dengan temperatur awal 100 °C selama 10 menit dan diturunkan menjadi suhu ruangan. Larutan yang dihasilkan kemudian difiltrasi menggunakan kertas saring untuk memisahkan larutan filtrat dari serbuk. Akuades sebanyak 100 mL ditetes secara perlahan untuk memisahkan larutan filtrat yang masih ada di serbuk dan sisa akuades tersebut kemudian dimasukkan ke dalam larutan filtrat.

Larutan filtrat kemudian dicampur dengan larutan NaOH 12 M sambil diaduk perlahan menggunakan pengaduk magnetik dengan suhu 100 °C agar larutan teraglomerasi hingga mencapai titik jenuh dengan pH 13. Proses selanjutnya dilakukan filtrasi menggunakan kertas saring untuk memisahkan endapan dengan air dan dicuci menggunakan akuades. Endapan tersebut kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 100 °C selama 48 jam. Proses terakhir adalah kalsinasi, dimana sampel dalam bentuk serbuk dipanaskan menggunakan tanur dengan suhu 1000 °C selama 1,5 jam. Sampel yang sudah mengalami proses kalsinasi selanjutnya dikarakterisasi. Adapun proses ekstraksi senyawa besi oksida diperlihatkan pada Gambar 3.



**Gambar 3** Proses ilustrasi ekstraksi senyawa besi oksida dari batu vulkanik Pulau Ambon menggunakan metode kopresipitasi

### 2.3 Karakterisasi Material

Serbuk besi oksida yang telah disintesis dilakukan karakterisasi menggunakan beberapa instrumen karakterisasi material, yaitu *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Instrumen XRD (Rigaku miniplex 600) digunakan untuk mengetahui struktur dan fasa kristal sampel yang dihasilkan. Instrumen XRF (Rigaku NEX DE) digunakan untuk mengetahui komposisi senyawa oksida dari serbuk batu dan serbuk besi oksida. Instrumen SEM (Quanta 250) digunakan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan.

Analisis ukuran kristal serbuk besi oksida berdasarkan data XRD dihitung menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut (Monshi et al., 2012):

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

dimana L adalah ukuran kristal (nm), K adalah konstanta yang bergantung pada bentuk kristal dengan nilai 0,90,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm),  $\beta$  adalah nilai *Full Width at Half Maximum (FWHM)* (radian), dan  $\theta$  adalah sudut difraksi ( $^{\circ}$ ). Untuk ukuran partikel serbuk besi oksida menggunakan citra SEM yang dianalisis menggunakan *software ImageJ*.

## III. HASIL DAN DISKUSI

### 3.1 Analisis *X-Ray Fluorescence (XRF)*

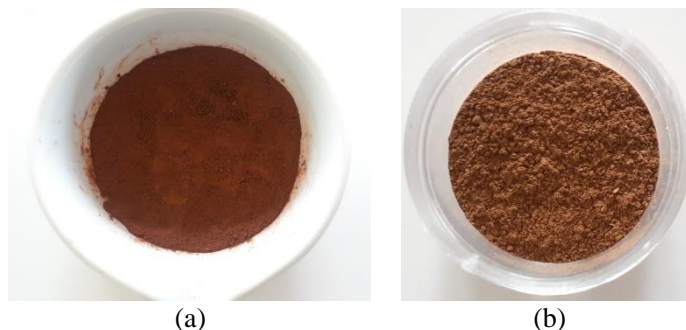
Komposisi senyawa oksida pada serbuk batu vulkanik dan serbuk besi oksida dari hasil ekstraksi berdasarkan hasil pengujian menggunakan instrumen XRF diperlihatkan pada Tabel 1. Senyawa silika oksida ( $\text{SiO}_2$ ) pada serbuk batu vulkanik merupakan senyawa dengan komposisi paling besar diantara senyawa oksida lainnya. Untuk senyawa oksida magnesium oksida ( $\text{MgO}$ ) dan natrium oksida ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) tidak terdeteksi oleh instrumen XRF. Jika dibandingkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Honthaas et al. (1999) senyawa  $\text{MgO}$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$  dapat dideteksi menggunakan instrumen *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)*. Keberadaan senyawa besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) yang ditemukan pada penelitian ini memiliki nilai yang cukup besar dibandingkan hasil penelitian Honthaas et al. (1999) yang hanya menemukan kadar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 7,44 wt% di lokasi yang sama dengan kode lokasi Abn 9.

**Tabel 1.** Komposisi senyawa oksida serbuk batu vulkanik dan serbuk hasil ekstraksi

No	Senyawa Oksida	Serbuk Batu Vulkanik	Serbuk Besi Oksida
1	SiO <sub>2</sub>	53,4%	0,651%
2	TiO <sub>2</sub>	1,4%	1,95%
3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,4%	13,6%
4	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,6%	47,4%
5	MnO	0,185%	0,506%
6	MgO	-	21,5%
7	CaO	15%	12,5%
8	Na <sub>2</sub> O	-	-
9	K <sub>2</sub> O	0,378%	-
10	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,048%	0,896%

Senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada serbuk besi oksida menjadi senyawa yang paling dominan diantara senyawa oksida lainnya. Hasil ini menunjukkan metode kopresipitasi dapat memisahkan senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan senyawa oksida lainnya melalui reaksi kimia yang terjadi pada saat proses sintesis khususnya pencampuran serbuk batu vulkanik dengan larutan HCl dan reaksinya dengan larutan NaOH (Gambar 3). Selain senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang mengalami peningkatan nilai komposisi, beberapa senyawa oksida seperti titanium oksida (TiO<sub>2</sub>), mangan oksida (MnO), magnesium oksida (MgO), dan fosfor oksida (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) juga mengalami peningkatan nilai komposisi. Peningkatan senyawa oksida tersebut mengakibatkan senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dihasilkan belum mencapai persentase di atas 90% seperti penelitian yang dilakukan oleh Fatmaliana et al. (2016).

Warna serbuk besi oksida yang dihasilkan dari metode kopresipitasi sebelum dikalsinasi pada menghasilkan warna merah bata (Gambar 4). Setelah dilakukan proses kalsinasi warna serbuk besi oksida berubah menjadi warna coklat. Hasil perubahan warna ini memiliki perbedaan dengan penelitian yang dilakukan oleh Chomchoey et al. (2018) dan Soekansa et al. (2023) dalam mensintesis senyawa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dimana semakin tinggi suhu kalsinasi warna sampel menjadi warna merah bata.



**Gambar 4** Warna sampel besi oksida (a) sebelum dikalsinasi dan (b) sesudah kalsinasi

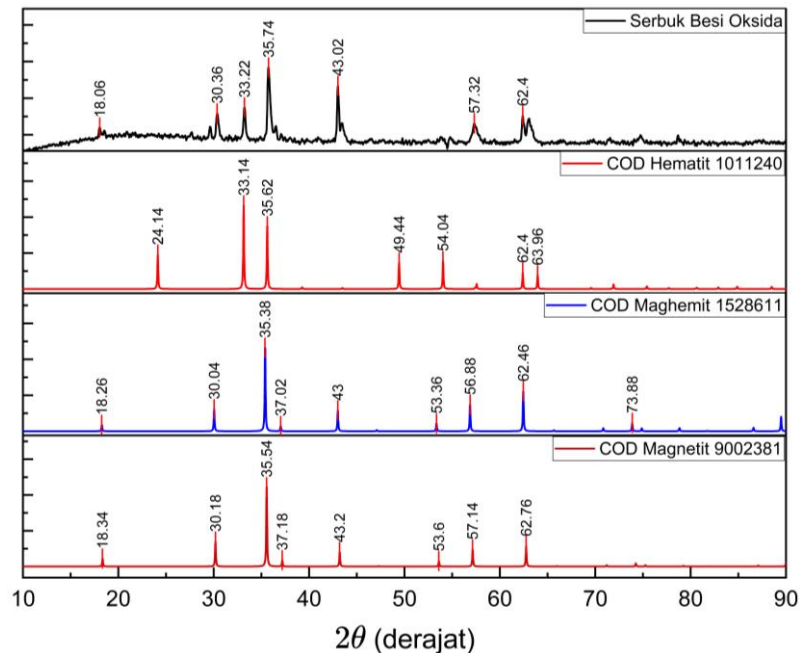
### 3.2 Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Pola difraksi sinar-X serbuk besi oksida ditampilkan pada Gambar 5. Hasil difraksi sinar-X serbuk besi oksida menghasilkan 7 puncak panjang gelombang pada berbagai sudut difraksi  $2\theta$ . Serbuk besi oksida memiliki kemiripan dengan beberapa fasa mineral oksida yaitu magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), dan hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) berdasarkan data dari *Crystallography Open Database* (COD) dengan nomor 9002381, 1528611, dan 1011240 untuk fase mineral oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>,  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Fasa mineral oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki kemiripan struktur dan sulit untuk dibedakan (Cui et al., 2013; Winsett et al., 2019). Hal ini dikarenakan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki puncak yang lebar dan saling tumpang tindih (Zachariah et al., 1995). Untuk memastikan serbuk besi oksida memiliki fasa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> atau  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, maka diperlukan data spektrum Raman (Zachariah et al., 1995) dan pengujian menggunakan *X-ray photoelectron spectrum* (XPS) (Cui et al., 2013). Namun, pada penelitian ini tidak dilakukan pengujian menggunakan spektroskopi Raman dan XPS.

Data XRD serbuk besi oksida menurut JCPDS No 19-0629 untuk standar  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan keberadaan fasa  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sudut  $2\theta = 30,36^\circ$  (220),  $35,74^\circ$  (311), dan  $57,32^\circ$  (511) (Bandhu et al., 2015). Selain itu keberadaan fasa  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terdeteksi pada sudut  $2\theta = 18,06^\circ$  (111) berdasarkan data JCPDS No. 39-1346 (Nazari et al., 2014). Fasa  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada serbuk besi oksida



terdeteksi pada sudut  $2\theta = 33,22^\circ$  (104) berdasarkan data standar  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dengan JCPDS No 01-073-2234 (Wahyinto et al., 2022). Pada sudut  $2\theta = 43,02^\circ$  (400) terdeteksi sebagai fasa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Guivar et al., 2014; Nengsi et al., 2016) dan terdeteksi pada sudut  $2\theta = 62,4^\circ$  (440) berdasarkan data JCPDS No 39-1340 (Bandhu et al., 2015). Berdasarkan referensi data JCPDS dan hasil penelitian yang sudah dilakukan beberapa peneliti, maka serbuk besi oksida yang dihasilkan memiliki tiga fasa mineral oksida yaitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , dan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dengan fasa yang dominan adalah  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Selain itu warna coklat pada serbuk besi oksida mengindikasikan fasa  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (Chomchoey et al., 2018).



**Gambar 5** Pola difraksi serbuk besi oksida hasil ekstraksi menggunakan metode kopresipitasi yang dibandingkan dengan data *Crystallography Open Database* (COD) untuk fasa mineral oksida  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , dan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

Ukuran kristal untuk masing-masing fasa mineral oksida dari sudut  $2\theta$  diperlihatkan pada Tabel 2. Berdasarkan hasil perhitungan menggunakan persamaan (1) diperlihatkan bahwa nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dari masing-masing sudut  $2\theta$  mempengaruhi ukuran kristal yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan semakin lebar puncak difraksi (FWHM) yang dihasilkan maka ukuran kristal yang dihasilkan semakin kecil (Sumadiyasa & Manuaba, 2018). Pada penelitian ini fasa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan sudut  $2\theta = 43,02^\circ$  menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar. Secara rata-rata ukuran kristal yang dihasilkan serbuk besi oksida sebesar 13,732 nm. Hasil penelitian ini lebih kecil dibandingkan dengan ukuran kristal senyawa besi oksida yang dihasilkan oleh (Zulfiqar et al. 2014) dan (Saragi et al. 2017). Hal ini dikarenakan data XRD yang dihasilkan serbuk besi oksida memiliki nilai FWHM yang beragam berdasarkan puncak maksimum yang terdeteksi pada sudut  $2\theta$  (Tabel 2). Masing-masing puncak maksimum dari data sudut  $2\theta$  merepresentasikan fasa mineral oksida dengan ukuran kristal yang berbeda-beda. Sehingga jika dihitung secara rata-rata menghasilkan nilai ukuran kristal yang lebih kecil. Pada penelitian ini ukuran kristal yang dihasilkan bukan merepresentasikan ukuran partikel melainkan ukuran kristal yang tumbuh di dalam sebuah partikel (Monshi et al., 2012).

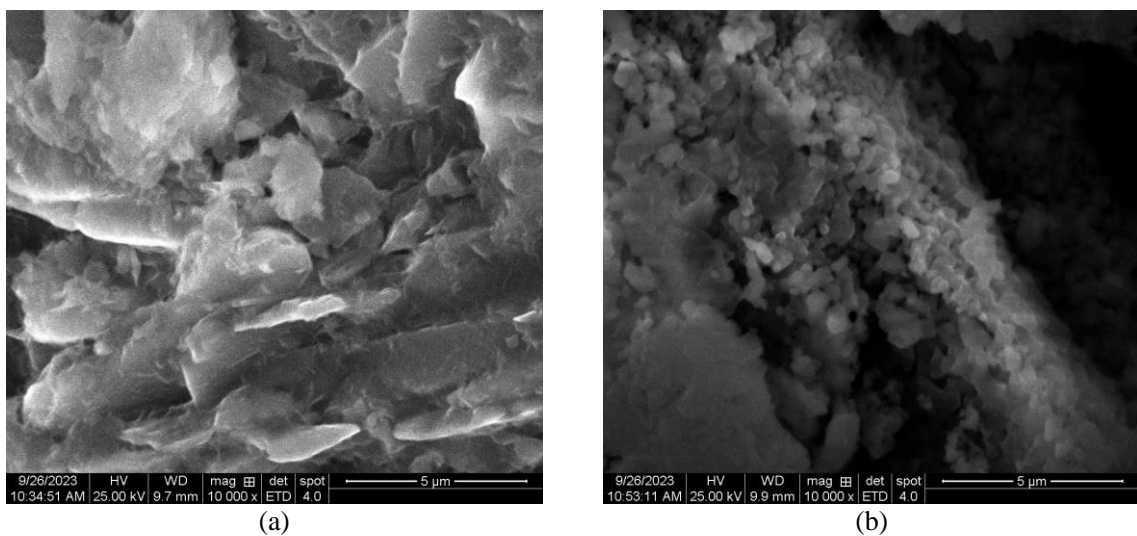
**Tabel 2.** Ukuran kristal untuk masing-masing fasa mineral oksida

No	Sudut $2\theta$ ( $^\circ$ )	FWHM (rad)	Ukuran Kristal (nm)	Fasa Mineral Oksida
1	18,06	14,653	0,549	Maghemit
2	30,36	0,853	9,645	Maghemit
3	33,22	0,522	15,891	Hematit
4	35,74	0,436	19,164	Maghemit
5	43,02	0,311	27,440	Magnetit
6	57,32	1,759	5,148	Maghemit
7	62,40	0,508	18,285	Magnetit

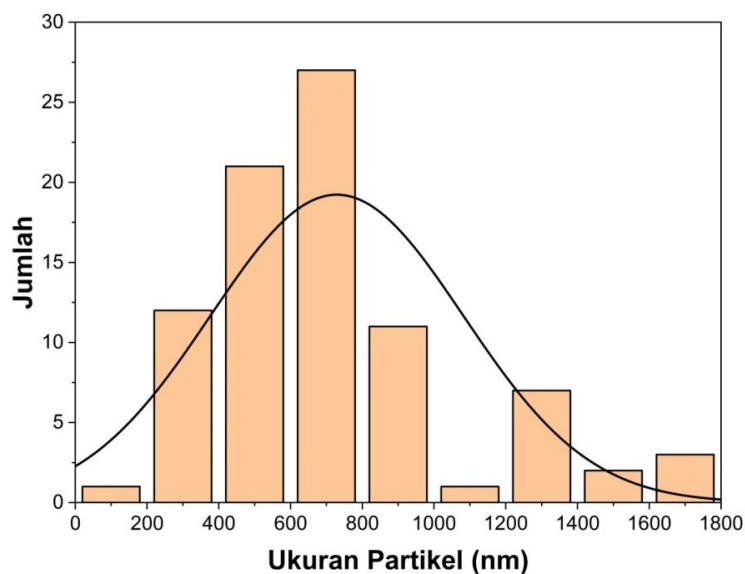
### 3.3 Analisis Scanning Electron Microscope (SEM)

Hasil *scanning electron microscope* (SEM) untuk serbuk batu vulkanik dan serbuk besi oksida diperlihatkan pada Gambar 6. Struktur morfologi permukaan untuk serbuk batu memiliki bentuk permukaan yang lebar sedangkan serbuk besi oksida struktur permukaannya terjadi aglomerasi dengan bentuk permukaan yang bulat. Aglomerasi ini bisa terjadi karena adanya pengaruh suhu dan waktu kalsinasi sampel. Apabila suhu dan waktu kalsinasi sudah melewati batas optimum, maka aglomerasi akan terbentuk pada permukaan material (Hanafi et al., 2018). Proses aglomerasi dapat dihambat menggunakan polimer sebagai lapisan pelindung pada permukaan material (Khaira et al., 2020).

Struktur morfologi pada penelitian ini memiliki kemiripan dengan nanopartikel besi oksida (Godymchuk et al., 2019; Prodan et al., 2013) dan serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Dewi & Adi, 2018). Distribusi ukuran partikel serbuk besi oksida berdasarkan citra SEM diperlihatkan pada Gambar 7. Ukuran partikel dengan rentang 600–800 nm mendominasi ukuran serbuk besi oksida. Secara rata-rata ukuran partikel serbuk besi oksida sebesar 729,184 nm dan ukuran ini jauh lebih besar sehingga diperlukan strategi untuk bisa menghasilkan serbuk besi oksida dengan ukuran partikel dibawah 100 nm.



**Gambar 6.** Morfologi permukaan (a) serbuk batu vulkanik dan (b) serbuk besi oksida menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) dengan perbesaran 10000 x.



**Gambar 7** Distribusi ukuran partikel serbuk besi oksida dari gambar SEM menggunakan *software ImageJ*.

#### IV. KESIMPULAN

Ekstraksi senyawa besi oksida dari batu vulkanik Pulau Ambon menggunakan metode kopesipitasi sudah berhasil dilakukan dengan tingkat kemurnian yang masih dibawah 50%. Hal ini dikarenakan masih adanya beberapa senyawa mineral oksida yang mengalami peningkatan nilai komposisi berdasarkan data XRF. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan serbuk besi oksida memiliki tiga fasa mineral oksida, yaitu magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), dan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan fasa  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  sebagai fasa yang dominan. Ukuran kristal yang dihasilkan secara rata-rata dibawah 15 nm dengan ukuran partikel rata-rata diatas 700 nm. Struktur morfologi permukaan serbuk besi oksida mengalami aglomerasi dengan bentuk permukaan yang bulat.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini mendapatkan dukungan pendanaan melalui skema pembiayaan Penerimaan Negara Bukan Pajak (PNBP) Universitas Pattimura Tahun 2023 dengan nomor kontrak: 2145/UN13/SK/2023.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Abid, M. A., Latif, L. A., Kadhim, D. A., & Aziz, W. J. (2021). Antimicrobial activity by diffusion method using iron oxide nanoparticles prepared from (Rose plant) extract with rust iron. *Journal of Physics: Conference Series*, 1879, 1–8.
- Akram, M. W., Alam, M. F., Ji, H. N., Mahmood, A., Munir, T., Iqbal, M. Z., Saleem, M. R., Amin, N., & Wu, A. G. (2019). Chitosan blend iron oxide nanostructure-based biosensor for healthy & malignant tissue glucose/urea detection. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 474(012060), 1–6. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/474/1/012060>
- AL-Husseini, A. H., Sih, B. T., & Al-Araji, A. M. (2021). Green synthesis of iron oxide nanoparticles ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) using saffron extract. *Journal of Physics: Conference Series*, 2114, 1–8.
- Alangari, A., Alqahtani, M. S., Mateen, A., Kalam, M. A., Alshememry, A., Ali, R., Kazi, M., AlGhamdi, K. M., & Syed, R. (2022). Iron Oxide Nanoparticles: Preparation, Characterization, and Assessment of Antimicrobial and Anticancer Activity. *Adsorption Science and Technology*, 2022, 1–9. <https://doi.org/10.1155/2022/1562051>
- Bandhu, A., Sutradhar, S., Mukherjee, S., Greneche, J. ., & Chakrabarti, P. . (2015). Synthesis, characterization and magnetic property of maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) nanoparticles and their protective coating with pepsin for bio-functionalization. *Materials Research Bulletin*, 70, 145–154. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2015.04.035>
- Campos, E. A., Pinto, D. V. B. S., de Oliveira, J. I. S., Mattos, E. da C., & Dutra, R. de C. L. (2015). Synthesis, characterization and applications of iron oxide nanoparticles - A short review. *Journal of Aerospace Technology and Management*, 7(3), 267–276.
- Chomchoey, N., Bhongsuwan, D., & Bhongsuwan, T. (2018). Effect of Calcination Temperature on the Magnetic Characteristics of Synthetic Iron Oxide Magnetic Nanoparticles for Arsenic Adsorption. *Chiang Mai Journal of Science*, 45(1), 528–539.
- Cui, H., Liu, Y., & Ren, W. (2013). Structure switch between  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  during the large scale and low temperature sol–gel synthesis of nearly monodispersed iron oxide nanoparticles. *Advanced Powder Technology*, 24(1), 93–97.
- Dewi, S. H., & Adi, W. A. (2018). Synthesis and characterization of high purity  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  from local iron sand. *IOP Conference Series: Journal of Physics*, 1091, 1–9.
- Fatmaliana, A., Rahwanto, A., & Jalil, Z. (2016). Synthesis And Characterization Of Hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) Extracted From Iron Ore By Precipitation Method\*. *Jurnal Natural*, 16(1), 15–17.
- Gaire, M., Khatoon, N., Subedi, B., & Chrisey, D. (2021). Flexible iron oxide supercapacitor electrodes by photonic processing. *Journal of Materials Research*, 36(22), 4536–4546.
- Godymchuk, A., Papina, I., Karepina, E., Kuznetsov, D., Lapin, I., & Svetlichnyi, V. (2019). Agglomeration of iron oxide nanoparticles : pH effect is stronger than amino acid acidity. *Journal of Nanoparticle Research*, 21(208), 1–12.



- Guivar, J. A. R., Martínez, A. I., Anaya, A. O., Valladares, L. D. L. S., Félix, L. L., & Dominguez, A. B. (2014). Structural and Magnetic Properties of Monophasic Maghemite ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanocrystalline Powder. *Advances in Nanoparticles*, 3, 114–121.
- Hadi, F. H. Al, Haryati, T., Andarini, N., Suwardiyanto, & Sulistiyo, Y. A. (2023). Hydrothermal Synthesis of Hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) from Indonesia Iron Sand. *Indonesian Chemical Letters*, 2(1), 10–13. <https://doi.org/10.19184/ICL.v2i1.367>
- Hanafi, M. R., Helwani, Z., & Saputra, E. (2018). Pembuatan Na<sub>2</sub>O/Serbuk Besi Sebagai Katalis pada Proses Transesterifikasi Minyak Sawit Off Grade menjadi Biodiesel. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik*, 5(2018), 1–7.
- Hmamouchi, S., El Yacoubi, A., & El Idrissi, B. C. (2022). Using egg ovalbumin to synthesize pure  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and cobalt doped  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: structural, morphological, optical and photocatalytic properties. *Heliyon*, 8, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e08953>
- Honthaas, C., Maury, R. C., Priadi, B., Bellon, H., & Cotten, J. (1999). The Plio – Quaternary Ambon arc, Eastern Indonesia. *TECTONOPHYSICS*, 301, 261–281.
- Khaira, R., Ulinas, A., Azhar, M., & Mawardi. (2020). Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Merah (Piper Crocatum) sebagai Agen Pelindung (Capping Agent). *Periodic*, 9(2), 42–46.
- Kim, Y. Il, Kim, D., & Lee, C. S. (2003). Synthesis and characterization of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles prepared by temperature-controlled coprecipitation method. *Physica B: Condensed Matter*, 337(1–4), 42–51. [https://doi.org/10.1016/S0921-4526\(03\)00322-3](https://doi.org/10.1016/S0921-4526(03)00322-3)
- Kumar, R., Soam, A., Hussain, R., Mansuri, I., & Sahajwalla, V. (2020). Carbon coated iron oxide (CC-IO) as high performance electrode material for supercapacitor applications. *Journal of Energy Storage*, 32(101737), 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.est.2020.101737>
- Levish, A., Joshi, S., & Winterer, M. (2023). Chemical vapor synthesis of nanocrystalline iron oxides. *Applications in Energy and Combustion Science*, 15(100177), 1–9.
- Lewerissa, R., Sismanto, S., Setiawan, A., & Pramumijoyo, S. (2018). The Study of Geological Structures in Suli and Tulehu Geothermal Regions (Ambon, Indonesia) Based on Gravity Gradient Tensor Data Simulation and Analytic Signal. *Geosciences*, 8(4), 1–21.
- Mohamed, A., Atta, R. R., Kotp, A. A., Abo El-Ela, F. I., Abd El-Raheem, H., Farghali, A., Alkhalifah, D. H. M., Hozzein, W. N., & Mahmoud, R. (2023). Green synthesis and characterization of iron oxide nanoparticles for the removal of heavy metals (Cd<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup>) from aqueous solutions with Antimicrobial Investigation. *Scientific Reports*, 13(7227), 1–30.
- Monshi, A., Foughi, M. R., & Monshi, M. R. (2012). Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD. *World Journal of Nano Science and Engineering*, 02, 154–160. <https://doi.org/10.4236/wjnse.2012.23020>
- Muflihatun, Shofiah, S., & Suharyadi, E. (2015). Sintesis Nanopartikel Nickel Ferrite (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Jurnal Fisika Indonesia*, 19(56), 20–25.
- Mufti, N., Atma, T., Fuad, A., & Sutadji, E. (2014). Synthesis And Characterization of Black, Red and Yellow Nanoparticles Pigments From The Iron Sand. *AIP Conference Proceedings*, 1617, 165–169. <https://doi.org/10.1063/1.4897129>
- Muhammad, M., Fatmaliana, A., & Jalil, Z. (2019). Study of hematite mineral (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) extracted from natural iron ore prepared by co-precipitation method. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 348, 1–4. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/348/1/012135>
- Nazari, M., Ghasemi, N., Maddah, H., & Motlagh, M. M. (2014). Synthesis and characterization of maghemite nanopowders by chemical precipitation method. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 4(2), 2–6. <https://doi.org/10.1007/s40097-014-0099-9>
- Nengsi, S. W., Budiman, A., & Puryanti, D. (2016). Karakterisasi Struktur Kristal dan Sifat Magnetik Maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang Dioksidasi dari Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dari Pasir Besi Batang Sukam Kabupaten Sijunjung Sumatera Barat dengan Variasi Waktu Oksidasi. *Jurnal Fisika Unand*, 5(3), 248–251.

- Nnadozie, E. C., & Ajibade, P. A. (2022). Preparation, phase analysis and electrochemistry of magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) and maghemite (γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticles. *International Journal of Electrochemical Science*, 17, 1–13. <https://doi.org/10.20964/2022.12.05>
- Panariello, L., Besenhard, M. O., Damilos, S., Sergides, A., Sebastian, V., Irusta, S., Tang, J., Thanh, N. T. K., & Gavriilidis, A. (2022). Microwave-assisted flow synthesis of multicore iron oxide nanoparticles. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 182(109198), 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2022.109198>
- Prodan, A. M., Iconaru, S. L., Ciobanu, C. S., Chifiriuc, M. C., Stoicea, M., & Predoi, D. (2013). Iron Oxide Magnetic Nanoparticles : Characterization and Toxicity Evaluation by In Vitro and In Vivo Assays. *Journal of Nanomaterials*, 2013, 1–10.
- Radoń, A., Drygała, A., Hawełek, Ł., & Łukowiec, D. (2017). Structure and optical properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles synthesized by co-precipitation method with different organic modifiers. *Materials Characterization*, 131, 148–156. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.06.034>
- Rahmawati, D. E., Khoiroh, L. M., Ningsih, R., Yusniyanti, F., Solawati, W., & Sari, P. (2020). Synthesis of Hematite Pigment (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) from Iron Lathe Waste using Precipitation-Sonication Method as Anti-Swelling on Wood. *MECHTA: International Journal of Mechanical Engineering Technologies and Application*, 1(2), 69–76.
- Salavati-Niasari, M., Davar, F., & Mahmoudi, T. (2009). A simple route to synthesize nanocrystalline nickel ferrite (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) in the presence of octanoic acid as a surfactant. *Polyhedron*, 28(8), 1455–1458. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2009.03.020>
- Samrot, A. V., Sahithya, C. S., Selvarani A, J., Purayil, S. K., & Ponnaiah, P. (2021). A review on synthesis, characterization and potential biological applications of superparamagnetic iron oxide nanoparticles. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, 4, 1–13.
- Saragi, T., Santika, A. S., Permana, B., Syakir, N., Kartawidjaja, M., & Risdiana. (2017). Synthesis and Properties of Iron Oxide Particles Prepared by Hidrothermal Method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 196, 1–4.
- Soekansa, A. F., Sudirman, N., & Aini, S. (2023). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Hematit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Pasir Besi Kabupaten Sijunjung, Sumatera Barat, Indonesia. *Chemistry Journal of Universitas Negeri Padang*, 12(1), 9–13.
- Sumadiyasa, M., & Manuaba, I. B. S. (2018). Determining Crystallite Size Using Scherrer Formula, Williamson-Hull Plot, and Particle Size with SEM. *Buletin Fisika*, 19(1), 28–35.
- Sundar, S., Venkatachalam, G., & Kwon, S. J. (2018). Sol-Gel Mediated Greener Synthesis of γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanostructures for the Selective and Sensitive Determination of Uric Acid and Dopamine. *Catalysts*, 8(512), 1–17. <https://doi.org/10.3390/catal8110512>
- Tharani, K., Christy, A. J., Sagadevan, S., & Nehru, L. C. (2021). Photocatalytic and antibacterial performance of iron oxide nanoparticles formed by the combustion method. *Chemical Physics Letters*, 771(138524), 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2021.138524>
- Tjokrosapoetro, S., Rusmana, E., & Achdan, A. (1993). *Peta Geologi lembar Ambon, Maluku Skala 1:250.000 Lembar 2612-2613*. Bandung: Puslitbang Geologi.
- Vandani, C. P. K., Sari, I. W. A., Mulyaningsih, E., Utami, P., & Yunis, Y. (2014). Studi Alterasi Hidrotermal Bawah Permukaan di Lapangan Panas Bumi “ BETA ”, Ambon dengan Metode Petrografi. *Prosiding Seminar Nasional Kebumihan Ke-7*, 356–369.
- Wahyinto, I. R., Aritonang, A. B., & Zaharah, T. A. (2022). Extraction and Characterization of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> from Red Mud PT. Indonesia Chemical Alumina West Kalimantan. *Berkala Sainstek*, 10(3), 155–161. <https://doi.org/10.19184/bst.v10i3.30252>
- Wang, J., Sun, P., Xue, H., Chen, J., Zhang, H., & Zhu, W. (2020). Journal of Physics and Chemistry of Solids Red mud derived facile hydrothermal synthesis of hierarchical porous α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> microspheres as efficient adsorbents for removal of Congo red. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 140(109379), 1–10.
- Widodo, R. D., Priyono, Rusiyanto, Anis, S., Ichwani, A. A., Setiawan, B., Fitriyana, D. F., & Rochman, L. (2020). Synthesis and characterization of iron (III) oxide from natural iron sand of the south coastal area, Purworejo Central Java. *Journal of Physics: Conference Series*, 1444, 1–9. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1444/1/012043>

- Winsett, J., Moilanen, A., Paudel, K., Kamali, S., Ding, K., Cribb, W., Seifu, D., & Neupane, S. (2019). Quantitative determination of magnetite and maghemite in iron oxide nanoparticles using Mössbauer spectroscopy. *SN Applied Sciences*, *1*(12), 1–8.
- Zachariah, M. R., Aquino, M. I., Shull, R. D., & Steel, E. B. (1995). Formation of Superparamagnetic Nanocomposites From Vapor Phase Condensation In A Flame. *NanoStructured Materials*, *5*(4), 383–392.
- Zhuravlev, M., Sazonov, R., Kholodnaya, G., Pyatkov, I., & Ponomarev, D. (2019). Electrospark method for obtaining nanopowders. *Journal of Physics: Conference Series*, *1393*, 1–6.
- Zulfiqar, Rahman, U., Usman, M., Hasanain, S. K., Rahman, Z. ur, Ullah, A., & Kim, W. (2014). Static Magnetic Properties of Maghemite Nanoparticles. *Journal of the Korean Physical Society*, *65*(11), 1925–1929. <https://doi.org/10.3938/jkps.65.1925>