



**STUDI PENGARUH WAKTU SINTESIS
HIDROTERMAL TERHADAP UKURAN KRISTAL
DAN KRISTALINITAS OKSIDA LOGAM PIROKLOR
TIPE $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$**

SKRIPSI

**untuk memenuhi persyaratan
dalam menyelesaikan program sarjana Strata-1 Kimia**

Oleh :

Vita Amalia

2111012320011

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
BANJARBARU
JANUARI 2025**

SKRIPSI

**Studi Pengaruh Waktu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan
Kristalinitas Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$**

Oleh:

VITA AMALIA
NIM 2111012320011

telah dipertahankan di depan Dosen Penguji pada tanggal 9 Januari 2025

Susunan Dosen Penguji:

Pembimbing I



Edi Mikrianto, S.Si., M.Si
NIP. 19700510 199512 1 001

Pembimbing II



Dr. Drs. Rahmat Yunus., M.Si
NIP. 19650913 198903 1 001

Dosen Penguji:

1. Dyah Aya Pramoda Wardani, M.Sc



2. Prof. Radiansono, S.Si., M.Si., PhD



Banjarbaru, 9 Januari 2025

Program Studi Kimia FMIPA ULM

Koordinator,



Dr. Ahmad Budi Junaidi, S.Si., M.Sc
NIP. 19760304 200112 1 003



**STUDI PENGARUH WAKTU SINTESIS
HIDROTERMAL TERHADAP UKURAN KRISTAL
DAN KRISTALINITAS OKSIDA LOGAM PIROKLOR
TIPE $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$**

SKRIPSI

**untuk memenuhi persyaratan
dalam menyelesaikan program sarjana Strata-1 Kimia**

Oleh :

Vita Amalia

2111012320011

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
BANJARBARU
JANUARI 2025**

SKRIPSI

Studi Pengaruh Waktu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan Kristalinitas Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$

Oleh:

VITA AMALIA

NIM 2111012320011

telah dipertahankan di depan Dosen Penguji pada tanggal 9 Januari 2025

Susunan Dosen Penguji:

Pembimbing I

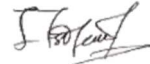


Edi Mikrianto, S.Si., M.Si

NIP. 19700510 199512 1 001

Dosen Penguji:

1. Dyah Ayu Pramoda Wardani, M.Sc



2. Prof. Rodiansono, S.Si., M.Si., PhD



Pembimbing II



Dr. Drs. Rahmat Yunus., M.Si

NIP. 19650913 198903 1 001

Banjarbaru, 9 Januari 2025

Program Studi Kimia FMIPA ULM

Koordinator,



Dr. Ahmad Budi Junaidi, S.Si., M.Sc

NIP. 19760304 200112 1 003

SKRIPSI

**Studi Pengaruh Waktu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan
Kristalinitas Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$**

Oleh:

VITA AMALIA

NIM 2111012320011

Disetujui untuk disidangkan

Pembimbing I



Edi Mikrianto, S.Si., M.Si
NIP. 19700510 199512 1 001

Pembimbing II



Dr.Drs. Rahmat Yunus., M.SI
NIP. 19650913 198903 1 001

Koordinator Program Studi Kimia



Dr. Ahmad Budi Junaidi, S.Si., M.Sc
NIP. 19760304 200112 1 003

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Banjarbaru, 9 Januari 2025



Vita Amalia

NIM 2111012320011

ABSTRAK

STUDI PENGARUH WAKTU SINTESIS HIDROTERMAL TERHADAP UKURAN KRISTAL DAN KRISTALINITAS OKSIDA LOGAM PIROKLOR TIPE $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ (Oleh: Vita Amalia; Pembimbing: Edi Mikrianto, S.Si.,M.Si dan Dr.Drs.Rahmat Yunus, M.Si; 2024; 36 halaman)

Kalimantan memiliki potensi sumber daya mineral alam salah satunya adalah bijih besi (Fe) yang digunakan sebagai prekursor oksida logam piroklor. Karakteristik magnetik yang terkandung dalam pasir besi banyak digunakan dalam berbagai bidang seperti elektronika dan katalis. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kristalinitas oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ hasil sintesis dan menentukan ukuran partikel kristal hasil sintesis menggunakan perhitungan *debye scherrer*. Penentuan kristalinitas dan ukuran partikel oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dilakukan dengan mengekstraksi prekursor besi yang berasal dari bijih besi kemudian melakukan sintesis oksida piroklor dengan metode hidrotermal. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pada waktu 5 jam dengan suhu $180\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki nilai FWHM dan luas area yang paling kecil yaitu 0,03 dan 0,02, sedangkan waktu 10 jam dengan suhu $180\text{ }^\circ\text{C}$ oksida piroklor yang terbentuk memiliki nilai FWHM dan luas area yang paling besar yaitu 0,19 dan 0,12. Penentuan ukuran partikel oksida logam piroklor $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dengan intensitas puncak 2θ tertinggi dan ukuran partikel yang besar dihasilkan oleh waktu 5 jam $180\text{ }^\circ\text{C}$ dengan ukuran sebesar 394,66 nm, sedangkan waktu 10 jam $180\text{ }^\circ\text{C}$ dengan ukuran kristal sebesar 52,02 nm. Kesimpulan dari penelitian ini oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ hasil sintesis yang didapatkan dengan waktu 5 jam $180\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki nilai FWHM sebesar 0,03 dan luas area sebesar 0,02, sedangkan oksida piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ hasil sintesis waktu 10 jam $180\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki nilai FWHM sebesar 0,19 dan luas area 0,12 dengan ukuran kristal masing-masing sebesar 394,66 nm dan 52,02 nm.

Kata kunci: Oksida logam piroklor, Besi hematit (Fe_2O_3), Zirkonium oksida, Feroelektik-katalis, Hidrotermal

ABSTRACT

THE EFFECT HYDROTHERMAL SYNTHESIS TIME ON CRISTAL SIZE AND CRYSTALINITY OF PIROKLOR METAL OXIDA TYPE $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ (By: Vita Amalia; Supervisor: Edi Mikrianto, S.Si.,M.Si dan Dr.Drs.Rahmat Yunus, M.Si; 2024; 36 page)

Kalimantan has the potential of natural mineral resources, one of which is iron ore (Fe) which is used as a precursor of pyrochlore metal oxide. The magnetic characteristics contained in iron sand are widely used in various fields such as electronics and catalysts. This study aims to determine the crystallinity of the synthesized $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ type pyrochlore oxide and determine the particle size of the synthesized crystals using the *Debye Scherrer* calculation. Determination of the crystallinity and particle size of the $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ type pyrochlore oxide was carried out by extracting iron precursors from iron ore and then synthesizing pyrochlore oxide using the hydrothermal method. The results of this study indicate that at a time of 5 hours with a temperature of 180 °C, the smallest FWHM and area values were 0.03 and 0.02, while at a time of 10 hours with a temperature of 180 °C, the pyrochlore oxide formed had the largest FWHM and area values, namely 0.19 and 0.12. Determination of the particle size of pyrochlore metal oxide $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ with the highest 2θ peak intensity and large particle size is produced by a time of 5 hours 180 °C with a size of 394.66 nm, while a time of 10 hours 180 °C with a crystal size of 52.02 nm. The conclusion of this research is that the synthesized $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ -type pyrochlor oxide obtained with a time of 5 hours 180 °C has a FWHM value of 0.03 and an area of 0.02, while the $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ -type pyrochlor oxide synthesized with a time of 10 hours 180 °C has a FWHM value of 0.19 and an area of 0.12 with crystal sizes of 394.66 nm and 52.02 nm.

Keywords: Pyrochloric metal oxide, Iron hematite (Fe_2O_3), Zirconium oxide, Feroelectric-catalyst, Hydrothermal

PRAKATA

Puji Syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa atas limpahan Rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini yang berjudul “Studi Pengaruh Waktu Sintesis Hidrotermal Terhadap Ukuran Kristal dan Kristalinitas Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ ” sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan studi di Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lambung Mangkurat.

Dalam proses persiapan, pembuatan dan penyelesaian tugas akhir ini penulis merasakan banyaknya kesulitan-kesulitan dan halangan-halangan yang dihadapi, tetapi akhirnya dapat terselesaikan dengan keyakinan bahwa Allah SWT selalu membimbing penulis. Penyusunan tugas akhir ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Universitas Lambung Mangkurat, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Program Studi Kimia sebagai lembaga pendidikan yang telah memberikan penulis kesempatan untuk menimba ilmu dan fasilitas pendukung selama proses perkuliahan hingga penyusunan skripsi ini;
2. Dr. Ahmad Budi Junaidi S.Si, M.Sc, selaku ketua Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lambung Mangkurat;
3. Edi Mikrianto S.Si, M.Si dan Dr. Drs. Rahmat Yunus M.Si, selaku Dosen Pembimbing, atas bimbingan, waktu, tenaga, motivasi, koreksi, serta masukan yang telah diberikan selama proses penulisan tugas akhir ini;
4. Dyah Ayu Pramoda Wardani, M.Sc & Prof. Rodiansono, S.Si., M.Si., PhD selaku Dosen Penguji yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran serta memberikan nasehat, motivasi, bimbingan, koreksi dan saran dalam penulisan skripsi ini;
5. Seluruh staf pengajar di Progran Studi Kimia, yang turut memberikan pengetahuan dan dukungan selama masa studi;

6. Kedua orang tua, adik dan keluarga penulis, yang selalu memberikan dukungan baik berupa materi, selalu memberikan do'a, kasih sayang, semangat dan motivasi hingga tugas akhir ini dapat terselesaikan;
7. Rihadatul 'Aisy, selaku rekan tugas akhir, teman seperjuangan dan sahabat penulis yang telah memberikan dukungan moral dan kerja sama yang baik dari awal magang, penelitian, pengerjaan tugas akhir, bahkan sampai selesai sidang akhir;
8. Ghina Hidayanah dan Shabila Fatimah, selaku teman seperjuangan penulis selama masa perkuliahan yang selalu mendukung, menemani, mendo'akan, serta mengingatkan untuk selalu semangat;
9. Raehan Fadila, yang selalu memberikan semangat terbesar kedua setelah kedua orang tua, selalu mendukung, menemani, mendo'akan, serta mengingatkan untuk selalu semangat dalam menyelesaikan tugas akhir ini;
10. Teman-teman satu angkatan 2021 yang telah memberikan dukungan dan semangat dalam mengerjakan tugas akhir ini;
11. Semua pihak yang telah berkontribusi namun tidak dapat disebutkan satu-persatu, terima kasih banyak atas segala bantuan, semangat, dan do'a yang telah diberikan selama ini.

Penulis menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan tugas akhir ini. Penulis berharap semoga tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi mahasiswa, dosen, dan pembaca lainnya, serta dapat memberikan kontribusi terhadap pengembangan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang kimia.

Banjarbaru, 9 Januari 2025

Vita Amalia

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
PERNYATAAN.....	iv
ABSTRAK.....	v
<i>ABSTRACT</i>	vi
PRAKATA.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR PERSAMAAN.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Pasir Besi (Fe).....	5
2.2 Besi Hematit (Fe ₂ O ₃).....	5
2.3 Zirkonium Oksida (ZrO ₂).....	6
2.4 Oksida Logam Piroklor.....	7
2.5 Metode Sintesis Hidrotermal.....	9
2.6 Karakterisasi Oksida Piroklor.....	9
2.6.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	10
2.6.2 <i>Persamaan Debye Scherrer</i>	11
BAB III METODE PENELITIAN.....	13
3.1 Waktu dan Tempat.....	13
3.2 Alat.....	13

3.4	Prosedur Kerja.....	13
3.4.1	Preparasi Sampel.....	13
3.4.2	Ekstraksi Oksida Besi Hematit (Fe_2O_3) dari Bijih Besi.....	14
3.4.3	Sintesis Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$	14
3.5	Analisis Data	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		16
4.1	Preparasi Sampel.....	16
4.2	Ekstraksi Oksida Besi Hematit (Fe_2O_3) dari Bijih Besi.....	16
4.3	Sintesis Oksida Logam Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$	18
4.3.1	Hasil Karakterisasi XRD Oksida Logam Piroklor Waktu 5 jam Suhu 180°C	19
4.3.2	Hasil Karakterisasi XRD Oksida Logam Piroklor Waktu 10 jam Suhu 180°C	22
4.4	Perbandingan Hasil Karakterisasi Oksida Logam Piroklor tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dengan <i>X-ray Diffraction</i> (XRD).....	25
4.5	Ukuran Kristal Oksida Logam Piroklor $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$	28
BAB V PENUTUP		31
5.1	Kesimpulan	31
5.2	Saran.....	31
DAFTAR PUSTAKA.....		32
LAMPIRAN		

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Sifat-Sifat Zirkonium (ZrO_2)	6
2. Data Hasil Karakterisasi XRF Sampel Bijih Besi Sebelum dan Sesudah Proses Ekstraksi	18
3. Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Piroklor dengan Waktu 5 Jam $180^\circ C$ Dan 10 jam $180^\circ C$	26
4. Perhitungan nilai $\ln(1/\cos \theta)$ dan $(\ln \beta)$ oksida piroklor tipe $Fe_2Zr_2O_7$ Waktu 5 Jam $180^\circ C$	27
5. Perhitungan nilai $\ln(1/\cos \theta)$ dan $(\ln \beta)$ oksida piroklor tipe $Fe_2Zr_2O_7$ Waktu 10 Jam $180^\circ C$	28
6. Ukuran kristal (<i>Crystallite Size</i>) Oksida Logam Piroklor $Fe_2Zr_2O_7$	29

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur Oksida Piroklor	8
2. Autoklaf Yang digunakan ada Metode Hidrotermal.....	19
3. Difraktogram Oksida Piroklor Waktu 5 Jam dengan Suhu 180 °C	20
4. Data XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>) Difraktogram FeZr.....	20
5. Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Piroklor Waktu 5 Jam dengan Suhu 180 °C dengan <i>Database</i> JCPDS.....	22
6. Difraktogram Oksida Piroklor Waktu 10 Jam dengan Suhu 180 °C	23
7. Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Piroklor Waktu 10 Jam dengan Suhu 180 °C dengan <i>Database</i> JCPDS.....	24
8. Perbandingan Difraktogram Oksida Piroklor Waktu 5 Jam 180 °C Dan 10 jam 180 °C	26
9. Hubungan $\ln (1/\cos \theta)$ dan $\ln \beta$ Waktu 5 Jam Suhu 180 °C.....	28
10. Hubungan $\ln (1/\cos \theta)$ dan $\ln \beta$ Waktu 10 Jam Suhu 180 °C.....	29

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan	Halaman
1. Persamaan modifikasi <i>Debye Scherrer</i> (1).....	11
2. Persamaan modifikasi <i>Debye Scherrer</i> (2).....	11
3. Persamaan modifikasi <i>Debye Scherrer</i> (3).....	11
4. Persamaan modifikasi <i>Debye Scherrer</i> (4).....	11
5. Persamaan modifikasi <i>Debye Scherrer</i> (5).....	12
6. Persamaan modifikasi <i>Debye Scherrer</i> (6).....	12
7. Persamaan modifikasi <i>Debye Scherrer</i> (7).....	12
8. Persamaan reaksi pembentukan Besi Hematit (Fe_2O_3) (8)	17
9. Persamaan reaksi pembentukan Besi Hematit (Fe_2O_3) (9)	17
10. Persamaan reaksi pembentukan Besi Hematit (Fe_2O_3) (10)	17
11. Persamaan reaksi pembentukan Oksida Piroklor $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ (11).....	19

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran

1. Diagram Alir Posedur Kerja Penelitian
2. Perhitungan
3. Hasil Perbandingan *Database* JCPDS Oksida Piroklor Tipe $(\text{Na Ca Fe})_2\text{Nb}_2\text{O}_6$ (OHF) dengan Oksida Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ dengan 2 Variasi
4. Pengotor Pada Oksida Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ Berdasarkan *database* JCPDS Oksida piroklor tipe $(\text{Na Ca Fe})_2\text{Nb}_2\text{O}_6$ (OHF)
5. Hasil Perhitungan Luas Area dan FWHM Oksida Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ Hasil Sintesis dengan 2 Variasi
6. Hasil Perhitungan Persamaan *Debye Scherrer* Oksida Piroklor Tipe $\text{Fe}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$
7. Dokumentasi Kegiatan
8. Lembar Riwayat Hidup