

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT (α -Fe₂O₃)
MENGUNAKAN EKSTRAK DAUN TEH HIJAU (*CAMELLIA
SINENSIS*) DENGAN METODE PRESIPITASI**

SKRIPSI

Oleh:
ZULIA DAVITA SARI
NIM. 16630083



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020**

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT (α -Fe₂O₃)
MENGUNAKAN EKSTRAK DAUN TEH HIJAU (*CAMELLIA
SINENSIS*) DENGAN METODE PRESIPITASI**

SKRIPSI

Oleh:
ZULIA DAVITA SARI
NIM. 16630083

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT (α -Fe₂O₃)
MENGUNAKAN EKSTRAK DAUN TEH HIJAU (*CAMELLIA
SINENSIS*) DENGAN METODE PRESIPITASI**

SKRIPSI

Oleh:
ZULIA DAVITA SARI
NIM. 16630083

Telah disetujui oleh:

1. Pembimbing I : **Rachmawati Ningsih, M.Si** (.....)
NIP. 19810811 200801 2 010
2. Pembimbing II : **Ahmad Abtokhi, M.Pd** (.....)
NIP. 19710311 200312 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan




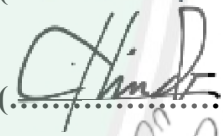
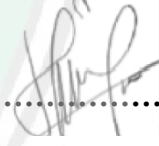

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**GREEN SYNTHESIS HEMATIT (α -Fe₂O₃)
MENGUNAKAN EKSTRAK DAUN TEH HIJAU (*CAMELLIA
SINENSIS*) DENGAN METODE PRESIPITASI**

SKRIPSI

Oleh:
ZULIA DAVITA SARI
NIM. 16630083

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 1 Desember 2020

Penguji Utama	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821101 200901 2 007	(..... )
Ketua penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIP. 19851225 20160801 1 069	(..... )
Sekretaris Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(..... )
Anggota Penguji	: Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19710311 200312 1 002	(..... )

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan**



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Zulia Davita Sari

NIM : 16630083

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : *Green Synthesis* Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Teh Hijau (*Camellia Sinensis*) Dengan Metode Presipitasi

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 25 November 2020
Yang membuat pernyataan,



Zulia Davita Sari
NIM. 16630083

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamin, atas limpahan rahmat dan nikmat dari Allah SWT, penulis mempersembahkan karya ini kepada:

Orang tua saya tercinta, Bapak Mas Hudi dan Ibu Lilik Nur Khasanah. Terimakasih yang tak terhingga atas doa, nasihat dan kesabaran di setiap waktu sehingga mengantarkan buah hati kecilnya menjadi sarjana.

Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si dan Ibu Rachmawati Ningsih M.Si selaku pembimbing yang dengan sabar memberikan arahan, nasihat dan ilmunya. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku ketua penguji serta dosen wali, terimakasih atas nasihat dan ilmunya selama 4,5 tahun. Ibu Suci Amalia, M.Sc selaku penguji utama, terimakasih atas kritik dan saranya. Semoga Allah SWT. membalas segala kebaikan Bapak/Ibu.

Kakak tercinta Ana A'imatur Rifqi, S.E., yang telah memberikan semangat dan motivasi. Semoga Allah Swt. segera mempertemukan kedua insan dan dilancarkan segala urusannya.

Kakak tingat besi oksida mb Rois, mb Elok, mb Asmaul, mb Ita dan mb Nikmah, yang telah memberikan segala ilmunya dan memberikan arahan dalam hal teori dan praktek sehingga proses penelitian bisa berjalan dengan lancar.

Crew Clodia, khususnya kepada Pak Aldi selaku owner Clodia Outfit dan teman-teman kerja tercinta mbak dayu, agata, mbak corry, dian, farah, ilel dan mbak alfa yang telah memberikan motivasi, kekuatan mental dan pengalaman yang luar biasa sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini dengan bekerja.

Teman seperjuangan Alma, Tita, Atul, Yuni, mbak Hilya, Firda ndut, Ainun, mbak Fia, salafi, fata, firly serta Kimia angkatan 2016 yang telah memberikan bantuan dan semangat selama proses penelitian. Semoga dengan adanya pandemi ini teman-teman diberi kemudahan untuk menyelesaikan tahap akhir skripsi. Tri tra ardila, pak Bagus, mb Nur, mb Nia dan mas Agam yang telah membantu dalam proses sampling teh hijau. Sahabat tercinta Miftahul Jannah, Rizka Afdalia dan Zeni Maliha yang telah memberikan semangat dan doa, terimakasih sudah menjadi penasehat dan pendengar yang baik. Semoga segala urusan kita diperlancar oleh Allah SWT.

Terimakasih Corona, telah memberikan kesan yang berbeda dalam proses penelitian.

MOTTO

“Jalani kegiatan hari ini dengan tanggung jawab, berdoa dan berusaha untuk masa depan serta menjadikan masa lalu sebagai pelajaran”

~Zulia Davita~

“Allah tidak hanya membuat 1000 permasalahan tetapi juga 1 juta solusi dan kemudahan. Fokus pada solusi, mengecilkan ego, berfikir positif, pantang menyerah. Langkah terakhir berserah diri kepada Allah”

إِنَّمَا أَمْرُهُ إِذَا أَرَادَ شَيْئًا أَنْ يَقُولَ لَهُ كُنْ فَيَكُونُ

“Sesungguhnya urusan-Nya apabila Dia menghendaki sesuatu. Dia hanya berkata kepadanya: "**Jadilah!**" maka **jadilah sesuatu itu**”

[Qs. Yasin: 82]



KATA PENGANTAR



Puji syukur kehadiran Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat, taufiq, hidayah dan inayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “*Green Synthesis Hematit (α -Fe₂O₃) menggunakan Ekstrak Daun Teh Hijau (*Camellia Sinensis*) dengan Metode Presipitasi*”. Selama menyusun skripsi tidak lepas dari bimbingan dan dukungan dari berbagai pihak sehingga skripsi ini dapat selesai dengan baik. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

1. Allah SWT. yang telah memberikan segenap rahmat-Nya kepada penyusun sehingga skripsi ini dapat terlaksana dengan baik.
2. Kedua orang tua tercinta yang selalu memberikan semangat secara dhoir dan batin selama mengerjakan skripsi.
3. Kementrian Agama RI melalui program beasiswa Bidikmisi UIN Malang atas bantuan dana pendidikan hingga penulis dapat menyelesaikan perkuliahan dengan lancar.
4. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

7. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si yang sudah seperti ibu kedua dalam hidup penulis. Beliau telah memberikan motivasi, bimbingan mengenai materi besi oksida, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
8. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku pembimbing utama dan Bapak Ahmad Abtokhi, M.Pd selaku pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
9. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu, pengalaman serta wawasan sebagai pedoman dan bekal hidup penulis.
10. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2016, khususnya kepada kakak tingkat riset besi oksida 2019 yang telah memberikan segala ilmu, bantuan dan motivasi kepada penulis.
11. Kepada semua pihak yang turut membantu dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu kritik dan saran yang bersifat konstruktif sangat penulis harapkan. Akhirnya dengan penuh rasa syukur kehadirat Allah SWT, semoga skripsi ini dapat bermanfaat khususnya bagi penulis dan pembaca.

Malang, 21 September 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
ABSTRAK	xvi
ABSTRACT	xvii
المستخلص	xviii
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II	7
TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Limbah Besi sebagai Prekursor Oksida Besi.....	7
2.2 Nanopartikel Oksida Besi Hematit	7
2.3 Peran Ekstrak Daun Teh Hijau sebagai Agen Pengendap	11
2.4 Sintesis Hematit Menggunakan Metode Presipitasi	17
2.5 Fe(NO ₃) ₃ sebagai Prekursor Sintesis Hematit	18
2.6 Pengaruh Variasi Suhu Sintesis pada Hematit	20
2.7 Pemanfaatan Besi Oksida Hematit dengan Metode <i>Green Synthesis</i> Berdasarkan Perspektif Islam	23
BAB III	26
METODOLOGI PENELITIAN	26
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan	26
3.2.1 Alat	26
3.2.2 Bahan.....	26
3.3 Rancangan Penelitian	27
3.4 Tahapan Penelitian	27
3.5 Prosedur Penelitian.....	27
3.5.1 Preparasi Sampel	27

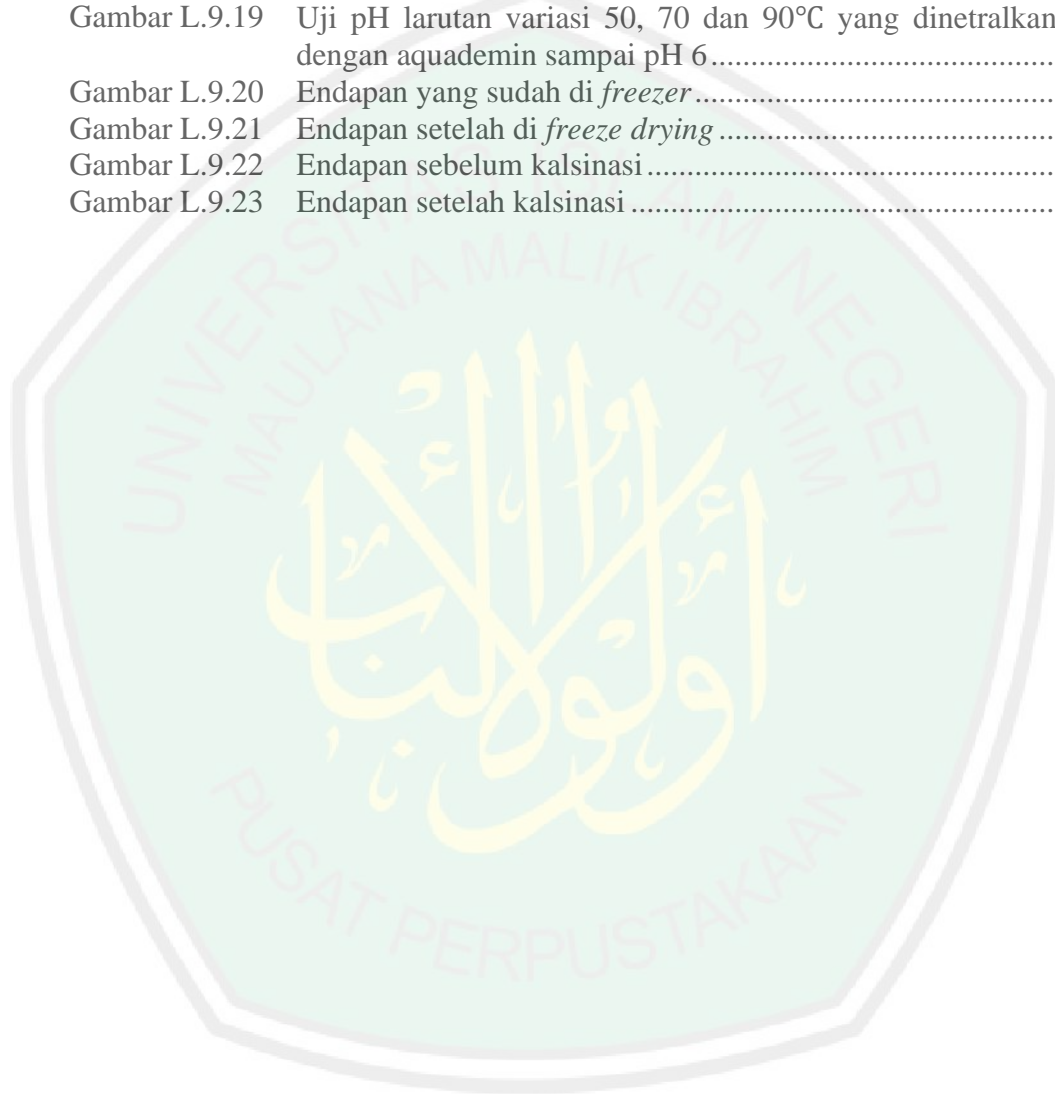
3.5.2	Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})	28
3.5.3	Ekstraksi Daun Teh Hijau dengan Metode Infusa.....	28
3.5.4	Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Suhu Sintesis	29
3.6	Karakterisasi Hasil Sintesis	30
3.6.1	<i>X-Ray Fluorosecence</i>	30
3.6.2	<i>X-Ray Difrraction</i>	30
3.6.3	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	31
3.6.4	FTIR	31
3.7	Analisis Hasil Penelitian.....	32
3.7.1	Analisis Hasil XRD	32
3.7.2	Analisis Hasil FTIR.....	32
3.7.3	Analisis Hasil SEM	33
BAB IV		34
HASIL DAN PEMBAHASAN		34
4.1	Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Besi	34
4.1.1	Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})	34
4.1.2	Ekstraksi Daun Teh Hijau dengan Metode Infusa.....	37
4.1.3	Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Suhu Sintesis.....	39
4.2	Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR	43
4.2.1	Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	43
4.2.2	Daun Teh Hijau Sebelum dan Setelah Ekstraksi.....	44
4.2.3	Hasil Sintesis Sebelum dan Setelah Kalsinasi.....	46
4.3	Karakterisi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	50
4.3.1	Sampel Sebelum Karakterisasi	50
4.3.2	Hasil Sintesis Hematit dengan Variasi Suhu Sintesis.....	52
4.4	Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM	54
4.5	Kajian Hasil Penelitian Berdasarkan Perspektif Islam	57
BAB V		60
PENUTUP.....		60
5.1	KESIMPULAN	60
5.2	SARAN	60
DAFTAR PUSTAKA		61
LAMPIRAN.....		68

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal pada (a) hematit dan (b) ferrihidrit	8
Gambar 2.2	Hasil FTIR hematit	10
Gambar 2.3	Struktur kimia beberapa senyawa katekin	13
Gambar 2.4	Pembentukan kompleks ligan EGCG dengan logam Fe	16
Gambar 2.5	Data XRD nanopartikel hematit dengan variasi waktu dan proses hidrotermal	18
Gambar 2.6	Hasil SEM (a) dan TEM (b) pada sintesis nanopartikel α -Fe ₂ O ₃	18
Gambar 2.7	Hasil XRD dengan suhu sintesis 60°C, 70°C, 90°C dan 110°C.....	21
Gambar 2.8	Hasil XRD dengan suhu sintesis 70°C.....	21
Gambar 2.9	Transisi besi oksida dengan tingkat aglomerasi terbatas dari nanopartikel maghemit	22
Gambar 4.1	Proses pembuatan prekursor Fe(NO ₃) ₃ , (a) limbah bubuk besi yang telah dipisahkan menggunakan <i>magnetit separator</i> , (b) reaksi besi ketika ditambahkan HNO ₃ , (c) hasil pencampuran limbah bubuk besi dengan HNO ₃ , (d) penyaringan larutan prekursor dan (e) hasil pemanasan prekursor Fe(NO ₃) ₃ hingga kering	35
Gambar 4.2	Uji kualitatif dengan reagen NaOH	36
Gambar 4.3	Proses pengeringan daun teh hijau, (a) daun teh hijau basah, (b) daun teh hijau setelah pengeringan oven 40°C, (c) daun teh hijau setelah di blender dan diayak 60 mesh	38
Gambar 4.4	Proses ekstraksi daun teh hijau dengan metode infusa,(a) Pemanasan dengan suhu 80°C selama 30 menit, (b) Penyaringan ekstrak daun teh hijau dan (c) Hasil uji pH pada ekstrak daun teh hijau	38
Gambar 4.5	(a) Penambahan prekursor dengan HNO ₃ 0,1 M, (b) Hasil pH prekursor dengan HNO ₃ 0,1 M, (c) Penambahan prekursor+ HNO ₃ 0,1 M+ ekstrak daun teh hijau dan (d) Hasil pH prekursor+ HNO ₃ 0,1 M+ ekstrak daun teh hijau....	39
Gambar 4.6	Mekanisme terbentuknya nanopartikel α -Fe ₂ O ₃	40
Gambar 4.7	(a) Sampel sebelum di <i>freeze drying</i> , (b) Sampel setelah di <i>freeze drying</i> , (c) Sampel sebelum di kalsinasi dan (d) Sampel setelah di kalsinasi	42
Gambar 4.8	Hasil spektra FTIR prekursor Fe(NO ₃) ₃	43
Gambar 4.9	Hasil spektra FTIR (P1) daun teh hijau sebelum ekstraksi dan (P2) daun teh hijau setelah ekstraksi.....	45
Gambar 4.10	Hasil FTIR sintesis sebelum kalsinasi pada suhu (a) 50°C, (b) 70°C dan (c) 90°C.....	48
Gambar 4.11	Hasil FTIR sintesis setelah kalsinasi pada suhu (a) 50°C, (b) 70°C dan (c) 90°C.....	50
Gambar 4.12	Difraktogram hasil sintesis sebelum kalsinasi.....	51
Gambar 4.13	Difraktogram hasil sintesis setelah kalsinasi	53

Gambar 4.14	Hasil karakterisasi SEM sampel hematit dengan variasi suhu (a) 50°C, (b) 70°C dan (c) 90°C	56
Gambar 4.15	Histogram pola distribusi ukuran partikel sampel hematit dengan variasi suhu A) 50°C, B) 70°C dan C) 90°C.....	57
Gambar L.4.1	Unsur kimia yang terkandung dalam prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	73
Gambar L.5.1	Hasil spektra FTIR pada prekursor limbah bubuk besi.....	74
Gambar L.5.2	Hasil spektra FTIR pada serbuk daun teh hijau sebelum ekstraksi	74
Gambar L.5.3	Hasil spektra FTIR pada serbuk daun teh hijau setelah ekstraksi	75
Gambar L.5.4	Hasil spektra FTIR sampel sebelum kalsinasi pada variasi suhu 50°C	75
Gambar L.5.5	Hasil spektra FTIR sampel sebelum kalsinasi pada variasi suhu 70°C	76
Gambar L.5.6	Hasil spektra FTIR sampel sebelum kalsinasi pada variasi suhu 90°C	76
Gambar L.5.7	Hasil spektra FTIR sampel setelah kalsinasi pada variasi suhu 50°C	77
Gambar L.5.8	Hasil spektra FTIR sampel setelah kalsinasi pada variasi suhu 70°C	77
Gambar L.5.9	Hasil spektra FTIR sampel setelah kalsinasi pada variasi suhu 90°C	78
Gambar L.6.1	Difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 50°C sebelum kalsinasi	78
Gambar L.6.2	Difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 70°C sebelum kalsinasi	79
Gambar L.6.3	Difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 90°C sebelum kalsinasi	80
Gambar L.6.4	Daftar puncak yang muncul pada hematit suhu sintesis 50°C sesudah kalsinasi	81
Gambar L.6.5	Daftar puncak yang muncul pada hematit suhu sintesis 70°C sesudah kalsinasi	82
Gambar L.6.6	Daftar puncak yang muncul pada hematit suhu sintesis 90°C sesudah kalsinasi	83
Gambar L.8.1	Mikrograf SEM hematit 50°C pada berbagai perbesaran	85
Gambar L.8.2	Mikrograf SEM hematit 70°C pada berbagai perbesaran	85
Gambar L.8.3	Mikrograf SEM hematit 90°C pada berbagai perbesaran	85
Gambar L.9.1	Limbah bubuk besi sebelum preparasi	86
Gambar L.9.2	Limbah bubuk besi setelah preparasi	86
Gambar L.9.3	Destruksi besi dengan 150 mL HNO_3 7M	86
Gambar L.9.4	Penyaringan prekursor	86
Gambar L.9.5	Pemanasan prekursor hingga kering	86
Gambar L.9.6	Prekursor yang telah kering	86
Gambar L.9.7	Endapan merah yang terbentuk ketika uji kualitatif	87
Gambar L.9.8	Daun teh hijau basah.....	87
Gambar L.9.9	Daun teh hijau setelah dioven dan diayak 60 mesh.....	87
Gambar L.9.10	Ekstraksi daun teh hijau.....	87
Gambar L.9.11	Penyaringan larutan teh	87

Gambar L.9.12	Hasil uji pH ekstrak teh	88
Gambar L.9.13	Endapan teh setelah diekstraksi dan dioven 40°C	88
Gambar L.9.14	Larutan prekursor dalam 150 mL HNO ₃ 0,1 M.....	88
Gambar L.9.15	Hasil uji pH prekursor+ HNO ₃ 0,1 M.....	88
Gambar L.9.16	Campuran larutan prekursor dengan 90 mL ekstrak daun teh hijau	88
Gambar L.9.17	Hasil uji pH prekursor+ HNO ₃ 0,1 M+ ekstrak daun teh hijau	88
Gambar L.9.18	Pemanasan dengan variasi sintesis 50, 70 dan 90°C.....	89
Gambar L.9.19	Uji pH larutan variasi 50, 70 dan 90°C yang dinetralkan dengan aquademin sampai pH 6.....	89
Gambar L.9.20	Endapan yang sudah di <i>freezer</i>	89
Gambar L.9.21	Endapan setelah di <i>freeze drying</i>	89
Gambar L.9.22	Endapan sebelum kalsinasi	89
Gambar L.9.23	Endapan setelah kalsinasi	89



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Data kristalografi hematit.....	8
Tabel 2.2	Komposisi kimia teh hijau dalam 100 gr.....	11
Tabel 2.3	Kandungan katekin pada pucuk teh (<i>Camellia Sinensis</i>) varietas <i>Assamica</i> dan varietas <i>Sinensis</i>	12
Tabel 2.4	Karakteristik senyawa katekin.....	14
Tabel 3.1	Data absorpsi senyawa hematit	33
Tabel 4.1	Kadar unsur yang ada dalam prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	36
Tabel 4.2	Kadar oksida yang ada dalam prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	37
Tabel 4.3	Interpretasi hasil spektra FTIR pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	44
Tabel 4.4	Interpretasi hasil spektra FTIR pada daun teh hijau.....	46
Tabel 4.5	Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis sebelum kalsinasi	47
Tabel 4.6	Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis setelah kalsinasi	49
Tabel 4.7	Data FWHM serta ukuran kristal sampel sebelum kalsinasi.....	51
Tabel 4.8	Data FWHM serta ukuran kristal serta kalsinasi	54
Tabel 4.9	Hasil analisis ukuran partikel	56
Tabel L.6.1	Daftar puncak yang muncul pada difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 50°C sebelum kalsinasi	79
Tabel L.6.2	Daftar puncak yang muncul pada difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 70°C sebelum kalsinasi	79
Tabel L.6.3	Daftar puncak yang muncul pada difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 90°C sebelum kalsinasi	80
Tabel L.6.4	Daftar puncak yang muncul pada difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 50°C sesudah kalsinasi	81
Tabel L.6.5	Daftar puncak yang muncul pada difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 70°C sesudah kalsinasi	82
Tabel L.6.6	Daftar puncak yang muncul pada difaktogram besi oksida hasil sintesis suhu 90°C sesudah kalsinasi	83
Tabel L.7.1	Ukuran kristal sampel hematit variasi suhu sintesis.....	84

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian	68
Lampiran 2	Diagram Alir.....	69
Lampiran 3	Perhitungan.....	72
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor Limbah Bubut Besi ...	73
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi FTIR.....	74
Lampiran 6	Hasil Karakterisasi XRD	78
Lampiran 7	Data Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis.....	84
Lampiran 8	Hasil Karakterisasi SEM	85
Lampiran 9	Dokumentasi.....	86



ABSTRAK

Sari, Zulia Davita. 2020. **Green Synthesis Hematit (α -Fe₂O₃) menggunakan Ekstrak Daun Teh Hijau (*Camellia Sinensis*) dengan Metode Presipitasi**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M.Pd

Kata kunci: *Green Synthesis*, Limbah bubuk besi, hematit, daun teh

Limbah bubuk besi banyak mengandung unsur Fe sebesar 96,54% sehingga berpotensi sebagai prekursor sintesis hematit. Dalam penelitian ini, hematit disintesis menggunakan metode presipitasi dengan variasi suhu sintesis, yakni 50°C, 70°C dan 90°C. Agen pengendap yang digunakan ialah ekstrak daun teh hijau (*camellia sinensis*). Hasil sintesis dikalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C dan dikarakterisasi menggunakan XRF, difraksi sinar-X (XRD), FTIR dan SEM. Hasil XRD menunjukkan bahwa terjadi fasa magnetit setelah proses presipitasi dan hematit terbentuk setelah kalsinasi. Ukuran kristal yang dihasilkan secara berurutan ialah 50,5 nm; 45,4 nm dan 39 nm. Hasil SEM menunjukkan morfologi yang dihasilkan berbentuk bulat dan beragam pada suhu 50°C dan 70°C. Morfologi pada suhu 90°C mulai seragam akan tetapi masih terjadi aglomerasi. Hasil identifikasi FTIR pada sampel sebelum kalsinasi dengan variasi suhu 90°C dan setelah kalsinasi sudah terbentuk hematit dengan adanya gugus khas Fe-O pada bilangan gelombang 553 cm⁻¹ dan 451 cm⁻¹.

ABSTRACT

Sari, Zulia Davita. 2020. **Green Synthesis Hematite (α -Fe₂O₃) using Green Tea Leaf Extract (*Camellia Sinensis*) with the Precipitation Method.** Department of Chemistry, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Supervisor II: Ahmad Abtokhi, M.Pd

Keywords: Green synthesis, iron lathe waste, hematite, tea leaves

Iron lathe waste contains Fe elements of 96.54%, so that it has the potential as a precursor of hematite synthesis. The present study used precipitation methods, using the variations in synthesis temperature, namely 50 °C, 70 °C, and 90 °C. The settling agent used is green tea leaf extract (*Camellia Sinensis*). The synthesis product was calcined for 3 hours at 750 °C and characterized using XRF, X-ray diffraction (XRD), FTIR, and SEM. The XRD results showed that the magnetite transition phase occurred after the precipitation stage, and hematite formed after the calcination stage. The crystallite sizes were 50.5 nm, 45.4 nm, and 39 nm. The results of SEM showed that the resulting morphology was round and diverse at 50°C and 70°C. The morphology at 90°C begins to be uniform, but agglomeration still occurs. The identification results of FTIR on the sample before calcination with a temperature variation of 90°C and after calcination hematite has been formed in the presence of a specific Fe-O group at wavenumbers 553 cm⁻¹ and 451 cm⁻¹.

المستخلص

ساري، زوليا دافيتا. 2020. توليف الأخضر للهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) باستخدام استخراج أوراق الشاي الأخضر (كاميليا سينينسيس) مع طريقة الترسيب. رسالة الليسانس. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: رحمواتي نينغسيه، الماجستير؛ المشرف الثاني: أحمد أبوطوخي، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: توليف الأخضر، نفايات مخرطة الحديد، الهيماتيت، أوراق الشاي

احتوى نفايات مخرطة الحديد تحتوي على العديد من عناصر Fe بقدر 96، 54% حتى تحتل أن تكون تمهيداً لتوليف الهيماتيت. في هذه الدراسة، تم تصنيع هيماتيت باستخدام طريقة الترسيب مع تنوع درجة الحرارة في التوليف، يعني 50 و 70 و 90 درجة مئوية. المرسب المستخدم هو استخراج من أوراق الشاي الأخضر (كاميليا سينينسيس). ثم تُكَلِّس الحصيل منه لمدة 3 ساعات في 750 درجة مئوية وتُميز باستخدام XRF، حيود الأشعة السينية FTIR، XRD و SEM. الإنتاج من XRD يشير إلى أن المرحلة المغناطيسية يحدث بعد عملية الترسيب ويتم تشكيل الهيماتيت بعد التكليل. مقياس العزبي الإنتاج منه يعني 50.5 نانومتر و 45.4 نانومتر و 39 نانومتر. تظهر الإنتاج من SEM يشير إلى أن مورفولوجي كروي و متنوع عند 50 درجة مئوية و 70 درجة مئوية. وكان مورفولوجي في درجة حرارة 90 درجة مئوية يبدأ في نوع واحد لكن ما زال في تكوُّم. وكانت الإنتاج من تحديد FTIR في النموذج حصل إلى هيماتي مع مجموعة Fe-O في نو 553 سم-1 و 451 سم-1 إما قبل التكليل مع تغير درجة الحرارة 90 وأيضاً بعد التكليل.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah bubut besi didapatkan dari bengkel bubut besi dan industri pelapisan logam yang mengandung unsur Fe cukup melimpah yaitu sebesar 97,11% (Khoiroh dkk., 2013) dan 96,08% (Chabib, 2017) sehingga sangat berpotensi untuk dijadikan prekursor dalam proses sintesis. Umumnya besi hanya digunakan sebagai bahan konstruksi bangunan hingga mesin berat sedangkan limbah bubut besi hanya dibuang begitu saja tanpa diolah lebih lanjut. Akan tetapi semakin berkembangnya ilmu sains, limbah bubut besi mulai dimodifikasi menjadi barang yang bernilai tinggi salah satunya yaitu hematit.

Limbah bubut besi merupakan salah satu limbah B3 yang dapat mencemari lingkungan dan kerusakan alam bila tidak diolah dengan benar. Allah SWT. juga telah melarang umat manusia untuk membuat kerusakan di bumi sehingga kita harus meminimalisir dalam memproduksi limbah dan memanfaatkannya kembali. Salah satunya yaitu pemanfaatan kembali limbah bubut besi menjadi hematit yang dapat diaplikasikan sebagai pigmen pada cat dinding. Hal ini telah dijelaskan Allah di dalam Al-Qur'an surat Ar- Rum ayat 41 yang berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya: *“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allâh merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”*.

Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) telah diteliti secara luas karena termasuk besi oksida yang paling stabil, memiliki konduktivitas yang baik, keberadaan di alam sangat melimpah, *nontoxicity*, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan daya tahan yang baik serta tahan terhadap suhu tinggi sehingga mempunyai karakteristik pigmen yang unggul (Septityana dkk., 2013; Tini, 2018; Vujtek dkk., 2003). Nanopartikel hematit memiliki beberapa keunggulan dibanding dengan besi oksida yang lain diantaranya luas permukaan yang besar, tingkat reaktivitas yang tinggi, lebih ramah lingkungan, daya penutup pada cat tinggi sehingga semakin kecil ukuran partikel maka kestabilannya semakin meningkat (Fouda dkk., 2012). Berdasarkan keunggulan hematit di atas, maka hematit banyak diaplikasikan sebagai pigmen (Hosseini-Zori dkk., 2008).

Sintesis nanopartikel hematit dapat menggunakan beberapa metode seperti sol-gel, presipitasi dan hidrotermal. Metode presipitasi memiliki kelebihan diantaranya proses yang cukup sederhana, homogenitas tinggi, kemurnian dan kristalinitas yang tinggi, suhu reaksi yang relatif rendah, produk yang dihasilkan banyak dan distribusi ukurannya seragam (Lassoued, 2017; Mohapatra & Anand, 2010). Lassoued, dkk. (2017) mensintesis hematit dengan metode presipitasi menghasilkan produk dengan kristalinitas tinggi dibuktikan dengan data *X-Ray Diffraction* (XRD) puncak yang tajam dan sempit serta ukuran partikel sebesar 21 nm. Qiu dkk. (2011) telah mensintesis hematit dengan metode hidrotermal menghasilkan produk dengan kristalinitas yang rendah dan masih terdapat padatan amorf yang dibuktikan dengan data XRD yang tajam tetapi lebar serta ukuran partikel sebesar 60 nm.

Di sisi lain, penggunaan organisme biologis dan ekstrak tanaman bisa menjadi alternatif untuk pembuatan partikel nano oksida besi dengan cara yang ramah lingkungan. Menurut Ahmmad dkk. (2013) ekstrak tanaman bisa berasal dari bumbu rempah-rempah dan tanaman yang mengandung antioksidan tinggi. Antioksidan alami telah terbukti tidak beracun bagi organisme hidup, dapat dijadikan stabilizer untuk mencegah terjadinya aglomerasi, dapat mengikat radikal nitrogen bebas, menghasilkan produk dengan toksisitas rendah serta dapat mengurangi ion logam (Mahdavi dkk., 2013; Taib dkk., 2018). Salah satu tanaman yang mengandung antioksidan tinggi yaitu daun teh hijau sebesar 30-40% sedangkan daun teh hitam hanya 3-10%. Ekstrak daun teh hijau memiliki senyawa polifenol sebesar 45-90% di antaranya *Epigallocatechin gallate* (EGCG) dan katekin (Chacko dkk., 2010). EGCG sangat berpotensi sebagai agen pengendap di karenakan ia bersifat hidrofobik sehingga menyebabkan agregasi pada larutan (Ahmmad dkk., 2013). Faktor yang mempengaruhi katekin ialah varietas, umur daun dan ketinggian tempat. Varietas daun teh hijau klon berdaun lebar (*C. sinensis* var. *Assamica*) memiliki kandungan katekin lebih tinggi daripada daun teh hijau berdaun sempit (*C. sinensis* var. *sinensis*) yaitu mencapai 17,26%. Bagian daun teh hijau yang digunakan sebagai agen pengendap ialah pucuk daun teh karena semakin muda umur daun dan semakin tinggi tempat teh dibudidayakan maka kadar katekin juga semakin bertambah (Anjarsari, 2016). Berdasarkan metode diatas, maka penelitian kali ini menggunakan metode presipitasi dan *green synthesis* agar diperoleh produk hematit dengan ukuran nanopartikel, kristalinitas tinggi dan morfologi yang seragam dari hasil XRD dan SEM.

Jenis agen pengendap dalam proses presipitasi berpengaruh terhadap pembentukan nanopartikel hematit. Ahmmad, dkk. (2013) telah mensintesis hematit dengan agen pengendap ekstrak daun teh hijau diperoleh distribusi ukuran antara 3-15 nm, partikel agak bulat, berpori, seragam serta didapatkan puncak yang tajam dan sempit mengindikasikan kristalinitas tinggi serta produk murni tidak ada pengotor. Penelitian ini menggunakan ekstrak daun teh hijau sebagai agen pengendap dengan metode infusa.

Suhu sintesis sangat berpengaruh terhadap struktur kristal, ukuran partikel semakin besar serta ukuran butir nanopartikel yang dihasilkan juga akan semakin besar. Derajat kristalinitas dipengaruhi oleh proses nukleasi dan *crystal growth* yang berlangsung secara cepat (Rosanti & Puryanti, 2015; Tawainella dkk., 2015). Müller dkk. (2015) telah meneliti sintesis hematit menggunakan variasi suhu sintesis sebesar 60°C, 70°C, 90°C dan 110°C. Hasil kristal hematit yang paling tinggi berada pada suhu 90°C dan 110°C karena memiliki puncak yang tajam, sempit dan intensitas yang tinggi. Elysia (2017) juga telah mensintesis hematit dengan suhu 80°C dan diperoleh morfologi seragam akan tetapi masih terjadi aglomerasi dan terdapat impuritas berupa C dan Na. Chen dkk. (2005) telah mensintesis hematit dengan suhu sintesis sebesar 70°C menghasilkan data XRD dengan kristalinitas cukup tinggi akan tetapi masih mengandung unsur Al sebesar 0,3 yang mana dimungkinkan ada kandungan Al₂O₃. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan mensintesis hematit dengan variasi suhu sintesis sebesar 50°C, 70°C dan 90°C.

Berdasarkan pernyataan diatas, salah satu upaya untuk meminimalisir limbah bubut besi yaitu pemanfaatan kembali limbah untuk dijadikan serbuk

hematit dengan metode *green synthesis* yang ramah lingkungan. Pada penelitian kali ini akan mensintesis hematit menggunakan agen pengendap dari ekstrak daun teh hijau. Metode yang digunakan ialah presipitasi dengan variasi suhu sintesis sebesar 50°C, 70°C dan 90°C. Prekursor yang telah dibuat akan di karakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan *Fourier-transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Hasil sintesis yang berupa serbuk akan dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan FTIR.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana gugus fungsi hematit dari ekstrak daun teh hijau?
2. Bagaimana pengaruh variasi suhu sintesis terhadap struktur dan ukuran kristal hematit?
3. Bagaimana morfologi dari hematit hasil sintesis?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui gugus fungsi hematit dari ekstrak daun teh hijau
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi suhu sintesis terhadap struktur dan ukuran kristal hematit.
3. Untuk mengetahui morfologi dari hematit hasil sintesis.

1.4 Batasan Masalah

Menghindari luasnya objek kajian dalam penelitian ini maka diberikan batasan masalah sebagai berikut :

1. Limbah bubuk besi yang digunakan sebagai sampel berasal dari industri kerajinan besi di kota Malang.
2. Agen pengendap yang digunakan adalah ekstrak daun teh hijau yang diambil dari kebun teh Wonosari Lawang, Kab. Malang.
3. Variasi suhu sintesis yang digunakan ialah 50, 70 dan 90°C.
4. Metode sintesis yang digunakan adalah metode presipitasi.
5. Karakterisasi yang digunakan yaitu XRF, XRD, SEM dan FTIR.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah dilakukan penelitian ini yaitu dapat mengurangi pencemaran lingkungan akibat limbah besi bubuk, dengan cara limbah bubuk besi dimanfaatkan sebagai prekursor pigmen hematit serta dapat mengurangi limbah bahan kimia dikarenakan agen pengendap yang digunakan berasal dari alam berupa ekstrak daun teh hijau. Penelitian ini juga bermanfaat untuk mengkaji metode yang digunakan dalam sintesis senyawa hematit, sehingga dapat dikembangkan ke berbagai aplikasi kehidupan seperti adsorben, katalis, sensor, pigmen dll.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Besi sebagai Prekursor Oksida Besi

Limbah besi merupakan limbah yang didapatkan dari bengkel bubut besi dan industri pelapisan logam yang setiap tahunnya mengalami peningkatan sekitar 10-20 kg/bulan (Sunardi & Wijayanti, 2010). Peningkatan besi ini bila tidak diimbangi dengan pengolahan yang baik maka akan menimbulkan dampak negatif bagi air dan tanah karena besi tidak mudah didaur ulang dan materialnya yang cukup stabil (Sugiharto, 2007).

Kandungan Fe pada limbah bubut besi sangatlah tinggi sehingga berpotensi untuk dijadikan oksida besi. Para ilmuwan telah meneliti kadar Fe pada limbah bubut besi yang menghasilkan kadar sebesar 96% (Sunardi & Wijayanti, 2010), 97,11% (Khoiroh dkk., 2013), 96,08% (Chabib, 2017) dan 72% (Gaballah dkk., 2013). Tingginya kadar besi membuktikan bahwa limbah bubut besi dapat dijadikan bahan prekursor oksida besi.

2.2 Nanopartikel Oksida Besi Hematit

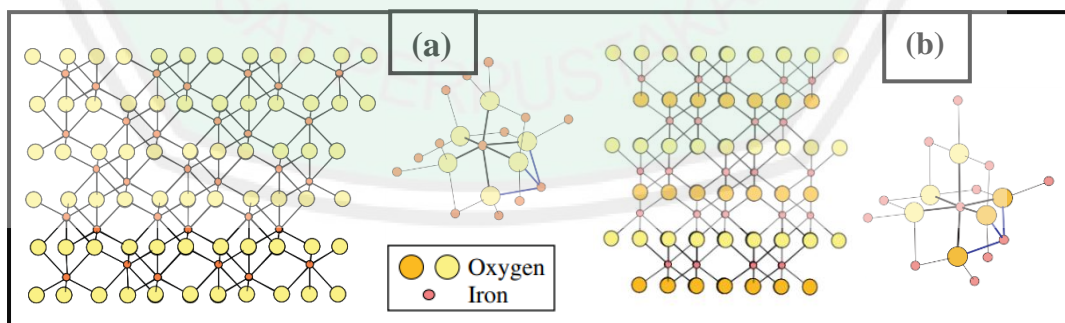
Hematit merupakan salah satu bentuk besi oksida yang paling stabil dengan sifat semikonduktor tipe-n. Hematit mempunyai struktur kristal korundum dengan ion oksigen yang tersusun sepanjang arah dan bidang anion sejajar dengan bidang. Data kristalografi hematit telah dirangkum pada Tabel 2.1. Hematit terbentuk dari beberapa fasa transisi salah satunya yaitu ferrihidrit ($5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) yang memiliki struktur hampir sama dengan hematit. Ion Fe^{3+} pada struktur hematit menempati selitan oktahedral sedangkan pada struktur ferrihidrit menempati selitan

tetrahedral. Adapun ion O^{2-} pada struktur hematit maupun ferrihidrit dan ion OH^- pada struktur ferrihidrit sama-sama menempati situs *hexagonal close packed* (hcp) seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.1. Parameter kisi dari ferrihidrit ialah $a=0.296$ nm dan $c=0.949$ nm dengan space grup P-31c sedangkan hematit mempunyai parameter kisi $a=0.50346$ dan $c=1.3752$ dengan space grup R-3cH (Cornell dan Schwertmann, 2003).

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rombohedral, heksagonal
Grup ruang	R-3cH
Stacking of closepacked anions	ABAB [001]
Struktur kristal	<i>Corundum</i>
Parameter kisi (nm)	$a=0,50346, c=1,3752$ (heksagonal) $a_{Rh}=0,5427, \alpha=55,3^\circ$ (rhombohedral)
Formula unit per unit sel (Z)	6
Warna	Merah
Kekerasan	$6 \frac{1}{2}$
Titik leleh ($^\circ C$)	1350
Kemagnetan	Feromagnetik yang lemah atau antiferomagnetik
Kelarutan produk ($pFe + 3pOH$)	42.2-43.3
Kelas (H-M)	3m (3 2/m)-Heksagonal Scalen
Rasio $a:c$	1:2,734

Sumber : (Cornell & Schwertmann, 2003)



Gambar 2.1 Struktur kristal pada (a) hematit dan (b) ferrihidrit (Cudennec & Lecerf, 2006).

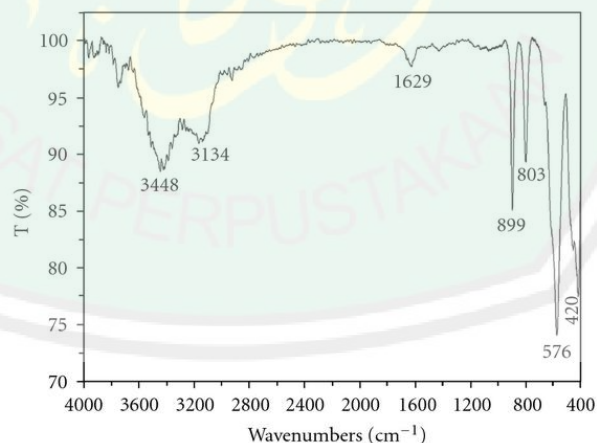
Nanopartikel hematit memiliki beberapa kelebihan dibandingkan besi oksida yang lain diantaranya memiliki luas permukaan yang besar, tingkat reaktivitas yang tinggi, biaya murah, lebih ramah lingkungan, daya hiding yang tinggi, mempunyai stabilitas kimia yang baik, *nontoxicity*, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan daya tahan yang baik, sifat kemagnetan yang besar, tahan terhadap korosi yang tinggi dan tahan terhadap suhu yang sangat tinggi sehingga mempunyai karakteristik sebagai pigmen yang unggul (Fouda dkk., 2012; Vujtek dkk., 2003; Aji dkk., 2019; Chen dkk., 2005; Septityana dkk., 2013). Hematit dapat dibuat dengan oksidasi magnetit di udara atau atmosfer oksigen di atas 500°C. Dehidrasi dari goethite pada suhu di atas 400°C juga menghasilkan hematit (Walter, 2006).

Aji, dkk. (2007) telah mensintesis nanopartikel hematit dengan agen pengendap berupa amonia (NH_4OH) menggunakan XRD menghasilkan fasa hematit yang berukuran orde nano. Khoiroh (2013) dalam penelitiannya mensintesis hematit dengan agen pengendap NaHCO_3 dan menghasilkan parameter kisi $a=b=5.026^\circ\text{A}$ dan $c=13.735^\circ\text{A}$, ukuran kristal rata-rata $0,16\mu\text{m}$, kualitas pigmen sudah hampir mendekati standar dan bentuk partikel pigmen hematit berbentuk bulat menyerupai bola dan seragam. Septityana, dkk. (2013) mensintesis hematit dengan agen pengendap berupa HCl yang menghasilkan serbuk dengan ukuran orde nanometer sebesar 41 nm dan menghasilkan kristal Fe_2O_3 murni.

Nanopartikel hematit sering diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari diantaranya sebagai pigmen, keramik, magnet, katalis, bahan baku lithium, sensor, adsorben dan industri baja. Septityana, dkk. (2013) telah memanfaatkan

nanopartikel hematit sebagai pigmen, diperoleh uji XRD dengan ukuran kristal pada suhu 500°C sebesar 40 nm dan pada suhu kalsinasi 800°C sebesar 41 nm. Hasil karakterisasi XRD menghasilkan intensitas tertinggi berada pada $2\theta = 35,7^\circ$ yang merupakan puncak khas dari hematit dengan *indeks Miller* masing-masing berada pada (220), (311), (400), (511) dan (440).

Qin dkk. (2010) telah mensintesis hematit dengan karakterisasi FTIR dan menghasilkan serapan pada daerah bilangan gelombang 576 cm^{-1} dan 420 cm^{-1} menunjukkan ikatan vibrasi Fe-O dari hematit (Fe_2O_3). Serapan pada bilangan gelombang 899 cm^{-1} dan 803 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi C-H yang disebabkan oleh sisa *triethylamine* pada permukaan partikel. Serapan pada daerah bilangan gelombang 1629 cm^{-1} menunjukkan ikatan C-N, pada puncak 3448 cm^{-1} menunjukkan vibrasi O-H *stretching* dari penyerapan air sedangkan pada puncak serapan 3134 cm^{-1} menunjukkan vibrasi N-H. Hal ini telah dijelaskan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Hasil FTIR hematit (Qin dkk., 2010)

2.3 Peran Ekstrak Daun Teh Hijau sebagai Agen Pengendap

Teh hijau memiliki kadar polifenol tertinggi dibandingkan teh oolong dan teh hitam yaitu mencapai 30% (Chacko dkk., 2010). Sebagian besar polifenol didalam teh hijau ialah flavanol (*catechin*). Produk yang berasal dari ekstrak daun teh hijau dalam bentuk cair atau bubuk mempunyai kandungan yang bervariasi yaitu polifenol (45-90%) dan kafein (0,4-10%). Hal ini telah dijelaskan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Komposisi kimia teh hijau dalam 100 gr

Senyawa	Jumlah
Kalori	17 kJ
Air	75-80%
Polifenol	25%
Karbohidrat	4%
Serat	27%
Pektin	6%
Kafein	2,5-4,5%
Protein	20%
Kalium	1795 mg %
Tannin	9-20%
Vitamin E	25-70 mg
Katekin	63-270 mg
Vitamin K	200-500 UI/g

Sumber: (Rossi, 2010)

Faktor yang mempengaruhi kadar katekin ialah varietas, umur daun dan ketinggian tempat. Varietas daun teh hijau klon berdaun lebar (*C. sinensis var. Assamica*) memiliki kandungan katekin lebih tinggi daripada teh hijau berdaun sempit (*C. sinensis var. sinensis*) yaitu mencapai 17,26%. Hal ini telah dijelaskan pada Tabel 2.3, bagian teh hijau yang digunakan sebagai agen pengendap ialah pucuk daun teh (daun peko). Kandungan daun peko memiliki katekin yang paling tinggi dari pada daun bagian bawah, hal ini dikarenakan sel-sel bagian pucuk peko masih aktif membelah sehingga metabolit sekunder yang dihasilkan lebih tinggi

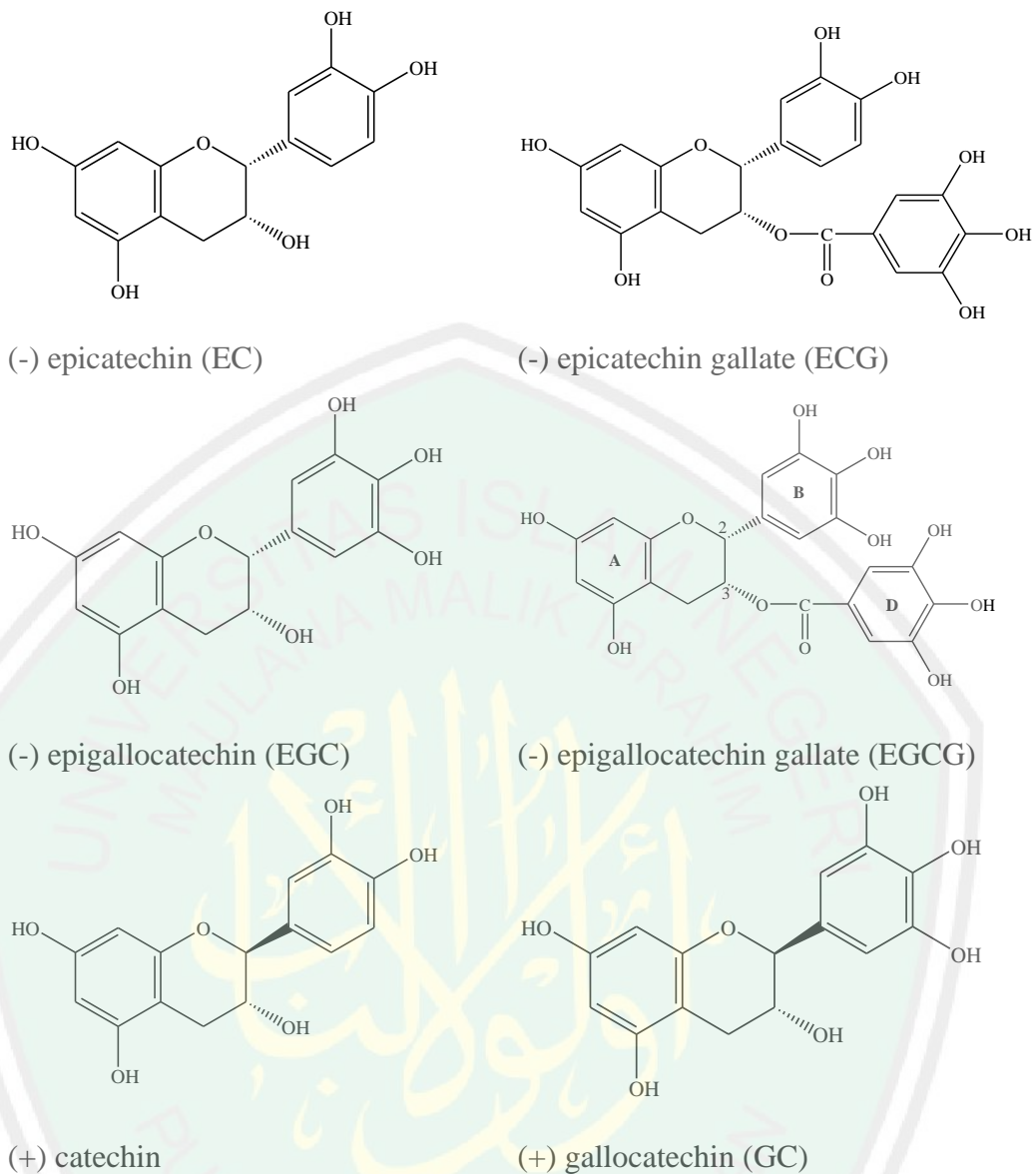
(Martono & Setiyono, 2014). Ketinggian tempat juga berpengaruh terhadap kandungan katein, semakin tinggi tempat budidaya teh maka pertumbuhan pucuk semakin lambat sehingga total katekin semakin meningkat (Anjarsari, 2016). pH juga mempengaruhi presipitasi, semakin tinggi pH maka proses presipitasi akan berjalan dengan cepat.

Tabel 2.3 Kandungan katekin pada pucuk teh (*Camellia Sinensis*) varietas *Assamica* dan varietas *Sinensis*

Varietas	Katekin (%)					Katekin Total
	C	EC	EGC	ECG	EGCG	
Assamica	0,02	1,44	0,35	0,35	12,10	17,26
Sinensis	0,07	1,13	2,38	2,38	8,59	13,52

Sumber: (Anjarsari, 2016)

Ekstrak daun teh hijau merupakan tanaman yang memiliki antioksidan yang tinggi serta mengandung komponen penting diantaranya polifenol, kafein, asam amino, vitamin, flavonoid, polisakarida dan florin. Salah satu unsur dari polifenol ialah katekin, yang terdiri dari beberapa senyawa kompleks diantaranya katekin (C) 0,5-1%, epikatekin (EC) 1-3%, epikatekin galat (ECG) 2-4%, epigalokatekin (EGC) 4-7%, epigalokatekin galat (EGCG) 5-14% dan galokatekin (GC) 1-2% (Zhen dkk., 2002). Kandungan katekin dalam varietas *assamica* hanya ada 3 jenis katekin yaitu EGC, ECG dan EGCG, dari ketiga *derivate* ini EGCG memiliki persentase yang paling tinggi yaitu sekitar 50% karena EGCG merupakan *derivate* katekin akhir yang mengandung senyawa gallo dan gallat sehingga lebih stabil (Shimamura dkk., 2007). Katekin sering disebut polifenol karena memiliki lebih dari satu gugus fenol yaitu 2 gugus fenol cincin A dan B dan satu gugus hidopiran (cincin C) (Juniaty Towaha, 2013). Struktur kimia senyawa katekin ditampilkan pada Gambar 2.3 (Heroniaty, 2012).



Gambar 2.3 Struktur kimia beberapa senyawa katekin (Heroniaty, 2012)

Katekin merupakan senyawa tidak berwarna, sukar larut dalam air serta mempunyai sifat pahit dan sepat pada seduhan teh, ketika suatu senyawa itu pahit maka pH yang terkandung dalam larutan termasuk dalam kategori basa yang mana terdapat gugus fenol, didalam gugus fenol ada -OH. *Epicatechin* (EC) dan *epigallocatechin* (EGC) memunculkan rasa sedikit sepet (pahit) dengan sedikit manis setelah diminum sedangkan bentuk *gallatena* (ECG dan EGCG)

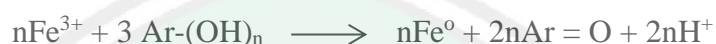
memunculkan rasa sepet yang kuat (Mitrowihardjo, 2012). Katekin merupakan asam lemak yang memiliki nilai $pK_{a1}=7,72$ dan $pK_{a2}=10,22$. Selain bersifat asam lemak, katekin mudah teroksidasi pada pH mendekati netral (pH 6,9), mudah terurai cahaya dengan laju reaksi lebih besar pada pH rendah (3,45) dibanding dengan pH 4,6. Katekin dalam larutan asam asetat akan membentuk larutan bening tetapi jika direaksikan dengan besi klorida akan membentuk cairan warna hijau. Karakteristik senyawa katekin telah dijelaskan pada Tabel 2.4 (Heronyaty, 2012).

Tabel 2.4 Karakteristik senyawa katekin

Sifat Fisika	Sifat Kimia
Warna: putih	Rumus molekul: $C_{15}H_{14}O_6$
Rasa: Pahit dan sepat pada seduhan teh	Sensitif terhadap oksigen dan cahaya (dapat mengalami perubahan warna apabila mengalami kontak langsung dengan udara terbuka)
Melting point: 104-106°C	Substansi yang dihindari: unsur oksida, HCl, asam anhidrida basa dan asam nitrit
Boiling point: 245°C	Larut dalam air hangat
Tekanan uap: 1 mm Hg pada 75°C	Stabil pada kondisi agak asam atau netral (pH optimum 4-8), Dalam keadaan murni sedikit tidak larut dalam air dingin tetapi larut dalam air panas, larut dengan alkohol dan etil asetat, hampir tidak larut dalam klorofom benzen dan eter
Densitas uap: 3,8 g/m ³	

Epigallocatechin gallate (EGCG) merupakan katekin yang berperan dalam proses reduksi karena memiliki potensial standar 0,57V sehingga dapat mereduksi Fe^{3+} ke Fe^0 dengan potensial standar besi ialah -0,036V. Mekanisme reduksi ada 3 langkah yang pertama, ketika prekursor ditambahkan akan membentuk kompleks dengan memutuskan ikatan -OH dari gugus fenol daun teh hijau dan membentuk ikatan parsial dengan ion logam (Fe^{3+}). Kedua, pemutusan ikatan

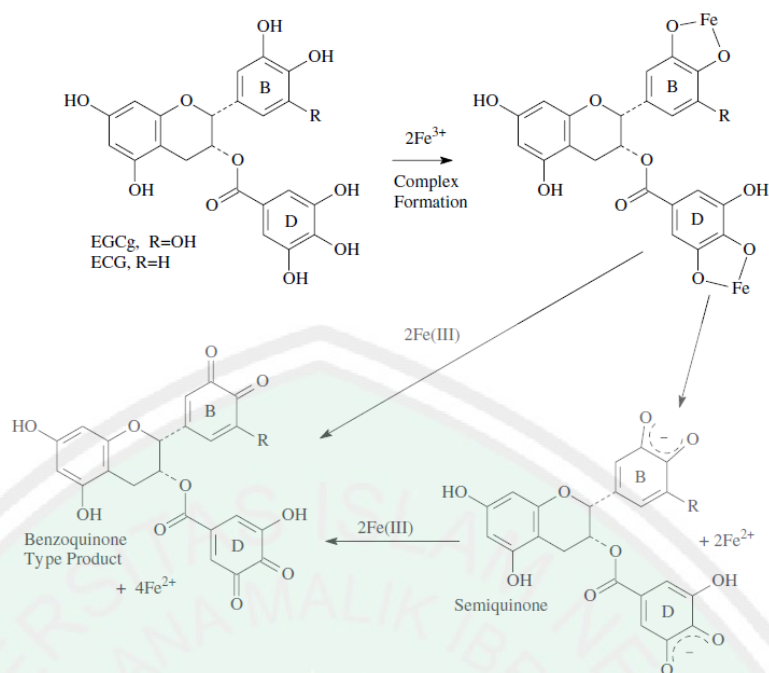
parsial dan terjadi transfer elektron untuk mereduksi ion logam menjadi nanopartikel seperti pada Gambar 2.4. Fe° yang dihasilkan sangat tidak stabil sehingga menghasilkan oksida logam dalam waktu singkat sebelum membentuk nanopartikel besi oksida. Ketiga, ekstrak teh hijau menutup nanopartikel besi oksida (Gottimukkala, 2017):



Keterangan: Ar : gugus fenil

n : banyaknya gugus hidroksil yang teroksidasi oleh Fe^{3+}

EGCG pada sampel juga berfungsi sebagai surfaktan yang terdeprotonasi pada suhu dan tekanan tinggi selama proses hidrotermal. Awal kompleks oktahedral dari ion Fe^{3+} adalah $\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6$ yang terbentuk dalam air dan terurai menjadi beberapa molekul sederhana seperti $[\text{Fe}(\text{OH}_2)(\text{OH})]^{2+}$, $[\text{Fe}(\text{OH}_2)_4(\text{OH})_2]^+$ melalui deprotonasi molekul air yang terkoordinasi. Spesies besi yang terhidrolisis dapat membentuk kompleks dengan cincin B dan D yang dideprotonasikan oleh EGCG. Cincin A pada senyawa EGCG bersifat hidrofobik sehingga terjadi agregasi dan membentuk struktur seperti Gambar 4.6. (Ahmmad dkk., 2013). Adanya peningkatan suhu mengakibatkan terjadinya transformasi besi $[\text{Fe}(\text{OH})_2]^+$ menjadi partikel primer nanometer (Fe_2O_3). Fe_2O_3 ini memiliki permukaan energi yang tinggi dan agregasi cepat untuk meminimalkan energi permukaannya. Molekul EGCG atau GCG terdekomposisi pada suhu tinggi dan produk yang terurai didispersikan menjadi air meninggalkan pori-pori dalam partikel. Reaksi yang terjadi antara besi dengan katekin telah tergambar pada Gambar 2.4. (Ryan & Hynes, 2007).



Gambar 2.4 Pembentukan kompleks ligan EGCG dengan logam Fe (Ryan & Hynes, 2007)

Metode yang digunakan untuk mengekstrak katekin ialah metode infusa. Metode infusa merupakan proses mengekstrak zat-zat yang terkandung menggunakan pelarut air pada suhu 80°C selama 30 menit. Ekstraksi daun teh hijau menggunakan pelarut aquademineral dikarenakan katekin merupakan senyawa yang memiliki 2 cincin aromatik dengan gugus hidroksil lebih dari satu, semakin banyak gugus hidroksil maka tingkat kelarutan dalam air semakin besar atau bersifat polar (Rustanti dkk., 2013). Berdasarkan teori *like dissolve like* maka senyawa katekin akan larut dalam pelarut polar. Astutiningsih dkk. (2014) telah meneliti kandungan katekin pada daun teh hijau dan dianalisa menggunakan FTIR yang mengandung gugus fungsional $\text{C}=\text{C}$ aromatik dengan serapan $1500\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ dan gugus O-H pada serapan $2000\text{-}3600\text{ cm}^{-1}$ (lebar).

Polifenol dalam ekstrak daun teh hijau dapat berfungsi sebagai zat pereduksi dan agen *capping* (Gottimukkala, 2017). *Capping* merupakan proses adsorpsi

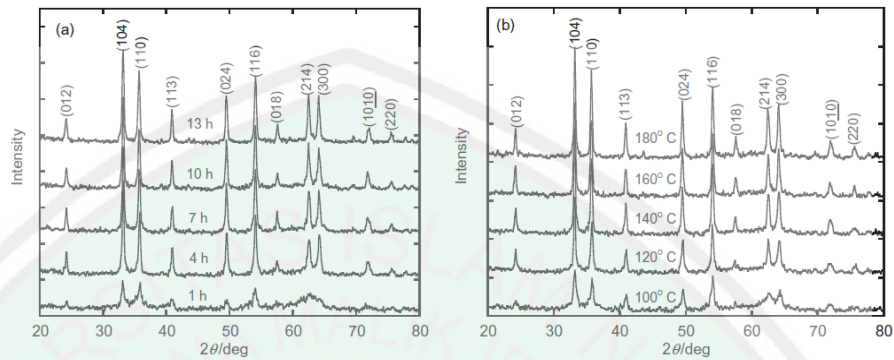
senyawa organik yang memiliki sifat hidrofobik dan efek sterik pada permukaan partikel logam sehingga pada hasil sintesis serapan ini masih muncul walaupun intensitasnya rendah (Arief dkk., 2015). Kereaktifan senyawa polifenol yang digunakan sebagai agen capping berpengaruh pada efek sterik dan gugus hidroksi, semakin banyak gugus hidroksi maka akan meningkatkan kereaktifan senyawa tersebut (Arief dkk., 2015).

2.4 Sintesis Hematit Menggunakan Metode Presipitasi

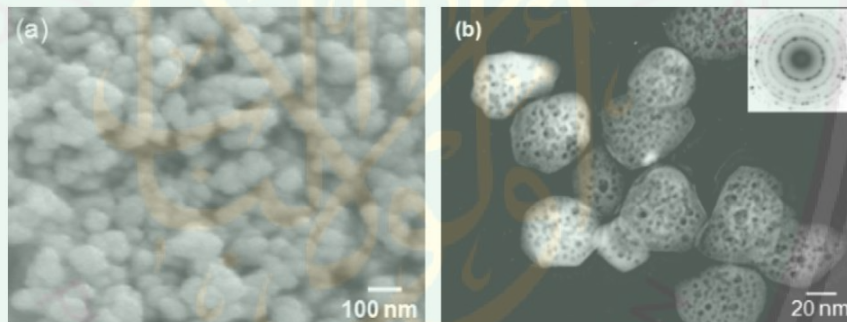
Sintesis nanopartikel hematit telah banyak dilakukan dengan berbagai metode diantaranya metode sol gel dari metode tersebut diperoleh diameter hematit antara 20-42 nm (Duhan & Devi, 2010), metode presipitasi dengan ukuran partikelnya antara 2,1-58,5 nm (Sahoo dkk., 2010), metode hidrotermal dengan ukuran partikelnya 5-60 nm (Qiu dkk., 2011) dan metode elektrodeposisi dengan ukuran partikelnya 7-23 nm. Metode presipitasi memiliki beberapa kelebihan jika dibandingkan dengan metode lainnya yaitu proses yang cukup sederhana, hemat bahan dan energi, kemurnian dan kristalinitas yang tinggi, waktu persiapan yang singkat, homogenitas tinggi dan suhu reaksi yang relatif rendah (Lassoued, 2017). Berdasarkan hasil ukuran partikel tiap metode sintesis hematit serta kelebihan metode presipitasi maka pada penelitian ini akan mensintesis hematit menggunakan metode presipitasi.

Prinsip metode presipitasi ialah pemisahan unsur-unsur berdasarkan perbedaan besarnya hasil kali kelarutan (K_{sp}). Pengendapan akan terjadi jika nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga senyawa tersebut (Wasito & Biyantoro, 2009). Ahmmad, dkk. (2013) telah mensintesis hematit menggunakan metode presipitasi yang menghasilkan ukuran kristal nanometer sebesar 33 nm,

distribusi partikel berkisar 3-15 nm serta memiliki puncak yang tajam dan sempit pada data XRD dan pada data SEM memiliki morfologi bulat berpori dan beragam. Data XRD telah dijelaskan pada Gambar 2.4 dan SEM pada Gambar 2.5



Gambar 2.5 Data XRD nanopartikel hematit dengan variasi waktu dan proses hidrotermal (Ahmmad dkk., 2013)



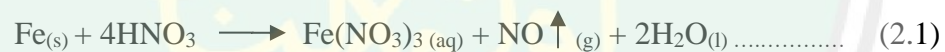
Gambar 2.6 Hasil SEM (a) dan TEM (b) pada sintesis nanopartikel α -Fe₂O₃ (Ahmmad dkk., 2013)

2.5 Fe(NO₃)₃ sebagai Prekursor Sintesis Hematit

Prekursor Fe(NO₃)₃ dapat terbentuk dari proses destruksi limbah bubuk besi dengan asam kuat. Frankel (2016) menyebutkan bahwa ion Fe³⁺ dalam bentuk Fe(NO₃)₃ dapat terbentuk dari destruksi menggunakan asam nitrat. Prekursor Fe(NO₃)₃ menghasilkan fasa magnetit (Fe₃O₄) tetapi ketika diberi suhu tinggi (400-700°C) maka akan berubah ke fasa hematit dengan derajat kristalinitas yang

lebih tinggi. Menurut Vogel (1990) menyebutkan bahwa, besi yang ditambahkan dengan asam nitrat pekat menghasilkan ion ferri (Fe^{3+}). Asam nitrat dapat mengoksidasi Fe dari bilangan oksidasi 0 menjadi 3+ (Fe^{3+}). Pembentukan Fe^{3+} lebih dipilih dari pada ion ferrous (Fe^{2+}), hal ini dikarenakan hematit berasal dari ion ferri (Fe^{3+}) dan lebih reaktif (Frankel, 2016).

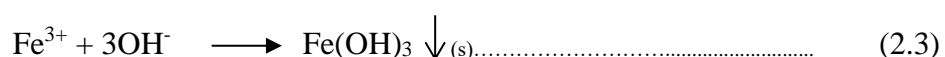
Hassanjani-Roshan dkk. (2011) telah mensintesis hematit menggunakan bahan destruksi HCl dan diperoleh ukuran partikel 12 nm-19 nm serta intensitas pada puncak XRD cukup tinggi tetapi banyak pengotor. Legodi & de Waal (2007) mensintesis hematit dengan bahan destruksi HNO_3 menghasilkan spektrum XRD dengan intensitas yang kuat, tajam dan sempit mengindikasikan kristalinitasnya tinggi serta ukuran partikel yang sangat kecil yaitu ($<0.1 \mu\text{m}$). Menurut Nisa (2018), jika material besi ditambahkan asam nitrat pekat maka menghasilkan ion ferri dan gas nitrogen sesuai dengan reaksi berikut:



Reaksi diatas menghasilkan gas NO yang tidak berwarna, saat gas tersebut keluar maka akan segera bereaksi dengan oksigen yang ada di udara membentuk gas nitrogen dioksida (NO_2) yang berwarna coklat kemerahan (Vogel, 1990).



Keberadaan ion ferri (Fe^{3+}) dalam suatu larutan dapat diketahui dengan terbentuknya endapan merah kecoklatan ketika direaksikan dengan NaOH sesuai dengan reaksi berikut:



Apabila endapan berwarna hijau ketika direaksikan dengan NaOH mengindikasikan adanya ion Fe^{2+} . Ion ferro mudah teroksidasi menjadi ion *ferric*. Ketika proses oksidasi maka terjadi pelepasan elektron seperti pada Persamaan 2.4:

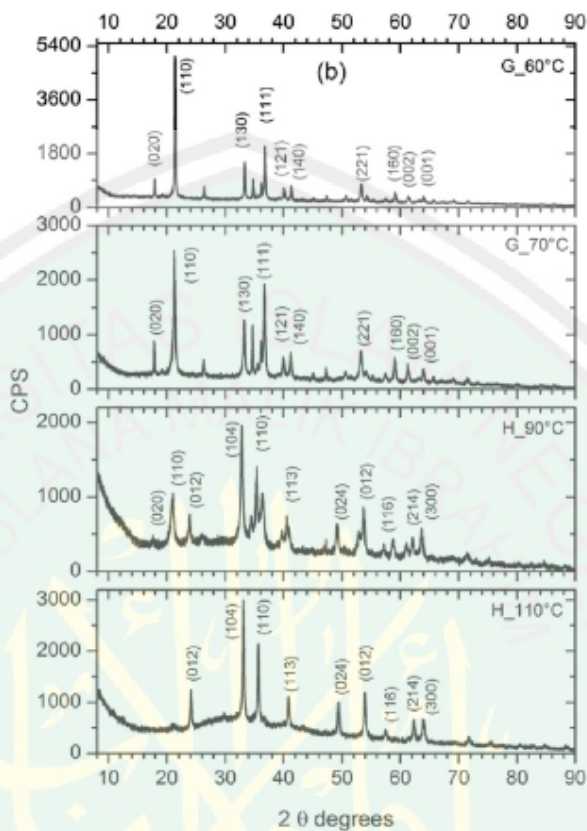


Konsentrasi pendestruksi juga mempengaruhi hasil hematit terutama pada kristalinitas dan lama waktu destruksi. Ketika konsentrasi HNO_3 terlalu pekat maka produk akan terlalu kering sedangkan bila terlalu encer maka butuh proses lama dan kristalinitas rendah. Chabib (2017) menggunakan HNO_3 3,5 M untuk pembuatan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan menghasilkan data XRD dengan kristalinitas yang rendah (amorf) serta membutuhkan waktu yang lama untuk mendestruksi. Habibah (2019) menggunakan HNO_3 7 M untuk pembuatan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan menghasilkan data XRD dengan puncak yang tajam dan sempit menunjukkan kristalinitas tinggi.

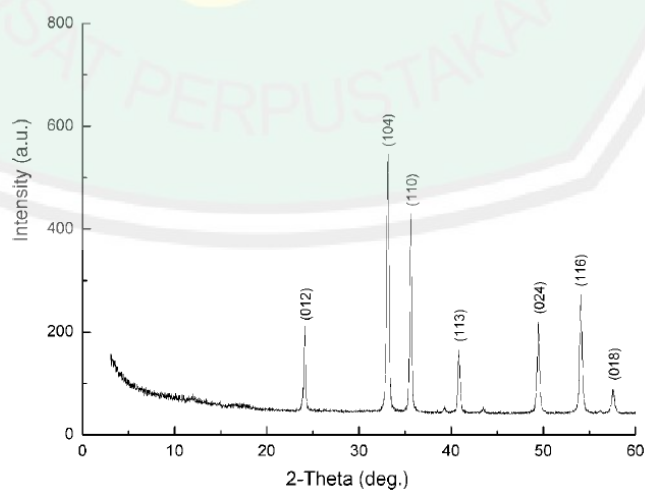
2.6 Pengaruh Variasi Suhu Sintesis pada Hematit

Menurut Müller dkk. (2015) adanya peningkatan suhu berpengaruh terhadap struktur dan ukuran kristal yang dihasilkan. Semakin tinggi suhu maka ukuran kristal yang dihasilkan semakin kecil. Müller dkk. (2015) telah mensintesis hematit menggunakan variasi suhu sintesis sebesar 60°C , 70°C , 90°C dan 110°C . Hasil kristal hematit yang paling tinggi berada pada suhu 90°C dan 110°C karena memiliki puncak yang tajam, sempit dan intensitas yang tinggi. Chen dkk. (2005) telah mensintesis hematit dengan suhu sintesis sebesar 70°C menghasilkan data

XRD dengan kristalinitas cukup tinggi akan tetapi masih mengandung unsur Al sebesar 0,3 yang mana dimungkinkan ada kandungan Al_2O_3 .



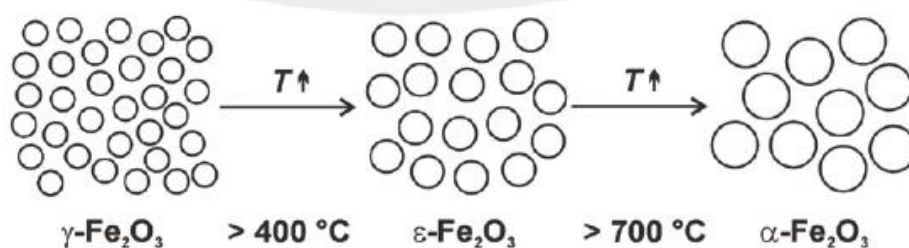
Gambar 2.7 Hasil XRD dengan suhu sintesis 60°C, 70°C, 90°C dan 110°C (Müller dkk., 2015)



Gambar 2.8 Hasil XRD dengan suhu sintesis 70°C (Chen dkk., 2005)

Menurut Gilbert dkk. (2008) kecepatan pengadukan dapat mempengaruhi ukuran partikel, semakin besar kecepatan pengadukan maka ukuran partikel yang dihasilkan juga akan semakin kecil. Nisa (2018) telah mensintesis besi oksida dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 650, 750, dan 850 rpm menggunakan SEM dan menghasilkan ukuran kristal berturut-turut sebesar 63,24 nm; 40,92 nm; 24,92 nm dan 17,61 nm. Gilbert dkk. (2008) mensintesis geotit menggunakan kecepatan pengadukan 430 rpm menghasilkan 50-60 nm dan pada kecepatan pengadukan 1200 rpm menghasilkan ukuran 2-14 nm.

Kalsinasi merupakan tahap akhir dalam proses sintesis hematit yang berupa reaksi dekomposisi secara endotermik. Kalsinasi berfungsi untuk melepaskan gas-gas dalam bentuk hidroksida dan karbonat serta menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan seperti H_2O , air kristal dan gas CO_2 . Selain itu, kalsinasi juga bertujuan untuk mengubah fasa dari fasa transisi menjadi fasa hematit melalui proses *thermal transformation*. Menurut Darezereshki (2012) suhu kalsinasi dapat memberikan fasa transisi yang berbeda-beda pada oksida besi. Suhu kalsinasi 200-400°C terjadi transisi fasa magnetit menjadi maghemit sedangkan pada suhu 400-700°C terjadi transisi fasa maghemit menjadi fasa hematit. Sehingga pada penelitian kali ini akan menggunakan suhu kalsinasi 750°C.



Gambar 2.9 Transisi besi oksida dengan tingkat aglomerasi terbatas dari nanopartikel maghemit (Machala dkk., 2011)

2.7 Pemanfaatan Besi Oksida Hematit dengan Metode *Green Synthesis* Berdasarkan Perspektif Islam

Besi merupakan salah satu dari beberapa unsur kimia yang dikenal oleh ilmuwan sains zaman dahulu seperti emas, perak, air raksa, aluminium dan timah hitam. Besi termasuk logam yang paling terkuat dan paling banyak di bumi. Allah telah mengabadikan besi di dalam Al-Qur'an dan terdapat enam ayat dalam lima surah. Salah satunya adalah QS. Al-Hadid (57) 25 yang berbunyi:

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيَقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَنْ يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ ﴿٢٥﴾

Artinya: *"Sesungguhnya Kami telah mengutus rasul-rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka Al Kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan Kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha Kuat lagi Maha Perkasa."*

Ayat di atas menjelaskan tentang kelebihan besi serta manfaatnya dalam kehidupan manusia. Kata "وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ" yang artinya "Dan Kami turunkan besi". Maksud dari turunkan ialah besi tidak dibuat di bumi melainkan turun dari langit. Hal ini juga ditegaskan oleh Profesor Armstrong dari NASA atau Mohamed Asadi berpandangan bahwa "memang besi diturunkan dari langit". Sains menyatakan bahwa besi termasuk logam berat yang tidak dapat dihasilkan oleh bumi sendiri. Sedangkan menurut tafsir jalalain arti dari "وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ" ialah Kami keluarkan besi

dari tempat-tempat penambangannya yang di dalamnya terdapat kekuatan yang hebat yakni dapat digunakan untuk keperluan rumah tangga, kendaraan laut dan udara serta bahan senjata perang sebagaimana pada zaman Rasulullah SAW. Ayat ini menjelaskan bahwa besi memiliki kekuatan yang dapat menguntungkan dan juga membahayakan bagi manusia. Besi mempunyai keistimewaan menghadapi suhu tinggi maupun rendah, tarikan, kekaratan serta lentur sehingga dapat menampung daya magnet. Besi juga digunakan dalam industri berat dan ringan untuk menunjang kemajuan peradaban. Tidak hanya besi murni, limbah bubuk besi juga dapat dirubah menjadi produk dengan ekonomis yang lebih tinggi salah satunya yaitu pigmen. Secara tidak langsung, penelitian ini mengurangi limbah besi dan menghasilkan produk yang bermanfaat bagi manusia. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan memanfaatkan limbah bubuk besi untuk dijadikan besi oksida.

Besi oksida dapat dengan mudah disintesis dengan berbagai metode dan pendekatan. Salah satu metode yang paling mudah ialah metode presipitasi dengan adanya proses pembentukan endapan dalam larutan. Metode presipitasi membutuhkan agen pengendap agar terjadi pemisahan antara filtrat dan endapan. Umumnya agen pengendap yang dilakukan pada proses sintesis hematit ialah dari bahan kimia NH_4OH , HCl dan H_2SO_4 yang akan menimbulkan limbah kimia kembali. Oleh karena itu, perlu adanya alternatif agar proses sintesis tidak menimbulkan limbah lebih banyak yaitu menggunakan ekstrak tanaman. *Green synthesis* merupakan proses preparasi nanopartikel besi oksida menggunakan agen pengendap dari bahan dasar alam salah satunya ekstrak daun teh hijau.

Tumbuhan memiliki banyak manfaat bagi manusia diantaranya sumber makanan, fotosintesis, obat-obatan, pembuat pakaian dan menyerap polusi udara. Allah telah mengabadikan tumbuhan dalam firman-Nya yaitu pada QS. An-Naml ayat 60 yang berbunyi:

أَمْ مَنْ خَلَقَ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَأَنْزَلَ لَكُمْ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَنْبَتْنَا بِهِ حَدَائِقَ ذَاتَ بَهْجَةٍ مَا كَانَ لَكُمْ أَنْ تُنْبِتُوا شَجَرَهَا ۗ أَلَيْسَ اللَّهُ بِكَافٍ عَبْدًا ۗ فَلْيَعْلَمُوا فَالْمَلِكِ ۖ ﴿٦٠﴾

Artinya: “Atau siapakah yang telah menciptakan langit dan bumi dan yang menurunkan air untukmu dari langit, lalu Kami tumbuhkan dengan air itu kebun-kebun yang berpemandangan indah, yang kamu sekali-kali tidak mampu menumbuhkan pohon-pohonnya? Apakah disamping Allah ada tuhan (yang lain)? Bahkan (sebenarnya) mereka adalah orang-orang yang menyimpang (dari kebenaran).”

Menurut tafsir Jalalain, kata “فَأَنْبَتْنَا بِهِ حَدَائِقَ ذَاتَ بَهْجَةٍ” artinya lalu Kami tumbuhkan dengan air itu kebun-kebun yang memiliki pemandangan indah. Manusia dengan segala keterbatasannya tidak dapat menumbuhkan sesuatu dari tidak ada menjadi ada sehingga penciptaan Allah dapat membuat kita selalu bersyukur. Kebun-kebun yang didalamnya terdapat tanaman, tidak diciptakan tanpa manfaat. Tanaman dikenal sebagai obat-obatan herbal seperti teh hijau. Tidak hanya sebagai obat-obatan saja, seiring berjalannya waktu peneliti menemukan bahwa teh hijau dapat dijadikan agen pengendap dalam proses sintesis dikarenakan terdapat senyawa katekin yang bersifat basa sehingga dapat mengendapkan larutan.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada rentang waktu bulan Februari- Juni 2020 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRF dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju Universitas Negeri Malang (UM). Karakterisasi XRD dan SEM dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Bandung (ITB). Adapun karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium UIN Maliki Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya seperangkat alat gelas, *magnetik sparator*, *hot plate*, penangas air, termometer, lemari asam, pH meter, *magnetic stirrer*, neraca analitik, tanur, *freeze drying*, XRF (*X-Ray Fluorecence*), XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan FTIR (*Fourier-transform infrared spectroscopy*).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya limbah bubuk besi dari sisa industri kerajinan besi, aquademineral, HNO_3 7M, HNO_3 0,1M, NaOH dan ekstrak daun teh hijau.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa hematit menggunakan metode presipitasi dengan variasi suhu sintesis 50, 70 dan 90°C (Chen dkk., 2005; Elysia, 2017; Müller dkk., 2015). Penelitian ini menggunakan agen pengendap *green synthesis* yaitu ekstrak daun teh hijau. Prekursor di uji dengan XRF dan FTIR terlebih dahulu sebelum disintesis. Setelah disintesis akan didapatkan produk berupa serbuk dan dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan FTIR.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini adalah:

1. Preparasi sampel limbah bubuk besi
2. Pembuatan prekursor Fe^{3+}
3. Karakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan FTIR
4. Ekstraksi daun teh hijau dengan metode infusa
5. Sintesis senyawa hematit ($\alpha-Fe_2O_3$) dengan variasi suhu sintesis
6. Karakterisasi yang digunakan antara lain: (a) XRF, (b) XRD, (c) FTIR dan (d) SEM
7. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah bubuk besi berbentuk serbuk dari salah satu industri kerajinan besi di kota Malang Jawa Timur. Limbah bubuk besi dari industri dipisahkan dari kerikil atau tanah

menggunakan magnetik separator. Sampel yang telah terpisah dijadikan sebagai bahan dasar prekursor.

3.5.2 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe^{3+})

Sampel limbah bubuk besi ditimbang sebanyak 10 gram dan dimasukkan ke dalam beaker glass 500 mL lalu ditambahkan 150 ml HNO_3 7 M. Campuran didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam agar terlarut sempurna. Kemudian disaring menggunakan kertas saring untuk menghilangkan pengotor. Selanjutnya, filtrat dipanaskan di atas *hot plate* sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai larutan menjadi kering untuk memaksimalkan pelarutan. Prekursor tersebut diambil 2 gram lalu dilarutkan dengan aquades untuk membentuk ion Fe^{3+} , kemudian ditetesi NaOH 1 M untuk menguji keberadaan ion Fe^{3+} (Khoiroh, dkk., 2013). Jika terbentuk endapan merah kecoklatan maka sampel mengandung ion Fe^{3+} . Jika terbentuk endapan hijau maka sampel mengandung Fe^{2+} (Vogel, 1990). Sampel hasil preparasi kemudian dianalisis menggunakan XRF dan FTIR.

3.5.3 Ekstraksi Daun Teh Hijau dengan Metode Infusa

Ekstraksi daun teh menggunakan metode infusa memiliki beberapa langkah. Mula-mula daun teh hijau yang sudah dipetik, dicuci dengan air yang mengalir dan dibilas dengan aquades. Daun teh hijau dioven dengan suhu 40°C selama 2 hari, kemudian ditumbuk hingga halus. Daun teh hijau yang sudah halus dilakukan pengayakan sehingga ukuran lebih seragam kemudian dianalisis menggunakan FTIR untuk mendeteksi gugus fungsi $\text{C}=\text{C}$ dan $\text{O}-\text{H}$ pada senyawa katekin di dalam ekstrak daun teh hijau.

Daun teh hijau ditimbang sebanyak 30 gram menggunakan neraca analitik, kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass 2000 mL. Tahap selanjutnya, ditambahkan aquades sebanyak 1500 mL dan diaduk hingga homogen (Ahmmad, dkk., 2013). Beaker glass yang berisi larutan teh ditutup dengan aluminium foil kemudian dipanaskan diatas penangas air yang berisi air 500 mL selama 30 menit, waktu pemanasan dihitung mulai suhu 80°C. Selanjutnya, didiamkan sampai larutan mengendap kemudian di saring dengan kertas saring dan didapatkan filtrat yang digunakan sebagai agen pengendap. Kemudian, filtrat dilakukan pengecekan pH sedangkan endapan teh dioven dengan suhu 40°C selama 22 jam lalu dikarakterisasi dengan FTIR (Rahmawati, dkk., 2012).

3.5.4 Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃) dengan Variasi Suhu Sintesis

Padatan prekursor Fe(NO₃)₃ 15 gram dilarutkan dengan HNO₃ 0,1 M sebanyak 150mL (perbandingan 1:10) serta diaduk hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer* lalu dicek pH larutan. Setelah campuran homogen, ditambahkan ekstrak daun teh hijau sebanyak 90 mL sedikit demi sedikit supaya merata dan tetap diaduk dengan *magnetic stirrer*. Selanjutnya, dicek pH kemudian dipanaskan pada variasi suhu sintesis 50, 70 dan 90°C selama 1 jam dengan kecepatan pengadukan 850 rpm dan distirrer lalu didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam (Legodi dan De Waal, 2007). Setelah terbentuk endapan dan filtrat maka larutan didekantasi dan endapan dicuci dengan aquademin sampai pH 6. Endapan disaring dengan corong buchner untuk menghilangkan kadar air sehingga ketika *freeze drying* lebih maksimal. Selanjutnya, endapan di *freezer* sampai beku lalu di *freeze drying*. Hasil *freeze drying* di mortar agate sampai

halus dan dipanaskan dalam tanur pada suhu 750°C selama 3 jam, setelah ditanur maka padatan dihaluskan menggunakan *mortar agate*.

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction*, SEM dan FTIR. Karakterisasi XRD diperoleh ukuran dan struktur kristal dengan derajat kristanilitas yang tinggi. Karakterisasi SEM untuk memperoleh morfologi dan ukuran partikel sedangkan analisis FTIR untuk mendeteksi gugus fungsi dan mengidentifikasi senyawa.

3.6 Karakterisasi Hasil Sintesis

3.6.1 *X-Ray Fluorescence*

Limbah besi yang sudah dipisahkan dari pengotor dianalisis dengan XRF untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam sampel beserta konsentrasi unsur. Analisis menggunakan XRF dapat dilakukan dengan metode analisis kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif hanya memberikan informasi kandungan unsur suatu bahan yang dinyatakan dalam intensitas dalam satuan cps (*count per second*). Analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam suatu bahan. Analisis secara kuantitatif dilakukan dengan cara mengkonversi hasil yang diperoleh dalam analisis kualitatif yang berupa intensitas dalam satuan cps menjadi satuan persen berat atau ppm.

3.6.2 *X-Ray Diffraction*

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada sampel hematit untuk mengetahui ukuran kristal, struktur kristal dan parameter kisi hematit. Mula-mula serbuk hematit dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya, sampel ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha$

($\lambda=1.5418\text{\AA}$) dengan daya sebesar 30kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang 2θ ($^{\circ}$) =20-80.

3.6.3 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Produk terbaik dari hasil karakterisasi XRD akan dianalisis menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran partikel. Sebelum dilakukan *scanning* maka terlebih dahulu dilakukan *coating* atau pelapisan sampel dengan logam. Logam yang digunakan ialah emas, sampel di tempatkan pada mesin pelapis emas dengan tebal sekitar 8 nm. Sampel yang sudah terlapisi emas ditempatkan di tempat sampel lalu ditembakkan dengan seberkas elektron berenergi tinggi dan dipantulkan sehingga objek akan terlihat. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 20.000-200.000x sehingga terlihat morfologi dan ukuran partikel.

3.6.4 FTIR

Hasil sintesis dengan variasi suhu dikarakterisasi menggunakan FTIR. Karakterisasi FTIR mempunyai 3 fungsi yaitu 1) untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, 2) untuk menentukan kualitas atau konsistensi sampel dan 3) untuk menentukan intensitas suatu komponen dalam sebuah campuran (Thermo, 2001). Tujuan lain dari FTIR juga untuk mengetahui gugus fungsional dan jenis vibrasi pada sampel hematit serta untuk mengetahui adanya ikatan logam-oksigen pada produk yang dihasilkan melalui vibrasi molekul dengan adanya pita penyerapan pada frekuensi tertentu. Sinar inframerah memiliki rentang panjang gelombang dari 2.5 μm sampai 25 μm . Adapun frekuensi sinar infrared memiliki rentang dari 400 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} .

3.7 Analisis Hasil Penelitian

3.7.1 Analisis Hasil XRD

Analisis XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristal, perubahan fasa dan derajat kristalinitas. Hasil sintesis hematit yang dianalisis oleh XRD berupa difraktogram. Data difraktogram ini diperoleh nilai 2θ dan β (lebar setengah puncak) yang digunakan untuk menghitung ukuran kristal (D) menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditulis seperti persamaan 3.1. (Lassoued, 2017).

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.1)$$

dengan D adalah ukuran kristal (nm), k : nilai konstanta faktor (0,9-1), λ : panjang gelombang sinar-X (1,54056 Å), β : nilai FWHM dalam radian dan θ : sudut Bragg.

3.7.2 Analisis Hasil FTIR

Analisa FTIR bertujuan untuk mengetahui adanya ikatan logam-oksigen pada sampel. Hasil yang didapatkan berupa spektrum absorbansi dengan sumbu x berupa bilangan gelombang yang jumlahnya berkisar 4.000 di paling kiri dan 400 di paling kanan sedangkan sumbu y berupa absorbansi. Pengujian FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel. Kemudian, tentukan karakteristik puncak dan tentukan gugus fungsi yang diperlukan untuk membaca spektrum. Lalu cocokkan hasil spektrum yang diperoleh dengan standar FTIR hematit di SDDBS. Data pita absorpsi pada senyawa hematit telah di jelaskan pada Tabel 3.1 (Darezereshki, 2012).

Tabel 3.1 Data absoprsi senyawa hematit

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Jenis vibrasi
465 dan 544	Fe-O stretching
3414	Vibrasi ulur OH
1628	O-H tekuk

3.7.3 Analisis Hasil SEM

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui informasi-informasi mengenai topografi (ciri-ciri permukaan) dan morfologi (bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek). Hasil karakterisasi SEM diperoleh gambar digital partikel yang akan diolah kembali di Image-J. Penggunaan Image-J membutuhkan background untuk analisis partikel yang disebut dengan segmentasi gambar. Background diperoleh dengan cara *Image > Adjust > Threshold*, dengan mengatur *threshold* maka dapat diatur tingkat kecerahan gambar untuk definisi partikel dan background. Penyesuaian *threshold* di maksudkan untuk mengukur luas artikel pada Image-J sehingga diperoleh distribusi ukuran partikel.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Green Synthesis hematit dalam penelitian ini menggunakan bahan dasar limbah bubut besi dengan agen pengendap dari ekstrak daun teh hijau. Metode yang digunakan ialah metode presipitasi dengan variasi suhu 50°C, 70°C dan 90°C, hal ini untuk mengetahui pengaruh suhu terhadap struktur dan ukuran kristal dari hematit. Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan SEM, XRD dan FTIR.

4.1 Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi

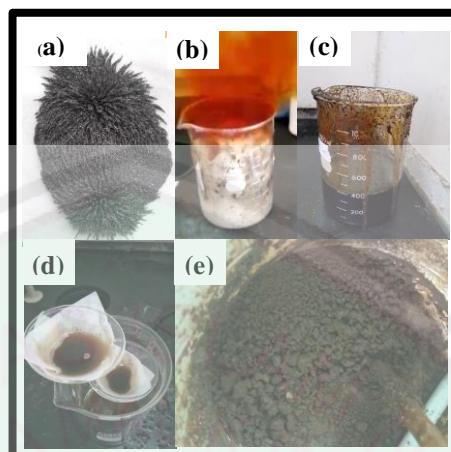
4.1.1 Pembuatan Prekursor Ferri (Fe³⁺)

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini ialah limbah bubut besi yang berbentuk serbuk dan berwarna abu gelap, serta masih tercampur dengan berbagai pengotor lainnya seperti unsur-unsur dalam tanah sehingga perlu dipisahkan menggunakan *magnetik separator*. Besi yang tertarik oleh *magnetik separator* digunakan sebagai bahan prekursor sintesis hematit. Limbah bubut besi diambil dari bengkel bubut besi yang berada di Jl. Simpang Gajayana Malang.

Metode destruksi menggunakan asam nitrat bertujuan untuk memisahkan unsur besi yang terdapat dalam sampel dengan cara memutus ikatan logam besi dengan unsur-unsur lainnya. Asam nitrat merupakan oksidator kuat dan asam kuat sehingga dapat melarutkan logam besi menjadi ion ferri dalam bentuk garam Fe(NO₃)₃, hal ini sesuai dengan Persamaan reaksi 2.1.

Logam besi yang dilarutkan dengan asam nitrat menghasilkan gas berwarna merah seperti Gambar 4.1. yang mengindikasikan adanya gas NO₂. Gas ini

berasal dari gas NO yang bereaksi dengan oksigen diudara, hal ini sesuai dengan Persamaan reaksi 2.2 (Vogel, 1990).



Gambar 4.1 Proses pembuatan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, (a) limbah bubuk besi yang telah dipisahkan menggunakan *magnetit separator*, (b) reaksi besi ketika ditambahkan HNO_3 , (c) hasil pencampuran limbah bubuk besi dengan HNO_3 , (d) penyaringan larutan prekursor dan (e) hasil pemanasan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ hingga kering

Hasil dari destruksi masih terdapat endapan yang mengindikasikan bahwa logam larut tidak sempurna sehingga dilakukan penyaringan untuk meminimalisir pengotor. Proses penyaringan didapatkan residu dan filtrat, residu merupakan pengotor dari sampel diantaranya unsur-unsur tanah dan karbon, sedangkan filtrat merupakan larutan sebagai bahan baku prekursor. Proses pembuatan prekursor telah ditunjukkan pada Gambar 4.1. Uji kualitatif pada prekursor bertujuan untuk mengetahui adanya ion *ferric/ferrous* dengan cara penambahan reagen NaOH. Endapan hijau pada larutan mengindikasikan adanya ion *ferrous* sedangkan jika endapan merah kecoklatan mengindikasikan adanya ion *ferric* sebagaimana Gambar 4.2. dengan Persamaan reaksi 2.3.



Gambar 4.2 Uji kualitatif dengan reagen NaOH

Endapan merah selanjutnya dikarakterisasi dengan XRF untuk mengetahui kandungannya, sebagaimana pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kadar unsur yang ada dalam prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

No.	Unsur	Nama Kimia	Kadar %
1.	Fe	Besi	96,54
2.	Eu	Europium	0,72
3.	Mn	Mangan	0,55
4.	Rb	Rubidium	0,54
5.	Br	Brom	0,45
6.	P	Fosfor	0,31
7.	Cu	Tembaga	0,29
8.	Ca	Kalsium	0,24
9.	Cr	Kromium	0,18
10.	Yb	Iterbium	0,1
11.	La	Lantanum	0,03

Hasil karakterisasi XRF menunjukkan unsur yang paling dominan pada limbah bubuk besi ialah Fe yaitu sebesar 96,54%, akan tetapi masih terdapat unsur-unsur lain yang terkandung dalam sampel dengan kadar yang relatif kecil. Hal ini dikarenakan sampel yang digunakan berasal dari limbah bubuk besi sehingga masih banyak kandungan unsur logam lain. Banyaknya kandungan Fe pada sampel sangat berpotensi untuk dijadikan sebagai bahan prekursor dalam

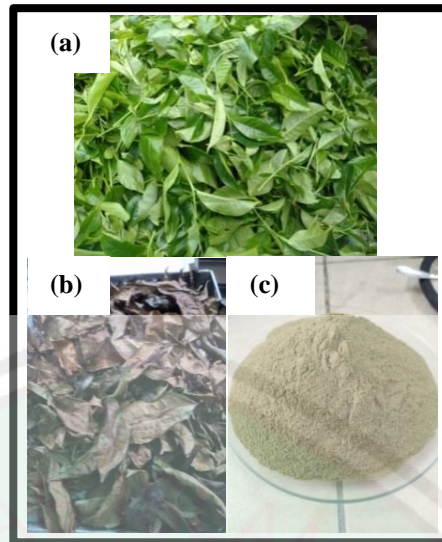
produk hematit. Adapun dalam bentuk oksida pada sampel, kadar Fe_2O_3 juga yang paling tinggi yaitu sebesar 96,62%, sebagaimana pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Kadar oksida yang ada dalam prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

No.	Senyawa	Kadar %
1.	Fe_2O_3	96,62
2.	Eu_2O_3	0,76
3.	P_2O_5	0,56
4.	MnO	0,48
5.	Rb_2O	0,38
6.	Br	0,31
7.	CaO	0,26
8.	CuO	0,25
9.	Cr_2O_3	0,20
10.	Yb_2O_3	0,2
11.	La_2O_3	0,03

4.1.2 Ekstraksi Daun Teh Hijau dengan Metode Infusa

Daun teh hijau dalam penelitian ini berasal dari Kebun Teh Wonosari Lawang. Daun teh diambil dari kebun TP 1 (Tahun Pangkas 1) manual, bagian yang diambil ialah pada bagian ujung daun 1, 2 dan 3. Gambar 4.3 menjelaskan tentang proses pengeringan daun teh hijau. Pengeringan dengan oven bertujuan agar senyawa katekin yang terdapat didalam daun teh hijau tidak kontak langsung dengan cahaya matahari, oksigen dan tidak terpengaruh oleh cuaca serta sanitasi. Tahap selanjutnya yaitu penghalusan daun teh hijau untuk menghomogenkan ukuran sampel dan memperluas kontak antara serbuk dengan pelarut sehingga memperoleh zat aktif yang berada didalamnya. Hasil dari pemblenderan masih tidak seragam, oleh karena itu dilakukan pengayakan agar butiran-butiran yang digunakan seragam sehingga endapan yang terbentuk juga maksimal.



Gambar 4.3 Proses pengeringan daun teh hijau, (a) daun teh hijau basah, (b) daun teh hijau setelah pengeringan oven 40°C, (c) daun teh hijau setelah di blender dan diayak 60 mesh

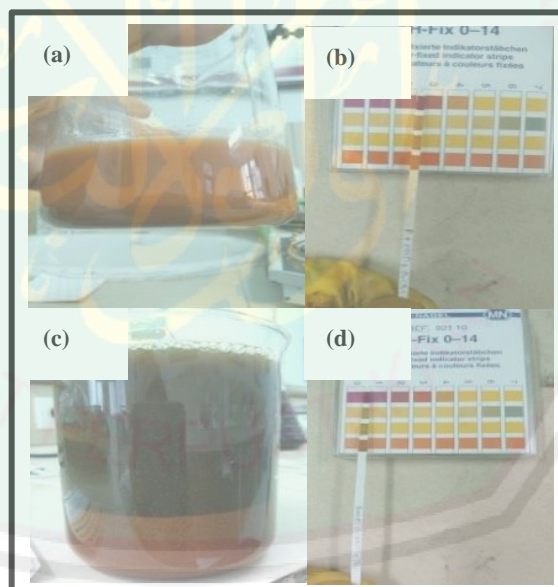
Serbuk yang sudah halus dikarakterisasi FTIR untuk mengetahui gugus fungsional yang terdapat pada sampel. Serbuk daun teh hijau diekstraksi menggunakan metode infusa untuk memperoleh zat kandungan aktif yang larut dalam air. Hasil dari penyaringan didapatkan filtrat dan endapan. Filtrat akan di uji pH dan endapan dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsional senyawa yang terdapat pada ekstrak daun teh hijau. Hasil uji pH pada filtrat antara 5-6 yang tercantum pada Gambar 4.4 (c).



Gambar 4.4 Proses ekstraksi daun teh hijau dengan metode infusa, (a) pemanasan dengan suhu 80°C selama 30 menit, (b) penyaringan ekstrak daun teh hijau dan (c) hasil uji pH pada ekstrak daun teh hijau

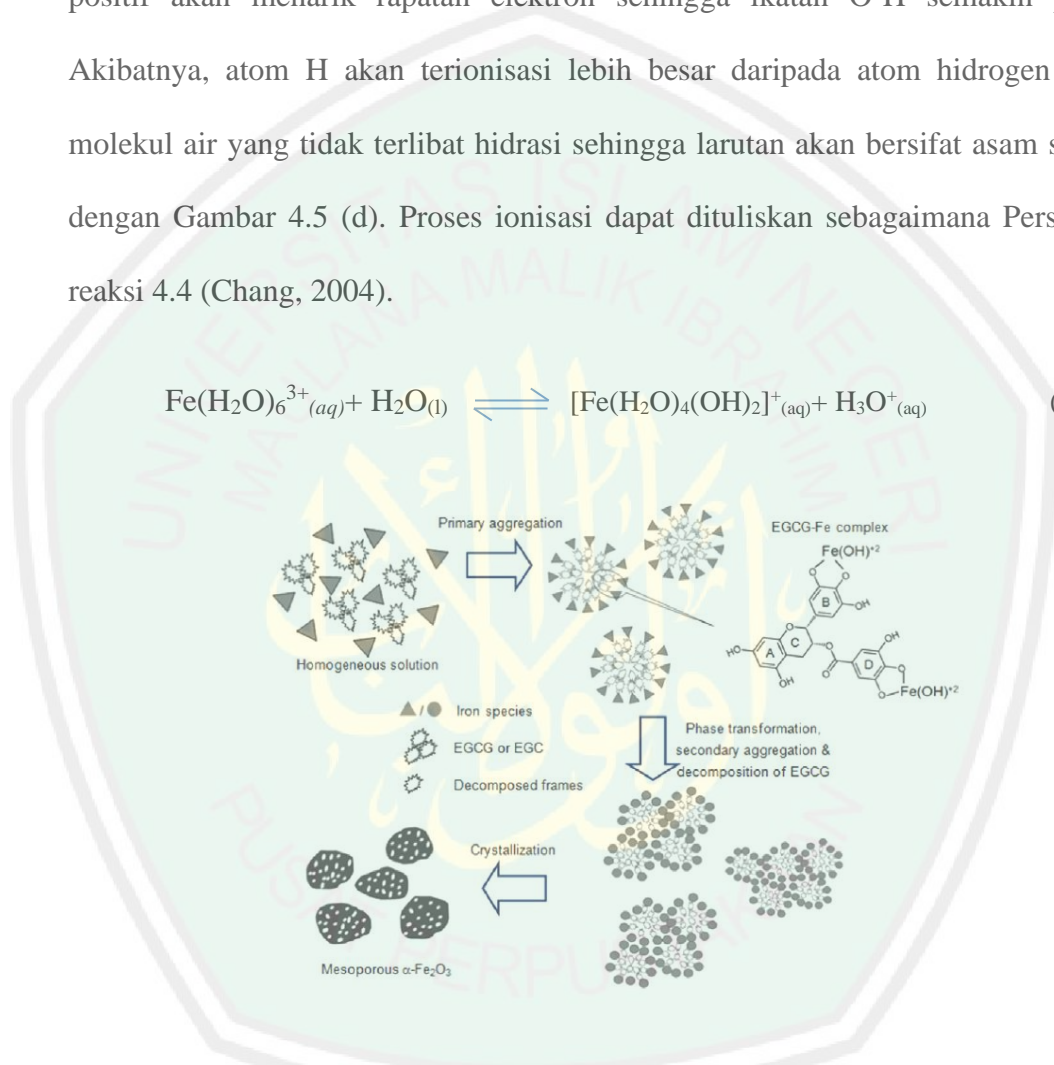
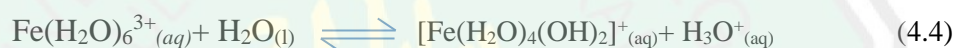
4.1.3 Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃) dengan Variasi Suhu Sintesis

Proses sintesis hematit menggunakan metode presipitasi. Tahap awal sintesis ialah penambahan HNO₃ pada prekursor yang berperan sebagai nukleasi serta ionisasi yang dihasilkan lebih maksimal. Apabila prekursor Fe(NO₃)₃ dilarutkan dengan HNO₃ yang memiliki anion sejenis maka akan terjadi ketidaksetimbangan dikarenakan penambahan konsentrasi NO₃⁻ yang berasal dari penguraian HNO₃. Beberapa kation Fe³⁺ akan bereaksi dengan anion NO₃⁻ agar reaksi setimbang yang mengakibatkan konsentrasi NO₃⁻ semakin besar sehingga kesetimbangan akan bergeser dari kanan ke kiri (Chang, 2004). Ketika suatu reaksi bergeser ke kiri maka Fe(NO₃)₃ akan sukar larut, hal ini sesuai dengan Gambar 4.5 (a).



Gambar 4.5 (a) Penambahan prekursor dengan HNO₃ 0,1 M, (b) hasil pH prekursor dengan HNO₃ 0,1 M, (c) penambahan prekursor+ HNO₃ 0,1 M+ ekstrak daun teh hijau dan (d) hasil pH prekursor+ HNO₃ 0,1 M+ ekstrak daun teh hijau

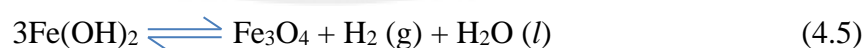
Penambahan ekstrak daun teh hijau menyebabkan terjadinya endapan pada larutan serta pH menjadi sangat asam yaitu dari pH 2 menjadi 0 sesuai pada Gambar 4.5 (b) dan 4.5 (d). Hal ini dikarenakan ketika $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ larut dalam air maka ion Fe^{3+} mengambil bentuk terhidrasi $\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$. Ion Fe^{3+} yang bermuatan positif akan menarik rapatan elektron sehingga ikatan O-H semakin polar. Akibatnya, atom H akan terionisasi lebih besar daripada atom hidrogen pada molekul air yang tidak terlibat hidrasi sehingga larutan akan bersifat asam sesuai dengan Gambar 4.5 (d). Proses ionisasi dapat dituliskan sebagaimana Persamaan reaksi 4.4 (Chang, 2004).



Gambar 4.6 Mekanisme terbentuknya nanopartikel $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Ahmmad dkk., 2013)

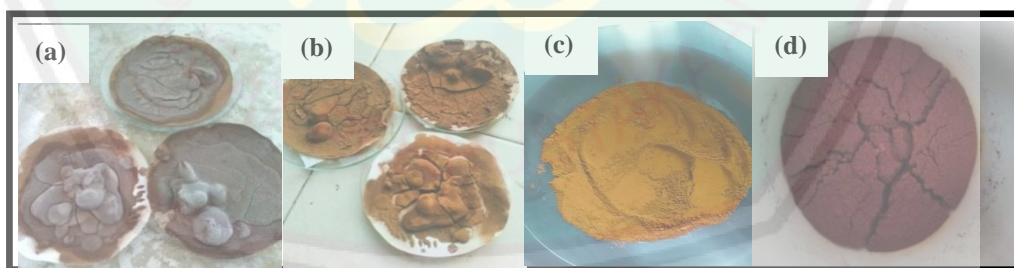
Adanya endapan pada proses presipitasi dikarenakan daun teh hijau bersifat sebagai agen pengompleks serta pengaruh pH. Besi terhidrolisis membentuk kompleks dengan cincin B dan D pada senyawa EGCG seperti pada Gambar 4.6. Kedua ligan menunjukkan kemiripan perilaku pembentukan kompleks dengan

$\text{Fe}(\text{OH})^{2+}$ sebagai spesies utama yang berkontribusi terhadap reaksi. Ikatan koordinat utama dalam logam EGCG kompleks dibentuk oleh cincin *gallate* (D) dan cincin *galocatechin* (B) yang memiliki efek koordinasi sekunder (Ryan & Hynes, 2007). Cincin B dan D lebih disukai oleh Fe karena kelompok katekol merupakan pendonor elektron yang baik dan reaksi yang terjadi lebih cepat sedangkan gugus hidroksil pada posisi 5 dan 7 pada cincin A bersifat hidrofobik sehingga mengakibatkan terjadinya aglomerasi (Pannala, 2001). Senyawa katekin memiliki gugus hidroksi yang kaya elektron bebas sehingga dapat disumbangkan untuk membentuk ikatan dengan senyawa elektropositif pada kristal besi oksida. Menurut asas *Le Chatelier* menyatakan bahwa kesetimbangan akan bergeser kearah zat yang ditambahkan, semakin besar nilai pH maka kelarutannya akan semakin kecil, oleh karena itu ketika penambahan ekstrak daun teh terjadi pengendapan. Pemanasan dengan variasi suhu sintesis 50, 70 dan 90°C bertujuan agar terjadi fasa transisi sebelum fasa hematit terbentuk, serta untuk mengetahui suhu optimal pembentukan hematit. Frankel (2016) pembentukan hematit akan terjadi setelah melewati fasa transisi besi oksida salah satunya ialah fasa magnetit. Ion Fe^{2+} akan melewati hidrolisis dan membentuk fasa magnetit serta akan membentuk hematit setelah adanya kalsinasi. Hal ini sesuai dengan Persamaan reaksi 4.5:



Pencucian sampel dengan aquademineral sampai pH 6 bertujuan untuk menghilangkan pengotor. Aquademineral digunakan sebagai bahan pencucian karena kandungan mineral yang terkandung relatif sedikit sehingga dapat

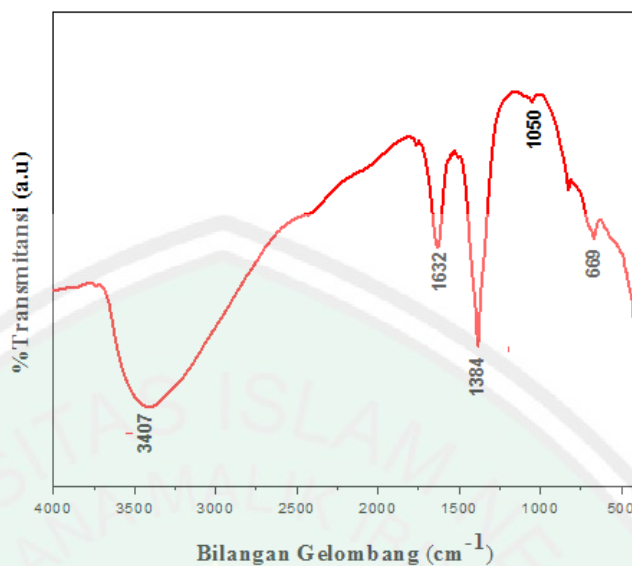
memperkecil pengotor. Penyaringan sebelum *freeze drying* dengan corong *buchner* untuk mengurangi kadar air yang terdapat dalam sampel sehingga proses *freeze drying* lebih maksimal. *Freeze drying* berfungsi untuk mengurangi terjadinya transformasi oksida besi (transisi) serta mengontrol distribusi nanopartikel sehingga ukuran dan distribusi partikel lebih homogen setelah kalsinasi. Oksida besi tidak dapat bergerak selama pembekuan dan laju pengeringannya cukup tinggi untuk menjaga prekursor membeku dan dapat mencegah redistribusi (Eggenhuisen dkk., 2013). Hal ini terbukti pada hasil SEM Gambar 4.14 menghasilkan distribusi partikel berkisar $0,28-0,33\mu\text{m}$ yang menandakan distribusi homogen. Hasil dari *freeze drying* ialah berupa padatan dan dikalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam. Kalsinasi bertujuan untuk mengubah fasa dari fasa transisi menjadi fasa hematit serta dapat menguraikan ligan dari logam sehingga senyawa organik sudah tidak terbaca ketika setelah kalsinasi.



Gambar 4.7 (a) Sampel sebelum di *freeze drying*, (b) Sampel setelah di *freeze drying*, (c) Sampel sebelum di kalsinasi dan (d) Sampel setelah di kalsinasi.

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR

4.2.1 Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$



Gambar 4.8 Hasil spektra FTIR prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Hasil FTIR prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ berada pada kisaran bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} yang mengidentifikasi beberapa ikatan kimia. Bilangan gelombang 3407 cm^{-1} menunjukkan serapan gugus O-H stretching yang tumpul dan melebar. Adanya gugus O-H ini berasal dari pengotor senyawa H_2O yang dimungkinkan masih tertinggal di permukaan sampel. Serapan 1632 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsional N-O stretching milik nitrat, rentang bilangan gelombang senyawa nitrat berkisar 1625-1660 cm^{-1} (Shriner, 2004). Serapan pada 1384 cm^{-1} menunjukkan ikatan N=O *symmetric* (medium) dengan intensitas spektra sangat tajam. Adapun serapan 1050 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsional C-O *stretching* dengan intensitas sangat rendah, hal ini mengindikasikan bahwa hasil filtrat dari penyaringan prekursor masih terdapat pengotor. Unsur karbon dibuktikan dengan adanya endapan hitam ketika proses pembuatan prekursor. Adapun serapan 669 cm^{-1} menunjukkan ikatan vibrasi pada Fe-O. Menurut

Beauchamp (1975) bilangan gelombang 1300-1390 cm^{-1} merupakan gugus N=O *symmetric* (medium) yang menunjukkan adanya gugus nitrat. Interpretasi hasil spektra FTIR pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dapat dilihat pada Tabel 4.3.

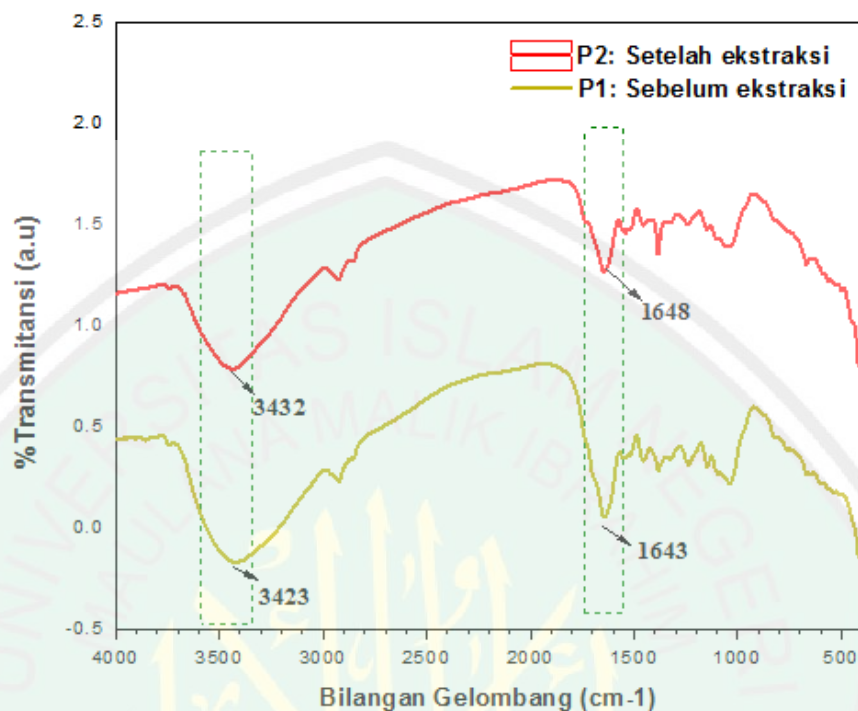
Tabel 4.3 Interpretasi hasil spektra FTIR pada prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Gugus Fungsi	Bilangan	Bilangan Gelombang (cm^{-1})
	Gelombang (cm^{-1}) Prekursor	
O-H stretching	3407	3200-3550 (Shriner, 2004)
N-O stretching (nitrat)	1632	1625-1660 (Shriner, 2004)
N=O symmetric (medium)	1384	1300-1390 cm^{-1} (Beauchamp, 1975)
C-O stretching	1050	1050-1200 (Kristianingrum, 2012) 1050 (Barizuddin, 2006)
Ikatan vibrasi Fe-O	669	659-621 (Guru dkk., 2016)

4.2.2 Daun Teh Hijau Sebelum dan Setelah Ekstraksi

Hasil daun teh hijau sebelum dan setelah diekstraksi, diidentifikasi menggunakan spektroskopi FTIR seperti pada Gambar 4.9. Identifikasi FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi senyawa katekin yang terdapat pada sampel. Senyawa polifenol memiliki serapan yang khas pada bilangan gelombang 1643 cm^{-1} dan 1555 cm^{-1} merupakan gugus C=C aromatik serta bilangan gelombang 3423 cm^{-1} dan 3854 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus O-H stretching (Durga dkk., 2016). Adapun bilangan gelombang 2924 cm^{-1} merupakan gugus fungsi dari C-H stretching dari alkana mulai rentang 2840-3000 cm^{-1} . Serapan 1455 cm^{-1} merupakan gugus C-C stretching sedangkan serapan 1382 cm^{-1} dan 1323 cm^{-1} ialah gugus fungsi dari O-H bending tersier dengan rentang 1330-1420 cm^{-1} . Adapun serapan 1148 cm^{-1} merupakan gugus fungsional C-O stretching (alkohol). Serapan 1238 cm^{-1} dan 1040 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsional C-O

stretching eter (alkil dan aril). Serapan 669 cm^{-1} merupakan gugus fungsi dari -C-H aromatik *out-of-plane bending* dari senyawa EGCG (Rufus dkk., 2019).



Gambar 4.9 Hasil spektra FTIR (P1) daun teh hijau sebelum ekstraksi dan (P2) daun teh hijau setelah ekstraksi

Adapun hasil FTIR dari daun teh hijau sebelum dan setelah ekstraksi tidak jauh berbeda. Hasil FTIR setelah ekstraksi didapatkan serapan khas senyawa katekin pada bilangan gelombang 1643 cm^{-1} dan 3423 cm^{-1} mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih besar yaitu menjadi 1648 cm^{-1} dan 3432 cm^{-1} , hal ini dikarenakan senyawa EGCG sudah terekstrak ke dalam filtrat secara maksimal sehingga dapat digunakan sebagai agen pengendap pada proses selanjutnya dibuktikan dengan adanya endapan pada proses sintesis sesuai dengan Gambar 4.5 (c). Interpretasi hasil spektra FTIR pada daun teh hijau sebelum dan setelah ekstraksi dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Interpretasi hasil spektra FTIR pada daun teh hijau

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
	P1	P2	
O-H stretch	3854, 3423	3432	3600-3450 (Durga dkk., 2016)
C-H stretching (alkana)	2924	2923	2840-3000 (Shriner, 2004)
C=C stretching (eter)	1643 dan 1555	1648 dan 1540	1610-1660 (Shriner, 2004)
C-C stretch	1455	1456	1600-1450 (Socrates, 1994)
O-H bending tersier	1382 dan 1323	1383	1330-1420 (Shriner, 2004)
C-O stretch (alkohol)	1148	1147	1124-1205 (Shriner, 2004)
C-O stretching eter (alkil dan aril)	1238 dan 1040	1241 dan 1040	1020-1075 dan 1200-1275 (Shriner, 2004)
-C-H aromatik <i>out-of-plane bending</i>	667	669	663 (Rufus dkk., 2019)

Keterangan:

P1 : Daun teh hijau sebelum diekstraksi

P2 : Daun teh hijau setelah diekstraksi

4.2.3 Hasil Sintesis Sebelum dan Setelah Kalsinasi

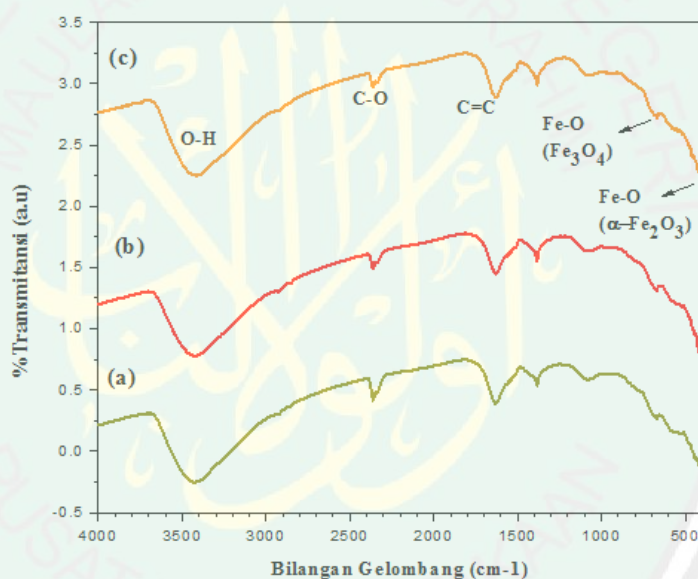
Hasil sintesis sebelum kalsinasi diidentifikasi menggunakan spektroskopi FTIR seperti pada Gambar 4.10. Serapan gugus khas senyawa besi oksida (Fe₃O₄) terdeteksi pada bilangan gelombang 565 cm⁻¹ dan 420 cm⁻¹ yang menunjukkan mode fibrasi Fe-O *stretching* dengan intensitas yang masih rendah pada suhu 50°C namun semakin tinggi suhu serapan pada daerah ini semakin tajam. Serapan 669 cm⁻¹ merupakan ikatan Fe-O pada pembentukan oksida besi dalam Fe₃O₄. Hal ini diperkuat dengan adanya data XRD yang menyatakan bahwa pada suhu 50°C hanya ada 3 puncak magnetit sehingga pada data FTIR pada serapan ini memiliki intensitas yang sangat rendah atau hampir tidak terbaca. Suhu 70°C terdapat 5

puncak magnetit sehingga pada data FTIR bilangan gelombang bergeser ke arah yang lebih besar sedangkan pada suhu 90°C mengalami penurunan bilangan gelombang namun tidak terlalu signifikan dikarenakan puncak magnetit juga menurun menjadi 2 puncak pada data XRD. Adanya gugus tambahan pada bilangan gelombang 3428 cm⁻¹ menunjukkan gugus O-H *stretching* dari molekul air dengan intensitas yang masih kuat. Serapan gugus OH yang kuat mengindikasikan kuatnya ikatan OH dengan kation-kation yang ada. Serapan 2361 cm⁻¹ menunjukkan gugus fungsional C-O *stretching* pada CO₂ di atmosfer. Serapan pada bilangan gelombang 1630 cm⁻¹ mengindikasikan adanya gugus dari C=C *stretching* sedangkan serapan 1384 cm⁻¹ ialah gugus fungsi dari O-H bending tersier yang berasal dari agen pengendap daun teh hijau. Serapan 1079 cm⁻¹ menunjukkan pergeseran pembentukan fasa besi oksida (Fe₃O₄) yang merupakan fasa transformasi sebelum terbentuknya hematit. Serapan 1079 cm⁻¹ pada suhu 50°C memiliki puncak yang masih tajam akan tetapi ketika suhu meningkat, serapan pada daerah ini mengalami penurunan dikarenakan senyawa dominan yang terbentuk ialah hematit, hal ini dibuktikan dengan data XRD pada suhu 90°C. Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis sebelum kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis sebelum kalsinasi

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			Intensitas	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
	Sebelum kalsinasi 50°C	Sebelum kalsinasi 70°C	Sebelum kalsinasi 90°C		
O-H stretch	3428	3429	3413	Strong	3600-3450 (Durga dkk., 2016)
C-O stretching	2361	2361	2361	Strong	2360 (Darezereshki, 2012)

C=C stretching (eter)	1630	1629	1630	Medium	1610-1660 (Shriner, 2004)
O-H bending tersier	1384	1384	1384	strong	1330-1420 (Shriner, 2004)
Fasa transisi Fe ₃ O ₄	1079	1079	1062	Medium	1088 (Nuayi, 2017; Sahoo dkk., 2010)
Ikatan Fe-O pada Fe ₃ O ₄	-	669	668	weak	626 (Karade dkk., 2017)
Ikatan vibrasi Fe-O	566 dan 420	545 dan 419	545 dan 419	Weak	556 dan 443 (Lassoued, 2017)



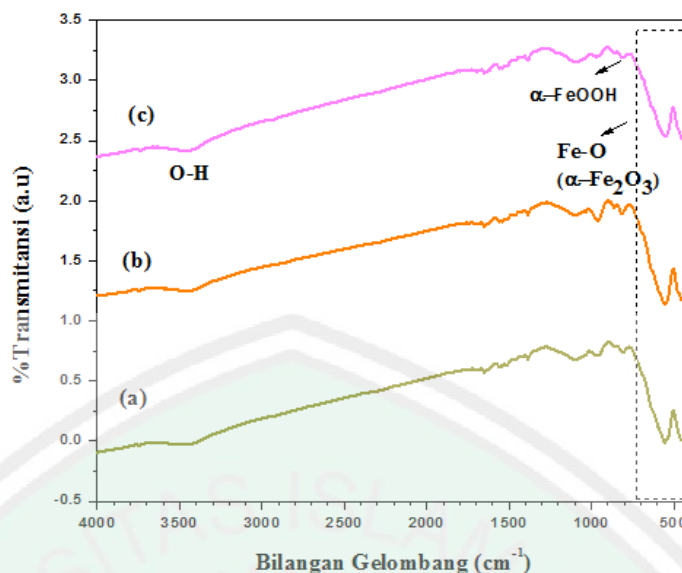
Gambar 4.10 Hasil FTIR sintesis sebelum kalsinasi pada suhu (a) 50°C, (b) 70°C dan (c) 90°C

Hasil sintesis setelah kalsinasi dengan FTIR menunjukkan ada beberapa serapan yang hilang dan intensitas semakin tinggi pada senyawa utama jika dibandingkan dengan sebelum kalsinasi. Serapan gugus khas senyawa hematit yaitu Fe-O muncul pada serapan 553 cm⁻¹ dan 451 cm⁻¹ dengan intensitas yang tajam dan kuat mengindikasikan senyawa hematit yang terbentuk semakin

banyak. Serapan 962 cm^{-1} dan 808 cm^{-1} merupakan karakteristik bilangan gelombang khas getaran tekuk FeOOH pada senyawa goethit (α -FeOOH) (Ghos dkk., 2011). Adanya serapan 1100 cm^{-1} mengindikasikan masih adanya fasa magnetit, hal ini dibuktikan dengan data XRD pada sampel setelah kalsinasi ada 3 puncak magnetit pada variasi suhu 50°C dan ketika suhu semakin naik maka intensitas yang dihasilkan juga semakin rendah. Adapun serapan 3469 cm^{-1} sangat lebar yang menunjukkan gugus O-H *stretch* yang berasal senyawa goethit (Cui dkk., 2013). Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis setelah kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Interpretasi hasil spektra FTIR pada hasil sintesis setelah kalsinasi

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Intensitas	Bilangan Gelombang (cm^{-1})
	Setelah kalsinasi 50°C	Setelah kalsinasi 70°C	Setelah kalsinasi 90°C		
O-H stretch	3469	3473	3475	Weak	3400 (Cui dkk., 2013)
Fasa transisi Fe_3O_4	1100	1098	1096	Medium	1300-1000 (Silverstein dkk., 2005)
FeOOH pada Geothit (α -FeOOH)	962 dan 808	959 dan 813	971 dan 809	Weak	797-890 (Ghos dkk., 2011)
Ikatan vibrasi Fe-O	553 dan 451	554 dan 452	550	Strong	556 dan 443 (Lassoued, 2017)



Gambar 4.11 Hasil FTIR sintesis setelah kalsinasi pada suhu (a) 50°C, (b) 70°C dan (c) 90°C

4.3 Karakterisi Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

4.3.1 Sampel Sebelum Karakterisasi

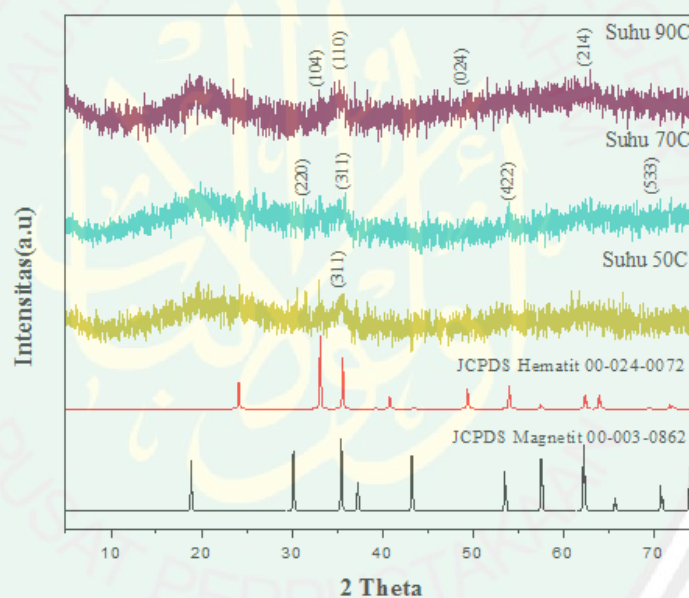
Karakterisasi sampel sebelum kalsinasi menggunakan *X-Ray Diffraction* dengan perangkat lunak *X'pert High Score Plus* yang bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Sampel yang dikarakterisasi meliputi 3 yaitu variasi suhu 50, 70 dan 90°C. Hasil analisis XRD terhadap besi oksida sebelum kalsinasi pada 3 variasi suhu tertera pada Gambar 4.12, menunjukkan bahwa puncak-puncak difraksi sesuai standar magnetit (Fe_3O_4) dengan struktur kristal kubik dan parameter kisi $a=b=c$ 8,3740 (No. JCPDS 00-003-0862).

Sampel pada suhu 50°C terdapat 3 puncak yang muncul yaitu pada $2\theta = 18,9658^\circ$; $35,2783^\circ$ dan $62,1800^\circ$ yang sesuai dengan standar magnetit. Variasi suhu 70°C mulai terbentuk 5 puncak yang sesuai dengan standar magnetit pada bidang hkl (220), (311), (422) dan (533). Adapun puncak-puncak difraksi pada variasi suhu 90°C mulai didominasi dengan fasa hematit pada bidang (104), (110), (024), (214) dan (0210). Puncak-puncak yang muncul sesuai dengan standar

hematit dengan No. JCPDS 00-024-0072, namun fasa magnetit masih terbentuk pada $2\theta = 18,7346^\circ$ dengan intensitas yang rendah. Hematit dapat terbentuk sebelum dilakukan kalsinasi dengan suhu sintesis yang cukup tinggi akan tetapi kristalinitas yang terbentuk masih belum sempurna (amorf).

Tabel 4.7 Data FWHM serta ukuran kristal sampel sebelum kalsinasi

Sampel	2θ ($^\circ$)	FWHM ($^\circ$)	Ukuran Kristal (nm)
Hematit suhu 50°C	20,21	0,116	75,79
Hematit suhu 70°C	18,84	0,183	47,99
Hematit suhu 90°C	18,73	0,023	37,62



Gambar 4.12 Difraktogram hasil sintesis sebelum kalsinasi

Analisis menggunakan persamaan *Debye Scherrer* dihasilkan ukuran kristal sampel sebelum kalsinasi dengan variasi suhu 50°C , 70°C dan 90°C berturut-turut ialah 75,79 nm; 47,99 nm dan 37,62 nm. Semakin tinggi suhu sintesis maka ukuran kristal semakin kecil, hal ini berhubungan dengan nilai FWHM. Ukuran

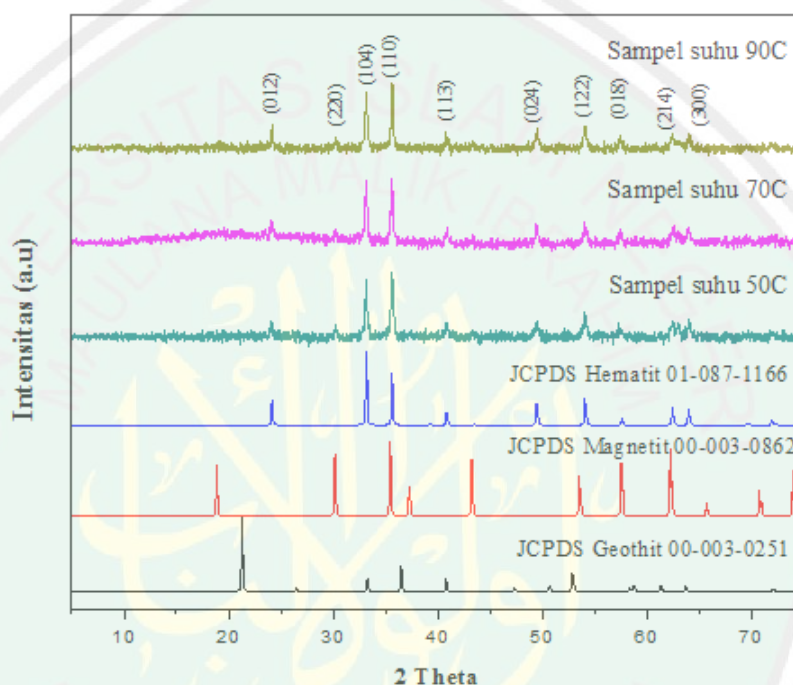
kristal semakin kecil maka nilai FWHM semakin besar, hal ini dibuktikan dengan rumus *Debye Scherrer* pada Persamaan 3.1.

4.3.2 Hasil Sintesis Hematit dengan Variasi Suhu Sintesis

Analisis XRD pada sampel setelah kalsinasi dengan variasi suhu sintesis 50, 70 dan 90°C menggunakan *software highscore* diperoleh puncak-puncak khas standart hematit (α -Fe₂O₃) dengan No. JCPDS 01-087-1166, namun beberapa puncak muncul sesuai standart dari magnetit (Fe₃O₄) dan geothit dengan intensitas rendah. Adapun fasa magnetit pada variasi suhu 50 °C, 70 °C dan 90°C memiliki nilai 2 θ secara berturut-turut ialah 30,3164°; 30,2519° dan 30,2342° sedangkan fasa geothit pada nilai 2 θ = 33,119°; 33,123°; 33,141°. Ion hidroksida pada *catechin* akan langsung bereaksi dengan ion Fe(II)/Fe(III) yang akan membentuk Fe(II)/Fe(III) hidroksida menjadi Fe₂O₃/Fe₃O₄ setelah dehidrasi. Ketika senyawa katekin terdisosiasi sempurna maka reaksi presipitasi berlangsung lebih cepat, ketika reaksi presipitasi terlalu cepat maka pembentukan hematit tidak cukup sempurna sehingga masih ada fasa besi oksida lain yaitu magnetit dan geothit (Sulungbudi, 2007).

Sampel pada suhu 50°C terdapat 10 puncak hematit dengan intensitas rendah serta ada 4 puncak magnetit pada 2 θ = 30,30°; 35,626°; 57,4834°; 62,49° dan 3 puncak geothit pada 2 θ = 33,119°; 40,820° dan 84,873°. Puncak tersebut memiliki intensitas yang tinggi jika dibandingkan pada suhu 70°C dan 90°C. Adapun pada suhu 70°C didapatkan 9 puncak hematit, 6 puncak magnetit dan 3 puncak geothit. Puncak yang sesuai standar magnetit memiliki nilai 2 θ = 18,891°; 30,25°; 35,649°; 37,1319°; 57.397°; 62,43° dan fasa geothit pada 2 θ = 33,123°; 40,89° dan 63,99° dengan intensitas mulai menurun jika dibandingkan dengan suhu 50°C. Sampel

pada suhu 90°C terdapat 8 puncak hematit dengan intensitas tertinggi serta puncak magnetit dan goethit mulai menurun yaitu ada 3 puncak magnetit dan 3 puncak goethit dengan intensitas terendah yang dibuktikan dengan data *height* pada puncak magnetit sebesar 292,12. Difraktogram hasil sintesis ditampilkan oleh Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Difraktogram hasil sintesis setelah kalsinasi

Difraktogram pada suhu 50°C tidak jauh berbeda dengan suhu 90°C, akan tetapi ada beberapa puncak dengan intensitas rendah terutama pada kisaran $2\theta = 33^\circ$, 49° dan 54° . Adapun sampel pada suhu 70°C muncul 2 gundukan baru milik magnetit pada $2\theta = 18,9^\circ$ dan $30,25^\circ$ yang menandakan material amorf dan mengakibatkan intensitas difraksi pada bidang hkl (104) yang khas dimiliki oleh hematit menurun. Pada sampel suhu 90°C, gundukan sudah mulai hilang dan intensitas yang dihasilkan lebih tinggi dan tajam yang mengindikasikan derajat

kristalinitas yang tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa suhu dapat mempengaruhi kristalinitas serta ukuran kristal yang terbentuk. Semakin tinggi suhu maka kristalinitas semakin tinggi, hal ini diperkuat dengan puncak yang tajam pada suhu 90°C. Suhu yang lebih tinggi memberikan energi yang cukup untuk pertumbuhan inti dan mempercepat kristalisasi. Kristalinitas tinggi maka ukuran kristal akan semakin kecil sedangkan nilai FWHM semakin naik (Aditama, 2015). Hal ini dikarenakan nilai FWHM dan ukuran kristal berbanding terbalik, sesuai dengan persamaan *Debye Scherrer*. Hasil perhitungan *Debye Scherrer* telah ditampilkan pada Tabel 4.8, analisis pada intensitas yang paling tinggi menghasilkan ukuran kristal pada variasi suhu 50, 70 dan 90°C berturut-turut adalah 50,5 nm; 45,4 nm dan 39 nm.

Tabel 4.8 Data FWHM serta ukuran kristal setelah kalsinasi

Sampel	2 θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)
Hematit suhu 50°C	35,626	0,180	50,47
	33,119	0,196	46
Hematit suhu 70°C	35,649	0,200	45,439
	33,123	0,202	44,679
Hematit suhu 90°C	35,619	0,234	39
	33,141	0,21	43

4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM

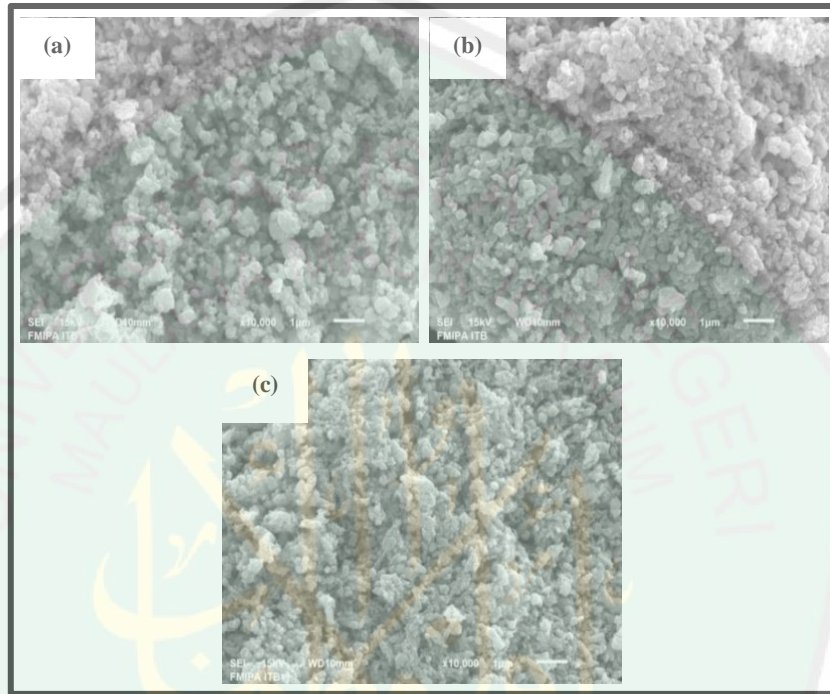
Morfologi permukaan dan ukuran partikel hasil sintesis dapat dianalisis menggunakan SEM. Hasil karakterisasi SEM berdasarkan Gambar 4.14 menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu sintesis maka ukuran partikel semakin menurun, morfologi beragam dan bentuk partikel bulat. Hematit suhu 50°C cenderung memiliki morfologi bulat dan tidak teratur serta tidak ada batas-batas antar partikel. Adapun hematit pada suhu 70°C cenderung memiliki morfologi

bulat dan beberapa partikel berbentuk kubus serta batas-batas antar partikel sudah terlihat jelas. Hematit suhu 90°C diperoleh morfologi yang seragam yaitu berbentuk bulat dan teratur serta warna lebih dominan terang. Hasil analisa Gambar 4.14 hampir semua variasi suhu 50°C, 70°C dan 90°C terjadi aglomerasi, namun pada suhu 90°C aglomerasi yang terjadi cukup tinggi dikarenakan ketika ukuran partikel semakin kecil maka ikatan antar atom semakin kuat yang menyebabkan aglomerasi mudah terjadi. Hasil uji SEM pada perbesaran 10.000 kali ditampilkan pada Gambar 4.14.

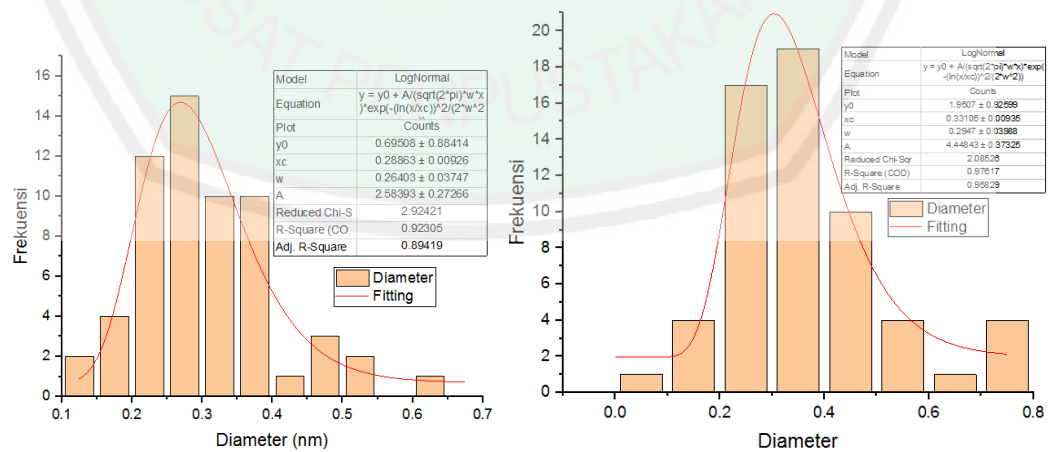
Hasil karakterisasi SEM kemudian diolah dengan aplikasi image-J untuk memperoleh data distribusi partikel dan ukuran partikel yang ditampilkan pada Gambar 4.15 dan Tabel 4.9. Hasil ukuran partikel pada semua variasi sampel berkisar 0,28-0,33 μm . Variasi suhu 70 °C mengalami peningkatan ukuran partikel, hal ini dikarenakan produk senyawa magnetit yang terbentuk pada suhu ini mencapai 6 puncak yang dibuktikan dengan hasil data XRD. Ukuran partikel erat kaitanya dengan nilai FWHM dan bilangan gelombang. Ukuran partikel menurun maka nilai FWHM meningkat dan bilangan gelombang pada FTIR akan menurun (Guo dkk., 2011). Adanya fasa magnetit menimbulkan kecacatan pada kisaran bilangan gelombang 440 cm^{-1} dan 700 cm^{-1} yang menyebabkan ukuran partikel juga meningkat. Ukuran partikel variasi suhu 90 °C mengalami penurunan secara drastis karena fasa magnetit yang terbentuk menurun yaitu hanya 1 puncak, nilai FWHM juga menurun dari 0,183 menjadi 0,0233 serta bilangan gelombang kisaran 400 cm^{-1} sudah tidak muncul. Semakin tinggi suhu maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil karena inti dari hematit yang terbentuk ukurannya kecil dan jumlahnya banyak (Hartanto dkk., 2016).

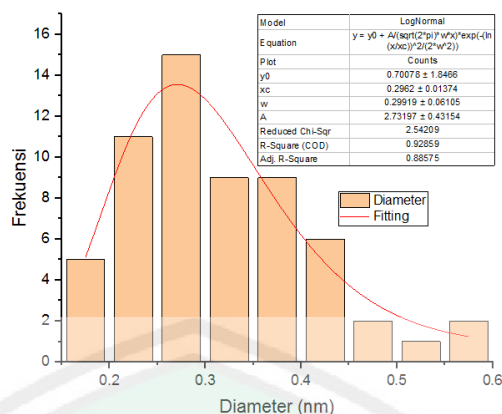
Tabel 4.9 Hasil analisis ukuran partikel

Sampel variasi suhu sintesis	Ukuran rata-rata partikel (μm)
Hematit 50°C	0,28863
Hematit 70°C	0,33105
Hematit 90°C	0,2962



Gambar 4.14 Hasil karakterisasi SEM sampel hematit dengan variasi suhu (a) 50°C, (b) 70°C dan (c) 90°C





Gambar 4.15 Histogram pola distribusi ukuran partikel sampel hematit dengan variasi suhu a) 50°C, b) 70°C dan c) 90°C

4.5 Kajian Hasil Penelitian Berdasarkan Perspektif Islam

Pencemaran lingkungan di era modern semakin kompleks khususnya pada limbah industri besi. Umumnya limbah besi tidak diolah lebih dahulu sehingga dapat mencemari lingkungan. Allah telah melarang berbuat kerusakan di bumi karena akan berdampak ke kehidupan selanjutnya. Hal ini sesuai dengan firman Allah dalam surat Al- Qashas ayat 77 yang berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di lautan disebabkan karena perbuatan tangan (maksiat) manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” (QS. Ar Ruum:41).

Menurut Syaikh `Abdurrahman bin Nashir As-Sa`di (1433) dalam kitab “Taisiirul Kariimir Rahman” menyatakan bahwa berbuat kerusakan dapat menyebabkan kerusakan pada makhluk hidup yang lain seperti biji-bijian, pepohonan, tumbuhan dan hewan. Oleh karena itu, Allah menciptakan manusia untuk memakmurkan bumi dengan ketaatan dan segala manfaatnya. Salah satu

cara meminimalisir pencemaran limbah besi dengan cara mengolahnya agar menjadi produk yang dapat digunakan kembali serta ramah lingkungan yaitu dengan dijadikan pigmen karena memiliki ciri khas warna merah. Sesungguhnya Allah tidak menciptakan sesuatu di bumi ini melainkan ada manfaat yang dapat diambil walaupun sudah dalam bentuk limbah. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam surat al-‘Imran ayat 190-191 yang berbunyi:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا
 مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Rabb kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka”.

Menurut Imam Al-Zamakhshari (1998) dalam Al-Kasyaf menyebutkan bahwa *ulul albab* adalah orang yang dapat mengambil ibrah dalam setiap keajaiban ciptaan Allah serta dapat mengintegrasikannya dalam kehidupan. Penciptaan langit dan bumi berupa tanaman, unsur-unsur yang terdapat di dalam bumi merupakan kekuasaan Allah. Menurut Ali, Imam ‘Alauddin (865) dalam “Tafsir Khozin” menyatakan bahwa ayat diatas memerintahkan agar manusia berpikir dan mengambil pelajaran di setiap kejadian. Melalui berfikir manusia dapat mengetahui hakikat dan manfaat dari suatu hal, untuk mendapatkan manfaat tersebut juga harus dibarengi dengan pengaplikasian dalam kehidupan nyata, salah

satunya dengan penelitian terhadap hematit. Unsur logam besi membutuhkan bantuan agen pengendap agar menjadi hematit. Agen pengendap yang digunakan ialah daun teh hijau karena memiliki kandungan senyawa katekin yang termasuk senyawa polifenol. Tanaman tidak hanya bisa sebagai bahan pangan akan tetapi kandungan-kandungan yang Allah berikan dapat dijadikan bahan pengolah pigmen. Manfaat tanaman juga telah dijelaskan oleh Allah pada surah As-Syuara ayat 7 yang berbunyi:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَيْفَ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

Artinya: *"Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik."*(QS. as-Syuara:7)

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah menciptakan tumbuhan yang baik dan dapat diambil manfaatnya salah satunya yaitu daun teh hijau yang didalamnya mengandung senyawa EGCG dan GCG yang dapat menjadi agen pengendap. Daun teh hijau telah dibuktikan dalam penelitian ini mengandung senyawa EGCG dan GCG yang sudah tercantum pada hasil ftir.

BAB V

PENUTUP

5.1 KESIMPULAN

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Identifikasi hematit menggunakan FTIR menghasilkan serapan gugus khas hematit yaitu ikatan vibrasi Fe-O pada bilangan gelombang 553 cm^{-1} dan 451 cm^{-1} dengan intensitas tajam dan kuat.
2. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa semakin besar suhu sintesis maka ukuran kristal semakin kecil serta pembentukan hematit semakin maksimal dengan puncak tajam dan intensitas kuat.
3. Hasil karakterisasi SEM diperoleh morfologi bulat dan beragam serta masih terjadi aglomerasi.

5.2 SARAN

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu perlu dikaji lebih lanjut dalam proses ekstraksi seperti konsentrasi ekstrak teh hijau dan perlu adanya uji kadar katekin pada daun teh hijau. Pengontrolan proses presipitasi seperti penambahan agen pengendap dan pencucian sampel. Adanya pengontrolan lebih lanjut ini diharapkan hasil sintesis memiliki kristalinitas yang tinggi serta memiliki ukuran partikel kecil dan seragam.

DAFTAR PUSTAKA

- Aditama, S. N. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Suhu Hidrotermal menggunakan Metode Sol Gel. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Ahmmad, B., Leonard, K., Shariful Islam, Md., Kurawaki, J., Muruganandham, M., Ohkubo, T., & Kuroda, Y. (2013). Green Synthesis of Mesoporous Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles and Their Photocatalytic Activity. *Advanced Powder Technology*, 24(1), 160–167.
- Aji, M. P., Yulianto, A., & Bijaksana, S. 2019. Sintesis Nanopartikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Indonesian Journal of Materials Science*, 0(0), 106–108.
- Ali, H. R., Nassar, H. N., & El-Gendy, N. S. 2017. Green Synthesis of α -Fe₂O₃ using Citrus Reticulum Peels Extract and Water Decontamination from Different Organic Pollutants. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Enviromental Effect*. ISSN: 1556-7036.
- Ali, Imam 'Alauddin, bin M. bin I. A. B. 865 H. *Tafsir Khozin*. Bairut: Darul Kutub Al 'Ilmiyah.
- Al-Zamakhshyari. 1998. *Al-Kasysyaf `an Haqaiq Gawamid al-Tanzil wa `Uyun al-`Aqawil fi wujuh al-Ta`wil (Juz 1)*. Nasr: Maktabah al-`Abikan.
- Anjarsari, I. R. D. 2016. Katekin Teh Indonesia: Prospek dan Manfaatnya. *Jurnal Kultivasi*, 15(2).
- Arief, S., Gustia, V., Wellia, D. V., Zulhadjri, Ban, T., & Ohya, Y. 2015. Hydrothermal Synthesized Ag Nanoparticles using Bioreductor of Gambier Leaf Extract (*Uncaria Gambier Roxb*). *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(9S), 189–192.
- Astutiningsih, C., Setyani, W., & Hindratna, H. 2014. Uji Daya Antibakteir dan Identifikasi Isolat Senyawa Katekin dari Daaun Teh (*Camellia sinensis L. var Assamica*). *Jurnal Farmasi Sains dan Komunitas*, 11(2): 50-57.
- Barizuddin, S. 2006. Mesoporous Iron Oxide Energetic Composites With Slow Burn Rate, Sustained Pressure and Reduced ESD Sensitivity For Propellant Applications. *Thesis*. Columbia: University of Missouri.
- Beauchamp, Georga. A. 1975. *Curriculum Theory. Theird Edition*. Illinois: The Kagg Press.

- Chabib, M. N. A. 2017. Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. *Skripsi*, Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Chacko, S. M., Thambi, P. T., Kuttan, R., & Nishigaki, I. 2010. Beneficial Effects of Green Tea: A Literature Review. *Chinese Medicine*, 5(1): 13.
- Chang, R. 2004. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti, Jilid 1 edisi 3*. Jakarta: Erlangga.
- Chen, J., Xu, L., Li, W., & Gou, X. 2005. α -Fe₂O₃ Nanotubes in Gas Sensor and Lithium-Ion Battery Applications. *Advanced Materials*, 17(5), 582–586.
- Chernyshova, I. V., Hochella Jr, M. F., & Madden, A. S. (2007). Size-Dependent Structural Transformations of Hematite Nanoparticles. 1. Phase Transition. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 9(14), 1736.
- Cornell, R. M., & Schwertmann, U. 2003. *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences, and uses*. 2nd, completely rev. and extended ed ed. Weinheim: Wiley-VCH.
- Cudennec, Y., & Lecerf, A. 2006. The Transformation of Ferrihydrite into Goethite or Hematite, Revisited. *Journal of Solid State Chemistry*, 179(3), 716–722.
- Cui, H., Ren, W., Lin, P., & Liu, Y. 2013. Structure Control Synthesis of Iron Oxide Polymorph Nanoparticles through an Epoxide Precipitation Route. *Journal of Experimental Nanoscience*, 8(7-8), 869-875.
- Darezereshki, E. 2012. Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite (α - Fe₂O₃) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 91–97, 7.
- Duhan, S., & Devi, S. 2010. Synthesis and Structural Characterization of Iron Oxide-silica Nanocomposites Prepared by the Sol-Gel Method. *International Journal of Electronic Engineering*, 2(1): 89-92.
- Durga, R., Anand, S., Rajkumar, K., Ramalingam, S., & Sundararajan, R. S. 2016. Molecular Structure, Vibrational Spectra [FT-IR and FT-Raman], Electronic Spectra [UV-Visible and NMR Analysis on Hydroquinone Using HF and DFT Calculations. *International Advanced Research Journal in Science, Engineering and Technology*, 3(5): 211-223.
- Eggenhuisen, T. M., Munnik, P., Talsma, H., De Jongh, P. E., & De Jong, K. P. 2013. Freeze-drying for Controlled Nanoparticle Distribution in Co/SiO₂ Fischer–Tropsch Catalysts. *Journal of Catalysis*, 297, 306–313.

- Elysia, D. N. (2017). Sintesis Pigmen Geothit (α -FeOOH) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Suhu Sintesis. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Fouda, M. F. R., El-Kholy, M. B., Moustafa, S. A., Hussien, A. I., Wahba, M. A., & El-Shahat, M. F. 2012. Synthesis and Characterization of Nanosized Fe₂O₃ Pigments [Research article]. *International Journal of Inorganic Chemistry* (hlm. 1-9). Giza: Hindawi Publishing Corporation.
- Frankel, R. B. 2016. *Iron Oxides: From Nature to Applications*. Poldam: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Gaballah, N. M., Zikry, A. F., Khalifa, M. G., Farag, A. B., El-Hussiny, N. A., & Shalabi, M. E. H. 2013. P Production of Iron from Mill Scale Industrial Waste Via Hydrogen. *Open Journal of Inorganic Non-Metallic Materials*, 3: 23-28.
- Ghosh, M. K., Poinern, G. E. J., Issa, T. B., & Singh, P. 2011. Arsenic Adsorption on Goethite Nanoparticles Produced through Hydrazine Sulfate Assisted Synthesis Method. *Korean J. Chem. Eng*, 8.
- Gilbert, F., Refait, P., Lévêque, F., Remazeilles, C., & Conforto, E. 2008. Synthesis of Goethite from Fe(OH)₂ Precipitates: Influence of Fe(II) Concentration and Stirring Speed. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 69(8): 2124-2130.
- Gottimukkala, K. 2017. Green Synthesis of Iron Nanoparticles Using Green Tea Leaves Extract. *J Nanomedicine Biotherapeutic Discov*, 7(1), 4.
- Guo, P., Wei, Z., Wang, B., Ding, Y., Li, H., Zhang, G., & Zhao, X. S. 2011. Controlled Synthesis, Magnetic and Sensing Properties of Hematite Nanorods and Microcapsules. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 380(1-3), 234-240.
- Guru, S., Mishra, D., Singh, M., Amritphale, S. S., & Joshi, S. 2016. Effect of SO₂⁴⁻, Cl⁻ and NO₃³⁻ Anions on the Formation of Iron Oxide Nanoparticles Via Microwave Synthesis. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 52(4), 5.
- Habibah, R. 2019. Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap Urea. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Hartanto, D., Saputro, O., Utomo, W. P., Rosyidah, A., Sugiarto, D., Ersam, T., Nur, H., & Prasetyoko, D. 2016. Synthesis of ZSM-5 Directly from Kaolin without Organic Template:Part-1: Effect of Crystallization Time. *Asian J. Chemistry*, 28(1), 1-5.

- Hassanjani-Roshan, A., Vaezi, M. R., Shokuhfar, A., & Rajabali, Z. 2011. Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Via Sonochemical Method and Their Characterization. *Particuology*, 9(1), 95–99.
- Heroniaty. 2012. Sintesis Senyawa Dimer Katekin dari Ekstrak Teh Hijau dengan Menggunakan Katalis Enzim Peroksidase dari Kulit Bawang Bombay (*Allium Cepa L.*). *Tesis*. Depok: Universitas Indonesia.
- Hosseini-Zori, M., Bondioli, F., Manfredini, T., & Taheri-Nassaj, E. 2008. Effect of Synthesis Parameters on a Hematite-silica Red Pigment Obtained Using a Co-Precipitation Route. *Dyes and Pigments*, 77(1), 53–58.
- Juniaty Towaha, B. 2013. Kandungan Senyawa Kimia Pada Daun Teh (*Camellia Sinensis*). *Warta Penelitian dan Pengembangan Tanaman Industri*, 19(3).
- Karade, V. C., Waifalkar, P. P., Dongle, T. D., Sahoo, S. C., Kollu, P., Patil, P. S., & Patil, P. B. 2017. Green Synthesis of Magnetite Nanoparticles using Green Tea Extract and Their Magnetic Properties. *Materials Research Express*, 4(9).
- Khoiroh, L. M., Mardiana, D., Sabarudin, A., & Ismuyanto, B. 2013. Synthesis of Hematite Pigments ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) by Thermal Transformations of FeOOH. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, 2(1), 27–34.
- Kristianingrum, S. 2012. *Handout Spektroskopi Inframerah (Infrared Spectroscopy, IR)*. susila.k@uny.ac.id.
- Lassoued, A., Lassoued MS, Dkhil B, Gadri A, Ammar S. 2017. Control of The Shape and Size of Iron Oxide ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Nanoparticles Synthesized Through The Chemical Precipitation Method. *Results in Physics*, 7, 3007–3015.
- Legodi, M. A., & de Waal, D. 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality From Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*, 74(1), 161–168.
- Machala, L., Tuček, J., & Zbořil, R. 2011. Polymorphous Transformations of Nanometric Iron (III) Oxide: A Review. *Chemistry of Materials*, 23(14), 3255–3272.
- Mahdavi, M., Namvar, F., Ahmad, M. B., & Mohamad, R. 2013. Green Biosynthesis and Characterization of Magnetic Iron Oxide (Fe_3O_4) Nanoparticles Using Seaweed (*Sargassum muticum*) Aqueous Extract. *Molecules*, 18(5), 5954–5964.
- Martono, B., & Setiyono, R. 2014. Skrining Fitokimia Enam Genotipe Teh. *J. TIDP*, 1(2), 63–68.

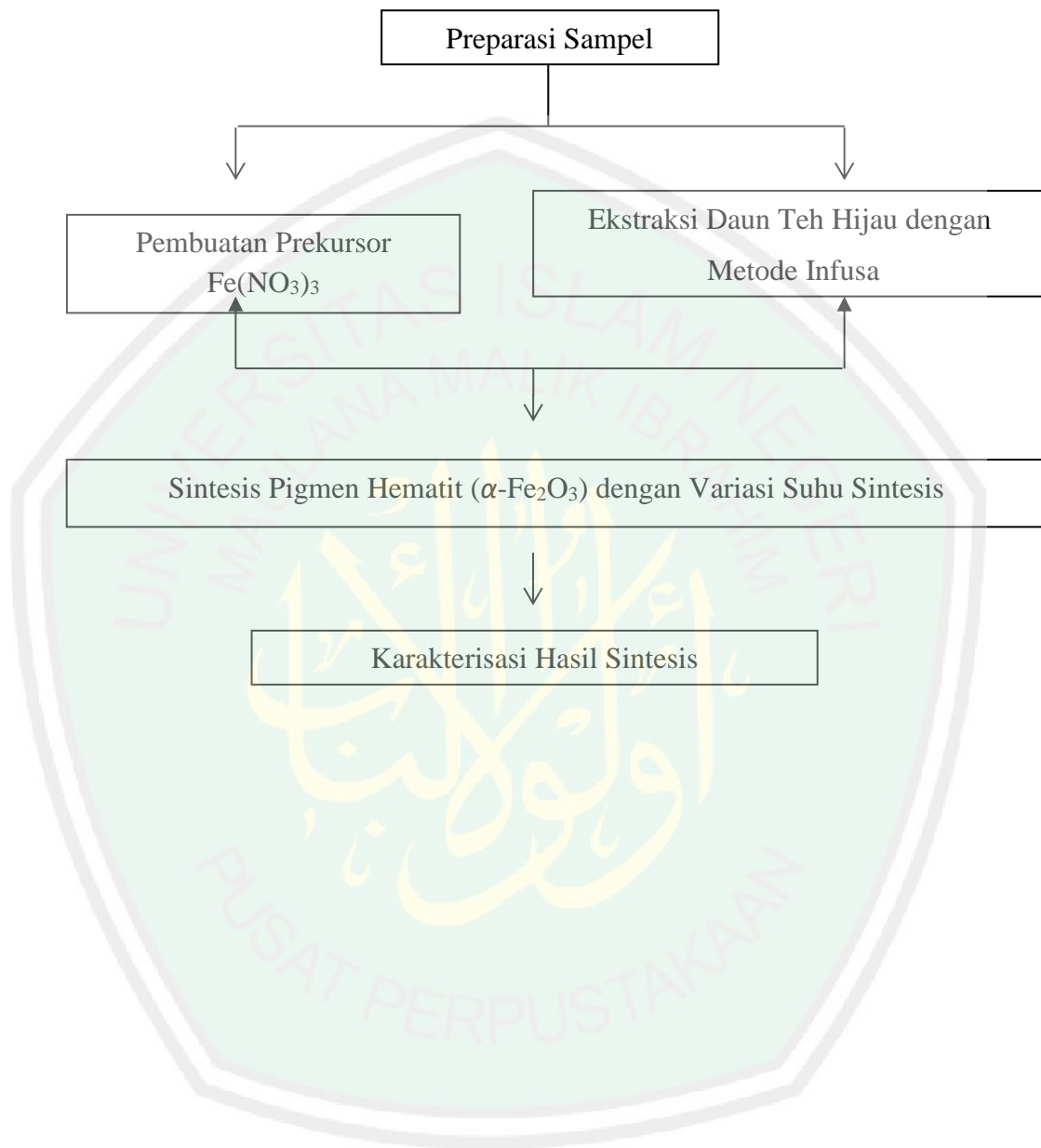
- Mitrowihardjo, S. 2012. Kandungan Katekin dan Hasil Pucuk Beberapa Klon Teh (*Camelia sinensis* (L.)O. Kuntze) Unggulan pada Ketinggian yang Berbeda di Kebun Pagilaran. [*PhD Thesis*]. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Mohapatra, M., & Anand, S. 2010. Synthesis and Applications of Nano-Structured Iron Oxides/Hydroxides a Review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8), 87-92.
- Müller, M., Villalba, J. C., Mariani, F. Q., Dalpasquale, M., Lemos, M. Z., Gonzalez Huila, M. F., & Anaissi, F. J. 2015. Synthesis and Characterization of Iron Oxide Pigments Through The Method of The Forced Hydrolysis of Inorganic Salts. *Dyes and Pigment*, 120, 271–278.
- Nisa, C. 2018. Sintesis Senyawa Pigmen Geothit (α -FeOOH) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Variasi Kecepatan Pengadukan. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Nuayi, A. W. 2017. Sintesis Nanopartikel Besi (III) Oksida (Fe_2O_3) dengan Menggunakan Salt-Assisted Combustion Method (SACM). *Journal of Educational Chemistry*, 12(1), 1–6.
- Pannala, S. 2001. Flavonoid B-Ring Chemistry and Antioxidant Activity: Fast Reaction Kinetics. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 282(5), 8.
- Qin, W., Yang, C., Yi, R., & Gao, G. 2010. Hydrothermal Synthesis and Characterization of Single-Crystalline α - Fe_2O_3 Nanocubes. *Journal of Nanomaterials*. 6.
- Qiu, G., Huang, H., Genuino, H., Opembe, N., Stafford, L., Dharmarathna, S., & Suib, S. L. 2011. Microwave –Assisted Hydrothermal Synthesis of Nanosized α - Fe_2O_3 for Catalyst and Adsorbents. *The Journal of Physical Chemistry C*, 115(40), 19626–19631.
- Rahmawati, A., Al-Anwary, N., & Sasongkowati, R. 2012. Pengaruh Pemberian Infusa Jintan Hitam (*Nigelia Sativa* Linn) Terhadap Pertumbuhan Jamur *Candida Albicans*. *Analisis Kesehatan Sains*, 1(1).
- Rosanti, S. D., & Puryanti, D. 2015. Pengaruh Temoeratur Terhadap Ukuran Partikel Fe_3O_4 dengan Template PEG-2000 Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Ilmu Fisika Universitas Andalas*, 7(1), 39–44.
- Rossi, A. 2010. *1001 Teh dari Asal Usul, Tradisi, Khasiat hingga Racikan Teh*. Yogyakarta: Penerbit ANDI.
- Rufus, A. 2016. Synthesis of Biogenic Hematite (α - Fe_2O_3) Nanoparticles for Antibacterial and Nanofluid Applications. *RSC Advances*, 28.

- Rufus, A., Sreeju, N., & Philip, D. 2019. Size Tunable Biosynthesis and Luminescence Quenching of Nanostructured Hematite (α -Fe₂O₃) for Catalytic Degradation of Organic Pollutants. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 124, 221–234.
- Rustanti, E., Jannah, A., & Fasya, A. G. 2013. Uji Aktivitas Antibakteri Senyawa Katekin dari Daun Teh (*Camelia sinensis L.var Assamica*) Terhadap Bakteri *Micrococcusluteus*. *ALCHEMY*, 2(2), 12.
- Ryan, P., & Hynes, M. J. 2007. The Kinetics and Mechanisms of The Complex Formation and Antioxidant Behaviour of The Polyphenols EGCg and ECG with Iron(III). *Journal of Inorganic Biochemistry*, 101, 585-593.
- Sahoo, S. K., Agarwal, K., Singh, A. K., Polke, B. G., & Raha, K. C. 2010. Characterization of γ - and α -Fe₂O₃ Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of α -Fe₂O₃. *Interational Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8), 118-126.
- Septityana, K. D., Priyono, P., Rochman, N. T., Yuswono, Y., Rahman, T. P., Nugroho, D. W., Ikono, R., Nofrizal, N., & Maulana, N. N. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*, 2(3), 95–100.
- Shimamura, T., Zhao, W.-H., & Hu, Z.-Q. 2007. Mechanism of Action and Potential for use of Tea Catechin as an Antiinfective Agent. *Anti-Infective Agents in Medicinal Chemistry*, 6(1), 57–62.
- Shriner, R. L. 2004. *The Systematic Identification of Organic Compounds (8th ed)*. Wiley: John Wiley and Sons, Inc.
- Silverstein, R. M., Francis X., W., & David J., K. 2005. *Spectromeric Identification of Organics Compounds*. John Wiley & Sons, Inc.
- Socrates. 1994. *Characteristic Group Frequencies Tables and Charts (Second edition)*. John Willey and Sons Inc.
- Sugiharto. 2007. *Dasar-dasar Pengolahan Air Limbah, Edisi 1*. Jakarta: UI Press.
- Sulungbudi, G. T. 2007. Variasi Pada Pembentukan Nanopartikel Magnetik Oksida Besi. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 132-135.
- Sunardi, & Wijayanti. 2010. Pengolahan Limbah Besi Bengkel Bubut Menjadi Koagulan Untuk Penjernihan Air. *Makalah Pendamping Kimia*. ISBN : 979-498-547-3
- Syaikh `Abdurrahman bin Nashir As-Sa`di. 1433. *Tafsir As-Sa`di (Taisir Al-Karim Ar-Rahman)*. Cetakan kedua. Muassasah Ar-Risalah.

- Taib, N. I., Latif, F. A., Mohamed, Z., & Zambri, N. D. S. 2018. Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles (Fe_3O_4 -NPs) using *Azadirachta Indica* Aquoeous Leaf Extract. *International Journal of Engineering and Technology*, 7(4.18), 9–13.
- Tawainella, R. D., Riana, Y., Fatayati, R., Amelliya -, Kato, T., Iwata, S., & Suharyadi, E. 2015. Sintesis Nanopartikel Manganese Ferrite (MnFe_2O_4) dengan Metode Kopersipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Jurnal Fisika Indonesia*, 18(52).
- Thermo, N. 2001. *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. USA: Thermo Nicolet Corporation.
- Tini, S. 2018. Sintesis Hematit Berpori dari Pasir Besi dengan Metode Hidrotermal sebagai Bahan Elektroda Baterai Li-Ion. *Jurnal Progres Kimia Sains*, 3(2), 97-107.
- Vogel, A. I. 1990. *Vogel's Textbook of Macro and semimicro qualitative inorganic analysis*. 5th ed. London; Longman.
- Vujtek, M., Zboril, R., Kubinek, R., & Mashlan, M. 2003. Ultrafine Particles of Iron (III) Oxides by View of AFM–Novel Route for Study of Polymorphism in Nano-World. *Science, Technology and Education of Microscopy*, 1, 1–8.
- Walter, D. 2006. Characteriation of Synthetic Hydrous Hematite Pigments. *Thermochimica Acta*, 445(2), 195–199.
- Wasito, B., & Biyantoro, D. 2009. Optimasi Proses Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Pasir Senotim dan Analisis Produk dengan Spektrometer Pendar Sinar-X. *Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir*; 10.
- Zhen, Y. S., Chen, Z. M., Cheng, S. J., & Chen, M. L. 2002. *Tea Bioactivity and Therapeutic Potential*. Landon: Taylor & Francis.

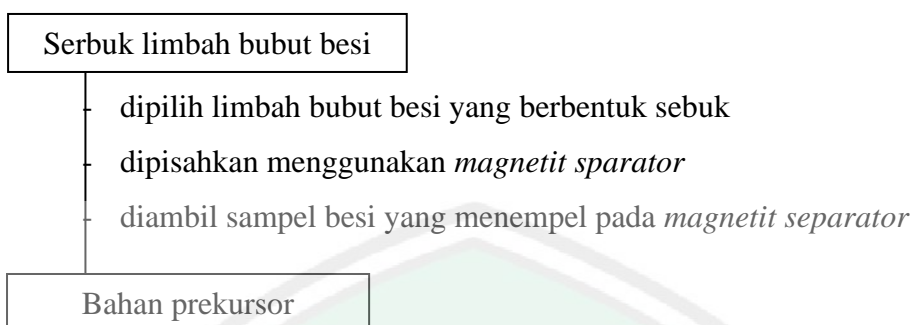
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

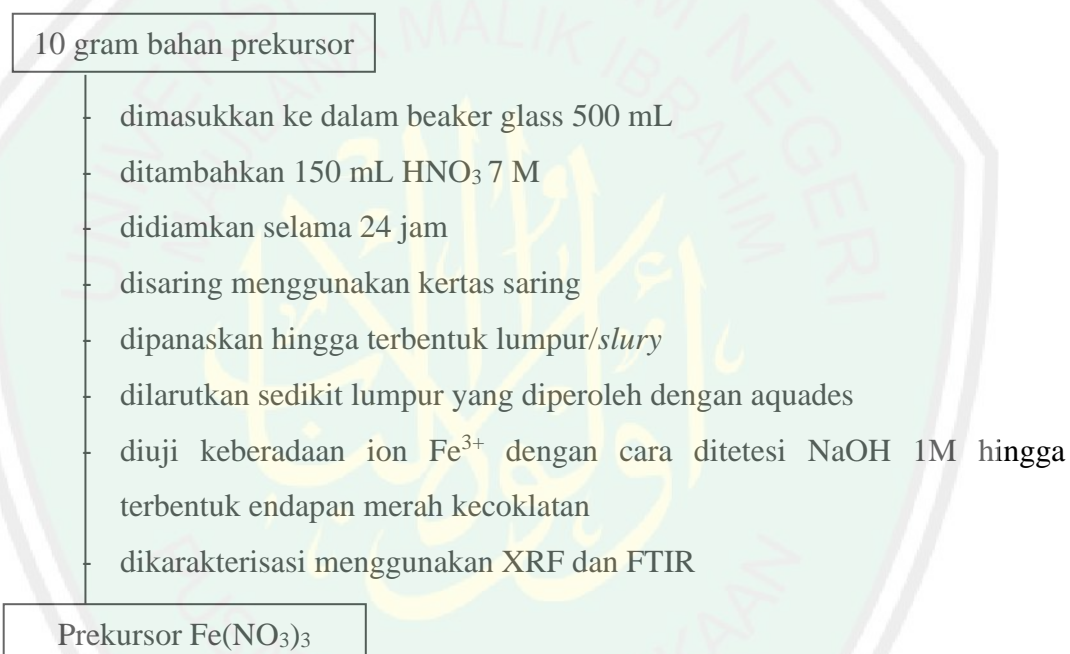


Lampiran 2. Diagram Alir

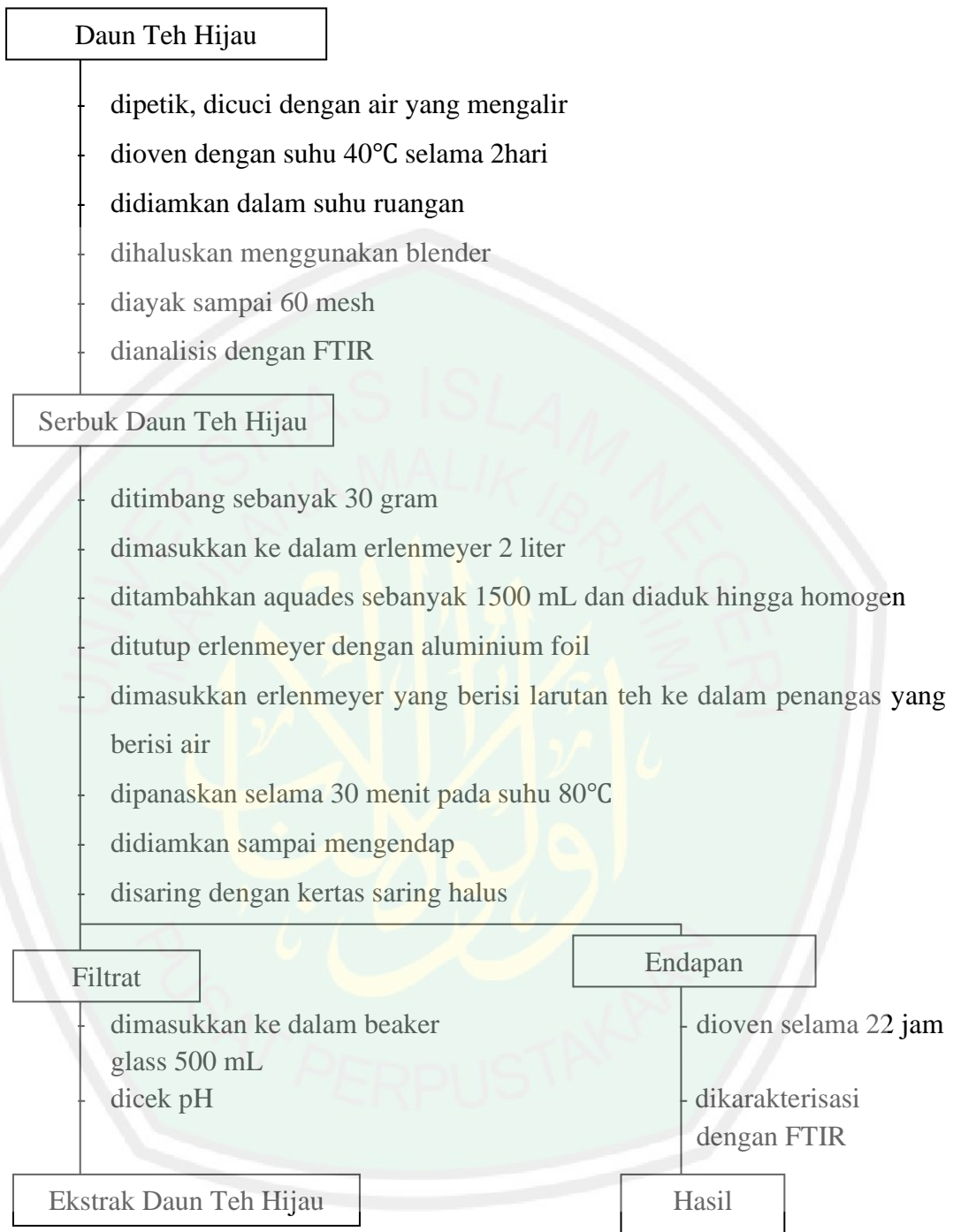
L.2.1 Preparasi Sampel



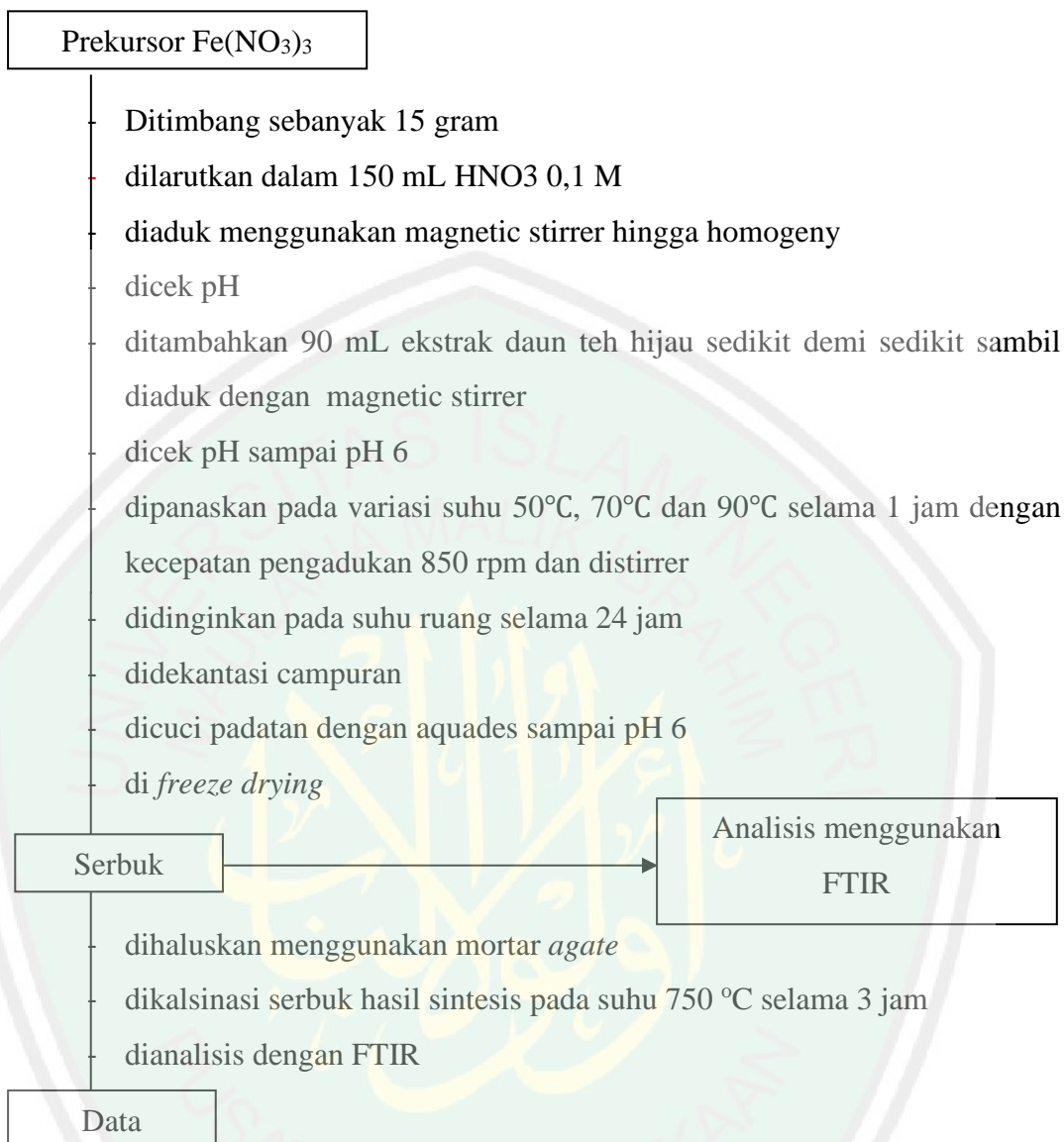
L.2.2 Pembuatan Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$



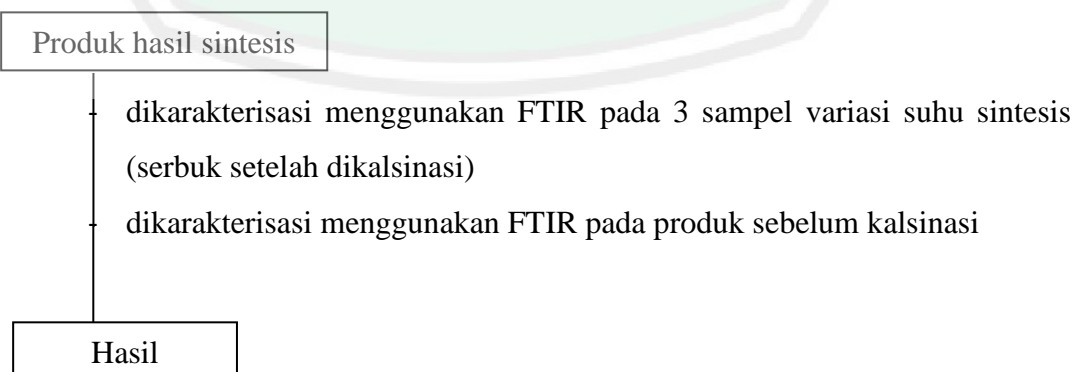
L.2.3 Ekstraksi Daun Teh Hijau dengan Metode Infusa



L.2.4 Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dengan Variasi Suhu Sintesis



L.2.5 Karakterisasi Hasil Sintesis



Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Larutan HNO₃ 7 M

$$BJ \text{ HNO}_3 = 1,4 \text{ gram/mL}$$

$$Mr = 63 \text{ gram/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Molaritas} &= \frac{m(\text{gram})}{Mr} \times \frac{1000}{v} \\ &= \frac{m(\text{gram})}{Mr} \times \frac{1000}{m/\rho} \\ &= \frac{m(\text{gram})}{Mr} \times \frac{1000 \rho}{m} \\ &= \frac{\frac{65}{100} \times 1000 \times \rho}{Mr} \\ &= \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ gram/mL}}{63 \text{ gram/mol}} \\ &= 14,444 \text{ M} \end{aligned}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,444 \text{ M} \times V_1 = 7 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 48,463 \text{ mL}$$

L.3.2 Larutan HNO₃ 0,1 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,444 \text{ M} \times V_1 = 0,1 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = 3,461 \text{ mL}$$

L.3.3 Larutan NaOH 1 M dalam 100 mL

$$Mr = 40 \text{ gr/mol}$$

$$M = \frac{\text{mol}}{V(L)}$$

$$1 \text{ M} = \frac{\text{mol}}{0,1 \text{ L}}$$

$$= 0,1 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{m(g)}{Mr}$$

$$0,1 \text{ mol} = \frac{\text{mol}}{40 \text{ g/mol}}$$

$$m = 4 \text{ gram}$$

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRF pada Prekursor Limbah Bubut Besi

05-mei-2020 10:08:50

Sample results

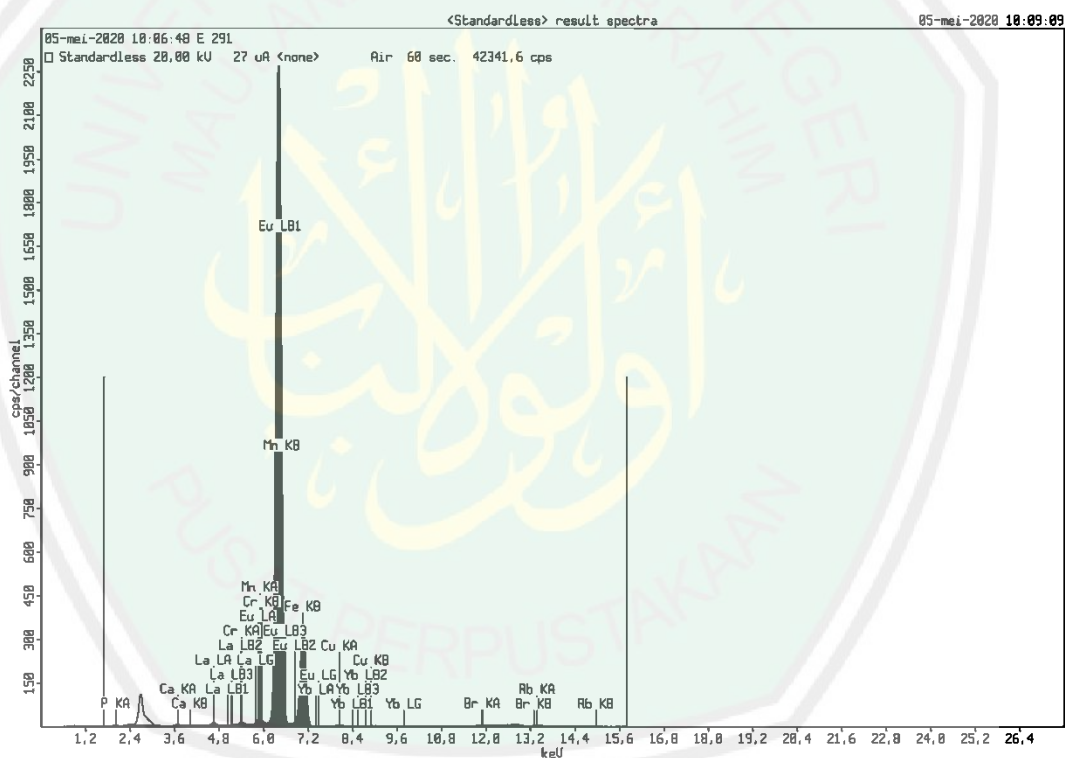
Page 1

Sample ident	
E	291

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	05-mei-2020 10:06:48
Position	4

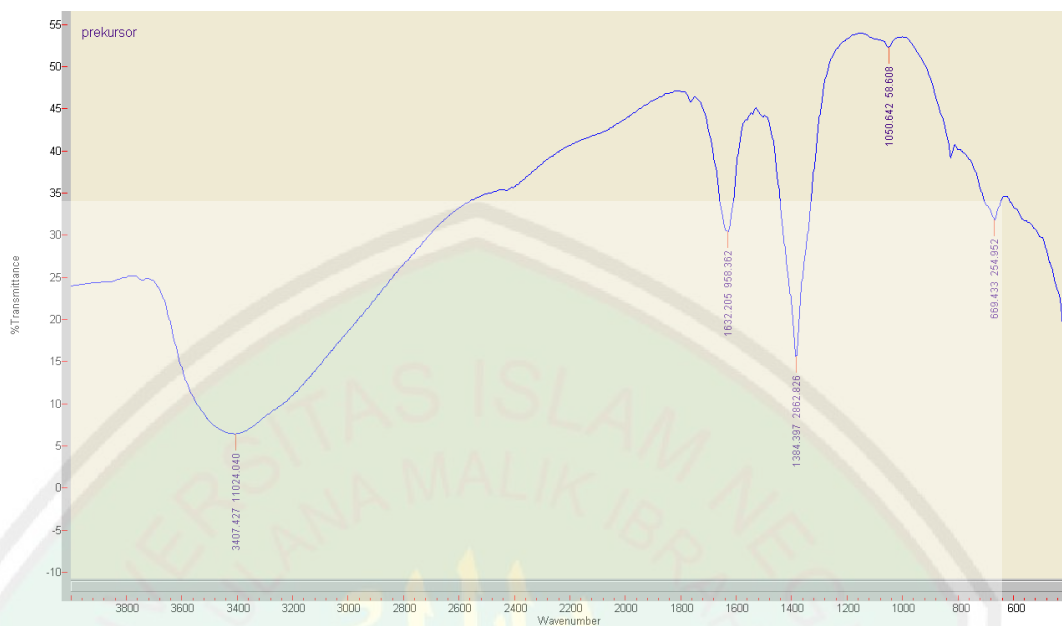
Compound	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Cu	Br	Rb	La	Eu	Yb
Conc	0,31	0,24	0,18	0,55	96,54	0,29	0,45	0,54	0,03	0,72	0,1
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Compound	P2O5	CaO	Cr2O3	MnO	Fe2O3	CuO	Br	Rb2O	La2O3	Eu2O3	Yb2O3
Conc	0,56	0,26	0,20	0,48	96,62	0,25	0,31	0,38	0,03	0,76	0,2
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%



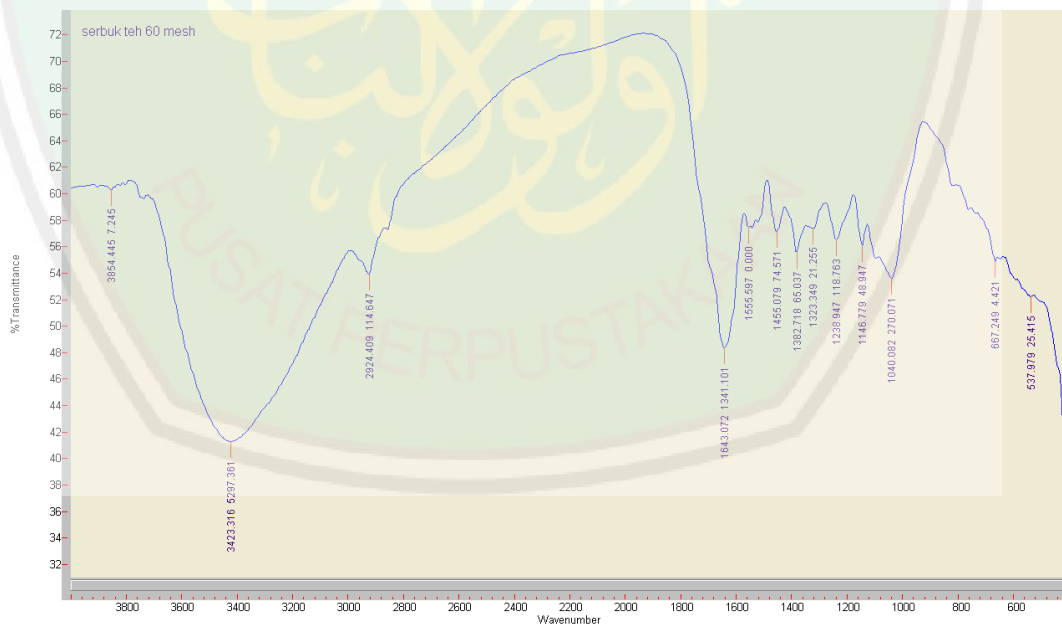
Gambar L.4.1 Unsur kimia yang terkandung dalam prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi FTIR
5.1 Hasil FTIR pada Prekursor Limbah Bubut Besi



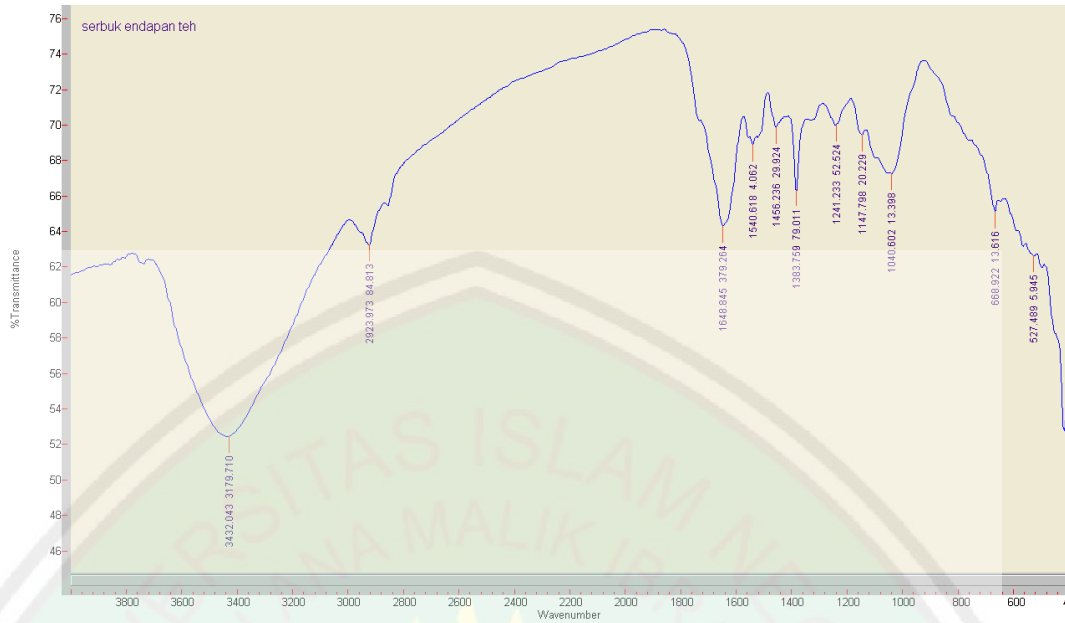
Gambar L.5.1 Hasil spektra FTIR pada prekursor limbah bubuk besi

5.2 Hasil FTIR pada Serbuk Teh Hijau Sebelum Ekstraksi



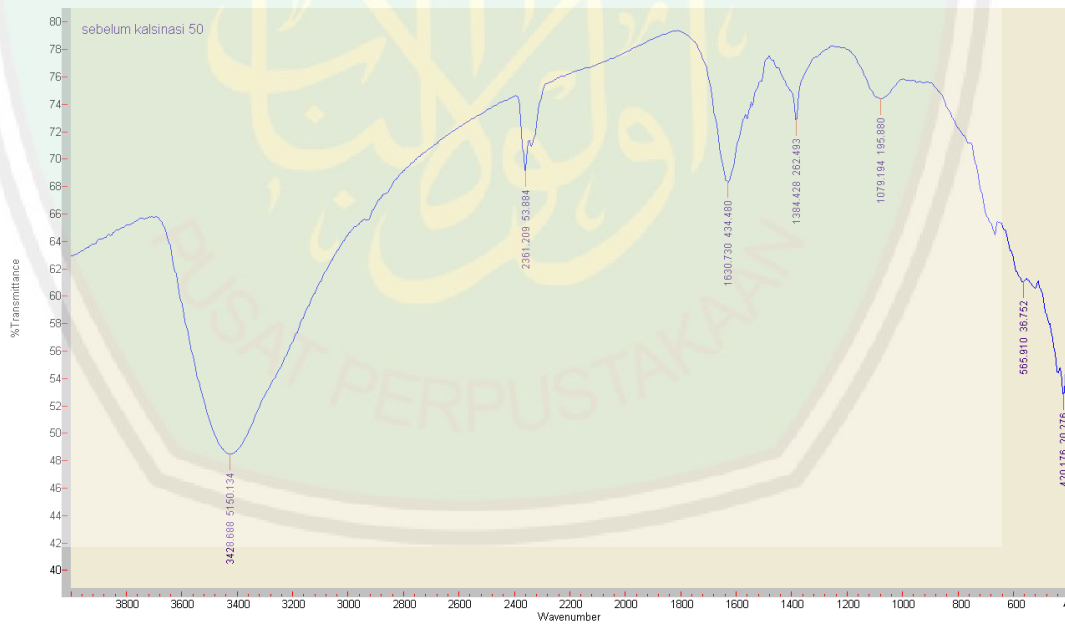
Gambar L.5.2 Hasil spektra FTIR pada serbuk daun teh hijau sebelum ekstraksi

5.3 Hasil FTIR pada Serbuk Endapan Teh Setelah Ekstraksi

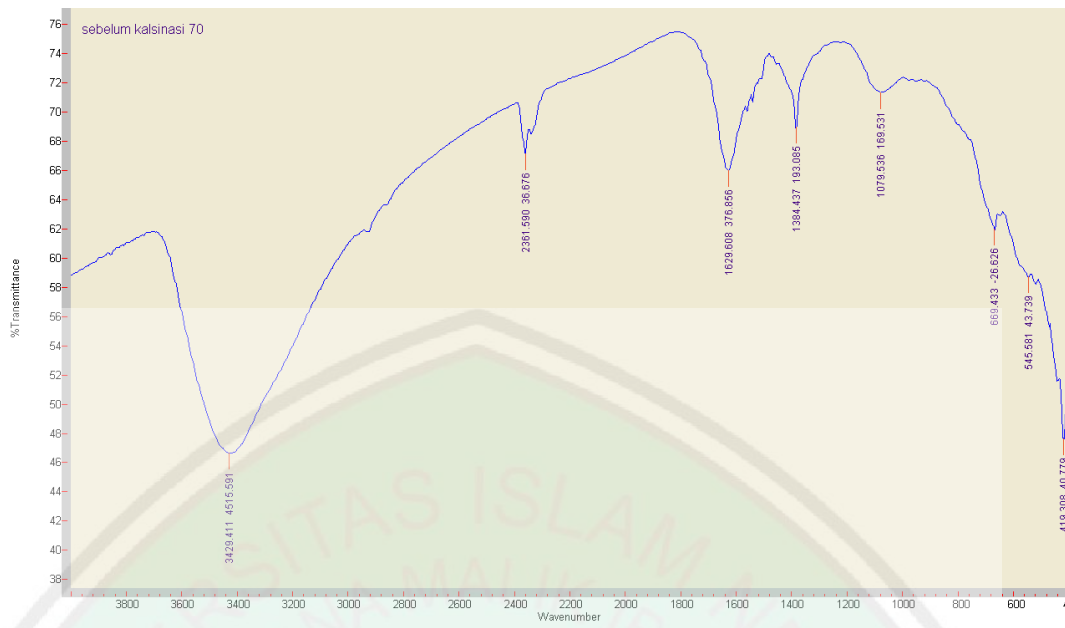


Gambar L.5.3 Hasil spektra FTIR pada serbuk daun teh hijau setelah ekstraksi

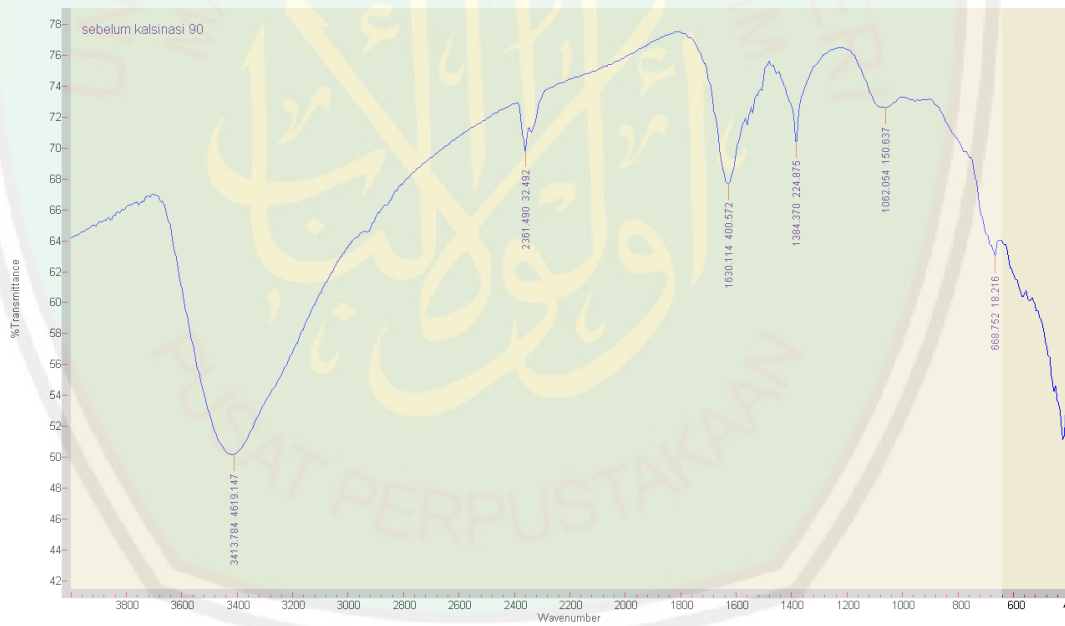
5.4 Hasil FTIR Sebelum Kalsinasi pada Variasi Suhu 50, 70 dan 90°C



Gambar L.5.4 Hasil spektra FTIR sampel sebelum kalsinasi pada variasi suhu 50°C

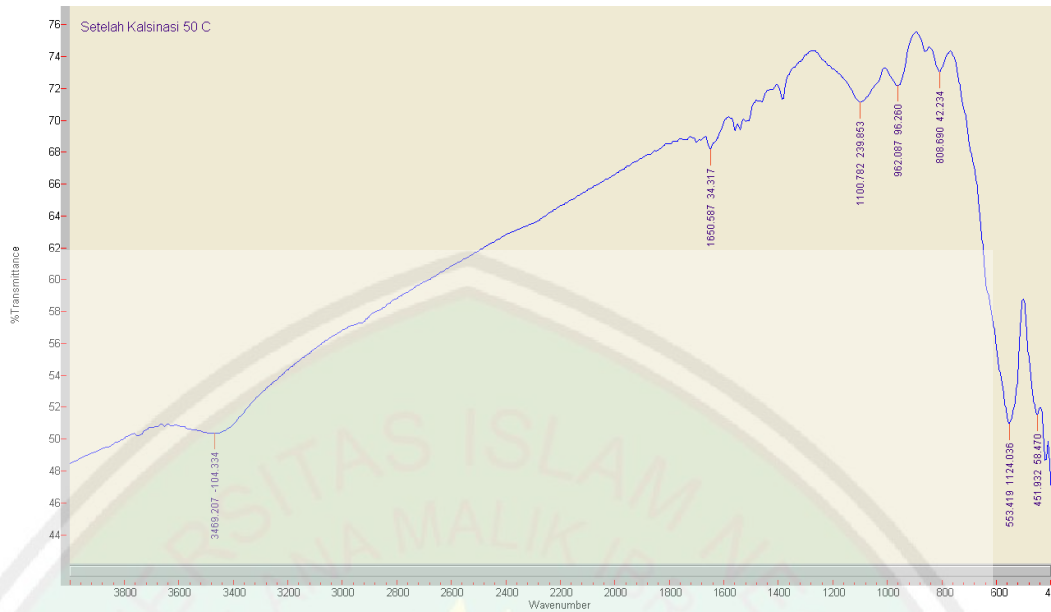


Gambar L.5.5 Hasil spektra FTIR sampel sebelum kalsinasi pada variasi suhu 70°C

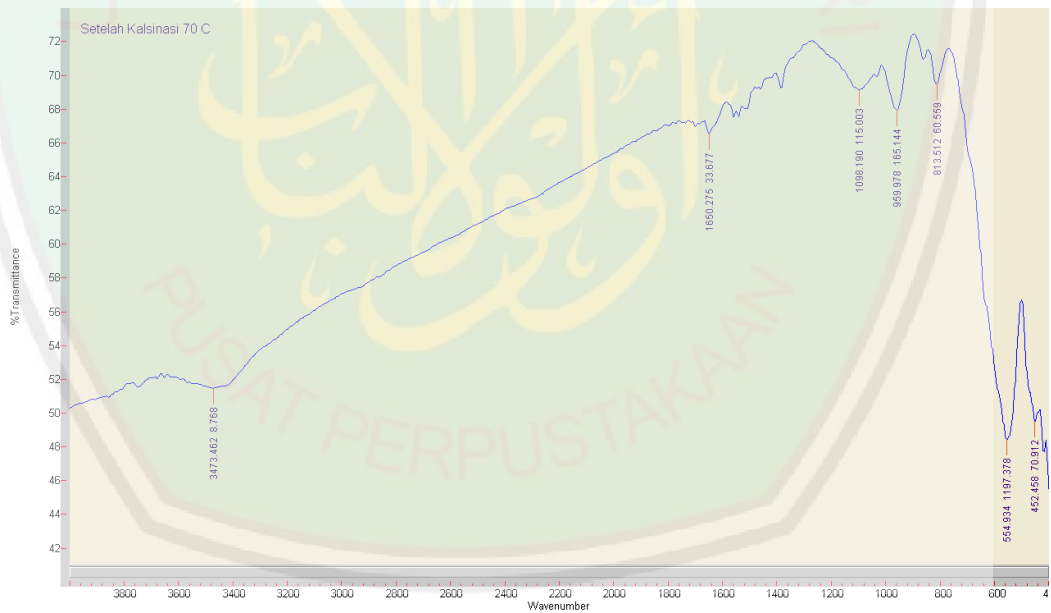


Gambar L.5.6 Hasil spektra FTIR sampel sebelum kalsinasi pada variasi suhu 90°C

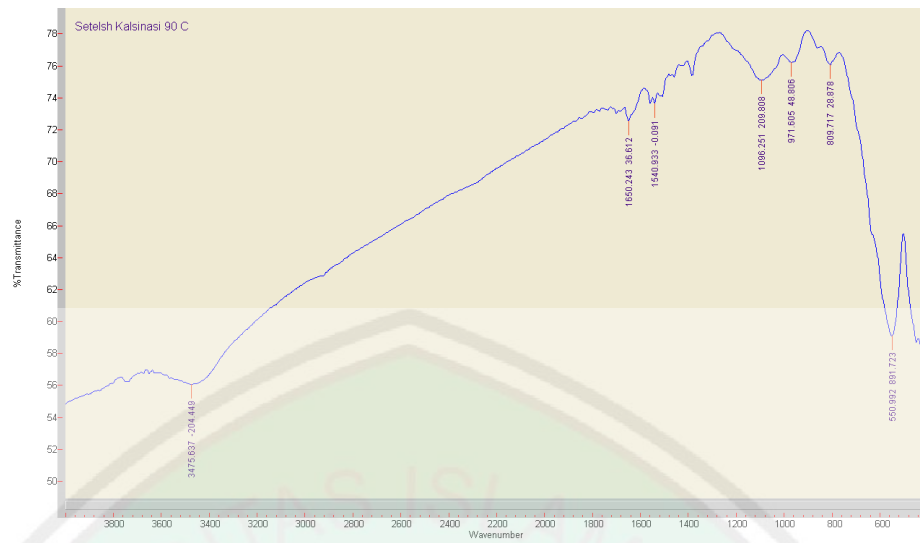
5.5 Hasil FTIR Setelah Kalsinasi pada Variasi Suhu 50, 70 dan 90°C



Gambar L.5.7 Hasil spektra FTIR sampel setelah kalsinasi pada variasi suhu 50°C



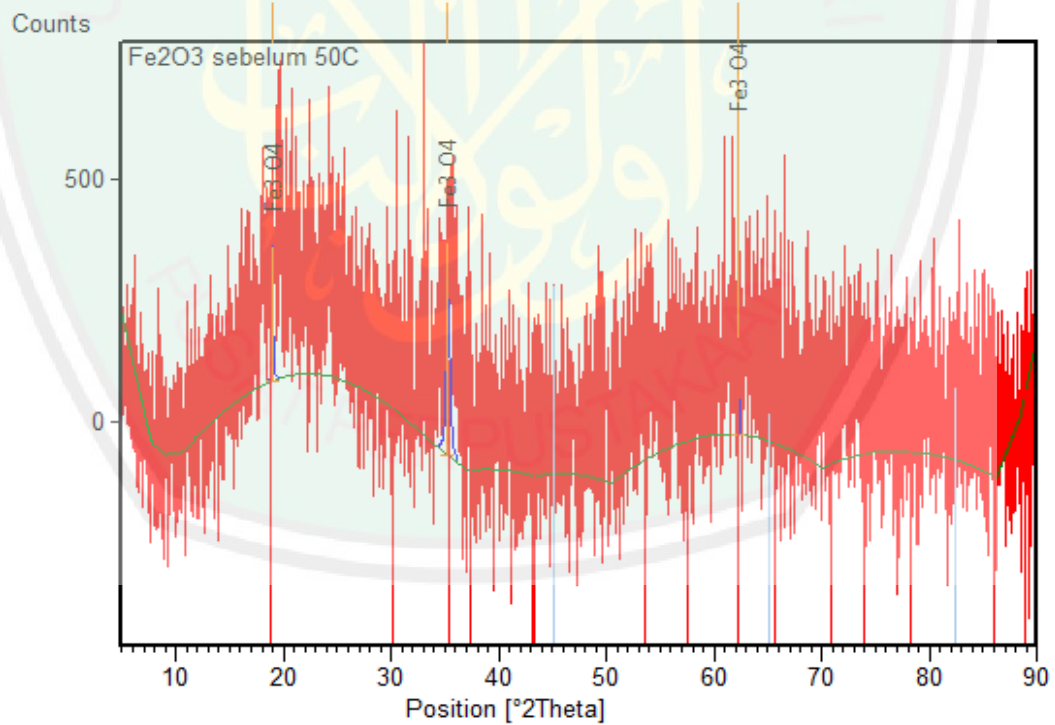
Gambar L.5.8 Hasil spektra FTIR sampel setelah kalsinasi pada variasi suhu 70°C



Gambar L.5.9 Hasil spektra FTIR sampel setelah kalsinasi pada variasi suhu 90°C

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD

6.1 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 50°C Sebelum Kalsinasi

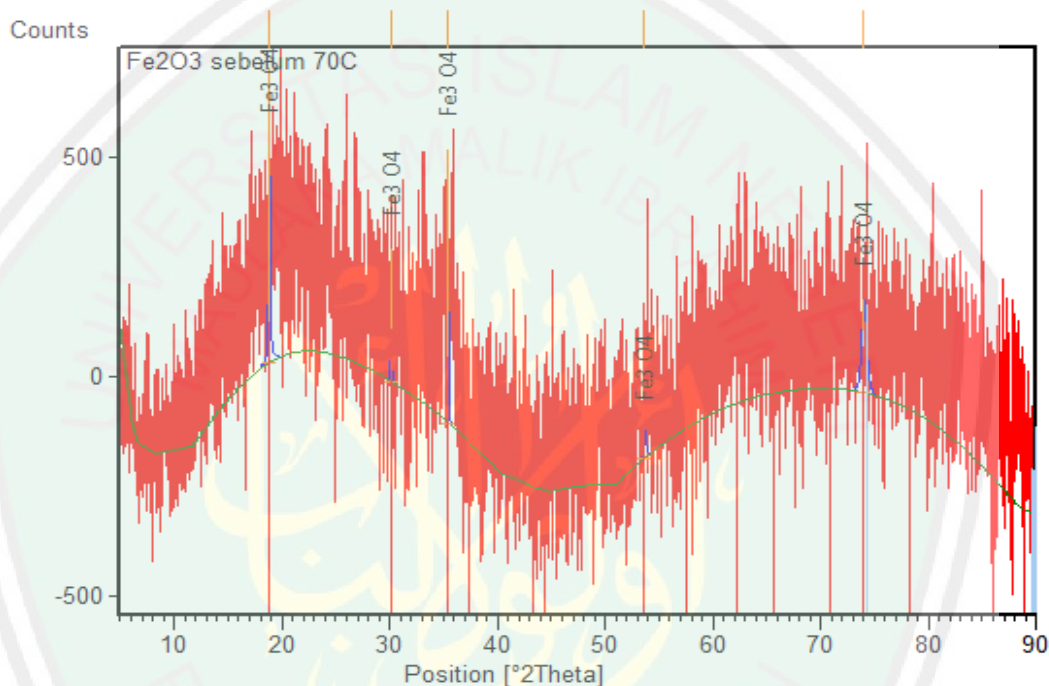


Gambar L.6.1 Difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 50°C sebelum kalsinasi

Tabel L.6.1 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 50°C sebelum kalsinasi

Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
18.9658	277.48	0.1181	4.67934	31.59
35.2783	440.90	0.3964	2.54417	50.19
62.1800	878.43	0.0100	1.49295	100.00

6.2 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 70°C Sebelum Kalsinasi

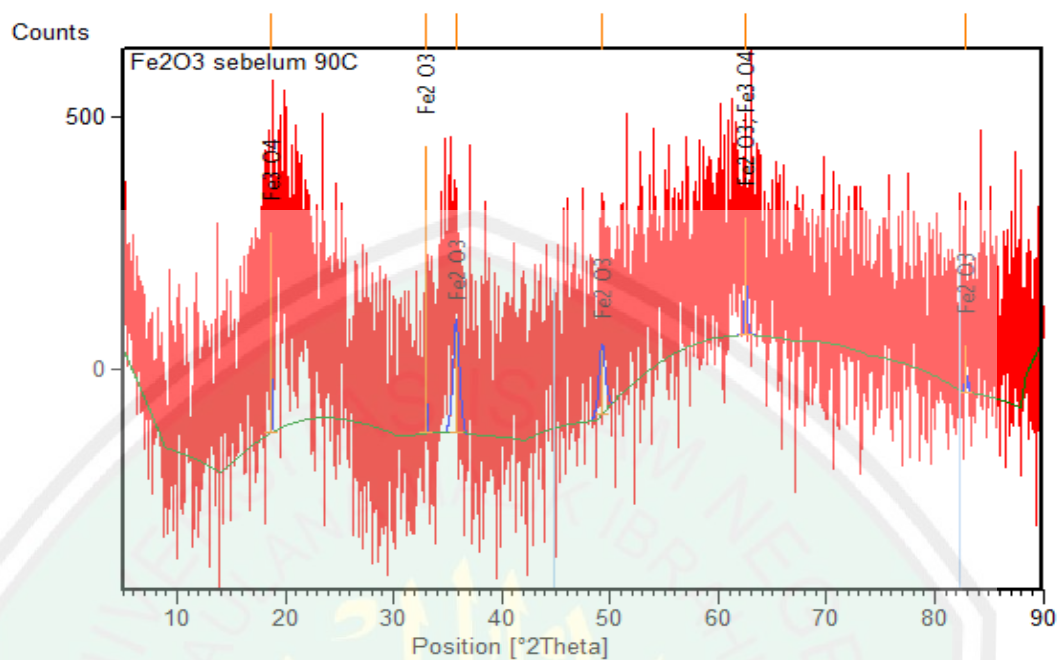


Gambar L.6.2 Difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 70°C sebelum kalsinasi

Tabel L.6.2 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 70°C sebelum kalsinasi

Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
18.8362	674.97	0.1827	4.71125	100
30.1021	304.05	0.0590	2.96880	45.05
35.4509	627.04	0.0656	2.53217	92.9
53.6553	59.07	0.1440	1.70681	8.75
73.9941	213.29	0.4674	1.28126	31.6

6.3 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit Variasi Suhu Sintesis 90°C Sebelum Kalsinasi

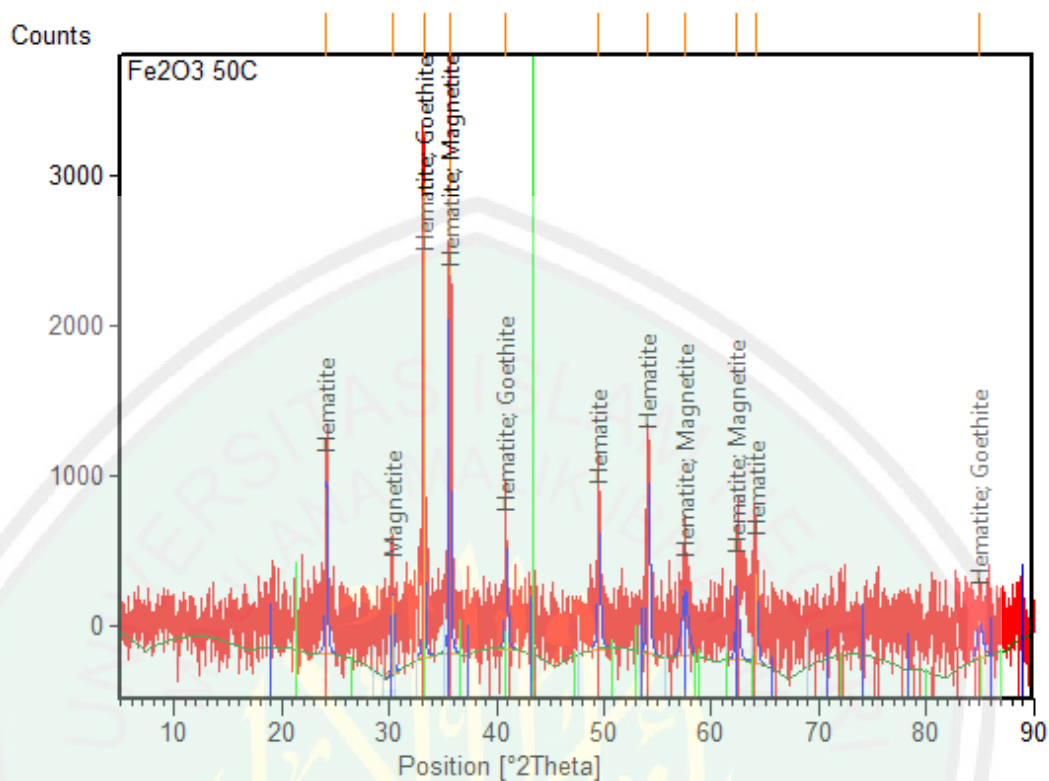


Gambar L.6.3 Difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 90°C sebelum kalsinasi

Tabel L.6.3 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 90°C sebelum kalsinasi

Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
18.7346	395.89	0.0233	4.73656	100
33.0215	566.57	0.0100	2.71270	61.52
35.7604	200.60	0.6298	2.51097	50.67
49.2122	128.06	0.6298	1.85153	32.35
62.4914	234.21	0.1264	1.48626	59.16
82.8000	93.13	0.0900	1.16577	45.76

6.4 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 50 C

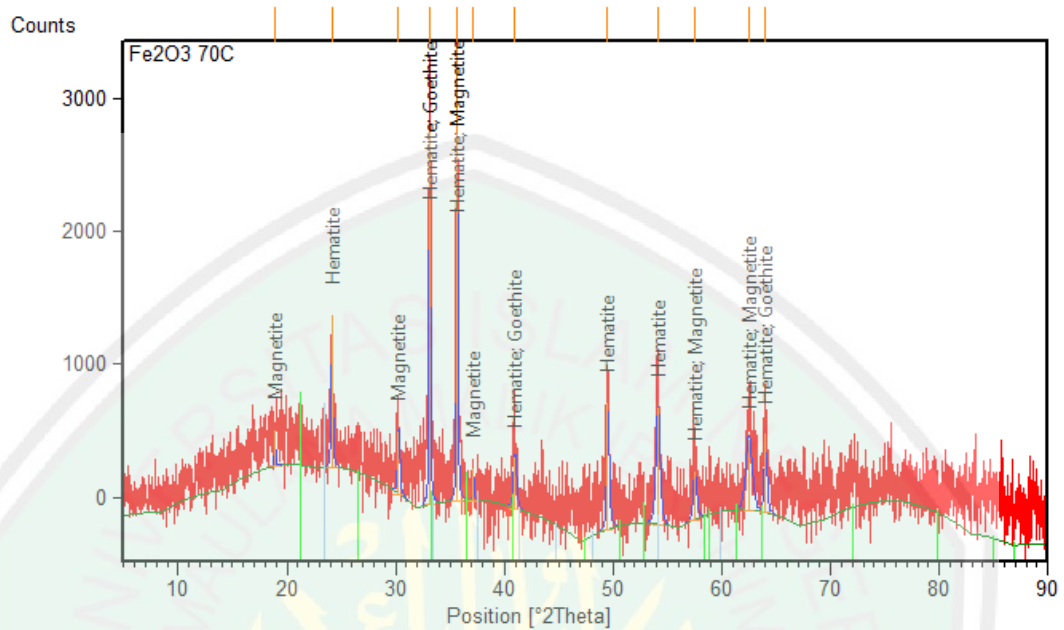


Gambar L.6.4 Daftar puncak yang muncul pada hematit suhu sintesis 50°C sesudah kalsinasi

Tabel L.6.4 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 50°C sesudah kalsinasi

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.176(17)	3.678(3)	821(83)	0.18(4)	258(17)	0.31(5)	3(2)
2	30.30(3)	2.947(3)	380(56)	0.20(4)	92(16)	0.24(8)	3(2)
3	33.119(13)	2.7027(10)	2282(138)	0.196(17)	666(22)	0.29(3)	0.6(2)
4	35.626(11)	2.5180(7)	2933(156)	0.180(12)	778(17)	0.27(2)	0.9(3)
5	40.820(16)	2.2088(8)	854(84)	0.07(2)	131(16)	0.15(3)	1.0(11)
6	49.47(5)	1.8410(19)	629(72)	0.32(5)	275(21)	0.44(8)	1.0(7)
7	54.11(3)	1.6935(7)	939(88)	0.29(3)	370(20)	0.39(6)	2.3(11)
8	62.49(3)	1.4852(7)	314(51)	1.04(10)	347(33)	1.1(3)	0.50(19)
9	63.964(14)	1.4543(3)	511(65)	0.28(4)	155(16)	0.30(7)	0.50(19)
10	84.873(15)	1.14156(1)	325(52)	0.14(3)	82(10)	0.25(7)	0.5(3)

6.5 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 70 C

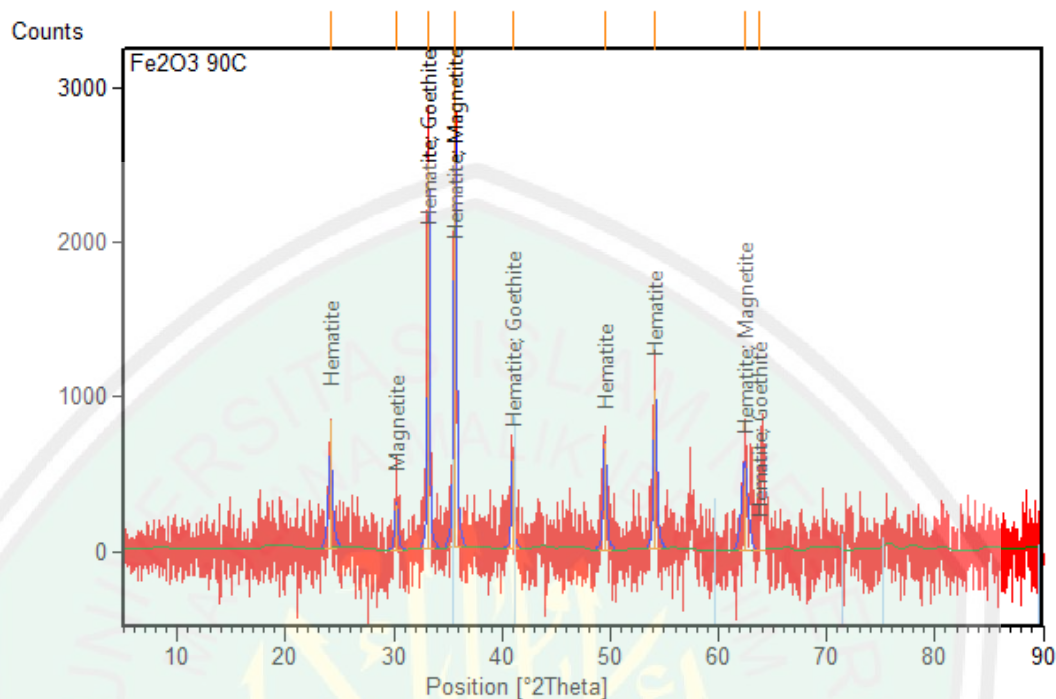


Gambar L.6.5 Daftar puncak yang muncul pada hematit suhu sintesis 70°C sesudah kalsinasi

Tabel L.6.5 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 70°C sesudah kalsinasi

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. deg	I(cps)	Int. W(deg)	Asym. Factor
1	18.900	4,69549	329,83	0.5818	-	-	-	-
2	22.79(10)	3.898(18)	306(50)	5.9(4)	3791(118)	12(2)	1.2(3)	
3	24.110(17)	3.688(3)	403(58)	0.22(5)	118(23)	0.29(10)	0.9(13)	
4	30.25(9)	2.952(8)	218(43)	0.23(7)	54(19)	0.25(13)	1.3(19)	
5	33.123(18)	2.7024(14)	2268(137)	0.202(16)	662(22)	0.29(3)	1.0(5)	
6	35.649(7)	2.5165(5)	2343(140)	0.200(10)	658(21)	0.28(3)	2.5(3)	
7	40.89(2)	2.2053(11)	307(51)	0.27(7)	87(23)	0.28(12)	3(4)	
8	49.500(10)	1.8399(4)	693(76)	0.21(3)	169(21)	0.24(6)	4(4)	
9	54.04(2)	1.6956(6)	923(88)	0.17(3)	276(19)	0.30(5)	1.0(8)	
10	57.397(12)	1.6041(3)	642(73)	0.10(3)	131(14)	0.20(4)	0.6(3)	
11	62.43(7)	1.4863(14)	472(63)	0.45(10)	398(29)	0.84(17)	0.6(4)	
12	63.99(2)	1.4538(5)	476(63)	0.32(4)	210(17)	0.44(9)	1.7(5)	

6.6 Hasil Karakterisasi Sampel Hematit 90 C



Gambar L.6.6 Daftar puncak yang muncul pada hematit suhu sintesis 90°C sesudah kalsinasi

Tabel L.6.6 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida hasil sintesis suhu 90°C sesudah kalsinasi

No.	2- theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(de g)	Int. deg)	I(cps W(deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.11(3)	3.688(4)	539(67)	0.17(7)	187(17)	0.35(8)	1.3(12)	
2	33.141(17)	2.7010(13)	2013(130)	0.21(2)	652(21)	0.32(3)	1.4(6)	
3	35.619(17)	2.5185(11)	2326(139)	0.234(15)	781(21)	0.34(3)	0.9(3)	
4	40.85(3)	2.2074(14)	539(67)	0.16(5)	157(17)	0.29(7)	0.9(8)	
5	49.46(3)	1.8414(9)	622(72)	0.20(5)	244(21)	0.39(8)	0.9(7)	
6	54.089(12)	1.6941(4)	982(90)	0.17(2)	310(17)	0.32(5)	1.3(4)	
7	62.47(3)	1.4855(6)	331(52)	1.00(10)	374(34)	1.1(3)	0.50(19)	
8	63.972(14)	1.4542(3)	529(66)	0.27(5)	163(16)	0.31(7)	0.50(19)	

Lampiran 7. Data Ukuran Kristal Hematit Hasil Sintesis

Ukuran kristal dapat diukur menggunakan persamaan Debye Scherrer(persamaan 3.3). Data untuk perhitungan ukuran kristal pada salah satu hasil sintesis hematit pada suhu 50 adalah:

$$\lambda (K\alpha) = 1,54060 \text{ (nm)}$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,202 \text{ rad} \longrightarrow \frac{0,202}{180} \times 3,14 = 0,00352$$

$$2\theta = 33,123$$

$$\theta = 16,5615$$

$$\cos \theta = 0,9585$$

sehingga ukuran kristal hematit sebesar:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,98 \times 1,54056}{0,00352 \times 0,9585} = 446,8034 \text{ \AA} = 44,68 \text{ nm}$$

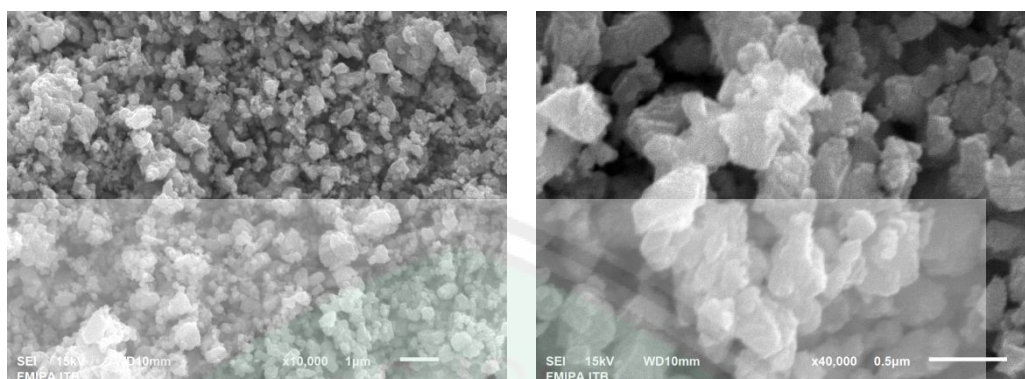
Perhitungan variasi lain dengan 2 theta yang berbeda dihitung dengan persamaan yang sama sehingga menghasilkan data sebagai berikut:

Tabel L.7.1 Ukuran kristal sampel hematit variasi suhu sintesis

Sampel		2 Theta	Ukuran Kristal (nm)
Sebelum Kalsinasi	Suhu 50°C	20,21	75,79
	Suhu 70°C	18,8362	47,99
	Suhu 90°C	62,5	73,32
Setelah Kalsinasi	Suhu 50°C	33,119	46,041
		35,626	50,475
	Suhu 70°C	33,123	44,679
		35,649	45,439
	Suhu 90°C	33,141	42,998
	35,619	38,829	

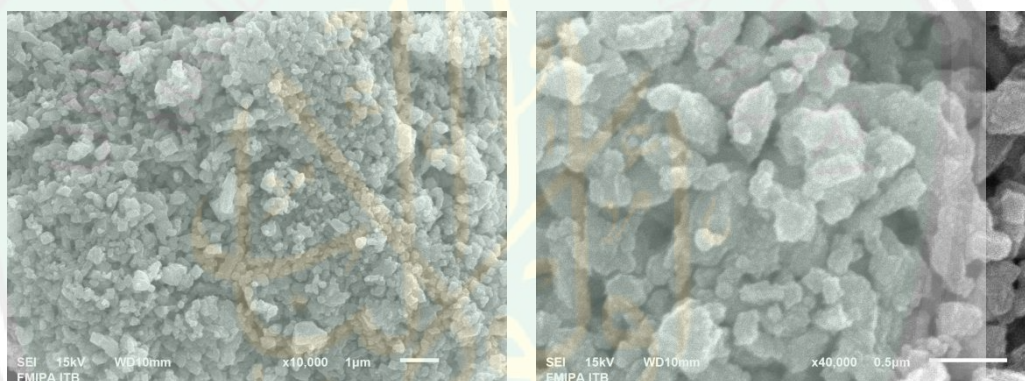
Lampiran 8. Hasil Karakterisasi SEM

8.1 Hasil SEM Sampel Hematit Suhu 50°C



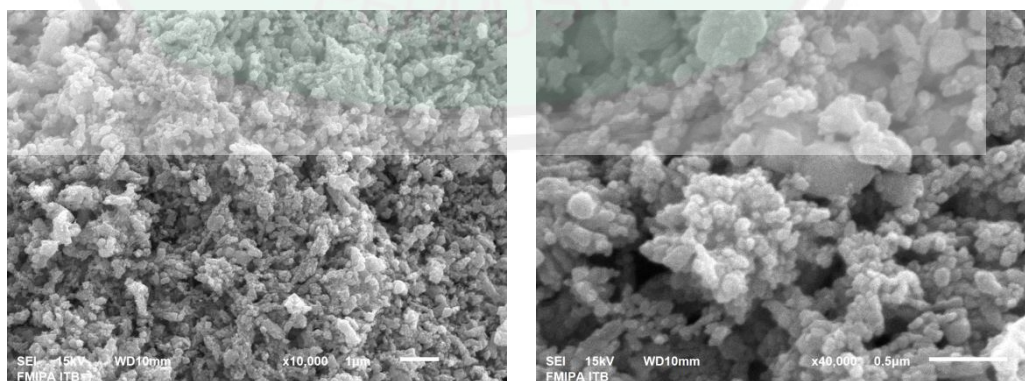
Perbesaran 10.000x
 Perbesaran 40.000x
 Gambar L.8.1 Mikrograf SEM hematit 50°C pada berbagai perbesaran

8.2 Hasil SEM Sampel Hematit Suhu 70°C



Perbesaran 10.000x
 Perbesaran 40.000x
 Gambar L.8.2 Mikrograf SEM hematit 70°C pada berbagai perbesaran

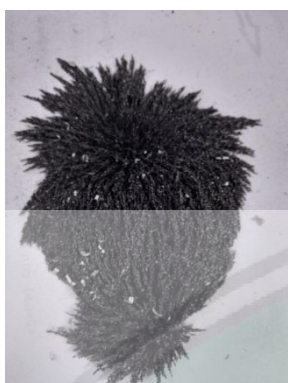
8.3 Hasil SEM Sampel Hematit Suhu 90°C



Perbesaran 10.000x
 Perbesaran 40.000x
 Gambar L.8.3 Mikrograf SEM hematit 90°C pada berbagai perbesaran

Lampiran 9. Dokumentasi

9.1 Preparasi Sampel

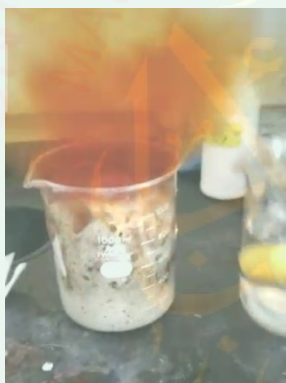


Gambar L.9.1 Limbah bubuk besi sebelum preparasi



Gambar L.9.2 Limbah bubuk besi setelah preparasi

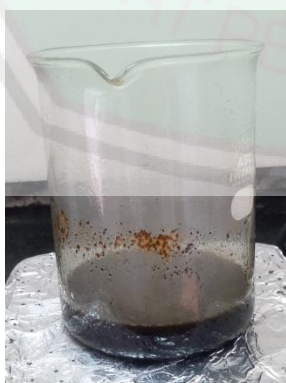
9.2 Pembuatan Prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$



Gambar L.9.3 Destruksi besi dengan 150 mL HNO_3 7M



Gambar L.9.4 Penyaringan prekursor



Gambar L.9.5 Pemanasan prekursor hingga kering



Gambar L.9.6 Prekursor yang telah kering



Gambar L.9.7 Endapan merah yang terbentuk ketika uji kualitatif

9.3 Ekstraksi Daun Teh Hijau dengan Metode Infusa



Gambar L.9.8 Daun teh hijau basah



Gambar L.9.9 Daun teh hijau setelah di oven dan diayak 60 mesh



Gambar L.9.10 Ekstraksi daun teh hijau



Gambar L.9.11 Penyaringan larutan teh



Gambar L.9.12 Hasil uji pH ekstrak teh



Gambar L.9.13 Endapan teh setelah diekstraksi dan dioven 40°C

9.4 Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dengan Variasi Suhu Sintesis



Gambar L.9.14 Larutan prekursor dalam 150 mL HNO₃ 0,1 M



Gambar L.9.15 Hasil uji pH prekursor + HNO₃ 0,1 M



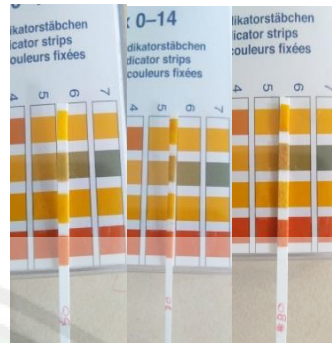
Gambar L.9.16 Campuran larutan prekursor dengan 90 mL ekstrak daun teh hijau



Gambar L.9.17 Hasil uji pH prekursor+ HNO₃ 0,1 M+ ekstrak daun teh hijau



Gambar L.9.18 Pemanasan dengan variasi sintesis 50, 70 dan 90°C



Gambar L.9.19 Uji pH larutan variasi 50, 70 dan 90°C yang dinetralkan dengan aquademin sampai pH 6



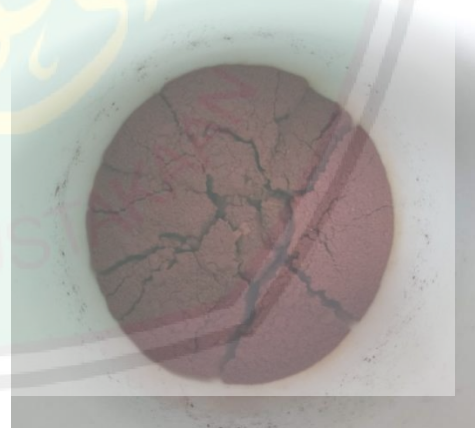
Gambar L.9.20 Endapan yang sudah di freezer



Gambar L.9.21 Endapan setelah di freeze drying



Gambar L.9.22 Endapan sebelum kalsinasi



Gambar L.9.23 Endapan setelah kalsinasi