

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN SIRIH HIJAU
(*Piper Betle* L.) DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN**

SKRIPSI

Oleh :
GINANJAR NOVANTO
NIM. 200603110021



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2024**

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN SIRIH HIJAU
(*Piper Betle* L.) DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN**

SKRIPSI

**Oleh :
GINANJAR NOVANTO
NIM. 200603110021**

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

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2024**

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN SIRIH HIJAU
(*Piper Betle* L.) DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN**

SKRIPSI

**OLEH:
GINANJAR NOVANTO
NIM. 200603110021**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 11 November 2024**

Pembimbing I



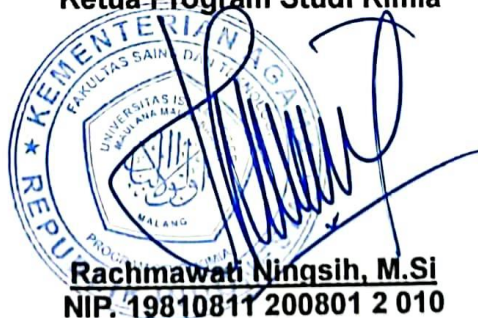
**Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 20192032 2 008**

Pembimbing II



**A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia**



**Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010**

**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN SIRIH HIJAU
(*Piper Betle* L.) DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN**

SKRIPSI

Oleh :
GINANJAR NOVANTO
NIM. 200603110021

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 11 November 2024

Ketua Penguji : Himmatul Baroroh, M.Si
NIP. 19750730 200312 2 001

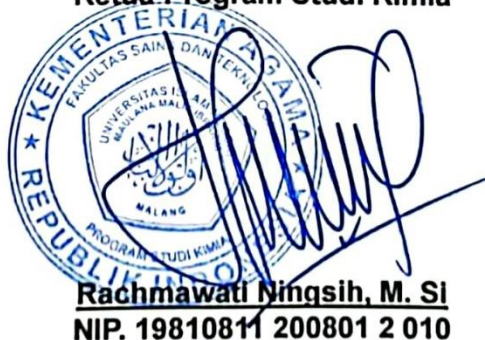
Anggota Penguji I : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIP. 19851225 202321 1 021

Anggota Penguji II : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 2019203 2 008

Anggota Penguji III : A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

(.....)
(.....)
(.....)
(.....)

Mengesahkan,
Ketua Program Studi Kimia


Rachmawati Ningsih, M. Si
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ginanjar Novanto

NIM : 200603110021

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle* L.) dengan Variasi Kecepatan Pengadukan

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan 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, 11 November 2024

Yang membuat pernyataan,



Ginanjar Novanto

NIM. 200603110021

MOTTO

"Sholawat adalah pintu keberkahan yang tak pernah tertutup."

~A~

"Kesuksesan adalah hasil dari ketekunan, bukan sekadar keberuntungan."

~Chat GPT~

HALAMAN PERSEMBAHAN

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

Orang tua saya tercinta, Bapak Agus Hariyono dan Ibu Anis Halimah.

Terima kasih atas dukungan dan cinta yang tak pernah terputus. Semoga setiap langkah dan doa yang kalian panjatkan menjadi berkah dalam setiap pencapaian ini.

Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si dan Bapak Achmad Ghanaim Fasya, M.Si selaku pembimbing yang dengan sabar memberikan arahan, nasihat dan ilmunya. Ibu Himmatul Baroroh, M.Si selaku ketua penguji serta dosen wali yang menuntun langkah-langkah kecilku menuju pengetahuan dan pemahaman. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku penguji utama, terima kasih telah membagi ilmu, arahan, dan kepercayaan yang tak ternilai dalam proses ini

Sahabat dan rekan seperjuangan Fakhri, Hakim, Yafi, Rama, Nada, Mira yang selalu menemani dalam suka dan duka, memberikan semangat, dukungan, dan tawa di setiap fase perjuangan ini. Terima kasih telah hadir dan menjadi bagian dari cerita ini.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi siapa saja yang membacanya dan menjadi bagian dari amal jariyah yang akan terus mengalir.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah segala puji syukur kehadirat Allah Swt. atas limpahan anugerah dan hidayah-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah proposal yang berjudul **“Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper betle* L.) dengan Variasi Kecepatan Pengadukan”**. Tak lupa sholawat dan salam kepada Nabi Muhammad saw. yang telah menjadi suri tauladan bagi kita semua. Dalam penyusunan proposal ini penulis mendapat banyak bimbingan, arahan, nasehat, bantuan serta dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H.M. Zainuddin, MA. selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si. selaku ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan penulisan proposal.
5. Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si. selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan kepada penulis.
6. Seluruh dosen dan laboran Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini dan penulis berharap semoga skripsi ini bisa memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya kepada penulis sendiri *Amin Ya Rabbal Alamin*.

Malang, 11 November 2024

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	iii
LEMBAR PENGESAHAN	v
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	vii
MOTTO	ix
HALAMAN PERSEMBAHAN	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR TABEL	xix
DAFTAR LAMPIRAN	xxi
ABSTRAK	xxiii
ABSTRACT	xxv
مستخلص البحث	xxvii
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 5
2.1 Hematit Sebagai Pigmen	5
2.2 Peran Daun Sirih Hijau Sebagai Agen Pengendap	7
2.3 Sintesis Hematit Menggunakan Metode Presipitasi	10
2.4 Pengaruh Variasi Pengadukan pada Sintesis Hematit	11
2.5 Tinjauan Alat	12
2.5.1 FTIR	12
2.5.2 XRD	13
2.5.3 SEM	14
2.5.4 Spektrofotometer UV-Vis	14
 BAB III METODE PENELITIAN	 17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat	17
3.2.2 Bahan	17
3.3 Rancangan Penelitian	17
3.4 Tahapan Penelitian	17
3.5 Prosedur Penelitian	18
3.5.1 Pembuatan Larutan FeCl_3	18
3.5.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau	18
3.5.3 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Kecepatan Pengadukan	18
3.6 Karakterisasi Hasil Sintesis	19
3.6.1 X-Ray Diffraction	19
3.6.2 FTIR	19
3.6.3 UV-Vis	19
3.6.4 SEM	19
3.7 Analisis Hasil Penelitian	20
3.7.1 Analisis Hasil XRD	20

3.7.2 Analisis Hasil FTIR	20
3.7.3 Analisis Hasil UV-Vis	20
3.7.4 Analisis Hasil SEM.....	20
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Ekstraksi Daun Sirih Hijau	21
4.2 Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe ₂ O ₃).....	23
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD.....	25
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR	27
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan UV-Vis	29
4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM	30
4.7 Pemanfaatan Pigmen Hematit dalam Prespektif Islam.....	31
BAB V PENUTUP	35
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran.....	35
DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal hematit	5
Gambar 2.2 Variasi warna pigmen dan distribusi ukuran partikel hematit komersil Bayferrox (a) 0,09 μm , (b) 0,3 μm , dan (c) 0,7 μm	6
Gambar 2.3 Daun sirih hijau	7
Gambar 2.4 Struktur senyawa tanin (a) tanin terhidrolisis (b) tanin terkondensasi	8
Gambar 2.5 Mekanisme kompleksasi dan reduksi pembentukan Fe_2O_3 oleh gugus galoil senyawa tannin	9
Gambar 2.6 Mekanisme reduksi Fe^{3+} oleh tanin	9
Gambar 2.7 Hasil XRD dan SEM pada sintesis hematit	10
Gambar 2.8 Pola XRD hematit	11
Gambar 2.9 Gambar SEM dari kristal tunggal $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	11
Gambar 2.10 Instrumentasi FTIR	12
Gambar 2.11 Model Difraksi Bragg	13
Gambar 2.12 Cara Kerja XRD	13
Gambar 2.13 Prinsip Kerja SEM	14
Gambar 2.14 Skema cara kerja spektrofotometer UV-Vis	15
Gambar 4.1 Ekstrak daun sirih hijau	21
Gambar 4.2 Hasil FTIR Ekstrak daun sirih hijau	21
Gambar 4.3 Hasil uji fitokimia ekstrak daun sirih hijau	22
Gambar 4.4 Reaksi antara tanin dengan FeCl_3	23
Gambar 4.5 Mekanisme Pembentukan $\nu\text{-FeOOH}$	24
Gambar 4.6 (a) Sebelum Kalsinasi (b) Setelah Kalsinasi	24
Gambar 4.7 Difraktogram hasil sintesis dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 750, dan 950 rpm	25
Gambar 4.8 Perbesaran pola difraksi sinar-x hasil sintesis	26
Gambar 4.9 Hasil FTIR hematit (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi	27
Gambar 4.10 Hasil Spektrofotometer UV-Vis	29
Gambar 4.11 Hasil karakterisasi SEM hematit kecepatan pengadukan 950 rpm	30
Gambar 4.12 Histogram pola distribusi ukuran partikel hematit kecepatan pengadukan 950 rpm	31

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit	5
Tabel 4.1 Intepretasi hasil spektra FTIR pada ekstrak daun sirih hijau	22
Tabel 4.2 Ukuran kristal hasil sintesis	25
Tabel 4.3 Parameter kisi kristal hasil sintesis	26
Tabel 4.4 Interpretasi spektra FTIR hasil sintesis sebelum kalsinasi	28

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	43
Lampiran 2. Diagram Alir	45
Lampiran 3. Perhitungan	46
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi FTIR	48
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRD.....	51
Lampiran 6. Hasil Refinement Produk Sintesis	53
Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis.....	54
Lampiran 8. Hasil Karakterisasi SEM.....	55
Lampiran 9. Hasil Analisis Menggunakan ImageJ	57

ABSTRAK

Novanto, G. 2024. **Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle L.*) Dengan Variasi Kecepatan Pengadukan**. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Kata kunci : daun sirih hijau, FeCl_3 , hematit, kecepatan pengadukan

Pigmen hematit merupakan salah satu pigmen oksida besi yang memiliki stabilitas kimia yang baik, daya tahan dan daya tutup baik, kuat dalam pewarnaan, dan nontoxic. Sintesis pigmen hematit dapat menggunakan bahan alam yang ramah lingkungan diantaranya daun sirih mengandung tanin, yang dapat berfungsi sebagai reduktor. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui struktur, ukuran partikel, dan panjang gelombang maksimum hematit serta untuk menganalisa struktur dari gugus fungsi ekstrak daun sirih hijau. Metode dalam penelitian ini adalah metode presipitasi dengan kecepatan pengadukan 550; 750; dan 950 rpm dilanjutkan kalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C . Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan UV-Vis sedangkan hasil sintesis terbaik dikarakterisasi menggunakan SEM. Hasil XRD menunjukkan bahwa pigmen hematite hasil sintesis berstruktur rhombohedral dengan kristalinitas tinggi serta berukuran kristal berturut-turut sebesar 31,1 nm; 32,2 nm; dan 31,6 nm. Hasil FTIR menunjukkan adanya serapan gugus fungsi hematit Fe-O pada bilangan gelombang 430 cm^{-1} dan 519 cm^{-1} . Pada spektrum UV-Vis, hematit menunjukkan absorbansi di wilayah ultraviolet pada panjang gelombang maksimum sekitar 327 dan 661 nm yang menunjukkan warna merah kecoklatan yang khas. Hasil SEM menunjukkan morfologi oktahedral dan sebagian kubik dengan rata-rata ukuran partikel sebesar $0,51\text{ }\mu\text{m}$.

ABSTRACT

Novanto, G. 2024. **Synthesis of Hematite Pigment ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Using Green Betel Leaf Extract (*Piper Betle* L.) with Variation of Stirring Speed**. Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Keywords : FeCl_3 , green betel leafes, hematite, stirring speed

Hematite pigment is an iron oxide pigment that has good chemical stability, good durability and coverage, strong in coloring, and nontoxic. Hematite pigment synthesis can use natural materials which doesn't damage the environment among them, betel leaves contain tannin, which can function as a reducing agent. The aim of this research is to determine the structure, particle size and maximum wavelength of hematite and to analyze the structure of the functional groups of green betel leaf extract. The method in this research is the precipitation method with a stirring speed of 550; 750; and 950 rpm followed by calcination for 3 hours at 750°C . The synthesis results were characterized using XRD, FTIR, and UV-Vis while the best synthesis results were characterized using SEM. The XRD results show that the synthesized hematite pigment has a rhombohedral structure with high crystallinity and successive crystal sizes of 31,1nm; 32,2nm; and 31,6 nm. FTIR results show that there is absorption of the Fe-O hematite functional group at wave numbers 430 cm^{-1} and 519 cm^{-1} . In the UV-Vis spectrum, hematite shows absorbance in the ultraviolet region at a maximum wavelength of around 327 and 661 nm which shows a characteristic red-brown color. SEM results showed octahedral and partially cubic morphology with an average particle size of $0.51\text{ }\mu\text{m}$.

نوفانتو، ج. ٢٠٢٤. تخليق صباغ الهيماتيت (FeCl_3) باستخدام مستخلص أوراق الفلفل الأخضر (شسي الفلفل الحلو) مع تنويع سرعة التحريك. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: ليليك مفتاح الخير، الماجستير، المشرفة الثانية: أ. غنائم فشا، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: (FeCl_3) كلوريد الحديد الثلاثي، أوراق الفلفل الأخضر، الهيماتيت، سرعة التحريك

يعدّ صباغ الهيماتيت أحد صبغات أكسيد الحديد، ويتميز بالاستقرار الكيميائي الجيد، وقوة التحمل، والقدرة على التغطية، والقوة اللونية العالية، كما أنه غير سام. يمكن تصنيع صباغ الهيماتيت باستخدام مواد طبيعية صديقة للبيئة، مثل أوراق نبات الفلفل التي تحتوي على التانين، والذي يعمل كمختزل. يهدف هذا البحث إلى دراسة التركيب، وحجم الجزيئات، والطول الموجي الأقصى للهيماتيت، بالإضافة إلى تحليل التركيب الوظيفي لمجموعات المستخلص من أوراق الفلفل الأخضر. تم استخدام طريقة الترسيب بسرعات تحريك ٥٥٠؛ ٧٥٠؛ ٩٥٠ rpm دورة في الدقيقة. تلتها عملية التكرس لمدة ٣ ساعات عند درجة حرارة ٧٥٠ °C. تم تحليل النتائج باستخدام تقنيات XRD، FTIR، UV-Vis، وتم تحليل أفضل النتائج باستخدام تقنية SEM. أظهرت نتائج XRD أن صباغ الهيماتيت الناتج يمتلك هيكلًا معينًا وبلورية عالية، بحجم بلوري قدره ٣١.١ nm؛ ٣٢.٢ nm؛ ٣١.٦ nm على التوالي. أظهرت نتائج FTIR وجود امتصاص لمجموعة Fe-O عند الأعداد الموجية ٤٣٠ cm^{-1} و ٥١٩ cm^{-1} . وفي طيف UV-Vis، أظهر الهيماتيت امتصاصًا في منطقة الأشعة فوق البنفسجية عند طول موجي أقصى بين ٣٢٧ و ٦٦١ nm، مما يدل على اللون الأحمر البني المميز. وبيّنت نتائج SEM أن لهيماتيت مورفولوجيا مكعبا وغير منتظم، بمتوسط حجم جزيئات قدره ٠.٥١ μm .

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) adalah salah satu dari 16 fasa murni oksida besi dalam bentuk oksida. Hematit telah diteliti secara luas karena termasuk besi oksida yang paling stabil, memiliki konduktivitas yang baik, keberadaan di alam sangat melimpah, nontoxic, 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). 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. 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).

Metode yang dapat digunakan untuk sintesis partikel hematit bermacam-macam, seperti sonikasi dan presipitasi (Chabib, 2017; Sahoo, 2010). Beberapa keunggulan metode presipitasi yaitu waktu persiapan yang singkat, biaya rendah, dan hasil sintesis melimpah, namun ukuran partikelnya masih besar dan beragam. Lassoued dkk. (2017) menunjukkan bahwa metode presipitasi untuk mensintesis hematit menghasilkan produk dengan kristalinitas tinggi. Berdasarkan data *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan puncak yang tajam dan sempit serta ukuran partikel 21 nm. Septiyana dkk. (2013) melakukan sintesis pigmen hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) menggunakan metode presipitasi dilanjutkan kalsinasi 500°C dan 800°C dengan rata-rata ukuran kristalit sebesar 40 nm dan 41 nm. Delmifiana dan Astuti (2013) mensintesis besi oksida menggunakan sonikasi memperoleh ukuran kristal beragam berturut-turut sebesar 58,7 nm ; 41,6 nm ; dan 55,9 nm.

Sintesis besi oksida melibatkan bahan yang bisa bertindak sebagai reduktor (Zulaicha, dkk., 2020). Selama ini para peneliti menggunakan reduktor seperti NaBH_4 , asam sitrat dan NaOH . Reduktor ini sangat berbahaya bila tercemar di lingkungan. Penggunaan organisme biologis dan ekstrak tanaman dapat menjadi alternatif yang ramah lingkungan untuk pembuatan oksida besi. Menurut Ahmmad dkk. (2013), ekstrak tanaman dapat berasal dari tanaman dan bumbu rempah-rempah yang mengandung antioksidan tinggi. Daun sirih hijau adalah salah satu tanaman dengan antioksidan tinggi, dengan aktivitas antioksidan yang sangat aktif sebesar 2,0375 g/mL. Ekstrak daun sirih merah memiliki aktivitas antioksidan yang sangat aktif dengan nilai IC_{50} sebesar 50,1187 $\mu\text{g/mL}$, yang menunjukkan bahwa aktivitas antioksidan daun sirih hijau lebih tinggi daripada ekstrak daun sirih merah (Zulfah, 2021). Daun sirih hijau juga mengandung senyawa-senyawa aktif seperti flavonoid, tanin, alkaloid, dan senyawa lain yang memiliki sifat redoks (Sadih, dkk., 2022). Sifat-sifat ini memungkinkan ekstrak daun sirih hijau untuk berinteraksi dengan senyawa besi, seperti FeCl_3 , yang

digunakan sebagai bahan dalam sintesis hematit. Senyawa-senyawa aktif dalam daun sirih hijau dapat berperan sebagai agen reduktor dalam reaksi redoks dengan senyawa besi tersebut. Yoonus dkk. (2021) telah mensintesis hematit menggunakan ekstrak daun sirih hijau sebagai reduktor dan menghasilkan hematit dengan kristalinitas yang tinggi tetapi terdapat kekurangan yaitu adanya pengotor yang menyebabkan hasil sintesis tidak murni hematit. Metode *green synthesis* dengan menggunakan daun sirih hijau selain digunakan sebagai agen reduktor juga menghasilkan limbah yang lebih ramah lingkungan daripada penggunaan bahan kimia sebagai reduktor. Sebagaimana firman Allah dalam surat al A'raf ayat 56.

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ

Artinya: *“Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah (diciptakan) dengan baik. Berdo'alah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang yang berbuat kebaikan.”*

Tafsir Ibnu Katsir memberikan penjelasan bahwa pada ayat tersebut Allah Swt. melarang perbuatan yang menimbulkan kerusakan di bumi dan hal-hal yang membahayakan kelestariannya. Karena sesungguhnya apabila terjadi kerusakan di bumi, maka hal tersebut akan membahayakan semua hamba Allah (Abdullah, 2003). Kerusakan ini dapat berasal dari penggunaan bahan-bahan kimia yang dapat mencemari lingkungan. Seiring berjalannya waktu sumber daya alam yang berasal dari tumbuhan tidak hanya dimanfaatkan sebagai obat-obatan saja, tumbuhan juga dapat dimanfaatkan sebagai agen pereduksi dalam proses sintesis (Saif, dkk., 2016). Salah satu tumbuhan yang dapat dijadikan agen pereduksi adalah daun sirih hijau, daun sirih hijau mengandung senyawa aktif tanin yang memiliki aktivitas antioksidan yang dapat mereduksi ion besi. Penggunaan daun sirih hijau dalam sintesis pigmen hematit ini dapat meminimalisir pencemaran lingkungan.

Kualitas pigmen hematit hasil sintesis dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya yaitu metode dan kondisi sintesis pigmen, dimana faktor tersebut dapat berdampak pada struktur, ukuran partikel, dan bentuk partikel dari produk yang dihasilkan (Nisa, dkk., 2019). Menurut Gilbert dkk. (2008) kecepatan pengadukan dapat mempengaruhi ukuran partikel, semakin besar kecepatan pengadukan maka ukuran partikel yang dihasilkan juga akan semakin kecil. Distribusi ukuran partikel juga mempengaruhi warna pigmen. Semakin kecil ukuran partikel hematit maka warna yang dihasilkan akan semakin terang (Lanxess, 2015). Yusoff dkk. (2018) telah mensintesis besi oksida menggunakan variasi kecepatan pengadukan 300 hingga 1100 rpm menghasilkan ukuran kristal yang semakin menurun secara linier dari 13,25 menjadi 9,64 nm. Nisa (2018) telah mensintesis besi oksida dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 650, 750, dan 850 rpm yang menghasilkan ukuran partikel 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. Dari data yang diperoleh, dapat diketahui kecepatan

pengadukan yang baik untuk sintesis besi oksida adalah pada kecepatan tinggi untuk mendapatkan ukuran partikel yang kecil dan menghasilkan warna pigmen yang bagus.

Pada penelitian kali ini akan mensintesis hematit menggunakan agen pengendap dari ekstrak daun sirih hijau. Metode yang digunakan ialah presipitasi-kalsinasi dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 750, dan 950 rpm. Ekstrak daun sirih yang dibuat di karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Hasil sintesis berupa serbuk dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), UV-Vis dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana gugus fungsi ekstrak daun sirih hijau?
2. Bagaimana pengaruh variasi kecepatan pengadukan terhadap struktur, ukuran kristal, dan panjang gelombang hematit?
3. Bagaimana hasil karakterisasi SEM pada produk pigmen hasil sintesis terbaik?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui gugus fungsi ekstrak daun sirih hijau
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi kecepatan pengadukan terhadap struktur, ukuran kristal, dan panjang gelombang hematit
3. Untuk mengetahui hasil karakterisasi SEM pada produk pigmen hasil sintesis terbaik

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Variasi kecepatan pengadukan yang digunakan adalah 550, 750, dan 950 rpm
2. Metode yang digunakan yaitu metode presipitasi-kalsinasi
3. Sampel daun sirih hijau yang diambil dari Kota Malang
4. Suhu presipitasi yang digunakan sebesar 90°C selama 1 jam
5. Suhu kalsinasi sebesar 750°C selama 3 jam

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah dilakukan penelitian ini yaitu dapat 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

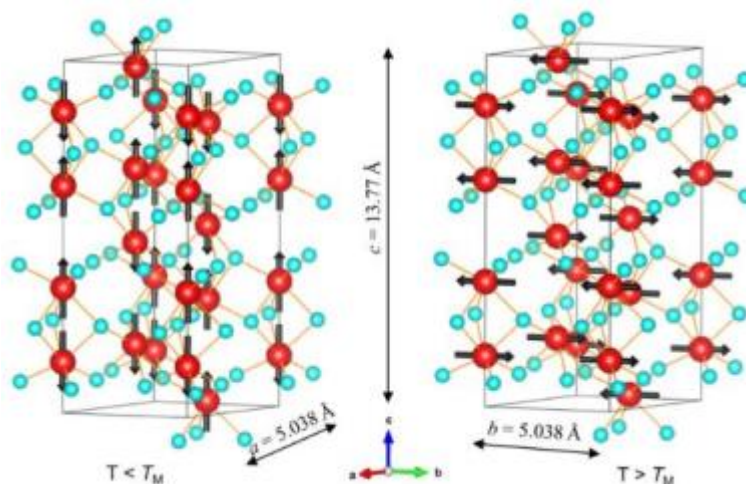
2.1 Hematit Sebagai Pigmen

Hematit merupakan salah satu besi oksida yang paling stabil secara termodinamika (Abdulkadir dan Aliyu, 2013) hematit memiliki struktur korundum dalam sel satuan heksagonal yang sesuai dengan grup ruang $R\bar{3}c$ dengan parameter kisi $a=b=5,0346 \text{ \AA}$, dan $c=13,752 \text{ \AA}$ (Pangestuti, dkk., 2017; Kraushofer, dkk., 2018). Hematit bersifat antiferomagnetik pada suhu $< 260\text{K}$ dan menjadi feroseparator lemah pada suhu $> 260\text{K}$, sehingga memiliki koersivitas yang tinggi dan digolongkan sebagai magnet keras (Pangestuti, dkk., 2017). Ferihidrit merupakan fasa transisi dari hematit yang memiliki struktur yang hampir sama dengan hematit. Ion OH^- pada struktur ferihidrit dan ion O^{2-} pada struktur hematit sama-sama menempati situs *hexagonal close packed* (hcp), ion Fe^{3+} pada struktur ferihidrit menempati selitan tetrahedral sedangkan pada struktur hematit menempati selitan oktahedral (Cudennec dan Andre, 2006). Data kristalografi hematit telah disajikan pada Tabel 2.1 dan gambar struktur hematit ditampilkan pada Gambar 2.1.

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rombohedral, heksagonal
Grup ruang	$R\bar{3}cH$
Parameter kisi (nm)	$a=0,50346$, $c=1,3752$ (heksagonal) $aRb=0,5427$, $\alpha=55,3^\circ$ (rhombohedral)
Kemagnetan	Feromagnetik yang lemah atau antiferomagnetik
Kekerasan	6,5
Titik leleh ($^\circ\text{C}$)	1350
Warna	Merah kecoklatan
volume sel (V)	$a \times b \times c = 349.553 \text{ \AA}^3$
sudut kristalografi	$\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$
Rasio a:c	1:2,734

Sumber: (Cornell dan Schwertmann, 2003; Pangestuti, dkk., 2017)

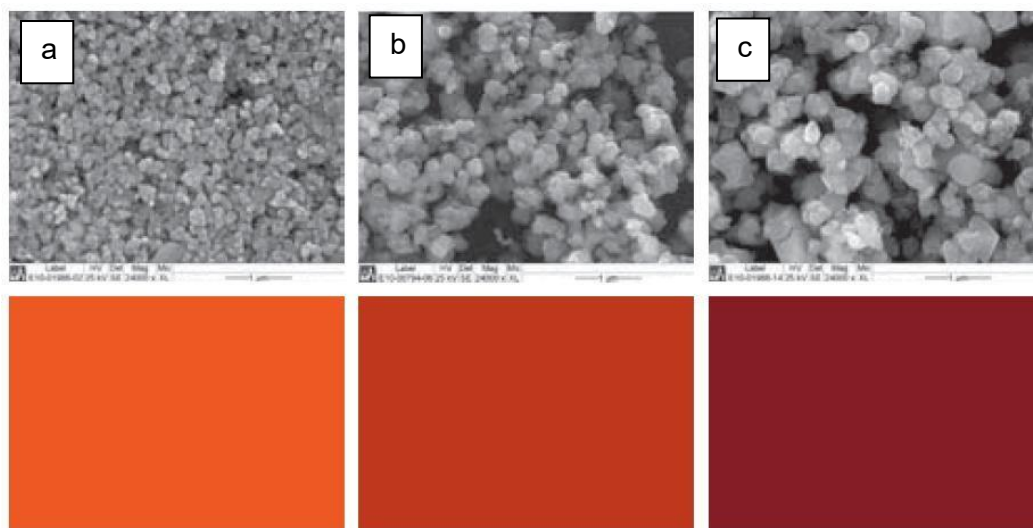


Gambar 2.1 Struktur kristal hematit (Jiang dkk., 2022)

Struktur hematit tersusun atas ion oksigen yang dikemas rapat secara heksagonal. Dua pertiga celah kisi oktahedral diisi oleh ion Fe^{3+} yang tersusun teratur dengan dua tempat terisi diikuti oleh satu tempat kosong sepanjang sumbu [001] untuk membentuk cincin enam kali lipat pada bidang (001). Susunan kation menghasilkan pasangan $\text{Fe}(\text{O})_6$ oktahedra yang berdekatan. Setiap oktahedra berbagi tepi dengan tiga oktahedra tetangga di bidang yang sama dan satu sisi dengan oktahedron di bidang yang berdekatan (Jiang, dkk., 2022).

Industri cat merupakan industri yang memanfaatkan pigmen sebagai salah satu komponen dasar. Fungsi pigmen dalam pembuatan cat adalah sebagai pewarna dan daya tutup (hiding power) pada cat (Septityana, dkk., 2013). Beberapa keunggulan dari pigmen hematit antara lain lebih ramah lingkungan, nontoxicity, stabilitas kimia, kuat dalam pewarnaan, daya tutup dan daya tahan yang baik sehingga mempunyai karakteristik pigmen yang unggul (Sobirin, dkk., 2015). Standar nilai warna hematit L^* berkisar 25-45, C^* berkisar 9-42 dan H° berkisar 21-57 dengan nilai rata-rata L^* , C^* , H° berturut-turut adalah 37, 29, 42 (Cornell dan Schwertmann, 2003).

Variasi warna pigmen hematit dipengaruhi oleh distribusi ukuran partikelnya. Semakin kecil ukuran partikel hematit maka warna yang dihasilkan akan semakin terang. Warna pigmen yang dihasilkan dengan perbedaan ukuran partikel hematit komersil yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Variasi warna pigmen dan distribusi ukuran partikel hematit komersil Bayferrox (a) 0,09 μm , (b) 0,3 μm , dan (c) 0,7 μm (Lanxess Energizing Chemistry, 2015)

Warna pigmen hematit adalah merah sampai merah kecoklatan, hal itu dipengaruhi oleh distribusi ukuran partikelnya. Semakin kecil ukuran partikelnya maka kecerahan warna pigmen yang dihasilkan akan semakin meningkat. Penurunan ukuran partikel menyebabkan perbedaan pada warna pigmen hematit yang dihasilkan, hal itu dikarenakan oleh adanya efek *quantum confinement*. Partikel yang berukuran kecil akan mengalami perubahan sifat elektron dan optik. Perubahan tersebut menyebabkan elektron dari kontinu menjadi diskrit, akibatnya

energi bandgap meningkat dan menyebabkan warna yang dihasilkan semakin transparan (Shevell, 2003).

2.2 Peran Daun Sirih Hijau Sebagai Agen Pengendap

Daun sirih mengandung minyak atsiri, alkaloid, flavonoid, fenol dan steroid (Nitasari, D. 2019). Terdapat pula katekin dan tannin yang termasuk senyawa polifenol (Damayanti, 2005). Kandungan kimia utama yang memberikan ciri khas daun sirih adalah minyak atsiri. Selain minyak atsiri, senyawa lain yang menentukan mutu daun sirih adalah vitamin, asam organik, asam amino, gula, tanin, lemak, pati, dan karbohidrat. Komposisi minyak atsiri terdiri dari senyawa fenol, turunan fenol propenil (sampai 60%). Komponen utamanya eugenol (sampai 42,5 %), karvakrol, chavikol, kavibetol, alilpirokatekol, kavibetol asetat, alilpirokatekol asetat, sinoel, estragol, eugenol, metileter, p-simen, karyofilen, kadinen, dan senyawa seskuiterpen (Handoyo, 2020).



Gambar 2.3 Daun sirih hijau

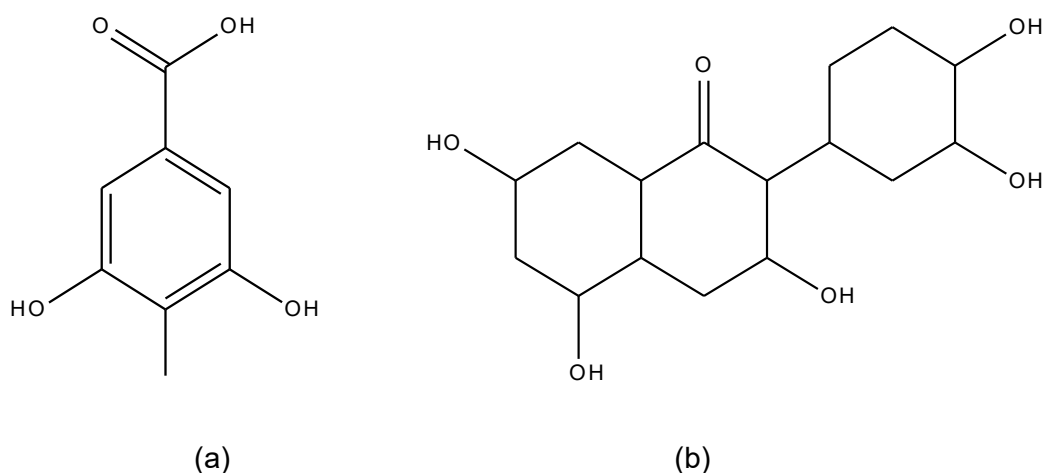
Salah satu unsur dari polifenol ialah katekin, yang terdiri dari beberapa senyawa kompleks diantaranya katekin (C) 0,5-1%, epikatekin (EC) 1-3%, epikatekin galat (ECG) 2-4%, epigalokatekin (EGC) 4-7%, epigalokatekin galat (EGCG) 5-14% dan galokatekin (GC) 1-2% (Zhen, dkk., 2002). Daun sirih hijau juga mengandung tanin (0,1-1,3 %), minyak esensial (0,08-0,2 %), dan alkaloid (Pradhan, dkk., 2013). Beberapa penelitian telah menunjukkan bahwa daun sirih hijau juga memiliki sifat-sifat kesehatan yang bermanfaat, termasuk aktivitas antioksidan dan antimikroba. Peran tumbuhan tidak lepas dengan kehidupan manusia mulai dari sumber makanan, penghasil oksigen, obat-obatan hingga bahan bangunan dan lain-lainnya. Manfaat tumbuhan telah dijelaskan Allah dalam firman-Nya dalam surah 'Abasa ayat 27-32 sebagai berikut :

فَأَنْبَتْنَا فِيهَا حَبًّا ۚ ٢٧ وَعِنَبًا وَقَضْبًا ۚ ٢٨ وَزَيْتُونًا وَنَخْلًا ۚ ٢٩ وَحَدَائِقَ غُلْبًا ۚ ٣٠ وَفَكَّهَةً وَأَبْجًا ۚ ٣١ مَتَّعًا لَّكُمْ وَلِأَنْعَمِكُمْ ۚ ٣٢

Artinya : “(27) lalu di sana Kami tumbuhkan biji-bijian (28) dan anggur dan sayur-sayuran (29) dan zaitun dan pohon kurma (30) dan kebun-kebun (yang) rindang (31) dan buah-buahan serta rerumputan (32) (Semua itu) untuk kesenanganmu dan untuk hewan-hewan ternakmu (Q.S. 'Abasa[80]: 27- 32)”

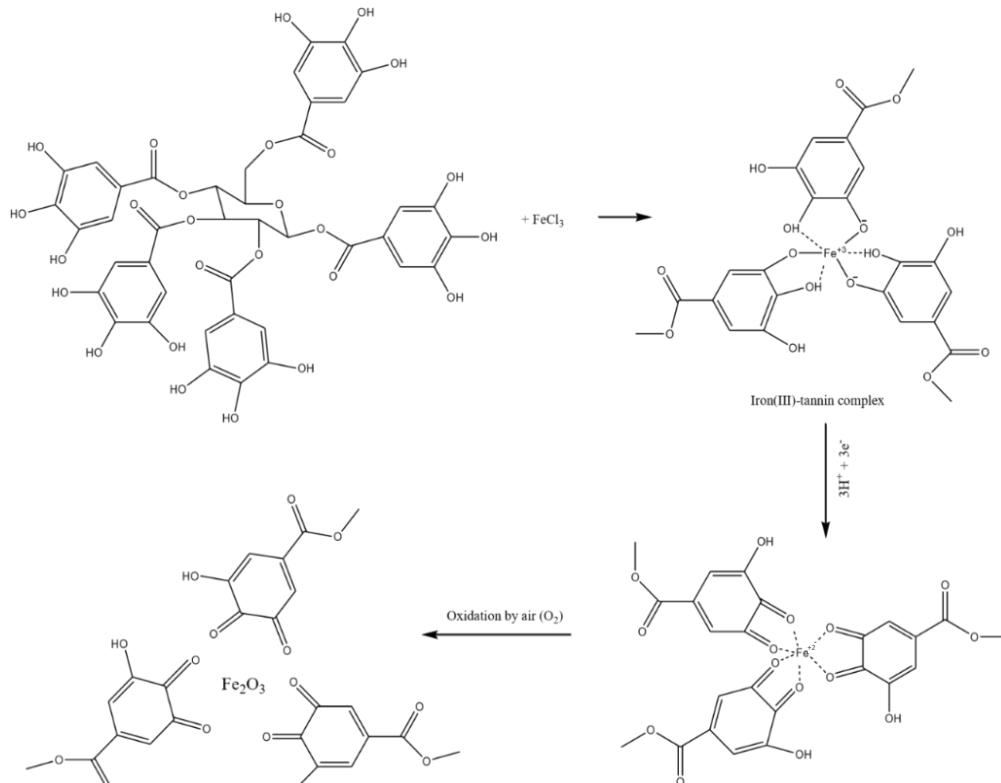
Dalam tafsir ilmiah ayat-ayat tersebut diatas ditafsirkan sebagai berikut “Ayat-ayat ini memberitahukan bahwa Allah menciptakan tumbuhan sebagai sumber makanan bagi manusia dan hewan. Melalui tumbuhan, tubuh manusia dan hewan mendapat semua elemen yang diperlukan bagi eksistensi biologisnya. Selanjutnya, Allah menciptakan beragam rasa pada hasil tumbuhan yang dimakan itu” (Tim Penyusun Tafsir Ilmi, 2011). Selain itu, manusia yang diberikan kemampuan berpikirnya dapat menjadikan tumbuhan menjadi sesuatu yang lain. Seperti sebagai sumber pangan, bahan bakar, bahan bangunan, bahan baku industri obat, dan penelitian (Hikmah, 2018). Salah satu tumbuhan yang dapat dimanfaatkan adalah daun sirih hijau. Daun sirih hijau banyak terkandung zat-zat yang sangat bermanfaat salah satunya adalah zat tannin yang dapat dimanfaatkan sebagai reduktor dalam sintesis hematit.

Tanin adalah salah satu senyawa metabolit sekunder yang terdiri dari senyawa fenolik. Sifat fisik dari tanin antara lain berbentuk serpihan mengkilat berwarna kekuningan sampai coklat muda atau serbuk amorf, sedikit berbau khas, mudah larut dalam air, alkohol, aseton, dan gliserol hangat (Simbolon, dkk., 2021). Tanin diklasifikasikan menjadi dua jenis, yakni tanin terhidrolisis dan tanin terkondensasi (Ghosh, 2015). Tanin memiliki kemampuan untuk mengendapkan alkaloid, gelatin, dan protein lainnya membentuk warna merah muda dengan kalium ferrisianida dan ammonia, serta dapat diendapkan oleh garam-garam Cu, Pb, dan kalium kromat (Pardede, dkk., 2014).



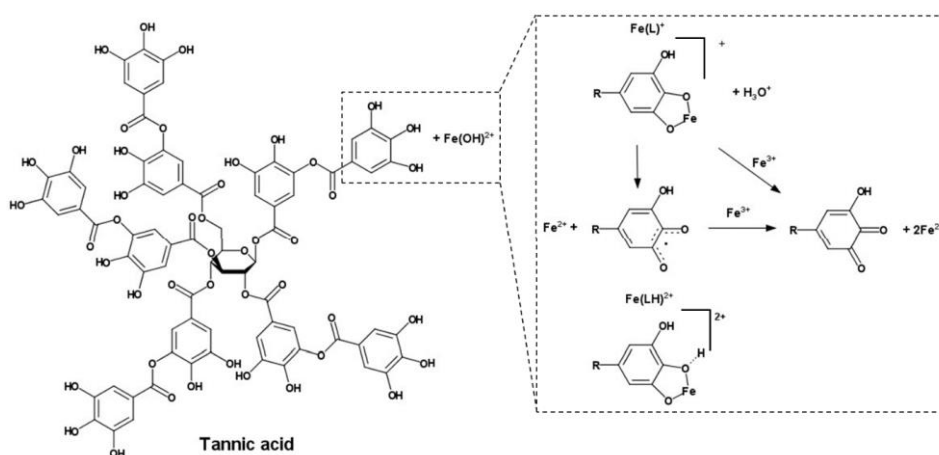
Gambar 2.4 Struktur senyawa tanin (a) tanin terhidrolisis (b) tanin terkondensasi

Tanin merupakan senyawa polifenol yang paling terlibat dalam interaksi dengan makromolekul, dalam berbagai struktur kimia. Tanin terhidrolisis dari asam fenolat sederhana seperti asam galat (galotanin) atau asam heksahidroksifenat (elagitanin) yang diesterifikasi menjadi poliol seperti glukosa (Bourvellec & Renard, 2012). Tanin mengandung gugus OH dalam posisi orto pada anion aromatik, sehingga tanin dapat membentuk khelat dengan besi dan kation logam lain. Tanat besi dapat dibentuk karena tanin terhidrolisa ketika ion Fe^{3+} bereaksi dengan OH^- diposisi orto akan membentuk larutan kompleks tanat (Wahyuni & Ab, 2014).



Gambar 2.5 Mekanisme kompleksasi dan reduksi pembentukan Fe_2O_3 oleh gugus galloil senyawa tannin (Shtewi, dkk., 2021)

Tanin memiliki peran sebagai agen reduktor dalam pembentukan hematit karena gugus galloil banyak mengandung OH^- sehingga dapat membentuk kompleks dengan ion Fe^{3+} (Shtewi dkk., 2021). Senyawa berstruktur hidrokuinon dapat membantu oksidasi Fenton dengan mereduksi Fe^{3+} ke Fe^{2+} atau bertindak dalam bentuk radikal semikuinon sebagai katalis transfer elektron antara radikal dihidroksikloheksadienil (OH^- aditif fenol) dan Fe^{3+} . Kemudian gugus hidroksil dari senyawa polifenol terdeprotonasi dan berperan dalam mereduksi ion Fe^{3+} (Bolobajev, 2015). Ion Fe^{3+} mengoksidasi gugus hidroksil menjadi gugus karbonil dalam reaksi reduksi karena Fe^{3+} direduksi menjadi Fe^{2+} yang selanjutnya teroksidasi oleh udara atau oksigen menghasilkan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.



Gambar 2.6 Mekanisme reduksi Fe^{3+} oleh tanin (Bolobajev, 2015)

Yoonus dkk. (2021) telah mensintesis hematit dengan menggunakan ekstrak daun sirih hijau sebagai reduktor. Sintesis dilakukan menggunakan metode presipitasi-sonikasi dengan prekursor FeCl_3 . Pada analisis menggunakan XRD pola difraksi menunjukkan puncak yang melebar dan ditemukan adanya pengotor gheotit sehingga kemurnian dalam sintesis kurang baik, maka dari itu dalam penelitian ini menggunakan modifikasi pada metode sintesis sehingga hasil yang diperoleh diharapkan tidak ada pengotor pada hasil sintesis. adapun hasil yang diperoleh yaitu senyawa hematit dengan struktur rhombohedral dan ukuran kristal sebesar 25,17 nm. Sedangkan hasil SEM menunjukkan bentuk partikel yaitu kubus berukuran 22-35 nm.

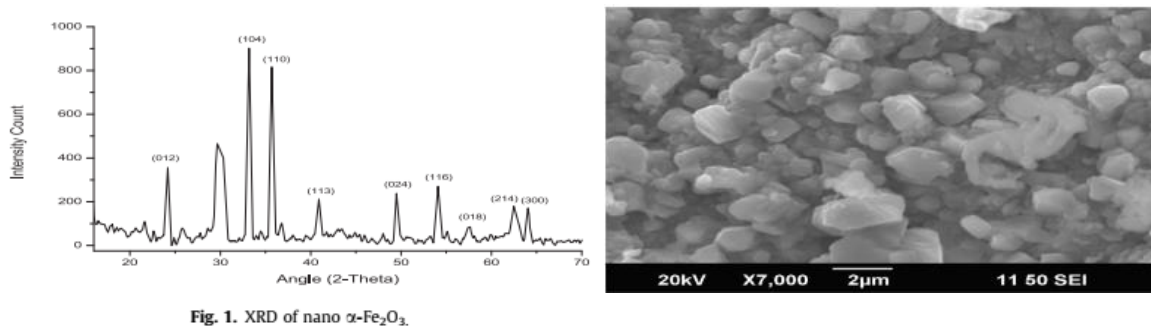


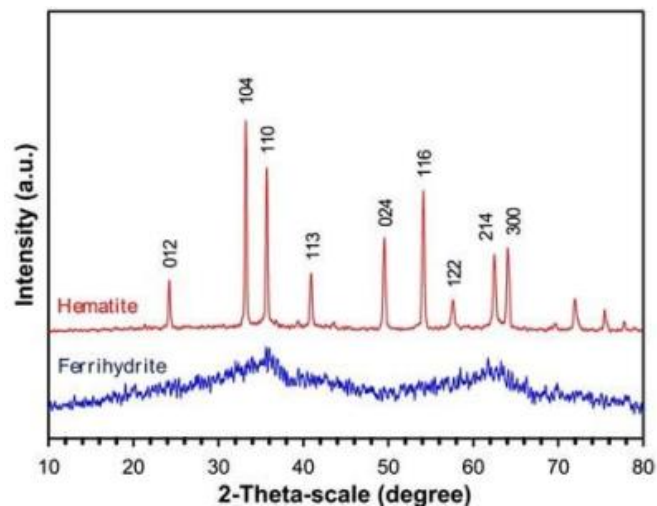
Fig. 1. XRD of nano $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

Gambar 2.7 Hasil XRD dan SEM pada sintesis hematit (Yoonus, dkk., 2021)

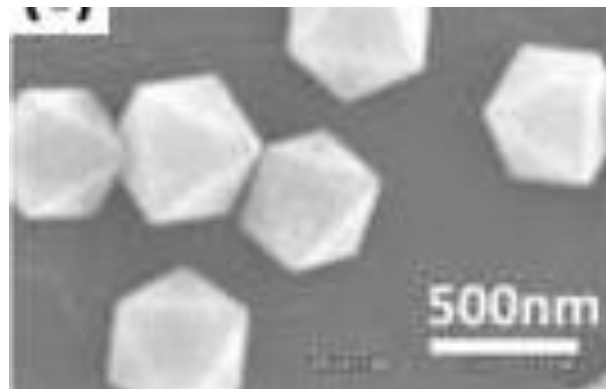
2.3 Sintesis Hematit Menggunakan Metode Presipitasi

Sintesis 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 elektrodposisi 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 & Biyanto, 2009). Supattarasakda, (2013) telah mensintesis hematit dengan metode presipitasi menghasilkan puncak yang tajam dan sempit pada pola XRD, akan tetapi pada puncak 62,5 terdapat fase kristal yang tidak teratur dan bersifat metastabil, fase kristal ini dapat diubah menjadi hematit pada kondisi fisika-kimia yang dapat dilihat pada Gambar 2.8. Kim, (2017) juga mensintesis hematit dan menunjukkan morfologi berbentuk oktahedral seragam dengan permukaan halus, ukuran partikel yang dihasilkan yaitu berkisar antara 400 nm yang disajikan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.8 Pola XRD hematit (Supattarasakda, dkk., 2013)



Gambar 2.9 Gambar SEM dari kristal tunggal α -Fe₂O₃ (Kim, dkk., 2017)

2.4 Pengaruh Variasi Pengadukan pada Sintesis Hematit

Ukuran dan morfologi partikel hematit dipengaruhi oleh kondisi reaksi seperti pH larutan, suhu sintesis, dan kecepatan pengadukan (Supattarasakda, dkk., 2013). Berdasarkan Bakoyannakis dkk. (2003) sintesis besi oksida pada kecepatan pengadukan 620 rpm menghasilkan pigmen dengan ukuran partikel 22-41 nm. Khorioh dkk. (2013) mensintesis pigmen besi oksida pada kecepatan pengadukan 750 rpm menghasilkan pigmen dengan ukuran partikel 16-40 nm. Yusoff dkk. (2018) telah mensintesis besi oksida menggunakan variasi kecepatan pengadukan 300 hingga 1100 rpm menghasilkan ukuran kristal yang semakin menurun secara linier dari 13,25 menjadi 9,64 nm, kemudian pada kecepatan pengadukan 1100 rpm ukuran kristal meningkat hingga 11,78 nm. Sari (2020) mensintesis hematit dengan kecepatan pengadukan 850 rpm pada suhu 90°C menghasilkan ukuran kristal sebesar 39 nm. Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa kecepatan pengadukan juga berpengaruh terhadap ukuran partikel yang dihasilkan.

Semakin tinggi kecepatan pengadukan yang digunakan semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan. Gilbert dkk. (2008) menjelaskan bahwa kecepatan pengadukan yang tinggi dapat menginduksi peningkatan daerah antarmuka suspensi, dan akibatnya terjadi peningkatan aliran oksigen yang menyebabkan ukuran partikel semakin kecil. Semakin kecil

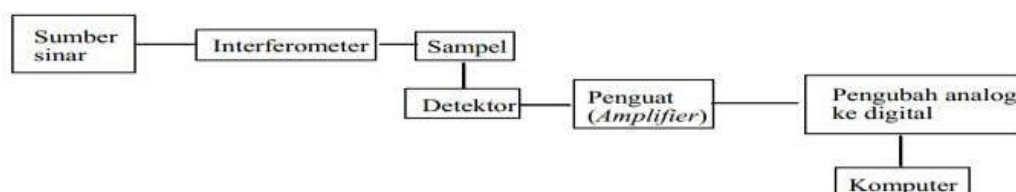
ukuran partikelnya maka kecerahan pigmen yang dihasilkan semakin tinggi. Penurunan ukuran partikel menyebabkan perbedaan pada warna pigmen hematit yang dihasilkan, hal itu dikarenakan oleh adanya efek *quantum confinement*. Partikel yang berukuran kecil akan mengalami perubahan sifat elektron dan optik. Perubahan tersebut menyebabkan elektron dari kontinu menjadi diskrit, akibatnya energi bandgap meningkat dan menyebabkan warna yang dihasilkan semakin transparan (Shevell, 2003). Kecepatan pengadukan yang tinggi akan menghasilkan energi yang besar sehingga akan berpengaruh terhadap struktur dari hematit.

2.5 Tinjauan Alat

2.5.1 FTIR

Spektroskopi FTIR (fourier transform infrared) merupakan salah satu teknik analitik yang sangat baik dalam proses identifikasi struktur molekul suatu senyawa. Komponen utama spektroskopi FTIR adalah interferometer Michelson yang mempunyai fungsi menguraikan (mendispersi) radiasi inframerah menjadi komponen-komponen frekuensi. Penggunaan interferometer Michelson tersebut memberikan keunggulan metode FTIR dibandingkan metode spektroskopi inframerah konvensional maupun metode spektroskopi yang lain. Diantaranya adalah informasi struktur molekul dapat diperoleh secara tepat dan akurat (memiliki resolusi yang tinggi). Keuntungan yang lain dari metode ini adalah dapat digunakan untuk mengidentifikasi sampel dalam berbagai fase (gas, padat atau cair). Kesulitan-kesulitan yang ditemukan dalam identifikasi dengan spektroskopi FTIR dapat ditunjang dengan data yang diperoleh dengan menggunakan metode spektroskopi yang lain (Sankari, 2010).

Daerah radiasi IR berkisar yaitu pada bilangan gelombang $1288\text{--}10\text{ cm}^{-1}$, atau panjang gelombang $0,78\text{--}1000$. Umumnya daerah radiasi IR terbagi dalam daerah IR dekat ($12800\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$), daerah IR tengah ($4000\text{--}200\text{ cm}^{-1}$), dan IR jauh ($200\text{--}10\text{ cm}^{-1}$). Daerah yang paling banyak digunakan untuk berbagai keperluan praktis adalah $4000\text{--}690\text{ cm}^{-1}$. Daerah ini disebut dengan IR tengah (Douglas, 1998).



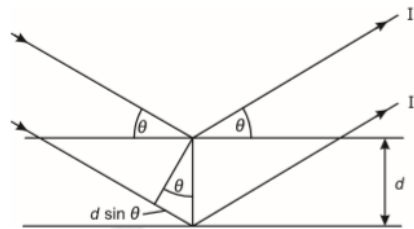
Gambar 2.10 Instrumentasi FTIR (Stuart, 2004)

Prinsip kerja spektrofotometer inframerah adalah fotometri. Sinar dari sumber sinar inframerah merupakan kombinasi dari panjang gelombang yang berbedabeda. Sinar yang melalui interferometer akan difokuskan pada tempat sampel. Sinar yang ditransmisikan oleh sampel difokuskan ke detektor. Perubahan intensitas sinar menghasilkan suatu gelombang interferens. Gelombang ini diubah menjadi sinyal oleh detektor, diperkuat oleh penguat, lalu diubah menjadi sinyal digital. Pada sistem optik FTIR, radiasi laser diinterferensikan dengan radiasi inframerah agar sinyal radiasi inframerah diterima oleh detektor secara utuh dan lebih

baik. Teknik pengoperasian FTIR berbeda dengan spektrofotometer infra merah. Pada FTIR digunakan suatu interferometer Michelson sebagai pengganti monokromator yang terletak di depan monokromator. Interferometer ini akan memberikan sinyal ke detektor sesuai dengan intensitas frekuensi vibrasi molekul yang berupa interferogram (Khopkar, 2008).

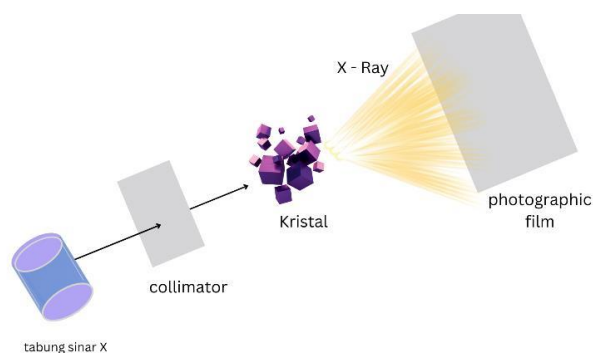
2.5.2 XRD

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan alat untuk menganalisis sifat material dengan menentukan fase kristal. karakterisasi XRD dilakukan untuk mendapatkan pola difraksi sinar-X. Cara kerja XRD dapat dilihat pada Gambar 2.12. Sinar-X didapatkan saat suatu sampel ditembak dengan berkas elektron yang memiliki energi tinggi. Ketika suatu sampel diberi radiasi sinar-X dan mengenai kristal pada sampel, maka akan terjadi penghamburan jika arah bidang (sudut θ) memenuhi persamaan Bragg. Persamaan hukum bragg dapat dilihat pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Model Difraksi Bragg

Hamburan yang terjadi akan membentuk pola puncak difraksi, pola tersebut memberikan informasi mengenai struktur material, seperti ukuran kristal, parameter kisi, volume unit sel dari sampel yang diuji.



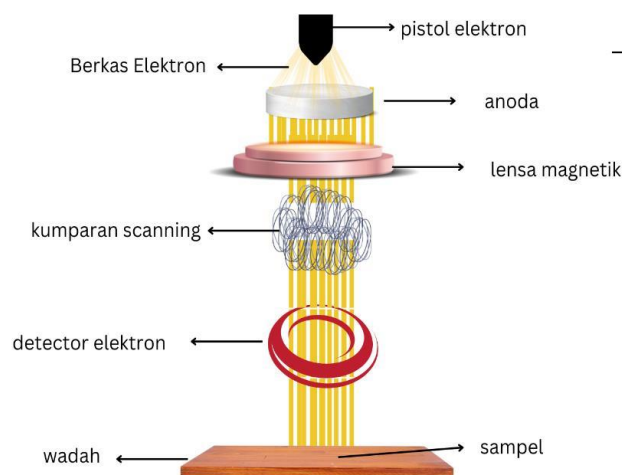
Gambar 2.12 Cara Kerja XRD

Difraksi sinar-X merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk, dan untuk menganalisis sifat-sifat struktur (seperti *stress*, ukuran kristal, fasa komposisi orientasi kristal, dan cacat kristal) dari tiap fasa. Metode ini menggunakan sebuah sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik

dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah data base internasional (Zakaria, 2003).

2.5.3 SEM

SEM merupakan alat untuk mengamati fenomena permukaan material dan mengetahui morfologi dari hasil sintesis. SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang dapat menampilkan gambar dengan cara memindai permukaan sampel. SEM dapat mencapai gambar visual yang rinci dari sebuah partikel dengan kualitas tinggi dan resolusi spasial 1 nm dan dapat diperbesar sampai 300.000 kali. SEM memiliki prinsip kerja yang dapat dilihat pada Gambar 2.13 yaitu permukaan sampel ditembak menggunakan elektron berenergi tinggi. Lensa magnetik yang dilewati oleh berkas elektron akan memfokuskan elektron hingga sampai pada sampel. Lalu sinar memindai sampel hingga seluruh sampel terkena sinar dan sampel menghasilkan elektron baru yang kemudian akan dikirim ke monitor oleh detector (Masta, 2020). Selain morfologi yang menunjukkan bentuk dan ukuran, SEM juga dapat memberikan informasi topografi yang menunjukkan fitur permukaan objek, kehalusan atau kekasarannya secara visual. SEM juga dapat menampilkan rasio relatif dalam partikel kristal tunggal dan tingkat keteraturan. SEM mampu menelaah dan menganalisis bahan dengan resolusi tinggi (Didik, 2020).

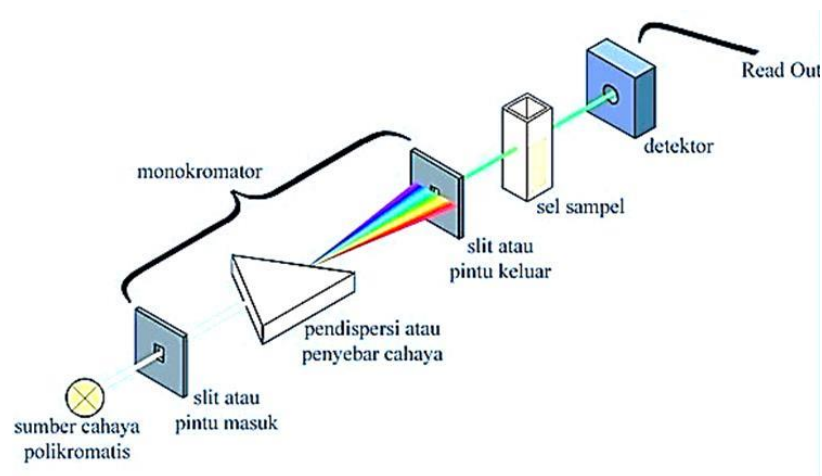


Gambar 2.13 Prinsip Kerja SEM

2.5.4 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri Uv-Vis dikenal sebagai metode analisis spektroskopis yang memakai sumber REM (reaksi elektromagnetik) ultraviolet dekat (190-380 nm) serta sinar tampak (380-780 nm). Spektrofotometri Uv-Vis melibatkan energi elektronik yang lumayan besar pada molekul yang akan dianalisis, sehingga spektrofotometri Uv-Vis lebih banyak dipakai pada analisis kuantitatif daripada analisa kualitatif. Fungsi dari spektrofotometer adalah sebagai alat pengukur mengukur transmittan atau absorban suatu sampel dari panjang gelombang.

Sebaliknya pengukuran memakai spektrofotometer ini, metoda yang dipakai sering disebut dengan spektrofotometri (Rohman, 2007). Pada spektrofotometer UV-Vis, zat diukur dalam bentuk larutan. Analit yang dapat diukur dengan spektrofotometer sinar tampak adalah analit berwarna atau yang dapat dibuat berwarna. Analit berwarna adalah analit yang memiliki sifat menyerap cahaya secara alami. Analit yang dibuat berwarna adalah analit yang tidak berwarna sehingga harus direaksikan dengan zat tertentu untuk membentuk senyawa yang menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu. Pembentukan warna untuk zat atau senyawa yang tidak berwarna dapat dilakukan dengan pembentukan kompleks atau dengan cara oksidasi sehingga analit menjadi berwarna. (Warono, 2013). Skema cara kerja Spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Skema cara kerja spektrofotometer UV-Vis

Prinsip kerja dari alat ini adalah sumber cahaya yang datang merupakan sinar polikromatis yang dilewatkan melalui monokromator sehingga menjadi sinar monokromatis yang kemudian diteruskan melalui sel yang berisi sampel. Sebagian sinar akan diserap oleh sel dan sebagian lagi akan diteruskan ke fotosel yang berfungsi untuk mengubah energi cahaya menjadi energi listrik. Energi listrik yang akan memberikan sinyal pada detektor yang kemudian akan diubah menjadi nilai serapan (absorbansi) dari zat yang dianalisa (Miarti, dkk., 2022).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari – Juni 2024 di Laboratorium Riset Kimia Fisik Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Jurusan Kimia Universitas Brawijaya. Karakterisasi UV-Vis dilakukan di Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di Green Lab dan SEM di Laboratorium Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh November (ITS).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya seperangkat alat gelas, corong buchner, *hot plate*, erlenmeyer vakum, lemari asam, blender, pH meter, *magnetic stirrer*, neraca analitik, tanur, XRD, SEM, Spektrofotometer UV-Vis dan FTIR.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya FeCl_3 p.a, aquademineral, dan ekstrak daun sirih hijau.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa hematit menggunakan metode presipitasi pada suhu 90°C dan kalsinasi pada suhu 750°C dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 750 dan 950 rpm. Penelitian ini menggunakan agen reduktor ramah lingkungan yaitu ekstrak daun sirih hijau. Selanjutnya ekstrak diuji dengan FTIR sebelum disintesis untuk mengetahui adanya senyawa tanin dengan melihat susunan gugus fungsi dari spektra. Setelah disintesis akan didapatkan produk berupa serbuk hematit berwarna merah dan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal hematit dan dibandingkan dengan standar hematit JCPDS 33-0664, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi hematit dan UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang maksimum hematit. Produk dengan hasil terbaik akan dikarakterisasi menggunakan SEM untuk memperoleh morfologi dan ukuran partikel hematit.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan Penelitian ini adalah:

1. Ekstraksi daun sirih hijau
2. Uji fitokimia ekstrak daun sirih hijau
3. Karakterisasi FTIR

4. Sintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi kecepatan pengadukan
5. Karakterisasi menggunakan XRD dan UV-Vis
6. Karakterisasi menggunakan SEM
7. Analisis Data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Pembuatan Larutan FeCl_3

Sebanyak 32,44 gr FeCl_3 dilarutkan dengan aquademineral dalam labu ukur 1000 ml, kemudian ditambahkan lagi hingga tanda batas dan dihomogenkan untuk membuat larutan FeCl_3 1 M (Pindiga, dkk., 2022).

3.5.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau

Ekstraksi daun sirih menggunakan metode infusa memiliki beberapa langkah. Mula-mula daun sirih hijau yang sudah dipetik, dicuci dengan air yang mengalir kemudian dikering anginkan. Setelah itu daun sirih hijau yang sudah kering diblender hingga halus.

Daun sirih hijau ditimbang sebanyak 70 gram menggunakan neraca analitik, kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass 1000 mL. Tahap selanjutnya, ditambahkan aquademin sebanyak 350 mL dan diaduk hingga homogen (Pindiga, dkk., 2022). Beaker glass yang berisi larutan sirih ditutup dengan aluminium foil kemudian dipanaskan diatas *hot plate* selama 30 menit, waktu pemanasan dihitung mulai suhu 80°C . Selanjutnya, didiamkan sampai larutan mengendap kemudian didekantasi dan disaring menggunakan kertas saring sehingga didapatkan endapan dan filtrat yang digunakan sebagai agen pengendap. Filtrat yang dihasilkan selanjutnya di *freeze drying* dan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mendeteksi gugus fungsi senyawa tanin di dalam ekstrak daun sirih hijau.

Kemudian dilakukan uji fitokimia senyawa tanin pada filtrat yang telah dihasilkan dari ekstrak daun sirih hijau dengan dipipet sebanyak 1 mL dan dipindahkan kedalam tabung reaksi, setelah itu ditambahkan 2-3 tetes FeCl_3 1%. Hasil positifnya ditandai dengan terbentuknya warna biru tua atau hijau kehitaman (Halimu, dkk., 2017). Uji ini digunakan untuk mengetahui senyawa tanin yang ditandai dengan perubahan warna biru tua dan hijau kehitaman setelah ditambahkan FeCl_3 .

3.5.3 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Kecepatan Pengadukan

Ekstrak daun sirih hijau ditambahkan dengan larutan FeCl_3 1 M dengan perbandingan 1:3 (200 mL FeCl_3 : 600 mL ekstrak). Pembuatan larutan harus menggunakan ekstrak daun yang masih baru agar kandungan senyawa aktif tidak mengalami degradasi. Selanjutnya, dipanaskan dengan distirer pada suhu 90°C selama 1 jam dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 750 dan 950 rpm lalu didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam. Setelah terbentuk endapan dan filtrat maka larutan didekantasi dan endapan dicuci dengan aquademin sampai pH netral. Endapan disaring dengan corong buchner dan dikering anginkan. Setelah

itu dihaluskan dengan mortar agate sampai halus dan dipanaskan dalam tanur pada suhu 750°C selama 3 jam (D.Rufus, 2016).

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan UV-Vis. Produk dengan hasil terbaik akan dikarakterisasi dengan SEM. 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 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 Cu K α ($\lambda=1.5418\text{\AA}$) dengan daya sebesar 30kV dan arus sebesar 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang 2θ ($^{\circ}$) =20-80.

3.6.2 FTIR

Ekstrak daun sirih hijau dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsional dan ikatan gugus fungsi pada ekstrak daun sirih melalui vibrasi molekul dengan adanya pita serapan pada frekuensi tertentu. Digunakan pelet KBr dalam rentang frekuensi sinar infra merah 4000 sampai 400 cm^{-1}

3.6.3 UV-Vis

Karakterisasi dengan UV-Vis berfungsi untuk mengidentifikasi panjang gelombang yang diserap oleh pigmen hematit hasil sintesis. Sampel hasil sintesis dilarutkan dalam asam klorida dengan konsentrasi 6M lalu dimasukkan dalam kuvet dan diukur absorbansinya dengan rentang panjang gelombang 200-400 nm.

3.6.4 SEM

Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan SEM. Karakterisasi ini bertujuan untuk menganalisis morfologi permukaan, ukuran partikel dan komposisi unsurnya. Karakterisasi menggunakan instrumentasi ini dilakukan dengan cara produk hasil sintesis ditempatkan pada mesin pelapis emas dengan tebal sekitar 8 nm. Sampel yang sudah dilapisi emas tersebut ditempatkan pada tempat sampel lalu ditembakkan berkas elektron berenergi tinggi dan akan dipantulkan hingga objek secara umum dapat terlihat. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 20.000-200.000 x

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).

$$D = K\lambda / \beta \cos\theta \dots\dots\dots (3.1)$$

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 gugus fungsi tanin 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 tanin di SDBS.

3.7.3 Analisis Hasil UV-Vis

Karakterisasi UV-Vis menghasilkan data berupa spektrum dan panjang gelombang maksimum. Adapun pigmen merah hematit yang dihasilkan dari sintesis memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang 268 nm. Menurut Ali dkk. (2017) hal ini disebabkan oleh transisi elektron, transfer muatan ligan ke logam, dan morfologi partikel yang menyebabkan pigmen merah hematit menyerap pada rentang panjang gelombang 200–400 nm.

3.7.4 Analisis Hasil SEM

Hasil karakterisasi SEM berupa morfologi permukaan dan ukuran partikelnya. Hasil gambar digital partikel yang diperoleh akan diolah kembali menggunakan Image-J untuk mengetahui distribusi partikelnya (Sari, 2020).

BAB IV

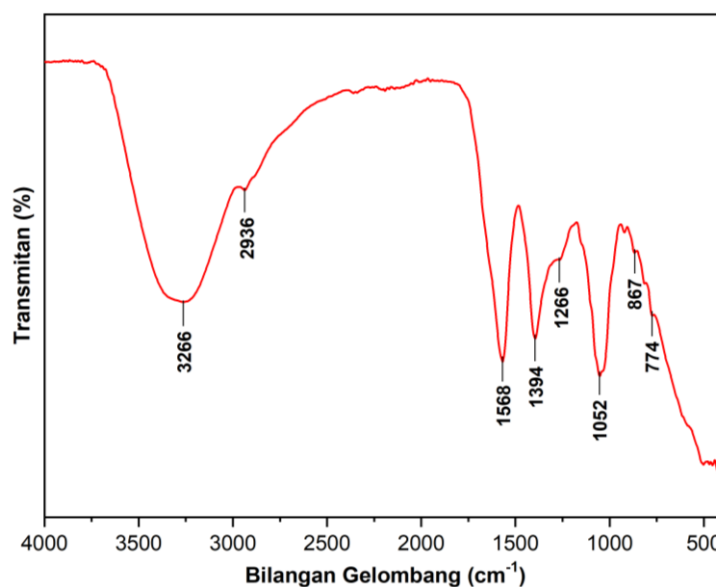
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Ekstraksi Daun Sirih Hijau

Daun sirih hijau yang digunakan berasal dari Kota Malang. Daun sirih hijau yang sudah bersih diblender sehingga kontak yang terjadi antara pelarut dan daun sirih lebih luas. Pelarut yang digunakan yaitu aquademin dan dipanaskan yang dapat mempercepat terjadinya reaksi. Hasil ekstraksi berupa filtrat berwarna coklat bening dengan pH 6 yang dapat dilihat pada Gambar 4.1. Ekstrak daun sirih hijau dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi senyawa yang terkandung di dalamnya. Hasil spektra FTIR ditampilkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.1 Ekstrak daun sirih hijau



Gambar 4.2 Hasil FTIR Ekstrak daun sirih hijau

Pada hasil spektra FTIR menunjukkan bahwa serapan yang muncul adalah adanya gugus O-H *stretching* pada bilangan gelombang 3266 cm^{-1} dengan intensitas yang kuat dan melebar. Hal ini menunjukkan banyaknya ikatan hidrogen dari gugus fenolik (Somchaidee & Tedsree, 2018). Adapun bilangan gelombang 2936 cm^{-1} merupakan gugus fungsi dari C-H

stretching. Pada bilangan gelombang 1394 cm^{-1} terdapat gugus C-OH *bending* yang memperkuat adanya gugus O-H. Ini didukung dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1568 cm^{-1} yang merupakan karakterisasi C=C *stretching*, sesuai karakterisasi C=C *stretching* yaitu sekitar 1586 cm^{-1} (Bano, dkk., 2013). Selanjutnya ada C=O ester pada bilangan gelombang 1266 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1052 cm^{-1} terdapat gugus C-O *stretching* dengan intensitas yang tajam. Terdapat gugus C-H aromatik dan C-H *bending* pada bilangan gelombang 867 cm^{-1} dan 774 cm^{-1} . Berdasarkan hasil FTIR tersebut menunjukkan bahwa kandungan senyawa metabolit sekunder pada ekstrak daun sirih hijau. Interpretasi hasil FTIR ekstrak daun sirih hijau dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Interpretasi hasil spektra FTIR pada ekstrak daun sirih hijau

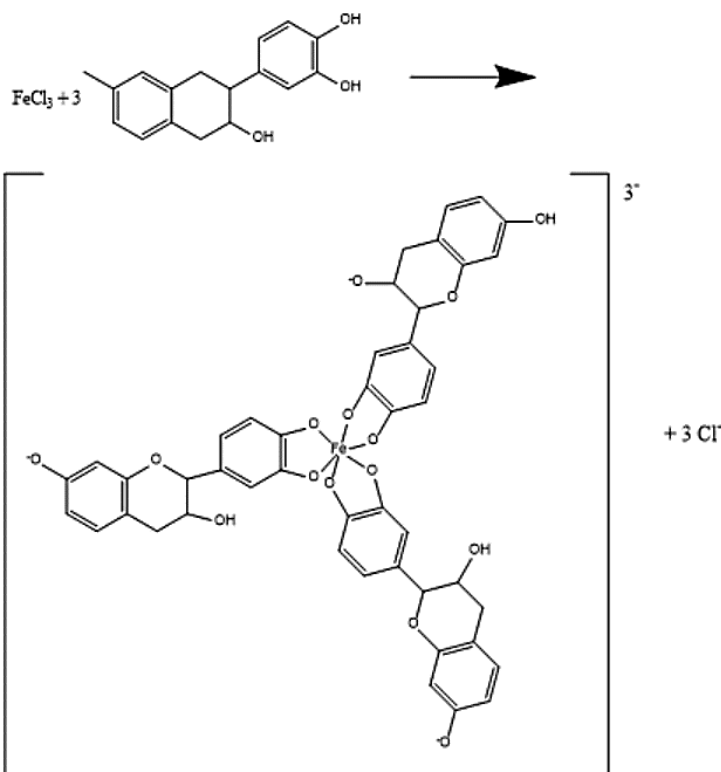
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Literatur
O-H <i>stretching</i>	3266	$3700\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ (Ricci dkk., 2015)
C-H <i>stretching</i>	2936	2924 cm^{-1} (Somchaidee & Tedsree, 2018)
C=C <i>stretching</i>	1568	1568 cm^{-1} (Bano, dkk., 2013)
C-OH <i>bending</i>	1394	$1390\text{-}1310\text{ cm}^{-1}$ (Pandhi dkk., 2022)
C=O ester	1266	1280 cm^{-1} (Pari, 2011)
C-O <i>stretching</i>	1052	1059 cm^{-1} (Adu, dkk., 2022)
C-H aromatik	867	867 cm^{-1} (Lestari, dkk., 2019)
C-H <i>bending</i>	774	774 cm^{-1} (Warty, dkk., 2017)

Berdasarkan hasil interpretasi FTIR dapat diketahui bahwa ekstrak daun sirih hijau mengandung gugus fungsi O-H, C-H, C=C, dan C-O. Puncak-puncak tersebut merupakan serapan spesifik dari senyawa golongan fenolik seperti tanin. Tanin dapat berperan sebagai reduktor dan presipitator dalam sintesis hematit (Shtewi dkk., 2021).

Ekstrak daun sirih hijau kemudian dilakukan uji fitokimia untuk mengetahui kandungan senyawa polifenol seperti tanin. Pengujian ini dilakukan dengan meneteskan FeCl_3 1%. Selanjutnya, ekstrak mengalami perubahan warna menjadi hitam kehijauan. Hal tersebut dimungkinkan dalam sampel terdapat senyawa polifenol dan dimungkinkan salah satunya adalah tanin (Yadav, dkk., 2011). Uji fitokimia ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil uji fitokimia ekstrak daun sirih hijau



Gambar 4.4 Reaksi antara tanin dengan FeCl_3 (Manongko, dkk., 2020)

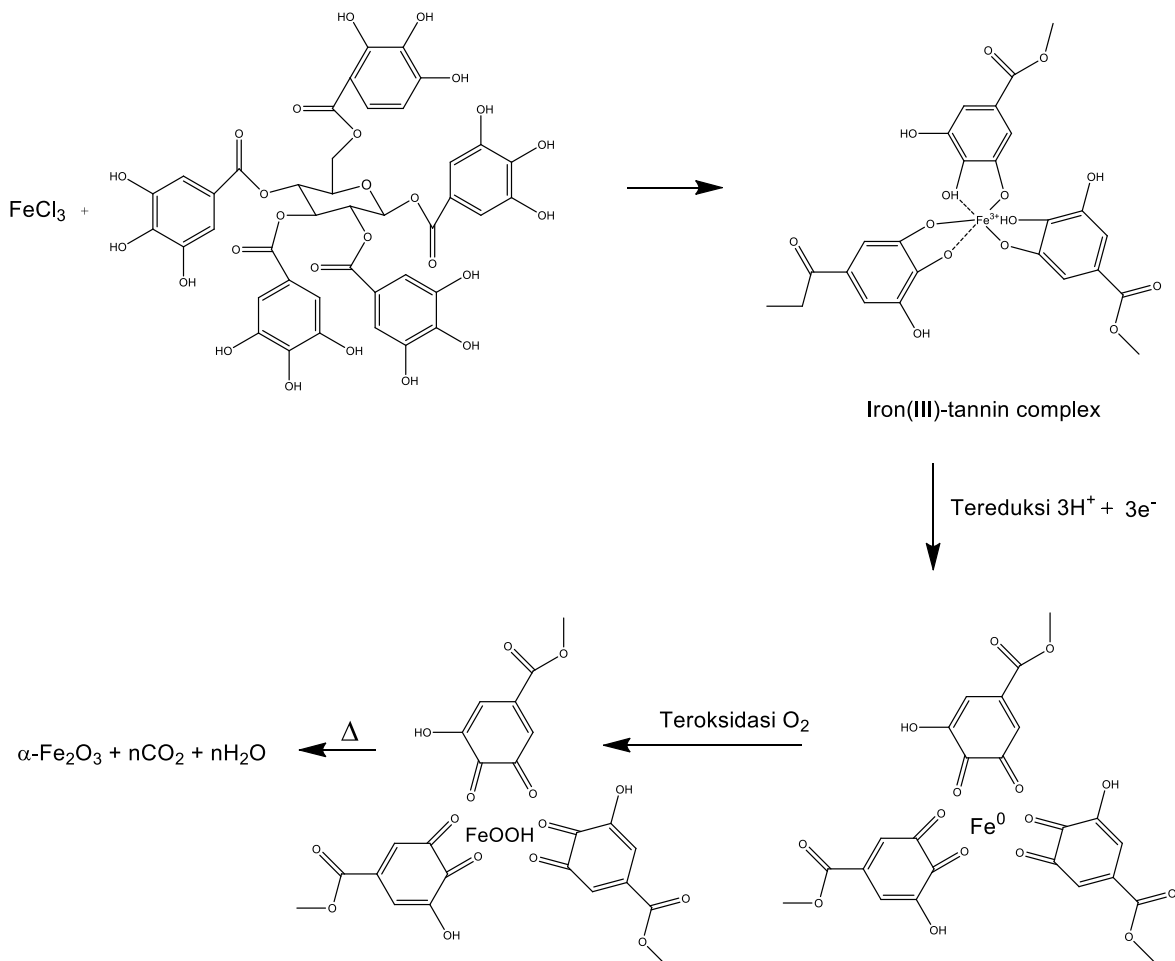
Dari hasil uji fitokimia juga dilihat bahwa daun sirih hijau dapat berpotensi sebagai agen reduktor karena memiliki senyawa fenolik dan tanin. Hal ini terjadi karena pada senyawa fenolik dan tanin terdapat cincin aromatik yang mengandung satu atau dua gugus hidroksil yang dapat mendonorkan atom hidrogennya kepada radikal bebas (Manongko, dkk., 2020). Hal tersebut mengakibatkan terjadinya reaksi antara gugus hidroksil pada tanin dengan ion Fe^{3+} yang membentuk senyawa kompleks (Taminggu & Tahril., 2022). Adapun reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.4.

4.2 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Proses sintesis pigmen hematit dilakukan dengan metode presipitasi kemudian dilanjutkan dengan kalsinasi. Pada proses presipitasi dilakukan penambahan ekstrak daun sirih hijau pada larutan FeCl_3 yang akan membentuk endapan besi oksida. Aquademineral digunakan sebagai pelarut karena dapat memperkecil adanya gangguan pengotor selama proses sintesis. Diharapkan akan menghasilkan produk yang murni.

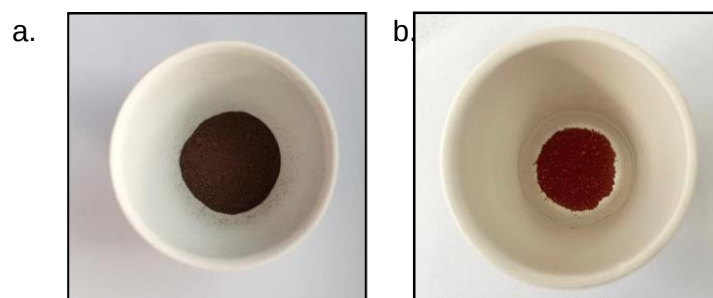
Metode presipitasi dilakukan dengan menambahkan agen pengendap berupa ekstrak daun sirih hijau dan hasilnya mulai terlihat dengan terbentuknya warna hijau gelap pada larutan FeCl_3 . Hal ini mengindikasikan terbentuknya kompleks antara besi(III) dengan gugus hidroksi ($-\text{OH}$) dari gugus galoi pada tanin. Kemudian ion Fe^{3+} mengoksidasi gugus hidroksi menjadi gugus karbonil dalam reaksi reduksi. Gugus hidroksi terdeprotonasi dan mereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe^0 saat ditambahkan ekstrak daun sirih hijau yang ditandai perubahan warna dari hijau gelap menjadi hitam. Gugus hidroksi kemudian dioksidasi oleh ion Fe^{3+}

menjadi gugus karbonil. Adapun pH yang diperoleh semakin naik dari pH 1 menjadi 2 sesuai mekanisme reaksi pada Gambar 4.5. Pada tahap ini terjadi nukleasi atau pembentukan inti kristal.



Gambar 4.5 Mekanisme Pembentukan v-FeOOH (Shtewi, dkk., 2021) dengan modifikasi

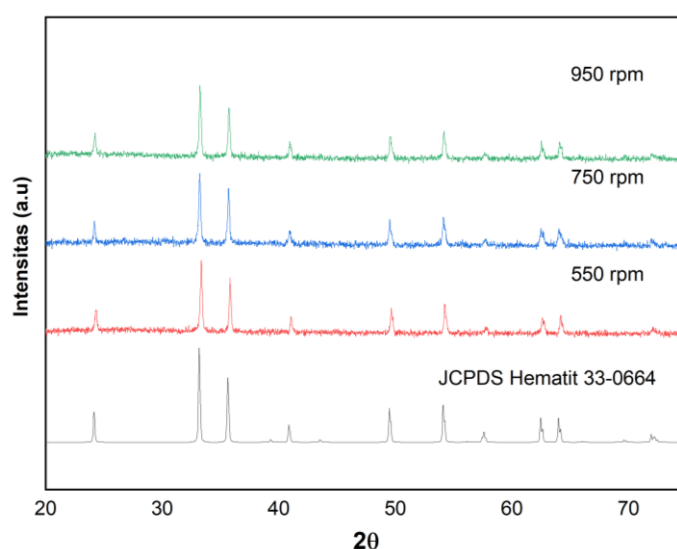
Tahap selanjutnya yaitu pemanasan pada suhu 90°C selama 1 jam dengan variasi kecepatan pengadukan 550 rpm, 750 rpm, dan 950 rpm untuk mengetahui kecepatan optimal pembentukan hematit. Sintesis dilanjutkan dengan melakukan penyaringan menggunakan vakum untuk menghilangkan pelarut dan hanya tersisa endapan. Endapan dicuci menggunakan aquademin sampai pH 6 yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor. Tahap terakhir yaitu dilakukan kalsinasi menggunakan tanur selama 3 jam yang berfungsi untuk mengubah fasa dari v-FeOOH menjadi $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 (a) Sebelum Kalsinasi (b) Setelah Kalsinasi

4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

Untuk menentukan fasa yang terbentuk maka perlu dilakukan karakterisasi dengan XRD. Hasil sintesis menggunakan metode presipitasi dan telah dilakukan kalsinasi menghasilkan serbuk berwarna merah kecoklatan dan terdapat data XRD pada Gambar 4.7. Difraktogram hasil sintesis dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 750, dan 950 rpm menunjukkan kesesuaian puncak dengan standart hematit (*data base* JCPDS no 33-0664). Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan, ketiga puncak produk hasil sintesis identik dengan puncak standar senyawa hematit pada posisi puncak 2θ ($^{\circ}$) : 33 dan 35 dengan intensitas yang tajam dan sempit. Hal ini menunjukkan bahwa dalam masing-masing variasi kecepatan pengadukan masih dalam fasa hematit dan tidak ditemukan adanya pengotor serta memiliki kisi kristal berbentuk rombohedral.



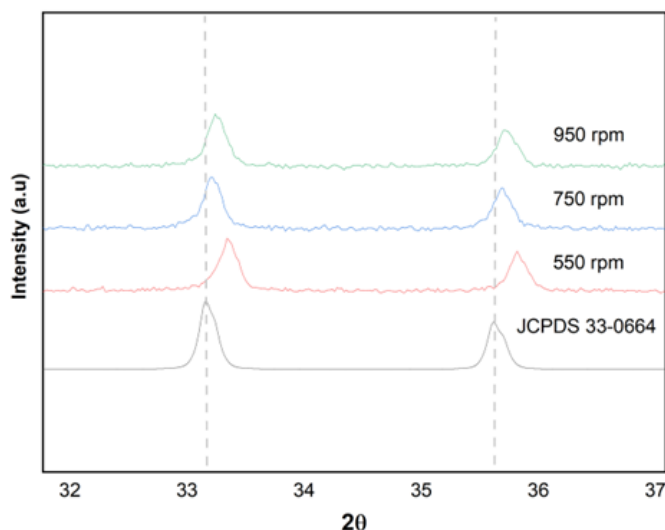
Gambar 4.7 Difraktogram hasil sintesis dengan variasi kecepatan pengadukan 550, 750, dan 950 rpm

Tabel 4.2 Ukuran kristal hasil sintesis

Sampel	2θ ($^{\circ}$)	FWHM ($^{\circ}$)	Ukuran Kristal (nm)	Kristalinitas (%)
550 rpm	33,36	0,244	31,1	72,862
750 rpm	33,22	0,236	32,2	81,482
950 rpm	33,26	0,240	31,6	80,966

Crystallite size dihitung melalui persamaan Debye-Scherrer. Berdasarkan Tabel 4.2, diketahui bahwa senyawa hematit hasil sintesis memiliki ukuran kristal dengan kisaran 31,1-32,2 nm. Hal ini menandakan bahwa kristal tersebut termasuk dalam nanokristal. Secara umum, ukuran kristal cenderung meningkat seiring dengan peningkatan kecepatan pengadukan, yang disebabkan oleh peningkatan energi mekanis yang memungkinkan kristal tumbuh lebih besar. Kristalinitas juga cenderung meningkat seiring dengan peningkatan kecepatan pengadukan, menunjukkan bahwa proses pengadukan yang lebih intens dapat menghasilkan struktur kristal yang lebih teratur dan lebih sedikit cacat. Terdapat pengecualian pada 950 rpm, di mana ukuran kristal sedikit menurun meskipun kristalinitas tetap tinggi. Hal

ini bisa menunjukkan bahwa pada kecepatan pengadukan yang sangat tinggi, ada faktor lain yang mempengaruhi pertumbuhan kristal, seperti agitasi yang terlalu kuat yang dapat menghambat pertumbuhan kristal lebih lanjut. Semakin besar ukuran kristal maka nilai FWHM akan semakin kecil. Dari data tersebut dapat dilihat bahwa kecepatan pengadukan tidak terlalu berpengaruh secara signifikan terhadap ukuran kristal.



Gambar 4.8 Perbesaran difraksi sinar-x hasil sintesis pada 2θ 33 dan 35

Pada Gambar 4.8 dapat diketahui bahwa terjadi pergeseran puncak hematit pada masing-masing sampel. Puncak hematit dengan kecepatan pengadukan sintesis 550 rpm mengalami pergeseran puncak ke kanan. Sedangkan pada kecepatan pengadukan 750 rpm dan 950 rpm hanya sedikit mengalami pergeseran puncak. Pergeseran puncak pada difraktogram berkaitan dengan perubahan parameter kisi kristal akibat perbedaan kecepatan pengadukan pada saat sintesis. Ketika puncak mengalami pergeseran pada posisi 2θ lebih besar maka hal tersebut menunjukkan bahwa nilai parameter kisi kristal semakin kecil (Prasetya, dkk., 2020). Parameter kisi kristal pada 550, 750, dan 950 rpm memiliki perbedaan yang menunjukkan bahwa kecepatan pengadukan berpengaruh terhadap kisi kristal hematit yang dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Parameter kisi kristal hasil sintesis

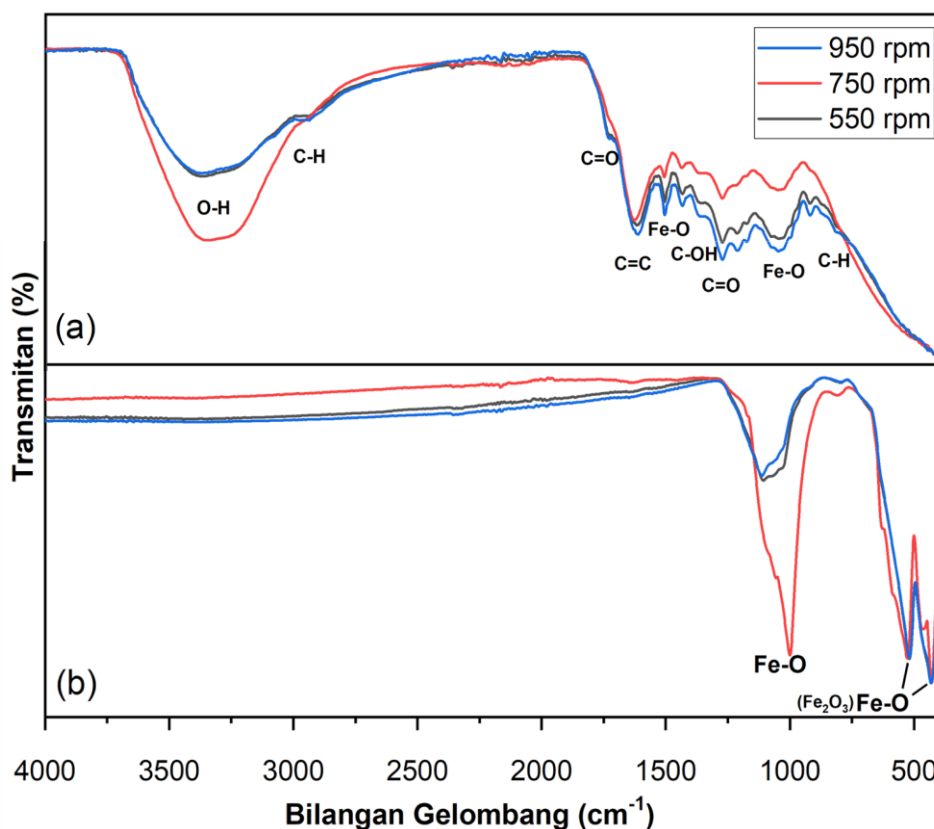
Parameter	Standar Hematit	550 rpm	750 rpm	950 rpm
Grup Ruang	R-3c	R-3c	R-3c	R-3c
Kisi Kristal	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral
Unit	6	6	6	6
a (Å)	5,0356	5,039064	5,037287	5,035718
b (Å)	5,0356	5,039064	5,037287	5,035717
c (Å)	13,7489	13,757372	13,752065	13,749999
Rp (%)		4,45	4,58	4,67
Rwp (%)		6,22	6,28	5,92
GOF		0,3139	0,2917	0,3151

Keterangan : Rp (*Explained Proportion*) = proporsi varian
Rwp (*Weighted Explained Proportion*) = proporsi varian dalam pembobotan
GOF (*Goodness of Fit*) = kesesuaian model

Tabel 4.3 menampilkan hasil analisa kisi dan struktur kristal dengan cara *refinement* menggunakan metode *Le Bail*. Proses analisa dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi dengan standar hematit dari JCPDS 33-0664. Kecocokan sampel dilihat dari nilai R_p , R_{wp} , dan GOF, di mana nilai R_p R_{wp} yang dapat diterima untuk proses *refinement* yaitu sebesar $<10\%$, dimana semakin kecil nilai R_p dan R_{wp} maka sampel tersebut semakin mendekati standar hematit. Selain R_p dan R_{wp} , nilai GOF atau χ^2 juga penting. GOF mendekati 1 menunjukkan kecocokan model yang baik. Berdasarkan hasil analisa yang dilakukan, hematit hasil sintesis memiliki struktur kristal berupa rhombohedral dengan *space group* R-3c. Dari data di atas, nilai R_p sedikit lebih rendah pada 550 rpm dibandingkan dengan 750 dan 950 rpm, yang berarti model pada 550 rpm lebih sesuai dengan standart. Adapun R_{wp} pada 950 rpm adalah yang paling rendah (5,92 %), yang menunjukkan bahwa untuk bobot intensitas yang bervariasi, model pada 950 rpm memberikan kecocokan terbaik sehingga model ini lebih dapat diandalkan untuk memperkirakan struktur kristal yang sesuai. Nilai GOF juga Nilai parameter kisi kristal jika dibandingkan antara 550, 750, dan 950 rpm, parameter kisi (a, b, dan c) pada 950 rpm mendekati nilai hematit standar, yang menunjukkan bahwa struktur kristal yang dihasilkan pada kecepatan ini lebih mendekati standar hematit.

4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR

Hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi diidentifikasi menggunakan spektroskopi FTIR seperti. Adapun hasil FTIR dan interpretasi spektra pada hasil sintesis sebelum dan setelah kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.9 dan Tabel 4.4.



Gambar 4.9 Hasil FTIR hematit (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi

Tabel 4.4 Interpretasi FTIR hasil EDS dengan hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi

Gugus Fungsi	Ekstrak Daun Sirih Hijau	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)						Intensitas	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
		Sebelum Kalsinasi			Setelah Kalsinasi				
		550 rpm	750 rpm	950 rpm	550 rpm	750 rpm	950 rpm		
O-H <i>Stretching</i>	3266	3361	3333	3368				<i>Strong</i>	3600-3450 (Durga, dkk., 2016)
C-H <i>stretching</i>	2936	2942	2942	2975				<i>Weak</i>	2924 cm ⁻¹ (Somchaidee & Tedsree, 2018)
C=O <i>ester</i>		1727	1727	1727				<i>Weak</i>	1743 (Palupi dkk., 2016)
C=C <i>Stretching</i>	1568	1615	1627	1615				<i>Strong</i>	1615 (Alhaidari, dkk., 2022)
Ikatan Vibrasi Fe-O		1504	1506	1504				<i>Medium</i>	1506 cm ⁻¹ (Cagnasso,, dkk., 2010)
C-OH <i>bending</i>		1433	1434	1433				<i>Weak</i>	1330-1420 (Shriner, 2004)
C-OH <i>bending</i>	1394	1349	1364	1356				<i>Weak</i>	1330-1420 (Shriner, 2004)
C=O <i>ester</i>	1266	1270	1272	1270				<i>Medium</i>	1280 (Pari, 2011)
C-O <i>stretching</i>	1052							<i>Strong</i>	1059 cm ⁻¹ (Adu, dkk., 2022)
Ikatan Vibrasi Fe-O		1042	1048	1046	1106	1056	1112	<i>Medium</i>	1048 (Bepari, dkk., 2017)
C-H aromatik	867							<i>Strong</i>	867 cm ⁻¹ (Lestari, dkk., 2019)
C-H <i>bending</i>	774							<i>Strong</i>	774 cm ⁻¹ (Warty, dkk., 2017)
Fe-O					519 & 430	526 & 429	517 & 430	<i>Strong</i>	470-570 (Wahyinto dkk., 2022)

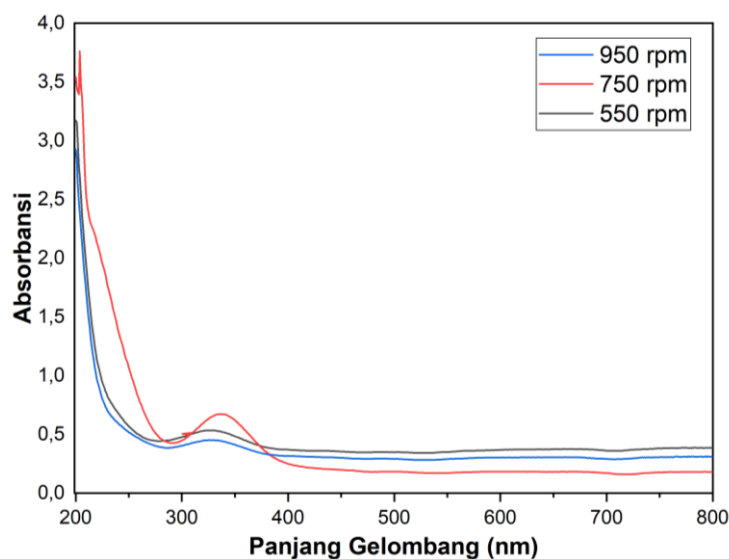
Berdasarkan Gambar 4.9 dapat diketahui bahwa pada hasil sintesis sebelum kalsinasi masih terdapat serapan yang sama dengan gugus senyawa pada ekstrak daun sirih hijau. Gugus dari senyawa metabolit sekunder seperti OH, CH, C=C, C-OH, dan Fe-O muncul dalam proses sintesis hematit sebelum kalsinasi karena keterlibatan prekursor larutan FeCl₃ yang digunakan dalam sintesis. Gugus OH berasal dari tannin yang digunakan selama proses sintesis. Reaksi antara OH dengan ion Fe dalam larutan prekursor, akan membentuk senyawa hidroksida logam sebelum kalsinasi. Interpretasi spektra IR produk sintesis dirangkum pada Tabel 4.4 dengan adanya gugus O-H *stretching* pada bilangan gelombang 3368 cm⁻¹ dari

molekul air dengan intensitas yang cukup kuat. Serapan gugus OH yang kuat mengindikasikan kuatnya ikatan OH dengan kation-kation yang ada. Serapan 2942 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsional C-H *stretching*. Adanya serapan pada bilangan gelombang 1727 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus ester (C=O) yang menunjukkan terdapatnya senyawa golongan tanin. Dalam ekstrak daun sirih hijau, tidak hanya tanin yang dapat bereaksi atau berinteraksi dengan ion Fe, terdapat juga gugus fungsi senyawa organik lain seperti gugus karbonil, hidroksil, karboksilat yang juga berperan dalam mereduksi Fe. Serapan pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus dari C=C aromatik sedangkan serapan 1504 cm^{-1} dikaitkan dengan getaran Fe-O dari struktur kristal oksida besi. 1433 cm^{-1} dan 1356 ialah gugus fungsi dari C-OH *bending* tersier yang berasal dari agen pengendap daun sirih hijau. Terdapat juga gugus fungsi C=O ester pada bilangan gelombang 1270 cm^{-1} . Pada daerah serapan 1048 cm^{-1} menunjukkan ikatan vibrasi Fe-O yang merupakan fasa transisi sebelum terbentuknya hematit.

Hasil sintesis setelah kalsinasi dengan FTIR menunjukkan ada beberapa serapan yang hilang dan intensitas semakin tinggi pada senyawa utama jika dibandingkan dengan sebelum kalsinasi. Hilangnya gugus fungsi yang ada pada ekstrak daun sirih hijau juga dimungkinkan karena adanya kalsinasi pada suhu 750°C . Serapan gugus khas senyawa hematit yaitu Fe-O muncul pada serapan 517 cm^{-1} dan 430 cm^{-1} dengan intensitas yang kuat mengindikasikan senyawa hematit yang terbentuk semakin banyak (Wahyinto, dkk., 2022). Adanya ikatan vibrasi Fe-O ditunjukkan dengan serapan pada bilangan gelombang $1056\text{--}1112\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan masih adanya fasa geotit. Adapun serapan senyawa hematit memiliki puncak yang relatif sama pada ketiga variasi dengan intensitas yang tinggi.

4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan UV-Vis

Hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui absorbansi dan panjang gelombang maksimum dari sampel hematit. Adapun hasil analisis spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 4.10.

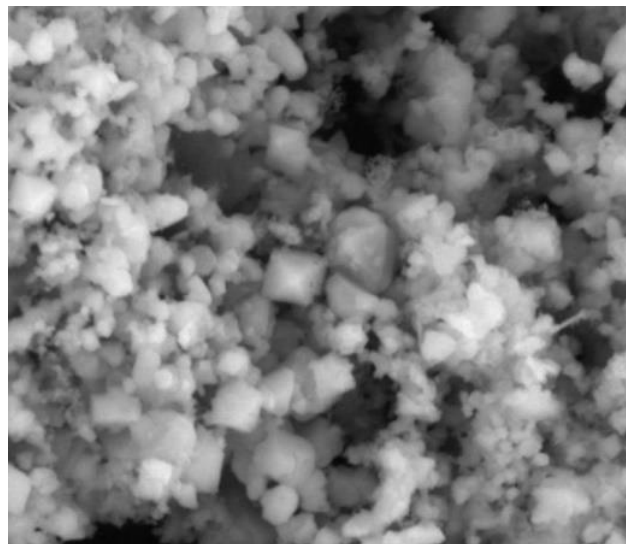


Gambar 4.10 Hasil Spektrofotometer UV-Vis

Pada Gambar 4.10 terlihat bahwa pada kecepatan pengadukan 550 rpm terdapat serapan maksimum pada panjang gelombang 329 nm dan 661 nm. Pada kecepatan 750 rpm, serapan maksimum ditemukan pada panjang gelombang 337 nm dan 608 nm. Sementara itu, pada kecepatan 950 rpm, serapan maksimum terjadi pada panjang gelombang 327 nm dan 661 nm. Hasil tersebut menunjukkan bahwa panjang gelombang berbanding lurus dengan ukuran kristal, dimana semakin tinggi panjang gelombang yang dihasilkan maka ukuran kristal juga semakin besar. Berdasarkan penelitian oleh Silva, (2020), pigmen hematit menyerap cahaya pada panjang gelombang 380 dan 690 nm yang disebabkan oleh transisi hematit. Spektrum dari ketiga variasi kecepatan pengadukan menunjukkan bahwa serapan maksimum berada pada rentang panjang gelombang sekitar 300 nm dan 660 nm, yang menyerap cahaya di daerah biru dan hijau. Serapan ini mengindikasikan terjadinya transisi orbital elektron dari $t_{2g} \rightarrow e_g$. Penyerapan pada 337 nm terjadi karena transisi perpindahan muatan antara ligan (oksigen) ke logam (Fe) dan pada 600 nm penyerapan terkait dengan transisi dalam hematit, yang menghasilkan warna merah kecoklatan pada hematit. Hal ini sejalan dengan penelitian Cornell dan Schwertmann (2003), yang menjelaskan bahwa spektrum UV-Vis pada oksida besi mencerminkan transisi elektronik dari tingkat energi rendah menuju tingkat energi yang lebih tinggi.

4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM

Morfologi permukaan hasil sintesis dapat dianalisis menggunakan SEM. Hasil uji SEM dengan variasi kecepatan pengadukan 950 rpm pada perbesaran 25.000x ditampilkan pada Gambar 4.11

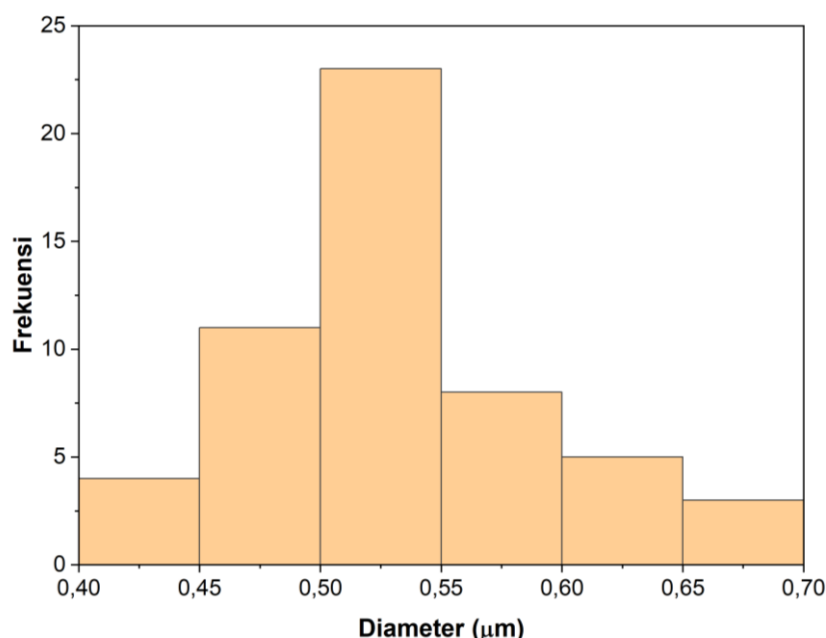


Gambar 4.11 Hasil karakterisasi SEM hematit kecepatan pengadukan 950 rpm

Pada Gambar 4.11 dapat dilihat partikel hematit cenderung memiliki morfologi oktahedral, sebagian kubik dan tidak seragam. Pada kondisi kecepatan pengadukan tersebut menunjukan adanya aglomerasi. Aglomerasi tersebut menyebabkan hasil SEM menjadi kurang terlihat jelas sehingga menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar jika dibandingkan dengan Gambar

2.9. Kecenderungan aglomerasi juga dapat terjadi akibat interaksi tarikan magnetik yang kuat diantara partikel-partikel berbasis besi (Fouad, dkk., 2019).

Hasil karakterisasi SEM kemudian diolah dengan aplikasi *image-J* untuk memperoleh data distribusi partikel dan ukuran partikel yang ditampilkan pada Gambar 4.13. Hasil ukuran partikel pada variasi 950 rpm berkisar 0,51 μm . Ukuran partikel erat kaitanya dengan nilai FWHM, jika ukuran partikel kecil maka nilai FWHM meningkat (Guo, dkk., 2011).



Gambar 4.12 Histogram distribusi ukuran partikel hematit kecepatan pengadukan 950 rpm

4.7 Pemanfaatan Pigmen Hematit dalam Prespektif Islam

Pemanfaatan pigmen hematit dapat dianalisis dari beberapa aspek, termasuk manfaat, etika penggunaan, dan dampaknya terhadap lingkungan serta masyarakat. Dalam islam menekankan pentingnya menjaga kesehatan dan keamanan. Pigmen hematit, yang digunakan dalam berbagai produk seperti kosmetik, cat, dan material konstruksi, harus aman bagi kesehatan manusia. Islam juga mengajarkan pentingnya menjaga kelestarian lingkungan. Penggunaan pigmen hematit harus dilakukan dengan cara yang ramah lingkungan, menghindari polusi dan kerusakan ekosistem.

Penggunaan bahan yang ramah lingkungan digunakan pada penelitian ini untuk sintesis pigmen hematit. *Green synthesis* merupakan proses sintesis hematit menggunakan agen pengendap dari bahan dasar alam salah satunya ekstrak daun sirih hijau. Allah telah melarang berbuat kerusakan di bumi karena akan berdampak ke kehidupan selanjutnya. Hal ini sesuai dengan firman Allah dalam surat ar Ruum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

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)”.

Syaikh `Abdurrahman bin Nashir As-Sa`di (1433) dalam kitab “Taisiirul Kariimir Rahmaan” 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 lingkungan dengan cara mensintesis pigmen besi oksida hematit menggunakan bahan-bahan dari alam agar menjadi produk yang dapat digunakan kembali serta ramah lingkungan.

Sintesis pigmen besi oksida dari senyawa besi menjadi salah satu upaya dalam menjaga dan melestarikan lingkungan. Pigmen besi oksida diklasifikasikan menjadi 16 senyawa yang memiliki warna yang beragam (Frankel, 2016). Menurut Rahman, dkk. (2013) pigmen oksida besi dikategorikan kedalam *black pigment* (magnetit), *colored pigment* (geothit dan maghemit), dan *metal effect pigment* (hematit). Keberagaman warna telah Allah SWT jelaskan dalam firmanya QS. Fathir ayat 27:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيَضٌ وَحُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَعَرَائِبٌ سُودٌ (٢٧)

Artinya :*“Tidakkah kamu melihat bahwasanya Allah menurunkan hujan dari langit lalu Kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya. Dan di antara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada yang hitam pekat”*

Surat Fathir ayat 27 menerangkan tentang kesempurnaan dan kekuasaan Allah yang mampu menciptakan bermacam-macam benda dari materi berupa air hujan yang diturunkan. Kalimat أَلْوَانُهَا menjelaskan dari air hujan tersebut Allah mengeluarkan buah-buahan yang bermacam-macam dan beragam warna, rasa, serta baunya. Sedangkan kalimat جُدَدٌ diartikan sebagai jalan yang bermacam-macam warnanya, dan pada kalimat وَحُمْرٌ yang berarti merah sesuai dengan warna pigmen hematit yang disintesis. Imam farro' menafsirkan arti dari kata مُخْتَلِفًا menjadikan bermacam-macam warna, dalam hal itu Allah SWT sesungguhnya menjelaskan bahwa segala sesuatu itu mempunyai perbedaan warna karena keagungan, keadilan atas kekuasaan Allah dan menjadi bukti atas keindahan ciptaanNya supaya kamu berpikir (Al-Maraghi, 1993).

Senyawa hematit dalam pembentukannya membutuhkan agen reduktor. Pada penelitian ini digunakan agen reduktor dari tanaman, yakni daun sirih hijau karena memiliki kandungan senyawa tanin. Peran daun sirih hijau sebagai agen reduktor membuktikan bahwa tanaman tidak hanya berperan sebagai bahan makan namun juga dapat dijadikan bahan pembuatan hematit. Allah Swt menjelaskan kebermanfaatan tanaman pada surat as Syu'ara ayat 7:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ (٧)

Artinya :*“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik”*

Kata *zauj* dalam surat ini diartikan sebagai pasangan (Shihab, 2008). Pasangan yang dimaksud adalah pasangan tumbuh-tumbuhan, karena tidak hanya manusia yang memiliki pasangan, tetapi juga tumbuhan. Manusia dan tumbuhan sama-sama tumbuh namun berbeda maksud tumbuhnya. Lafal *karīm* menurutnya ialah digunakan untuk menggambarkan sesuatu yang baik untuk objek yang disifatinya. Tumbuhan yang baik, bisa juga dikatakan tumbuhan yang subur dan bermanfaat (Shihab, 2008). Berbagai macam tumbuhan yang mendatangkan manfaat, salah satunya yaitu daun sirih hijau. Daun sirih hijau mengandung senyawa tanin yang dapat dimanfaatkan sebagai agen reduktor dalam pembentukan senyawa hematit. Keberhasilan daun sirih hijau dalam membentuk senyawa hematit telah dibuktikan dengan hasil XRD.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

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

- a. Hasil FTIR menunjukkan bahwa ekstrak daun sirih hijau mengandung gugus fungsi O-H, C-H, C=C, dan C-O. Puncak-puncak tersebut merupakan serapan spesifik dari senyawa golongan fenolik seperti tanin yang berperan sebagai reduktor dan presipitator dalam sintesis hematit.
- b. Hasil XRD menunjukkan bahwa produk hasil sintesis memiliki struktur rhombohedral dengan kristalinitas yang tinggi. Didapatkan ukuran kristal dari hasil sintesis dengan kecepatan pengadukan 550 rpm; 750 rpm; dan 950 rpm berturut-turut sebesar 31,1; 32,2; dan 31,6 nm. Hasil karakterisasi warna hematit diperoleh panjang gelombang maksimum pada bilangan gelombang 329; 337; dan 327 nm pada kecepatan pengadukan 550; 750; dan 950 rpm. Hasil tersebut menunjukkan bahwa perbedaan kecepatan pengadukan berpengaruh terhadap ukuran partikel dan panjang gelombang hematit.
- c. Hasil karakterisasi SEM pada senyawa hematit dengan kecepatan pengadukan 950 rpm diperoleh morfologi oktahedral, sebagian kubik dan tidak seragam serta terjadinya aglomerasi.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu menggunakan metode penyaringan lain untuk meningkatkan efektivitas penyaringan dan mengurangi kehilangan partikel sehingga dapat meningkatkan rendemen sintesis hematit. Dalam penelitian ini, rendemen yang diperoleh masih relatif sedikit karena banyak partikel yang lolos saat proses penyaringan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2003. *Tafsir Ibnu Katsir* (Jilid 6). Pustaka Imam Asy Syafi'i.
- Abdulkadir, I. dan Aliyu, A.B. 2013. Some Wet Routes For Synthesis Of Hematite Nanostructures. *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, 7(3): 114–121.
- Abdurrahman. 1433. *Tafsir As-Sa'di (Taisir Al-Karim Ar-Rahman)*. Cetakan kedua. Muassasah Ar-Risalah.
- 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.
- Al-Maraghi, A.M. 1993. *Terjemahan Tafsir Al-Maraghi*, Jilid III, Semarang: PT Karya Thoha Putra.
- Bakoyannakis, D. N., Deliyanni, E. A., Zouboulis, A. L., Matis, K. A., Nalbandian, L., & Kehagias, T. 2003. Akaganeite and Goethite-Type Nanocrystals: Synthesis and Characterization. *Microporus and Mesoporus Materials*, 59(1), 35-42.
- Bano, S., Javed, K., Ahmad, S., Rathish, I.G., Singh, S., Chaitanya, M., Arunasree, K.M, and Alam, M.S. 2013. Synthesis of Some Novel Chalcones, Flavanones and Flavones and evaluation of Their Anti-Inflammatory Activity, *Eur. J. Med. Chem.*, 65, 51-59.
- Bepari, R. A., Bharali, P., & Das, B. K. 2017. Controlled Synthesis of α - and γ -Fe₂O₃ Nanoparticles Via Thermolysis of PVA Gels and Studies on α -Fe₂O₃ Catalyzed Styrene Epoxidation. *Journal of Saudi Chemical Society*, 21, S170– S178.
- Bolobajev, J., Trapido, M., & Goi, A. 2016. Interaction of tannic acid with ferric iron to assist 2,4,6-trichlorophenol catalytic decomposition and reuse of ferric sludge as a source of iron catalyst in Fenton-based treatment. *Applied Catalysis B: Environmental*, 187, 75–82.
- Bourvellec, C. L., & Renard, C. M. G. C. 2012. Interactions between Polyphenols and Macromolecules: Quantification Methods and Mechanisms. *In Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 52(3), 213–248.
- 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.
- 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.
- Cullity, B.D., dan Stock, S.R. 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*, Prentice Hall: New Jersey.
- Damayanti, R.M. 2005. *Khasiat dan Manfaat Daun sirih hijau : Obat Mujarab dari Masa ke Masa*. Jakarta : Agro Media Pustaka.
- Didik, L. A. 2020. Penentuan Ukuran Butir Kristal CuCr_{0,98}Ni_{0,02}O₂ Dengan Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscope (SEM). *Indonesian Physical Review*. 3(1). 6-14.
- Douglas et al, 1998, *Principels of Instrumental Analysis Fifth Edition*. Phidelphia: Saunders Golden sunburst Series.

- 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.
- Fouad, D. E., Zhang, C., El-Didamony, H., Yingnan, L., Mekuria, T. D., & Shah, A. H. 2019. Improved Size, Morphology and Crystallinity of Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles Synthesized Via The Precipitation Route Using Ferric Sulfate Precursor. *Results in Physics*, 12(January), 1253–1261.
- 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.
- Ghosh, D. (2015). Tannins from Foods to Combat Diseases. *International Journal of Pharma Research & Review*, 4(5), 40–44.
- Gilbert, F., Refait, P., L  v  que, F., Remazeilles, C., dan 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.
- 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.
- Handoyo, L. Y. 2020. Pengaruh Lama Waktu Maserasi (Perendaman) Terhadap Kekentalan Ekstrak Daun Sirih (Piper Betle). *Prodi Ilmu Kesehatan*, 2(1).
- Hikmah, B. 2018. Manfaat Tumbuhan Bagi Manusia (Studi Sains atas Surah ‘Abasa 24-32). *Skripsi*. Prodi Ilmu Alquran dan Tafsir Fakultas Ushuluddin dan Filsafat Universitas Islam Negeri Sunan Ampel Surabaya.
- 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.
- Jiang, Z., Lui, Q., Roberts, A. P., Dekkers, M. J., Barron, V., Torrent, J., & Li, S. 2022. The Magnetic and Color Reflectance Properties of Hematite: from Earth to Mars. *Reviews of Geophysics*, 60(1), 1–71.
- Khairunisa, L. F., Asri W., & Sarifah, N. 2019. Kajian Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Rendemen dan Mutu Kristal Patchouli Alcoholdengan Metode *Cooling Crystallization*. *Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis dan Biosistem*. 7(1): 55-56.
- Khoiroh, L. M., Mardiana, D., Sabarudin, A., & Ismuyanto, B. 2013. Synthesis of Hematite Pigments (α -Fe₂O₃) by Thermal Transformations of FeOOH. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, 2(1), 27– 34.
- Khopkar, S.M. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press, Jakarta.
- Kim, C. W., Kang, M. J., Van, T. K., & Kang, Y. S. 2017. A selective morphosynthetic approach for single crystalline hematite through morphology evolution via microwave assisted hydrothermal synthesis. *Journal of industrial and engineering chemistry*, 53, 341-347.
- Kraushofer, F.J., Zdenek, B., Magdalena, H., Jan, D.P.W., dan Michael, S., Michael, S., Martin, D., Ulrike, B., Peter, P.G.S. 2018. Atomic-Scale Structure of the Hematite α -Fe₂O₃(11-02) “r-Cut” Surface. *Journal of Physical Chemistry C*, 122(3): 1657–1669.
- Lanxess Energizing Chemistry. 2015. Inorganic Pigments using the Laux Process. *Majalah*. Bayferrox and Colortherm.

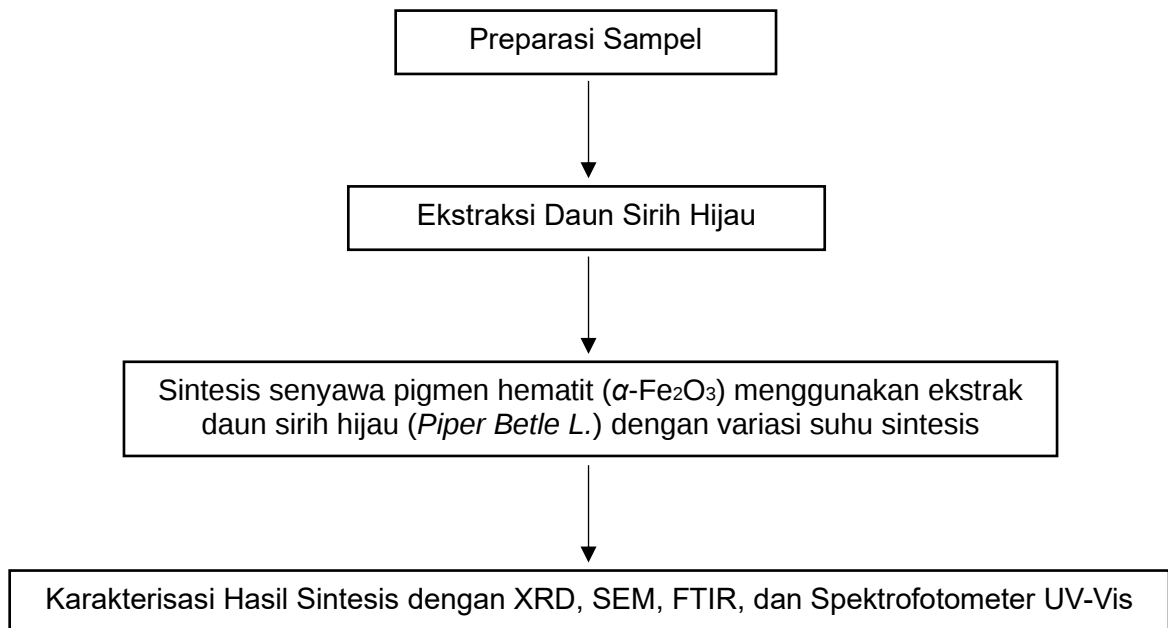
- Lassoued, A., Lassoued MS, Dkhil B, Gadri A, Ammar S. 2017. Control of The Shape and Size of Iron Oxide (α -Fe₂O₃) Nanoparticles Synthesized Through The Chemical Precipitation Method. *Results in Physics*, 7, 3007- 3015.
- Masta, N. 2020. Buku Materi Pembelajaran Scanning Electron Microscopy.
- Nisa, 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.
- Nisa, C., Aini, N., dan Khoiroh, L.M. 2019. Sintesis Pigmen Geothit (α -FeOOH) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Presipitasi. *Alchemy*, 7(2): 40.
- Nitasari, Diana. 2019. Perbandingan Kadar Flavonoid Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper betle* L.) Hasil Maserasi dan Perkolasi Berdasarkan Analisa Spektrofotometri UV-Vis. *Diploma thesis*, Akademi Farmasi Putera Indonesia Malang.
- Manongko, Sientje, M., Irma, L., & Kimia, P. 2020. Uji Senyawa Fitokimia dan Aktivitas Antioksidan Tanaman Patah Tulang (*Euphorbia tirucalli* L.). *Jurnal MIPA*. 9(2), 64–69.
- Miarti, A., Leni, L. 2022. Ketidakpastian Pengukuran Analisa Kadar Biuret, Kadar Nitrogen, Dan Kadar Oil Pada Pupuk Urea di Laboratorium Kontrol Produksi PT Pupuk Sriwidjaya Palembang. *Jurnal Cakrawala Ilmiah*. 2(3).
- Palupi, D., Kusdiyantini, E., Rahadian, R., and Prianto, A.H., 2016, Identifikasi Kandungan Senyawa Fitokimia Minyak Biji Mimba (*Azadirachta Indica*, A. Juss), J. Akad. Biol., 5 (3), 23–28.
- Pangestuti, S., Karo, P.K., Sebayang, P. Kurniawan, C. 2017. *Pengaruh Aditif Ferro Boron (FeB) Terhadap Karakteristik*. 05(02): 143–154.
- Pardede, L., Kusdiyantini, E., & Budiharjo, A. (2014). Ekstraksi dan Uji Stabilitas Zat Warna Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L.). *Jurnal Biologi*, 3(3), 9–15.
- Pindiga, N. Y., Abubakar, A., Danbature, W. L., & Muhammaed, U. Y. 2023. Green Synthesis and Characterization of Iron Nanoparticles from the Leaf Extract of *Khaya senegalensis* (Mahogany) and its Antimicrobial Activity. *Letters in Applied NanoBioScience*, 12(3).
- Prasetya, A. D., Rifai, M., Mujamilah, & Miyamoto, H. 2020. X-ray Diffraction (XRD) Profile Analysis of Pure ECAP-annealing Nickel Samples. *Journal of Physics: Conference Series*, 1436(1), 012113.
- Qiu, G., Huang, H., Genuino, H., Opembe, N., Stafford, L., Dharmarathna, S., & Suib, S. L. 2011. Microwave –Assisted Hydrothermal Synthesis of Nanosized α -Fe₂O₃ for Catalyst and Adsorbents. *The Journal of Physical Chemistry C*, 115(40), 19626–19631.
- Rohman, A., 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Cetakan I. penerbit Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Rufus, A., Sreeju, N., & Philip, D. 2016. Synthesis of Biogenic Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles for Antibacterial and Nanofluid Applications. *RSC Advances*, 6(96), 1–27.
- Sadiah, H. H., Cahyadi, A. I., & Windria, S. 2022. Kajian Daun Sirih Hijau (*Piper betle* L) Sebagai Antibakteri. *Jurnal Sain Veteriner*, 40(2), 128.
- 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.
- Saif, S., Tahir, A., dan Chen, Y. 2016. *Green Synthesis of Iron Nanoparticles and Their Environmental Applications and Implications*. *Nanomaterials*, 6.
- Sankari, G., E. Kriahnamoorthy, S. Jayakumaran, S. Gunaeakaran, V.V. Priya, S. Subramanlam, S. Subramanlam, dan S.K. Mohan. 2010. Analisis imunoglobulin serum

- menggunakan pengukuran spektra fourier transformasi inframerah. *Biol. Med.* 2(3):42-48.
- Sari, D.Z. 2020. Green Synthesis Hematit Menggunakan Ekstrak Daun Teh Hijau (*Camellia Sinensis*) dengan Metode Presipitasi. *Skripsi*. Program Sarjana Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 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 ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*, 2(3), 95–100.
- Shevell, S. K., 2003. The Science of Color. *ELSEVIER*, Departments of Psychology and Ophthalmology & Visual Science University of Chicago.
- Shihab, M. Quraish. (2008). *Tafsir al-Misbah; Pesan, Kesan, dan Keserasian Alquran Vol. 10*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shtewi, F. A., Barag, W. M., & Tarroush, A. A. 2021. Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using Mentha Piperita Leaves Extract. *International Science and Technology Journal*, 24, 1–18.
- Silva, M.A., C. Vieira Rocha, J. Gallo, H.P. Felgueiras, M.T. Pessoa de Amorim. 2020. Porous composites based on cellulose acetate and alfa-hematite with optical and antimicrobial properties. *Carbohydrate Polymers*. 241.
- Simbolon, R. A., Halimatussakdiah, & Amna, U. 2021. Uji Kandungan Senyawa Metabolit Sekunder pada Ekstrak Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L. var. Pomifera) dari Kota Langsa, Aceh. *Jurnal Kimia Sains Dan Terapan*, 3(1), 12–18.
- Sobirin, Mohamad, Margi Fitriawan, Rofiatul Zannah, Yani Puspitarini, Fandi Musthofa Ananda Saputra, dan Andya Satya Purnomo Putro. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Nano Hematit dari Limbah Baja (Mill Scale) dengan Metode laux. *Seminar Nasional Mahasiswa Fisika*. ISBN 978-602-1034-07-1.
- Somchaidee, P., & Tedsree, K. 2018. Green Synthesis of High Dispersion and Narrow Size Distribution of Zero-Valent Iron Nanoparticles using Guava Leaf (*Psidium guajava* L) Extract. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 9(3).
- Sornapudi, S. D., Srivastava, M., & Sornapudi, D. 2022. Quantitative Estimation of Phytochemicals in Different Leaf Extracts. *The Pharma Innovation Journal*, 11(9), 125–128.
- Srisadono A. 2008. Skrinning Awal Ekstrak Etanol Daun sirih hijau (*Piper betle* Linn) Sebagai Antikanker Dengan Metode Brine Shrimp Lethality Test (BLT). (*Artikel Karya Tulis Ilmiah*). Semarang: Fakultas Kedokteran Universitas Diponegoro.
- Stuart, B. 2004. *Infrared Spectroscopy : Fundamentals and Appllication*, 19–20. 33–34, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Supattarasakda, K., Petcharoen, K., Permpool, T., Sirivat, A., dan Lerdwijitjarud, W. 2013. Control Of Hematite Nanoparticle Size And Shape By The Chemical Precipitation Method. *Powder Technology*, 249: 353–359.
- 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.
- 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.

- Wahyinto, I. R., Anthoni, B. A., & Titin, A. Z. 2022. Extraction and Characterization of Fe_2O_3 from Red Mud PT. Indonesia Chemical Alumina West Kalimantan. *Berkala Sainstek*. 10(3): 155-161.
- Wahyuni, T., & Ab, S. 2014. Pemanfaatan Tanin Ekstrak Daun Jambu Biji terhadap Laju Korosi Besi dalam Larutan NaCl 3% (w/v). *KONVERSI*, 3(1), 45–52.
- Warono, D., Syamsudin. 2013. Unjuk Kerja Spektrofotometer untuk Analisa Zat Aktif Ketoprofen. *Konversi*. vol. 2, No. 2.
- 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.
- Yadav, AK., S. Singh, D. Dhyani, & PS. Ahuja. 2011. A review on the improvement of stevia (*Stevia rebaudiana* (Bertoni)). *Canadian Journal of Plant Sciences*. 91: 1-27.
- Yusoff, A.H.M., Salimi, M.N., and Jamlos, M.F. 2018. Critical Parametric Study on Final Size of Magnetite Nanoparticles. *Materials Science and Engineering*. 318.
- Yoonus, J., Resmi, R., & Beena, B. 2020. Evaluation of antibacterial and anticancer activity of green synthesized iron oxide ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, 46, 2969–2974.
- Zakaria, 2003. *Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Beku dari Daerah Istimewe Yogyakarta dengan Metode X-Ray Diffraction*, skripsi, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Haluoleo : Kendari.
- Zanur, H.P., Ardian, A. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Bijih Besi Di Jorong Kepalo Bukik Kabupaten Solok Selatan Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 6(2): 149–155.
- Zulaicha, S. A., Syahjoko Saputra, I., Puspita Sari, I., & Annas, D. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Modifikasi Mikropartikel Magnetit (Fe_3O_4) Dalam Pemanfaatan Karat dengan Ekstrak Daun Ilalang (*Imperata cylindrica* L). *Jurnal Jejaring Matematika dan Sains*, 2(2), 51–55.
- Zulfah, M., Amananti, W., & Santoso, J. 2021. Perbandingan Aktivitas Antioksidan Ekstrak Etanol Daun Sirih Hijau (*Piper betle* L.) dan Daun Sirih Merah (*Piper crocatum*).
- Zhen, Y. S., Chen, Z. M., Cheng, S. J., & Chen, M. L. 2002. Tea Bioactivity and Therapeutic Potential. Landon: Taylor & Francis.

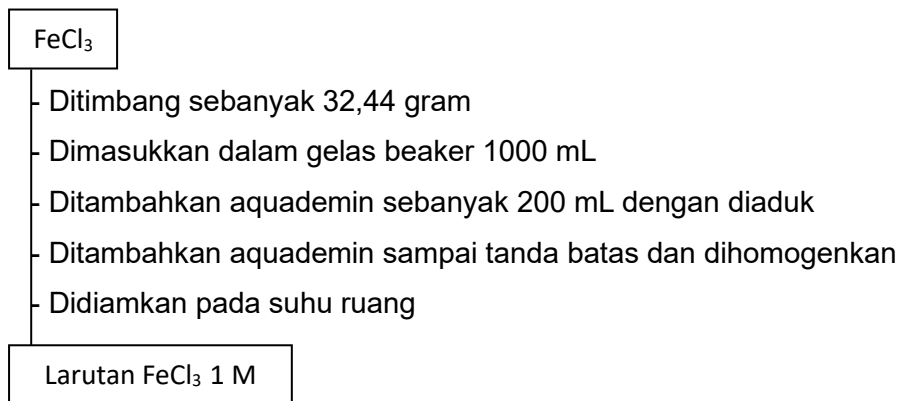
LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian

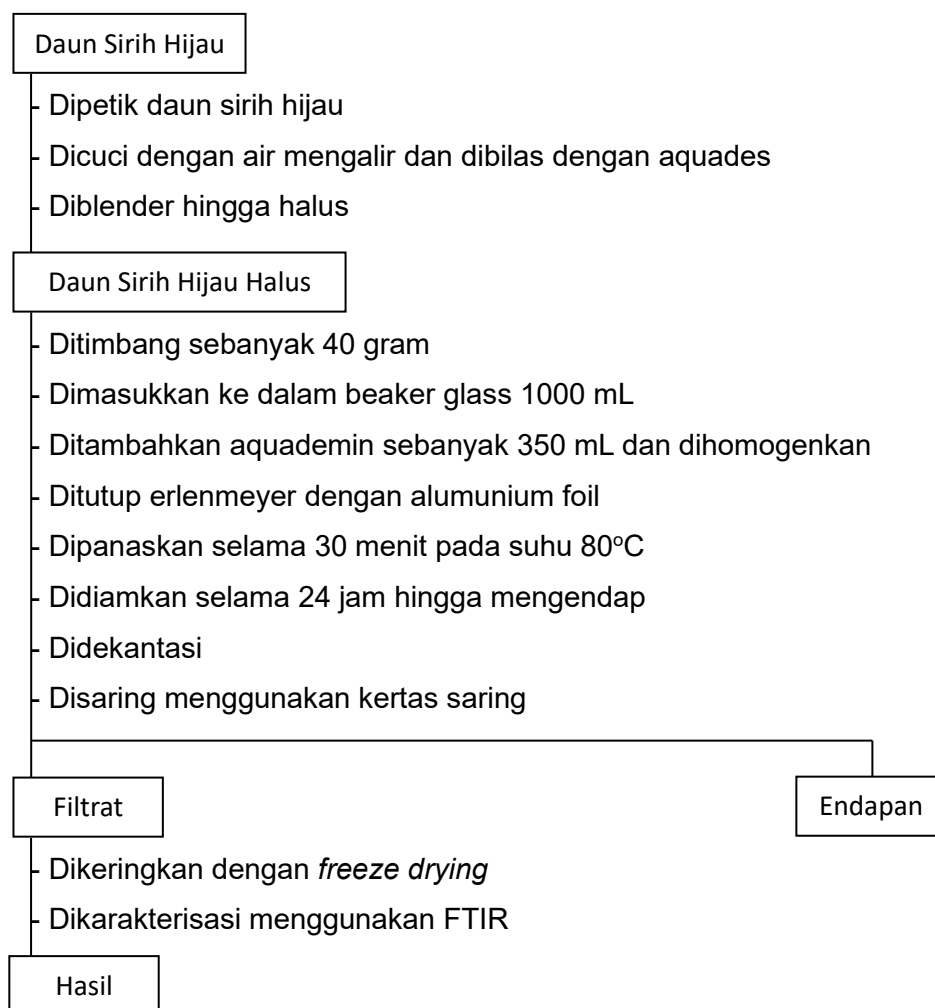


Lampiran 2 Diagram Alir

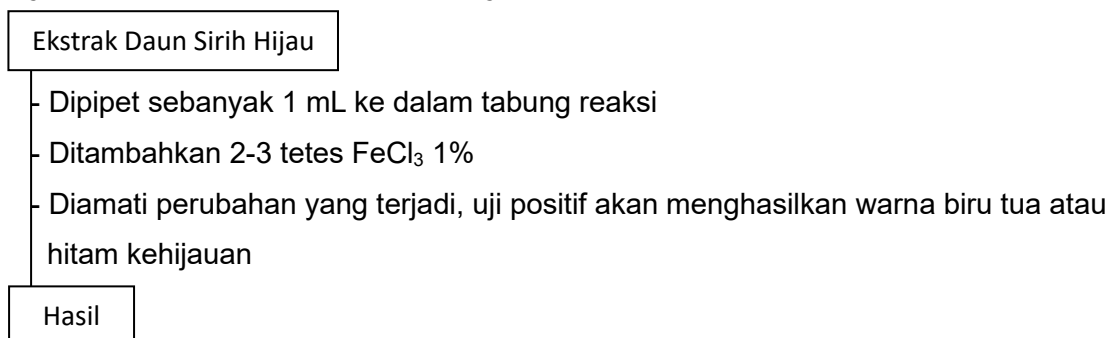
L.2.1 Preparasi dan Pembuatan Sampel



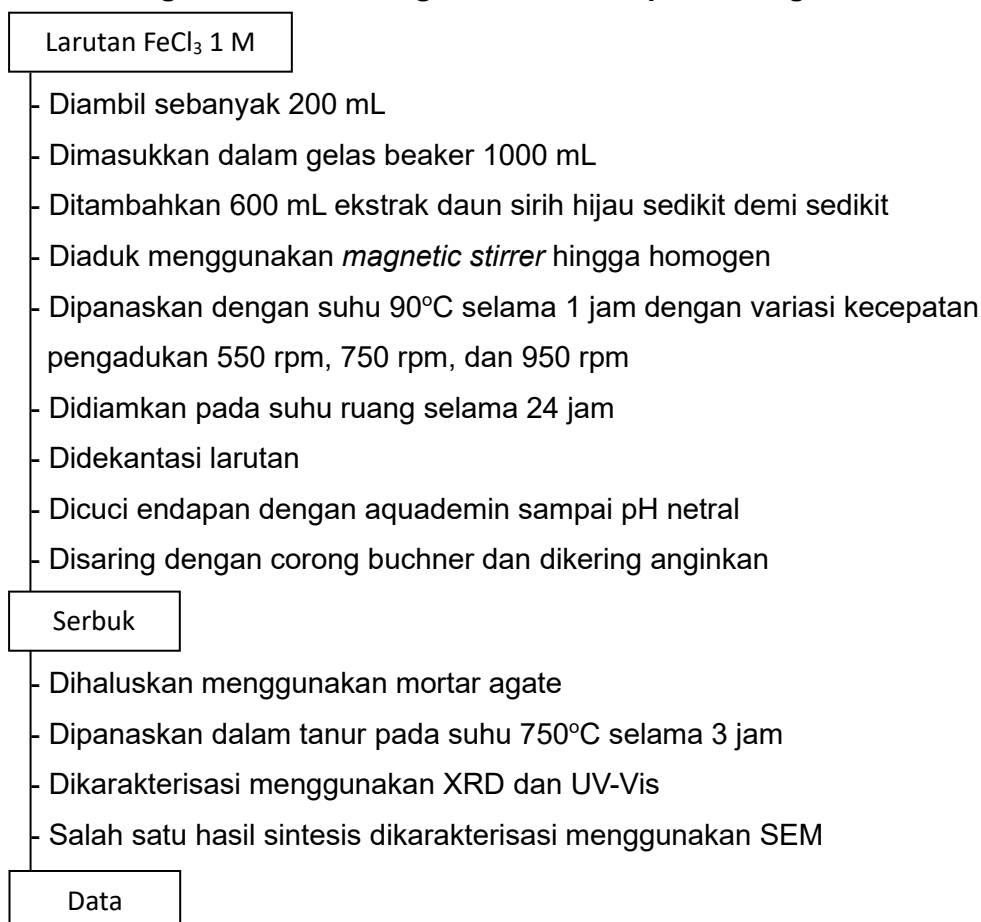
L.2.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau dengan Metode Infusa



L.2.3 Uji Kualitatif Ekstrak Daun Sirih Hijau



L.1.4 Sintesis Pigmen Hematit dengan Variasi Kecepatan Pengadukan



Lampiran 3 Perhitungan

L.3.1 Pembuatan Larutan FeCl_3 1 M dalam 200 mL

$$M_r = 162,2 \text{ gr/mol}$$

$$M = \frac{\text{mol}}{V}$$

$$1 \text{ M} = \frac{\text{mol}}{0,2 \text{ L}}$$

$$\text{mol} = 5 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{\text{massa}}{M_r}$$

$$5 \text{ mol} = \frac{\text{massa}}{162,2 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 32,44 \text{ gram}$$

Larutan FeCl_3 yang digunakan adalah larutan FeCl_3 1 M. Larutan dibuat dengan melarutkan FeCl_3 sebanyak 32,44 gram dengan aquademin sebanyak 200 mL dalam beaker glass 1000 mL.

L.3.2 Perhitungan Ukuran Kristal Hematit

Untuk menghitung ukuran kristal pada salah satu hasil sintesis hematit digunakan data hasil analisis XRD pada persamaan Deybe-Scherrer sebagai berikut:

1. 550 rpm

$$\lambda = 1,54060 \text{ \AA} \quad \frac{FWHM \times \pi}{180} = \frac{0,244 \times 3,14}{180} = 0,00425$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,244$$

$$2\theta = 33,36 \quad D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54040}{0,00425 \times 0,957} = 31,1 \text{ nm}$$

$$\theta = 16,68$$

$$\cos \theta = 0,957$$

2. 750 rpm

$$\lambda = 1,54060 \text{ \AA} \quad \frac{FWHM \times \pi}{180} = \frac{0,236 \times 3,14}{180} = 0,00411$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,236$$

$$2\theta = 33,22 \quad D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54040}{0,00411 \times 0,958} = 32,2 \text{ nm}$$

$$\theta = 16,61$$

$$\cos \theta = 0,958$$

3. 950 rpm

$$\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$$

$$\frac{FWHM \times \pi}{180} = \frac{0,240 \times 3,14}{180} = 0,00418$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,244$$

$$2\theta = 33,26$$

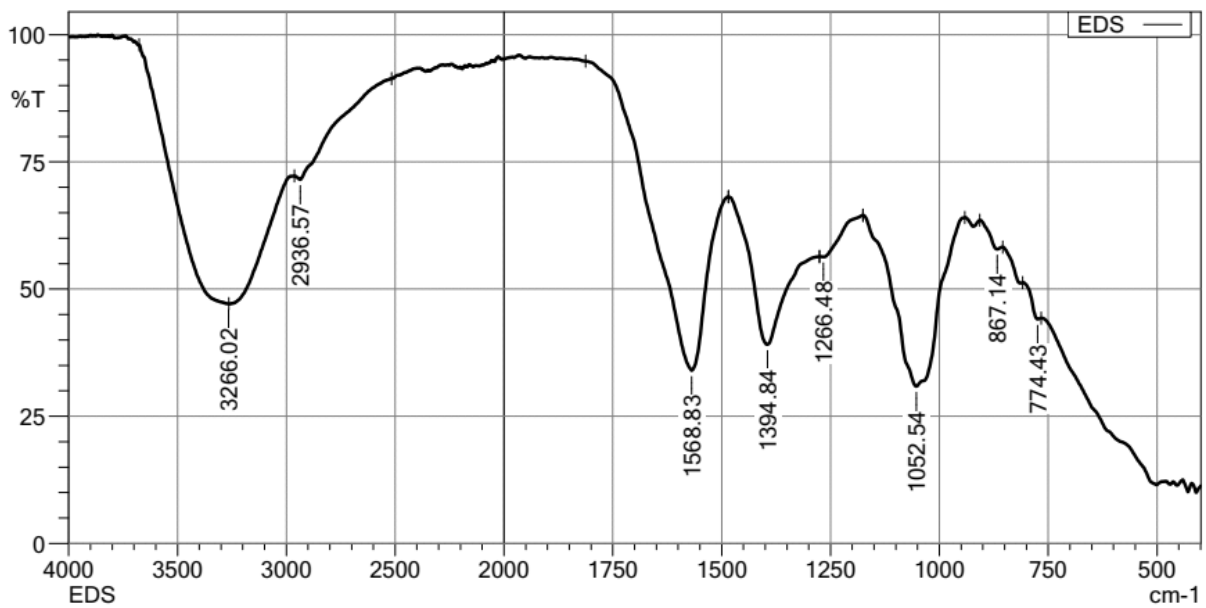
$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54040}{0,00418 \times 0,958} = 31,6 \text{ nm}$$

$$\theta = 16,63$$

$$\cos \theta = 0,958$$

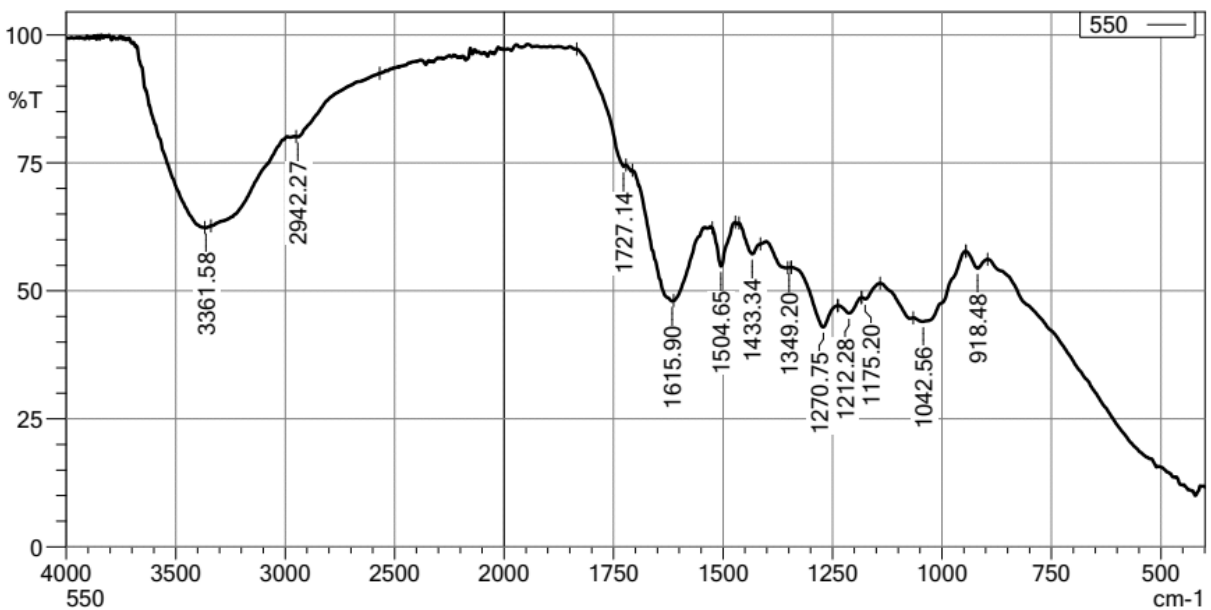
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi FTIR

L.4.1 Hasil Karakterisasi FTIR Ekstrak Daun Sirih Hijau

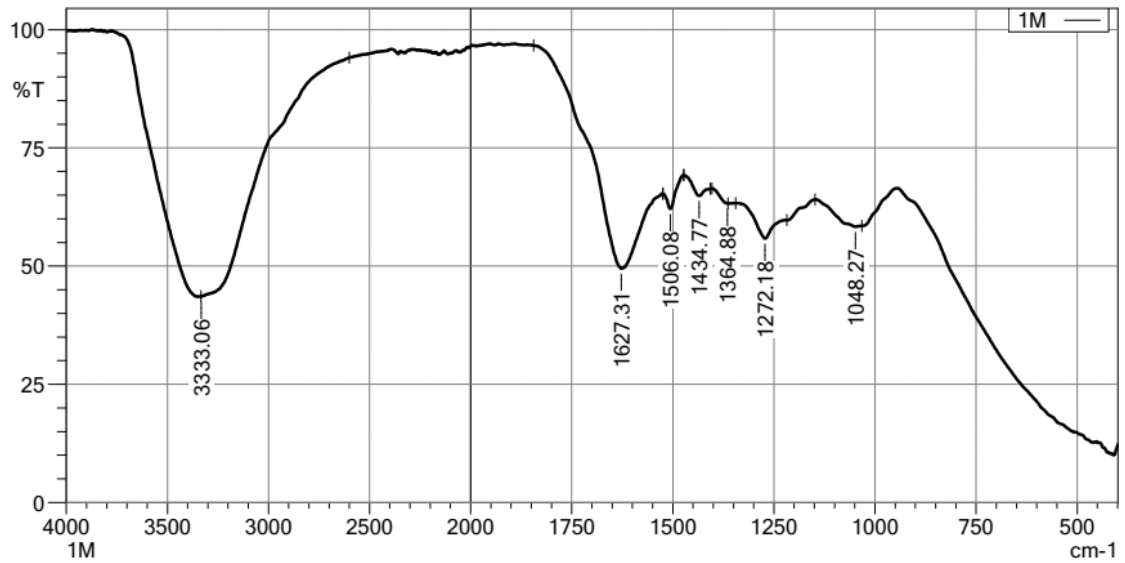


L.4.2 Hasil Karakterisasi FTIR Hematit Sebelum Kalsinasi

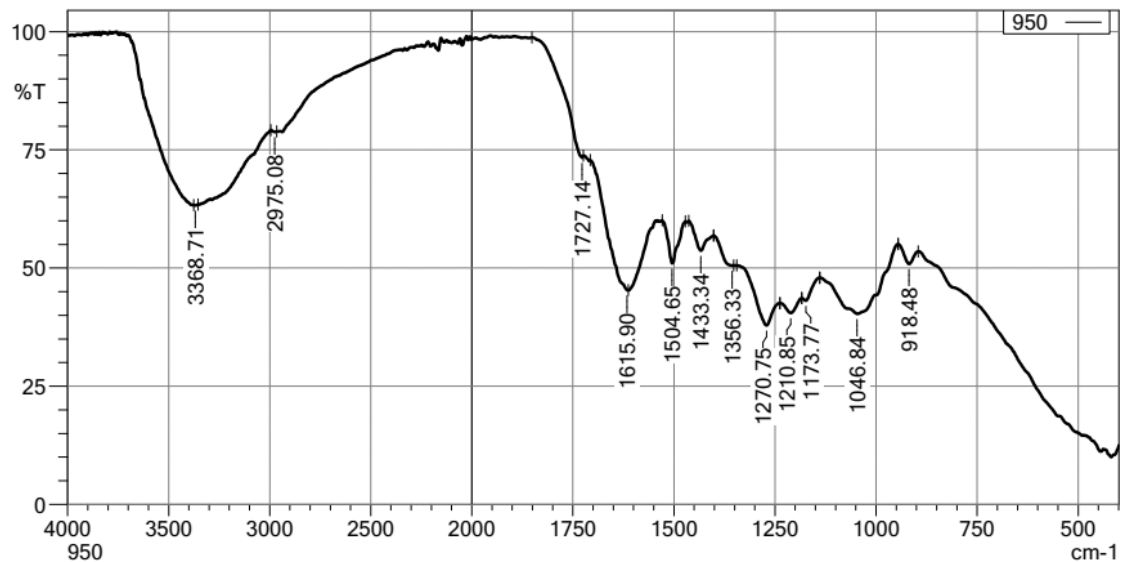
L.4.2.1 FTIR Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 550 rpm



L.4.2.2 FTIR Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 750 rpm

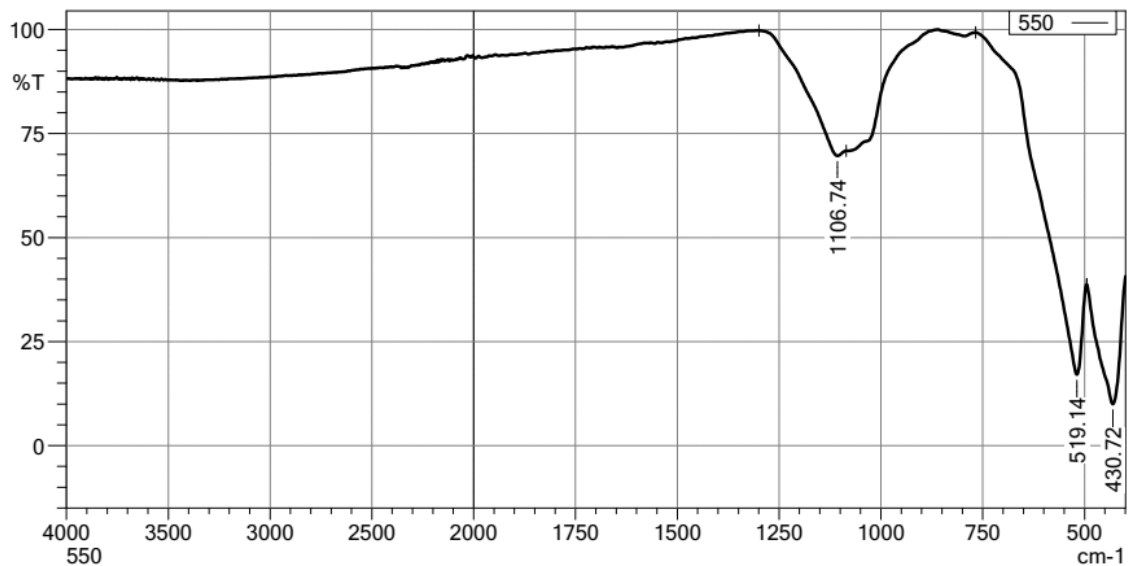


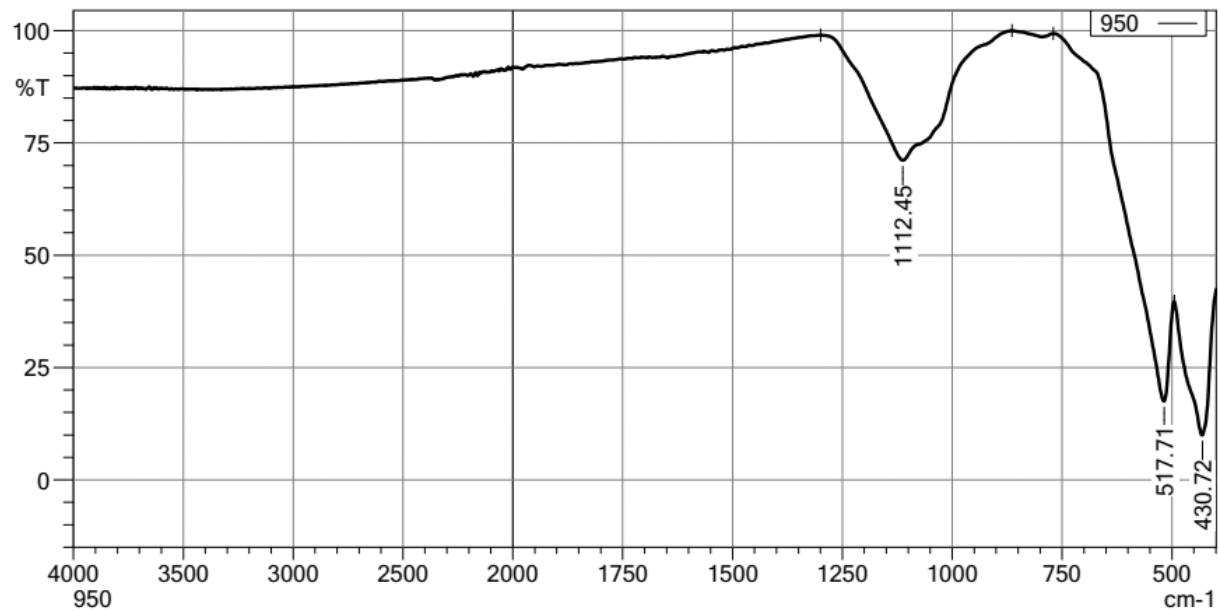
L.4.2.3 FTIR Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 950 rpm



L.4.3 Hasil Karakterisasi FTIR Hematit Setelah Kalsinasi

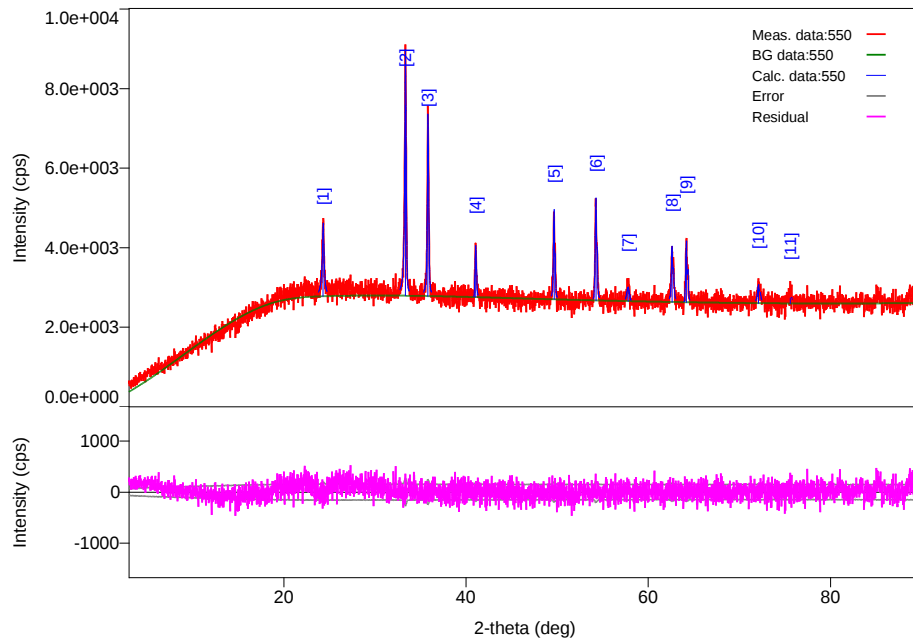
L.4.3.1 FTIR Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 550 rpm



L.4.3.2 FTIR Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 750 rpm**L.4.3.3 FTIR Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 950 rpm**

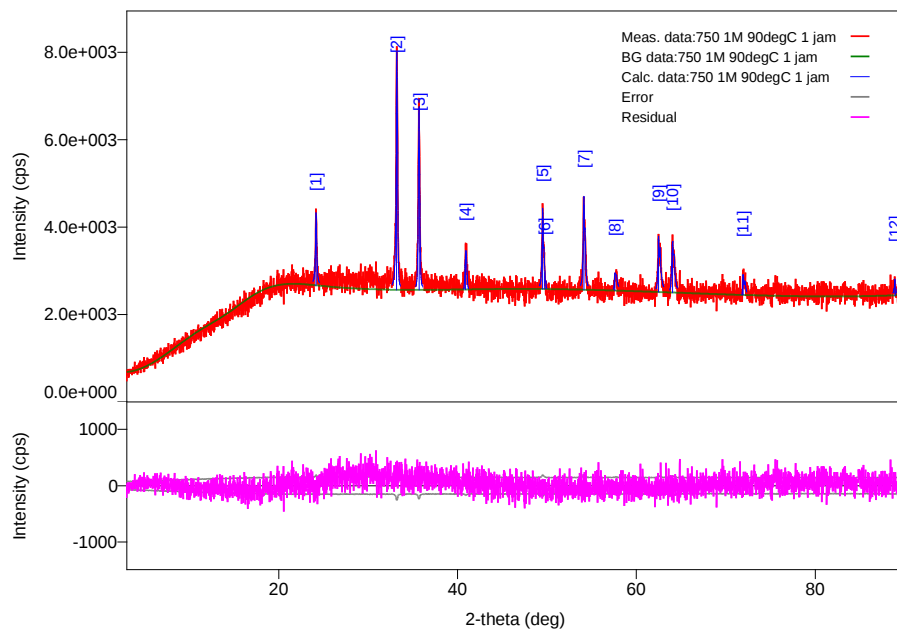
Lampiran 5 Hasil Karakterisasi XRD

L.5.1 Hasil Karakterisasi XRD Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 550 rpm



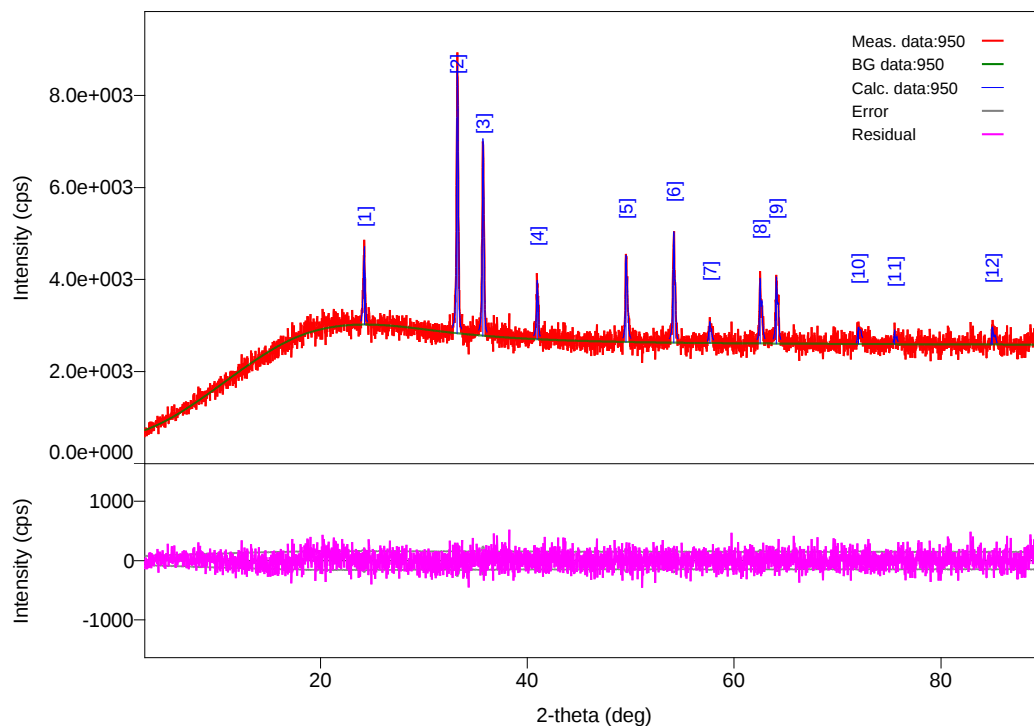
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.32(3)	3.657(4)	1326(105)	0.20(4)	463(22)	0.35(4)	1.3(10)
2	33.352(7)	2.6844(5)	4793(200)	0.151(10)	1088(22)	0.227(14)	1.9(5)
3	35.812(7)	2.5054(5)	3807(178)	0.132(10)	723(20)	0.190(14)	1.3(3)
4	41.046(17)	2.1972(9)	1124(97)	0.14(2)	179(19)	0.16(3)	1.5(8)
5	49.670(3)	1.83402(1)	1965(128)	0.130(13)	358(19)	0.18(2)	4.3(19)
6	54.258(11)	1.6893(3)	2264(137)	0.150(11)	429(21)	0.19(2)	2.3(9)
7	57.78(11)	1.594(3)	279(48)	0.28(10)	89(26)	0.32(15)	2(3)
8	62.596(18)	1.4828(4)	1307(104)	0.162(19)	306(21)	0.23(3)	1.0(6)
9	64.190(13)	1.4498(3)	1479(111)	0.146(13)	260(20)	0.18(3)	2.3(12)
10	72.10(6)	1.3090(10)	403(58)	0.23(8)	139(23)	0.34(11)	2(3)
11	75.6(3)	1.257(4)	134(33)	0.5(2)	73(34)	0.5(4)	2(5)

L.5.2 Hasil Karakterisasi XRD Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 750 rpm



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.169(16)	3.679(2)	1304(104)	0.13(3)	282(16)	0.22(3)	1.0(7)
2	33.194(6)	2.6968(4)	4556(195)	0.130(8)	879(19)	0.193(12)	0.91(18)
3	35.692(8)	2.5135(5)	3247(164)	0.154(9)	646(19)	0.199(16)	2.1(5)
4	40.91(4)	2.204(2)	714(77)	0.19(3)	144(21)	0.20(5)	1.0(8)
5	49.517(7)	1.8393(2)	1595(115)	0.140(11)	283(12)	0.18(2)	1.7(4)
6	49.737(13)	1.8317(4)	375(56)	0.12(3)	55(10)	0.15(5)	1.7(4)
7	54.129(6)	1.69297(1)	1939(127)	0.141(14)	457(18)	0.24(2)	1.6(3)
8	57.603(18)	1.5989(5)	387(57)	0.21(7)	124(17)	0.32(9)	0.5(6)
9	62.471(5)	1.48547(1)	1195(100)	0.14(2)	345(18)	0.29(4)	0.5(2)
10	64.049(14)	1.4526(3)	1016(92)	0.21(2)	328(22)	0.32(5)	1.6(4)
11	71.931(12)	1.31159(1)	466(62)	0.16(4)	103(17)	0.22(7)	0.5(6)
12	88.908(7)	1.09989(7)	364(55)	0.07(4)	51(13)	0.14(6)	5(35)

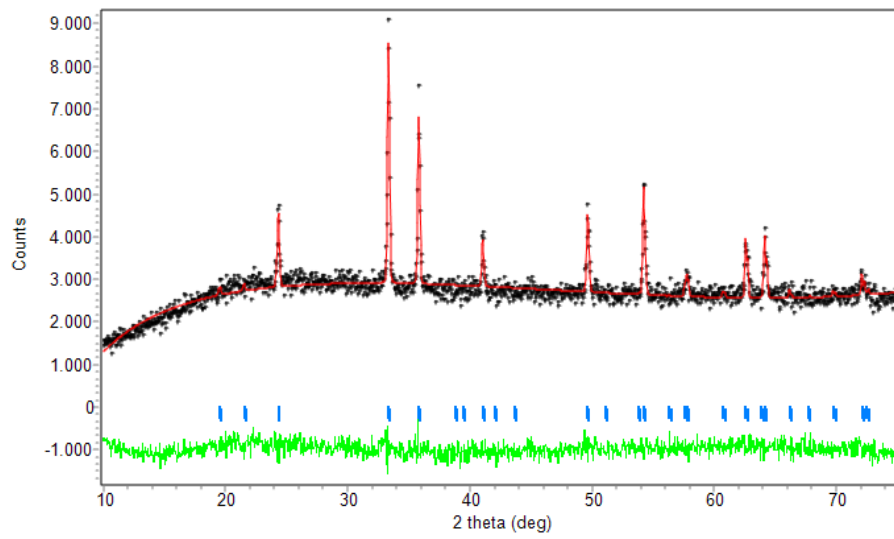
L.5.3 Hasil Karakterisasi XRD Hematit Variasi Kecepatan Pengadukan 950 rpm



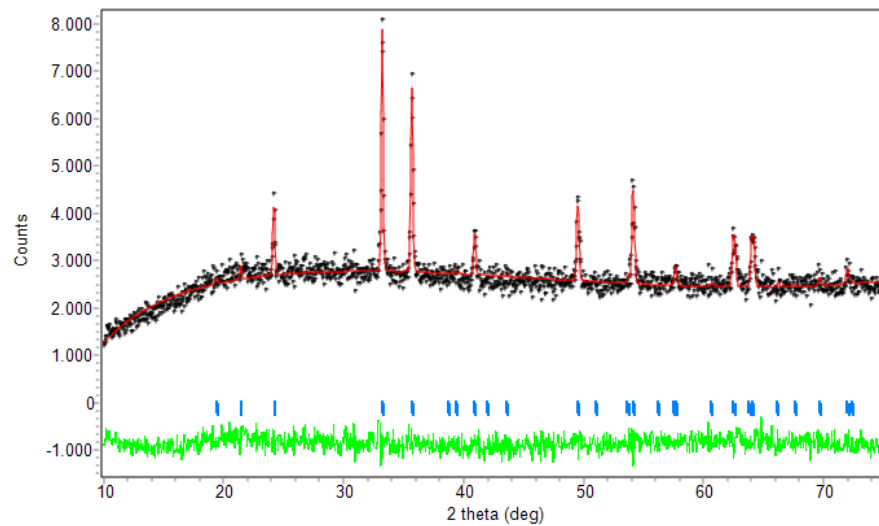
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.260(14)	3.666(2)	1186(99)	0.171(16)	285(19)	0.24(4)	4(3)
2	33.227(7)	2.6942(6)	4687(198)	0.154(7)	971(20)	0.207(13)	0.94(19)
3	35.713(9)	2.5121(6)	3444(169)	0.156(9)	718(19)	0.209(16)	1.2(3)
4	40.953(17)	2.2020(9)	1086(95)	0.15(3)	231(16)	0.21(3)	1.1(6)
5	49.541(11)	1.8385(4)	1730(120)	0.148(15)	379(17)	0.22(2)	0.8(3)
6	49.541(11)	1.8385(4)	1730(120)	0.148(15)	379(17)	0.22(2)	0.8(3)
7	54.172(9)	1.6918(3)	2120(133)	0.157(12)	478(17)	0.23(2)	1.5(5)
8	57.66(3)	1.5975(7)	399(58)	0.18(5)	110(18)	0.28(9)	2.0(11)
9	62.520(15)	1.4844(3)	1315(105)	0.139(19)	308(17)	0.23(3)	1.0(6)
10	64.081(15)	1.4520(3)	1344(106)	0.163(17)	322(18)	0.24(3)	0.8(4)
11	72.02(4)	1.3101(6)	356(54)	0.23(5)	135(21)	0.38(12)	0.8(5)
12	75.52(3)	1.2579(4)	301(50)	0.10(5)	55(14)	0.18(8)	1.3(16)
12	84.961(15)	1.14060(16)	385(57)	0.19(4)	78(19)	0.20(8)	0.5(5)

Lampiran 6 Hasil Refinement Produk Sintesis

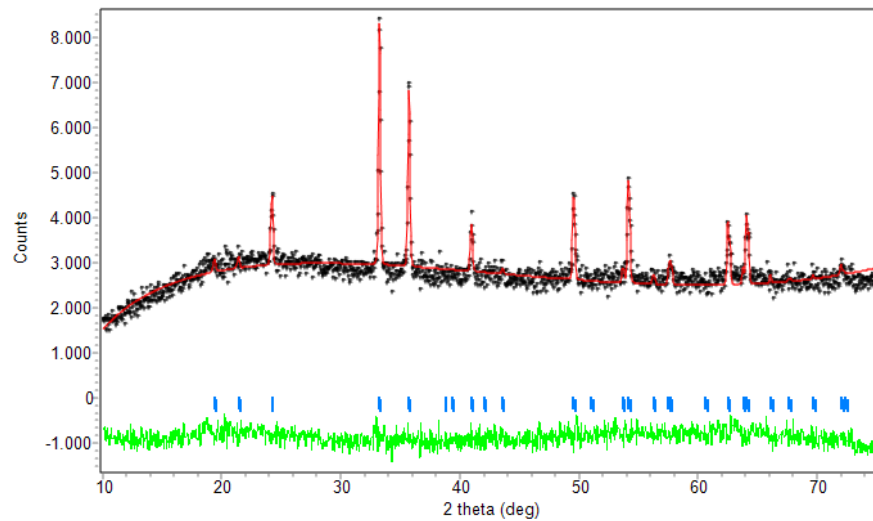
L.6.1 Hasil Refinement Variasi 550 rpm

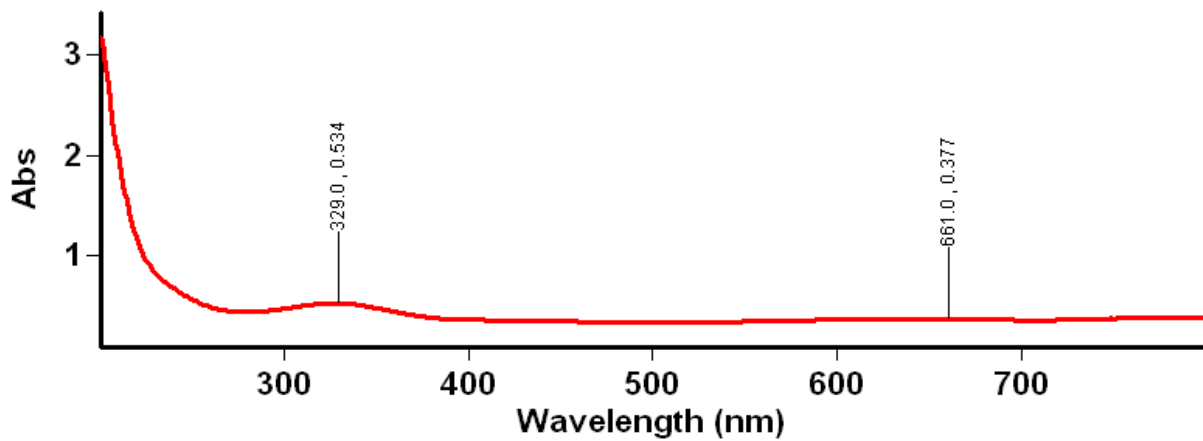
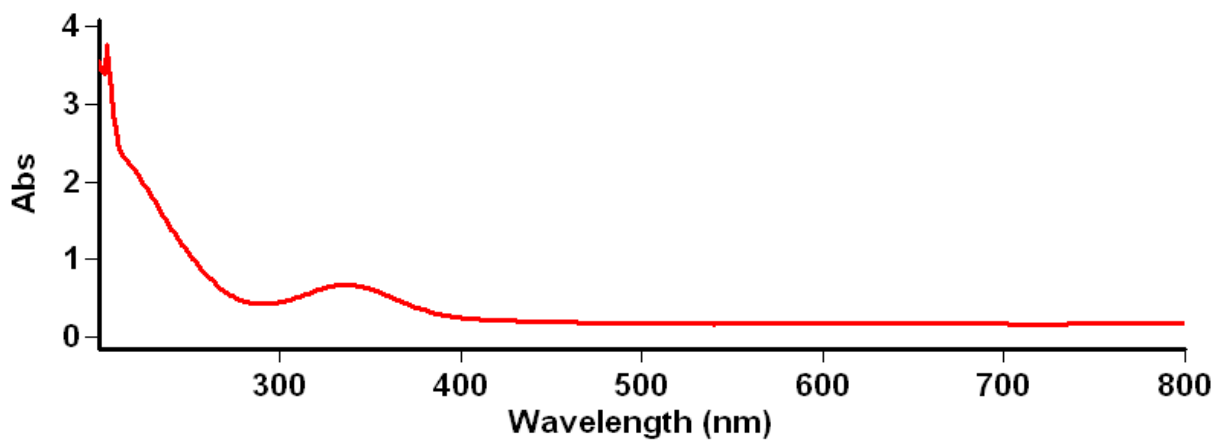
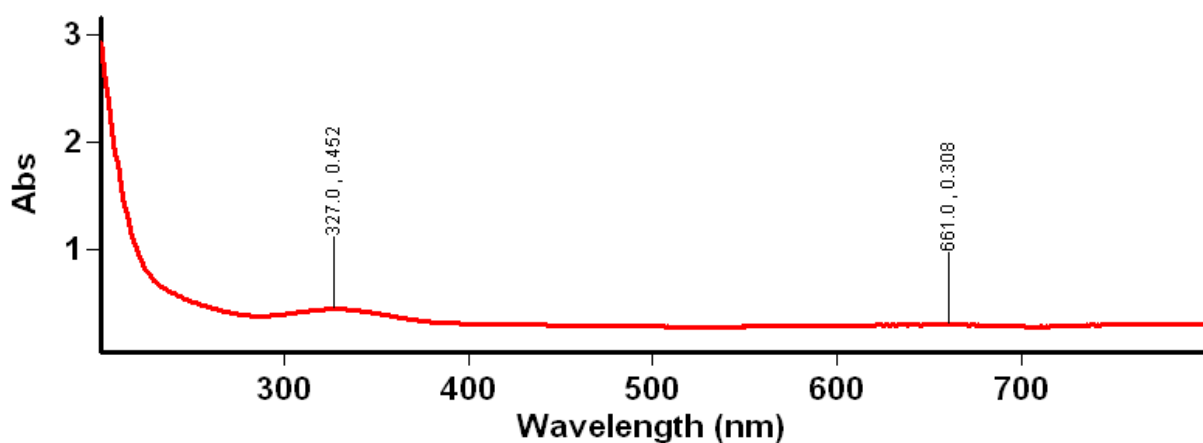


L.6.2 Hasil Refinement Variasi 750 rpm



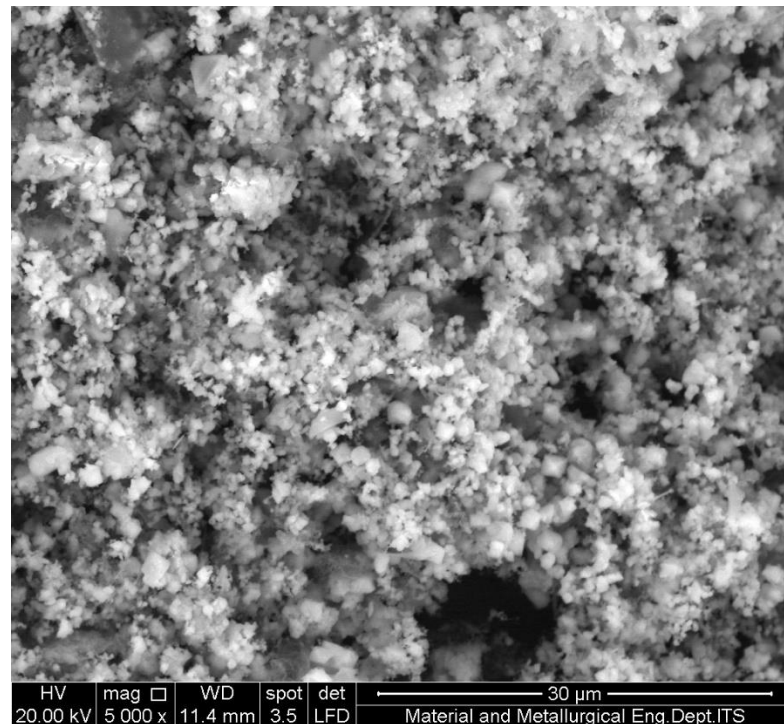
L.6.3 Hasil Refinement Variasi 950 rpm



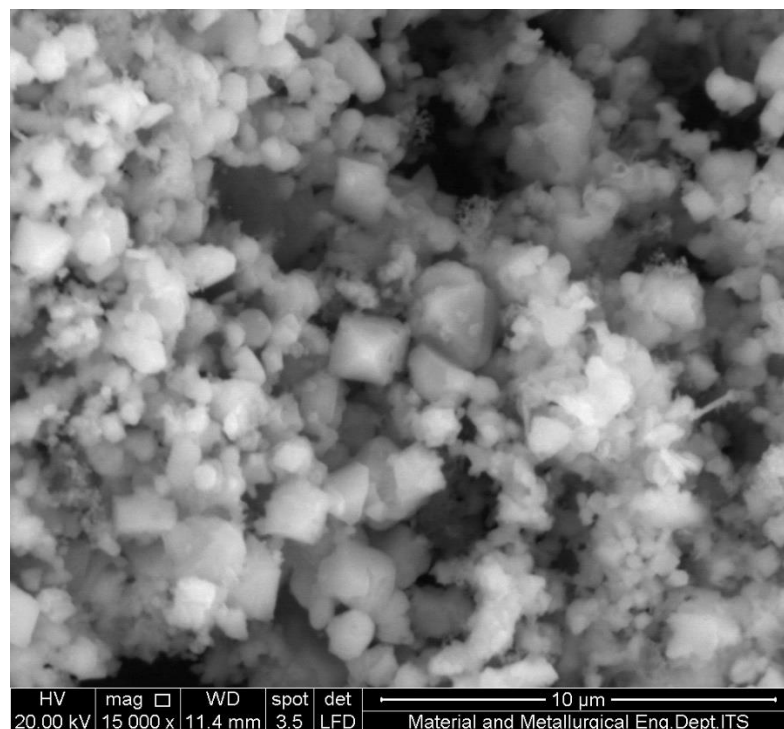
Lampiran 7 Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis**L.7.1 Hasil UV-Vis Variasi Kecepatan Pengadukan 550 rpm****L.7.2 Hasil UV-Vis Variasi Kecepatan Pengadukan 750 rpm****L.7.3 Hasil UV-Vis Variasi Kecepatan Pengadukan 950 rpm**

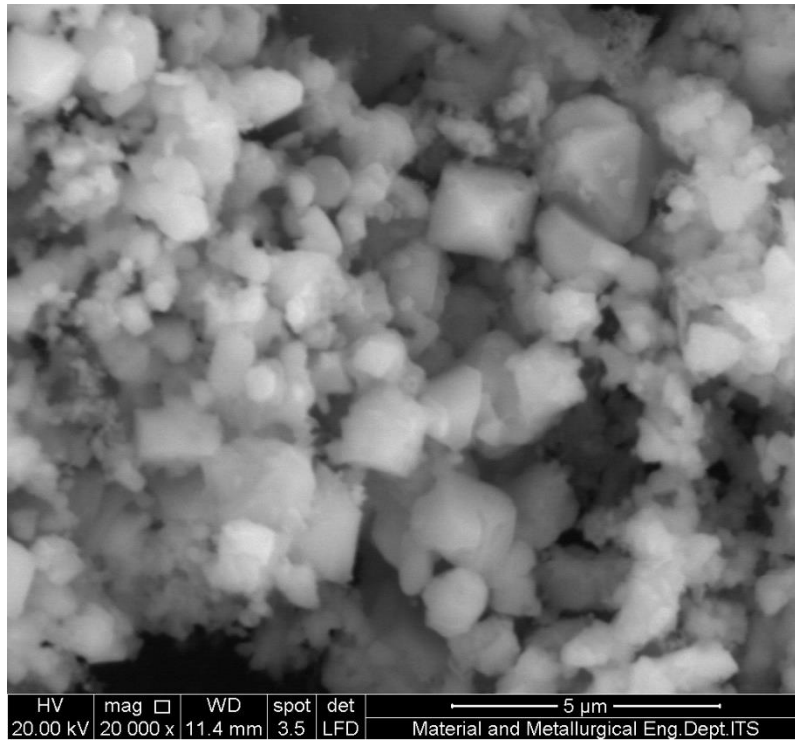
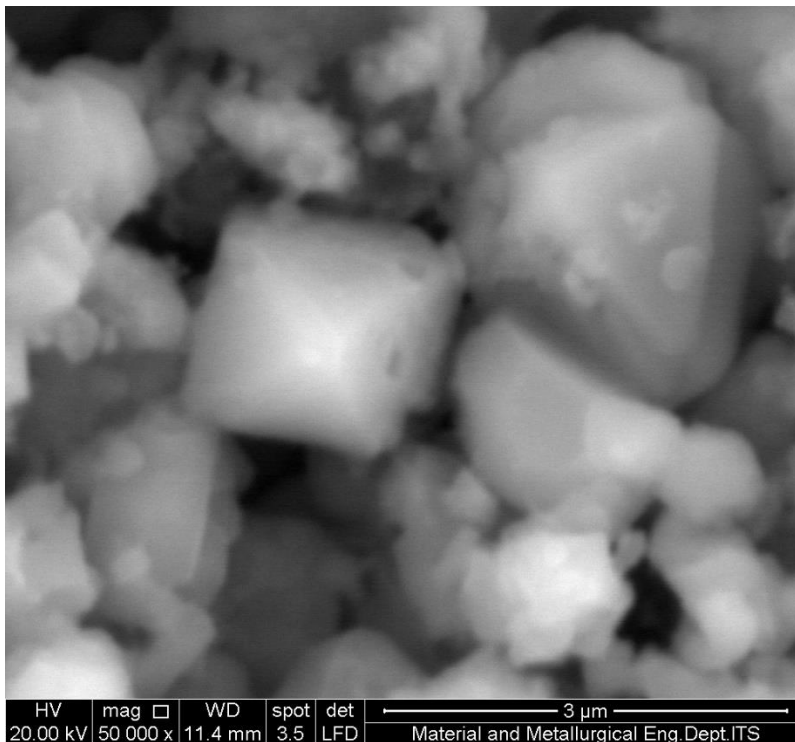
Lampiran 8 Hasil Karakterisasi SEM

L.8.1 Hasil Karakterisasi SEM Hematit Perbesaran 5000x



L.8.2 Hasil Karakterisasi SEM Hematit Perbesaran 15000x



L.8.3 Hasil Karakterisasi SEM Hematit Perbesaran 20000x**L.8.3 Hasil Karakterisasi SEM Hematit Perbesaran 50000x**

Lampiran 9 Hasil Analisis Menggunakan *ImageJ*
L.9 Tabel Hasil Sintesis Kecepatan Pengadukan 950 rpm

Model	LogNormal
	$y = y_0 +$
Equation	$A/(\sqrt{2\pi}) \cdot w \cdot x \cdot \exp(-(\ln(x/x_c))^2/(2w^2))$
Plot	Counts
y_0	$3,08359 \pm 0,85166$
x_c	$0,51992 \pm 0,00389$
w	$0,06327 \pm 0,0065$
A	$1,67172 \pm 0,15216$
Reduced Chi-Sqr	2,59951
R-Square (COD)	0,97657
Adj. R-Square	0,95314

