

**SINTESIS PIGMEN BESI OKSIDA HEMATIT (α -Fe₂O₃) MENGGUNAKAN EKSTRAK
DAUN SIRIH HIJAU (*Piper Betle L.*) DENGAN VARIASI KONSENTRASI FeCl₃ SEBAGAI
PREKURSOR**

SKRIPSI

**Oleh:
ALMIRA AMADEAWATI
NIM. 200603110101**



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

**SINTESIS PIGMEN BESI OKSIDA HEMATIT (α -Fe₂O₃) MENGGUNAKAN EKSTRAK
DAUN SIRIH HIJAU (*Piper Betle* L.) DENGAN VARIASI KONSENTRASI FeCl₃ SEBAGAI
PREKURSOR**

SKRIPSI

**Oleh:
ALMIRA AMADEAWATI
NIM 200603110101**

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

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

**SINTESIS PIGMEN BESI OKSIDA HEMATIT (α -Fe₂O₃) MENGGUNAKAN EKSTRAK
DAUN SIRIH HIJAU (*Piper Betle* L.) DENGAN VARIASI KONSENTRASI FeCl₃ SEBAGAI
PREKURSOR**

SKRIPSI

Oleh:
ALMIRA AMADEAWATI
200603110101

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 4 Desember 2024

Pembimbing I



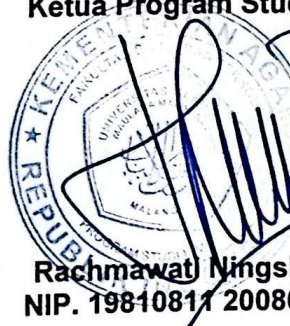
Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 201903 2 008

Pembimbing II



Ahmad Hanapi, M.Sc
NIP. 19851225 202321 1 021

Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia



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

**SINTESIS PIGMEN BESI OKSIDA HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) MENGGUNAKAN EKSTRAK
DAUN SIRIH HIJAU (*Piper Betle* L.) DENGAN VARIASI KONSENTRASI FeCl_3 SEBAGAI
PREKURSOR**

SKRIPSI

Oleh:
ALMIRA AMADEAWATI
NIM. 20063110101

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 20 Desember 2024**

Ketua Penguji	: Eny Yulianti, M.Si. NIP. 19760611 200501 2 006
Anggota Penguji I	: Nur Aini, M.Si. NIP. 19840608 201903 2 009
Anggota Penguji II	: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si NIP. 19831226 201903 2 008
Anggota Penguji III	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIP. 19851225 202321 1 021

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

**Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia**


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

SURAT PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Almira Amadeawati

NIM : 200603110101

Pogram Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis Pigmen Besi Oksida Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Bette L.*) Dengan Variasi Konsentrasi FeCl_3 Sebagai Prekursor

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-banar 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,



Almira Amadeawati

NIM. 200603110101

MOTTO

Do what you love. Love what you do.

-Ray Budbury-

&

You've got to live your life. You've got to enjoy it.

-Daniel Craig-

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. atas segala nikmat dan karunia-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini dengan baik. Sholawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW. Skripsi ini saya persembahkan kepada kedua orang tua saya. Bapak Triyono dan Ibu Nedmawati yang telah memberikan kasih sayang, doa serta dukungan baik berupa moril maupun materiil. Semoga senantiasa diberikan kesehatan dan keberkahan agar selalu bisa menjadi support system utama saya dalam menjalani hari-hari yang akan datang.

Bapak/ibu dosen serta laboran program studi kimia khususnya kepada Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen pembimbing. Terimakasih atas waktu, dan ilmu yang telah ibu luangkan untuk penulis. Terimakasih atas kesabaran ibu selama membimbing dan mengarahkan penulis hingga menjadi manusia lebih baik dari sebelumnya. Terima kasih pula kepada Ibu Eny Yulianti, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si, dan bapak Ahmad Hanapi, M,Sc atas ilmu yang telah diberikan kepada penulis.

Teman-teman team daun sirih hijau yaitu Nada, Rama, dan Anjar yang senantiasa support dan selalu ada dalam setiap keadaan senang maupun susah selama mengerjakan karya ilmiah ini. Terimakasih juga kepada teman-teman lab kimia fisik lainnya yang selalu menghibur penulis selama mengerjakan karya ilmiah ini.

Pertama untuk diri saya sendiri, terima kasih karena telah mau berjuang dan bertahan sampai saat ini sampai mau berjuang dan mampu berada di titik ini. Terima Kasih pula untuk Johnny Suh, Carlos Sainz, tim Backrooms, tim Kaciw serta seluruh anggota NCT 127, NCT DREAM yang selalu memberikan hiburan dan menjadi moodbooster disaat penulis lelah dan stress, serta menjadi inspirasi penulis mengerjakan skripsi.

KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, nikmat dan karunianya. Atas segala ridho dari-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan **“Sintesis Pigmen Besil Oksida Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle L.*) Dengan Variasi Konsentrasi FeCl_3 Sebagai Prekursor”**. Sholawat dan salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW. Penulis mengucapkan terima kasih atas bantuan dan doa kepada semua pihak yang bersangkutan dan telah membantu terselesaikannya praktikum ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Zainuddin Zaen, M.HI 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 I yang telah membimbing dan mengarahkan dalam menyelesaikan proposal ini.
5. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing ii yang telah membimbing dan mengarahkan dalam menyelesaikan proposal ini.
6. Kepada semua pihak yang ikut membantu, memberikan doa, dukungan, dan motivasi kepada penulis.

Akhirnya dengan Ridho Allah SWT, semoga Allah SWT melimpahkan Rahmat dan balasan kepada semua pihak yang telah berpartisipasi dalam menyelesaikan laporan praktikum ini. Sebagai seseorang yang memiliki keterbatasan ilmu dan pengetahuan yang dikuasai, penulis menyadari bahwa laporan praktikum ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, kritik dan saran atas kekurangan laporan hasil praktikum ini akan diterima dengan senang hati.

Malang, 12 Desember 2024

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
SURAT PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN	vii
MOTTO	ix
HALAMAN PERSEMBAHAN	xi
KATA PENGANTAR.....	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR LAMPIRAN.....	xxi
ABSTRAK.....	xxiii
ABSTRACT.....	xxv
مُسْتَخْصَصُ الْبَحْثِ	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.....	3
2.1 Oksida Besi Hematit	3
2.2 Daun Sirih Hijau Sebagai Agen Pereduksi	6
2.3 Sintesis Hematit Menggunakan Metode Presipitasi Kalsinasi	9
2.4 Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor Sintesis pada Hematit	10

BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	13
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	13
3.2 Alat dan Bahan	13
3.2.1 Alat	13
3.2.2 Bahan	13
3.3 Rancangan Penelitian.....	13
3.4 Tahapan Penelitian	13
3.5 Cara Kerja	13
3.5.1 Ekstraksi Daun Sirih Hijau.....	13
3.5.2 Identifikasi Kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Sirih.....	14
3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Konsentrasi Prekursor FeCl_3	14
3.6 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis	14
3.6.1 Identifikasi Menggunakan XRD	14
3.6.2 Identifikasi Menggunakan SEM.....	14
3.6.3 Identifikasi Menggunakan UV-Vis	15
3.6.4 Identifikasi Menggunakan FTIR	15
3.7 Analisis Data.....	15
3.7.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi XRD	15
3.7.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi SEM.....	15
3.7.3 Analisis Hasil Data UV-Vis	16
3.7.4 Analisis Hasil Data FTIR	16

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	17
4.1 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Ekstrak Daun Sirih Hijau (<i>Piper Betle L.</i>) ..	17
4.1.1 Uji Kualitatif Tanin Pada Ekstrak Daun Sirih Hijau	17
4.1.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau	18
4.1.3 Sintesis Hematit dengan Variasi Konsentrasi FeCl_3	18
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis	20
4.2.1 Karakterisasi XRD	20
4.2.2 Karakterisasi SEM	22
4.2.3 Karakterisasi UV-Vis	23
4.2.4 Karakterisasi FTIR	24
4.3 Pandangan Islam Tentang Penelitian yang Dilakukan	27
BAB V PENUTUP	29
5.1 Kesimpulan	29
5.2 Saran	29
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	35

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Data Kristalografi hematit $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	4
Tabel 4.1 Hasil Refinement hematit sintesis dengan standar hematit	21
Tabel 4.2 Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis	22
Tabel 4.3 Interpretasi hasil spektra FTIR pada ekstrak, sebelum dan sesudah kalsinasi ...	26

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$).....	3
Gambar 2.2 Distribusi ukuran partikel yang dihasilkan dan variasi warna pigmen pada perbedaan konsentrasi hematit komersil Bayferrox a) 110 M; (b)140 M; (c)180 M dengan ukuran partikel (a) 0,09 μm ; (b) 0,3 μm ; (c) 0,7 μm	5
Gambar 2.3 Pola XRD Bijih Besi raw, pengeringan 150°C, kalsinasi 500°C dan 800°C	5
Gambar 2.4 Daun sirih (Piper Batlle) (Sarjani dkk., 2017)	6
Gambar 2.5 Struktur Tanin (Wahyuni, Tian & Syamsudin, 2014).....	7
Gambar 2.6 mekanisme reaksi FeCl_3 dengan tanin pada ekstrak daun sirih hijau.....	8
Gambar 2.7 Data SEM dari nanopartikel Fe_2O_3 dengan perbesaran (a) 55.000x (b) 65.000x8	
Gambar 2.8 Data FTIR dari nanopartikel Fe_2O_3	9
Gambar 2.9 Pola XRD sintesis hematit pada suhu 750 C dan 850 C	10
Gambar 2.10 Data SEM $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	11
Gambar 2.11 Data XRD dengan konsentrasi ferri sulfat 0,2;0,4 dan 0,6 M.....	12
Gambar 4.1 Ekstrak Daun Sirih Hijau setelah penambahan FeCl_3	17
Gambar 4.2 Reaksi antara Tanin dan FeCl_3	17
Gambar 4.3 Proses penghalusan daun sirih hijau	18
Gambar 4.4 Proses penyaringan.....	18
Gambar 4.5 Hasil sintesis (a) padatan berwarna hijau kehitaman sebelum kalsinasi (b) padatan berwarna merah setelah kalsinasi.....	19
Gambar 4.6 Reaksi pembentukan nanopartikel Fe_2O_3	19
Gambar 4.7 Reaksi saat kalsinasi	20
Gambar 4.8 Difraktogram hematit hasil sintesis	21
Gambar 4.9 Perbesaran beberapa puncak tertinggi pada hematit hasil sintesis.....	22
Gambar 4.10 Hasil SEM perbesaran 25.000 dan 50.000 (a) 0,6 M (b) 1 M (c) 1,4 M	23
Gambar 4.11 Hasil spektra UV-Vis hematit	23
Gambar 4.12 Hasil analisis UV-Vis.....	24
Gambar 4.13 Spektra hasil FTIR ekstrak dan sebelum kalsinasi.....	25
Gambar 4.14 Spektra hasil FTIR setelah kalsinasi	25
Gambar 4.15 Hasil spektra FTIR tanpa daun sirih.....	26

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	35
Lampiran 2. Diagram Alir	36
Lampiran 3. Perhitungan	38
Lampiran 4. Hasil karakterisasi FTIR	39
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRD	43
Lampiran 6. Hasil Refinement Produk Sintesis	46
Lampiran 7. Perhitungan Kristal Hematit.....	48
Lampiran 8. Hasil Karakterisasi SEM.....	49
Lampiran 9. Histogram dan nilai R-Square produk hasil sintesis.....	51
Lampiran 10 Hasil karakterisasi UV-Vis	53
Lampiran 11. Dokumentasi Penelitian	55

ABSTRAK

Amadeawati, Almira. 2024. **Sintesis Pigmen Besi Oksida Hematit (α -Fe₂O₃) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle L.*) Dengan Variasi Konsentrasi FeCl₃ Sebagai Prekursor**. Metodologi Penelitian. Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si. Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc.

Kata kunci : Daun sirih hijau, Hematit, Pigmen, Presipitasi

Hematit pigmen memiliki kelebihan diantaranya lebih ramah lingkungan, tidak beracun, antikorosi, memiliki daya penutup dan daya tahan yang tinggi. Sintesis hematit pigmen dapat dilakukan menggunakan ekstrak daun sirih hijau karena mempunyai senyawa metabolit sekunder diantaranya tannin, alkaloid dan flavonoid yang berfungsi sebagai agen reduktor, presipitator dan capping. Metode yang dilakukan dalam sintesis menggunakan presipitasi yang dilanjutkan kalsinasi dengan variasi konsentrasi 0,6; 1; 1,4 M FeCl₃. Karakterisasi yang dilakukan diantaranya XRD untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristal, SEM untuk mengetahui ukuran dan bentuk partikel, UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang, FTIR dilakukan pada sampel sebelum dan setelah kalsinasi untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk. Hasil XRD menunjukkan bahwa ketiga variasi terbentuk fasa hematit rombohedral dan pada variasi 1 M memiliki ukuran kristal sebesar 35,29 nm dengan kristalinitas yang tinggi. Data hasil UV-Vis menunjukkan ketiga variasi menghasilkan panjang gelombang 200-300 nm disebabkan oleh transisi medan ligan ke logam dan sebagian dari kontribusi transisi medan ligan Fe³⁺. Hasil SEM pada ketiga variasi menunjukkan pada variasi 1,4 M dihasilkan morfologi berbentuk kotak dan masih ditemukan banyak partikel yang teraglomerasi. Hasil FTIR sebelum kalsinasi pada ketiga variasi menunjukkan terdapat serapan gugus fungsi O-H, C-H, C=C, dan C-O yang menjadi gugus khas senyawa polifenol pada tanin dan setelah kalsinasi terdapat gugus khas Fe-O pada bilangan gelombang 526-430 cm⁻¹.

ABSTRACT

Amadeawati, Almira. 2024. **Synthesis of Iron Oxide Hematite Pigment (α -Fe₂O₃) Using Green Betel Leaf Extract (*Piper Betle L.*) With Variation of FeCl₃ Concentration as Precursor**. Research methodology. Chemistry Department. Faculty of Science and Technology, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Sc. Supervisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc.

Key words : Green betel leaf, Hematite, Pigment, Precipitation.

Pigment hematite has advantages such as being more environmentally friendly, non-toxic, anti-corrosive, and having high covering power and durability. The synthesis of hematite pigment can be carried out using green betel leaf extract because it contains secondary metabolite compounds such as tannins, alkaloids, and flavonoids that function as reducing agents, precipitators, and capping agents. The method used in the synthesis involves precipitation followed by calcination with variations of 0.6; 1; 1.4 M FeCl₃ concentrations. Characterization methods used include XRD to determine the crystal structure and crystal size, SEM to determine the particle size and shape, UV-Vis to determine the wavelength, and FTIR conducted on samples before and after calcination to identify the functional groups formed. The XRD results show that all three variations formed a rhombohedral hematite phase, and the 1 M variation had a crystal size of 35.29 nm with high crystallinity. UV-Vis data shows that all three variations produce wavelengths of 200-300 nm due to ligand field transitions to metal and partly from the contribution of ligand field transitions of Fe³⁺. SEM results for all three variations show that the 1.4 M variation produces a square-shaped morphology and still has many agglomerated particles. The FTIR results before calcination in the three variations show the absorption of functional groups O-H, C-H, C=C, and C-O, which are characteristic groups of polyphenolic compounds in tannins. After calcination, characteristic Fe-O groups appear at wave numbers 526-430 cm⁻¹.

مُسْتَخْلَصُ الْبَحْثِ

أما دياواقي، أليزا. ٢٠٢٤. تصنيع صبغة أكسيد الحديد الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) باستخدام مستخلص أوراق التنبول الخضراء (*Piper Betle*) L. مع تركيزات مختلفة من FeCl_3 كمقدمة. منهجية البحث. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا، UIN مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: ليليك مفتاح خيروه، ماجستير في العلوم. المشرف ٢: أحمد حنفي، ماجستير في العلوم.

الكلمات المفتاحية: أوراق التنبول الخضراء، الهيماتيت، الصباغ، هطول الأمطار

يتميز الهيماتيت الصباغ بمزايا بما في ذلك كونه أكثر صداقة للبيئة، وغير سام، ومضاد للتآكل، وله قوة تغطية عالية ومتانة. يمكن إجراء تخليق صبغة الهيماتيت باستخدام مستخلص أوراق التنبول الخضراء لأنه يحتوي على مركبات مستقرة ثانوية بما في ذلك العفص والقلويدات والفلافونويدات التي تعمل كعوامل اختزال ومرسبات وعوامل تغطية. تستخدم الطريقة المستخدمة في التوليف هطول الأمطار متبوعًا بالتكليس مع اختلاف تركيز قدره ١,٤ ; ١,٦ م FeCl_3 . تم إجراء التوصيف الذي تم إجراؤه بما في ذلك XRD لتحديد التركيب البلوري وحجم البلورة، و SEM لتحديد حجم وشكل الجزيئات، و UV-Vis لتحديد الطول الموجي، وتم إجراء FTIR على العينة قبل وبعد التكليس لتحديد المجموعات الوظيفية شكلت. أظهرت نتائج XRD أن الأشكال الثلاثة تشكل طور هيماتيت معيني السطوح وأن الاختلاف ١ م له حجم بلوري يبلغ ٣٥,٢٩ نانومتر مع بلورة عالية. تُظهر بيانات UV-Vis أن الاختلافات الثلاثة تنتج أطوال موجية تتراوح بين ٣٠٠-٢٠٠ نانومتر بسبب انتقال المركب إلى المجال المعدني وجزئيًا من مساهمة انتقال مجال المركب Fe^{3+} . تظهر نتائج SEM للاختلافات الثلاثة أن الاختلاف ١,٤ م ينتج مورفولوجيا على شكل صندوق ولا يزال هناك العديد من الجزيئات المتكتلة. تظهر نتائج FTIR قبل التكليس في الاختلافات الثلاثة أن هناك امتصاصًا للمجموعات الوظيفية OH و CH و C=C و CO والتي تعد مجموعات نموذجية من المركبات البوليفينولية في التانين وبعد التكليس توجد مجموعات Fe-O نموذجية عند أرقام الموجة ٥٢٦ - ٤٣٠ سم^{-١}

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Setiap tahun, penggunaan pigmen terus meningkat sejalan dengan pertumbuhan industri yang menyerap pigmen seperti cat, keramik, gelas, tekstil, plastik, dan coating. Pigmen adalah komponen penting dalam pembuatan cat dan berfungsi sebagai pewarna dan daya penutup pada cat (Septityana dkk., 2013). Salah satu pigmen yang dapat digunakan adalah hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Penggunaan Hematit sebagai pigmen telah banyak dilakukan, hal ini dikarenakan hematit merupakan salah satu mineral alami yang terdiri dari besi(III) oksida yang berarti tidak memerlukan banyak pengolahan kimia, hematit juga memiliki kestabilan yang tinggi, ramah lingkungan, tidak beracun, memiliki kekuatan tinggi dalam pewarnaan, dan memiliki daya penutup dan daya tahan yang luar biasa (Buxbaum dan Pafaff, 2005). Sifat ramah lingkungan ini yang menjadikan hematit banyak digunakan karena jika dibandingkan dengan pigmen tradisional seperti timbal putih (PbCO_3) yang memiliki sifat berbahaya karena merupakan logam berat yang dapat meracuni tubuh manusia serta dapat mencemari lingkungan (Ismawati et al., 2013) dan juga dengan pigmen dari Rhodamin B yang dipakai untuk industri cat, tekstil dan kertas yang dapat menyebabkan iritasi pada saluran pernapasan dan merupakan zat karsinogenik (dapat menyebabkan kanker) (Mamoto & Citraningtyas, 2013). Hematit tidak memiliki sifat yang berbahaya sehingga dianggap lebih ramah lingkungan dan menjadi bahan alternative pada bidang industri agar lebih aman. Oleh karena itu, hematit dapat digunakan sebagai bahan dasar pigmen. Penelitian yang dilakukan oleh Nurul (2012) menunjukkan bahwa pigmen yang dihasilkan dapat digunakan sebagai pigmen anti korosi. Berpikir tentang manfaat hematit mendorong kita untuk memahami sifat dan karakteristiknya. Sesuai dengan apa yang Allah SWT firmankan dalam ayat 25 Surat al-Hadid tentang manfaat besi.

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيَقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنَافِعُ لِلنَّاسِ

وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَنْ يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ

Artinya : “Sesungguhnya Kami telah mengutus Rasul-rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka Al kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan dan Kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya. Padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah maha perkasa”

Jika mempertimbangkan makna harfiah dari kata وَأَنْزَلْنَا yakni “dan kami ciptakan besi di bumi dan kami ajari manusia cara membuatnya”. Menurut Quraish Shihab ayat ini menjelaskan bahwa besi memiliki kekuatan yang tidak hanya dapat membahayakan tetapi juga bermanfaat bagi manusia ditunjukkan oleh berbagai macam lempengan besi yang

bertingkat-tingkat, yang memiliki kekuatan untuk bertahan menghadapi panas, tarikan, kekaratan, dan kerusakan, dan juga lentur sehingga dapat menampung daya magnet.

Salah satu metode yang paling sering digunakan untuk sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) adalah metode presipitasi yang dilanjutkan dengan metode kalsinasi. Digunakan metode presipitasi ini karena metode ini mudah, murah, dan efisien (Zanur, 2017). Penelitian Supattarasakda et al. (2013) menunjukkan bahwa data XRD sintesis hematit dengan metode presipitasi menghasilkan difratogram yang tajam dan sempit, menunjukkan bahwa produk senyawa hematit memiliki kristalinitas dan kemurnian yang tinggi. Begitu halnya pada penelitian Fouad et al. (2019) menemukan bahwa puncak yang dihasilkan tajam dan memiliki kemurnian yang tinggi. Partikel dengan ukuran partikel 16-44 nm memiliki morfologi polygonal. Oleh karena itu penelitian ini menggunakan metode presipitasi berbasis *green chemistry*. Beberapa penelitian tentang hematit telah dilakukan dalam pendekatan *green chemistry*

Green Chemistry adalah pendekatan ilmiah dan filosofis terhadap desain, produksi, penggunaan, dan pembuangan bahan kimia dengan tujuan untuk mengurangi dampak negatif yang ditimbulkan oleh bahan kimia terhadap lingkungan dan kesehatan manusia. Metode ini berpusat pada penggunaan bahan baku alami, seperti tanaman, mikroorganisme, dan bahan alam lainnya, untuk pembuatan produk kimia. Ekstrak pada tanaman dapat bertindak sebagai agen pereduksi dan *capping* dalam sintesis nanopartikel serta bersifat ramah lingkungan (Willian, 2018). Bahan alami yang berpotensi sebagai *capping* adalah daun sirih hijau yang memiliki kandungan senyawa aktif seperti saponin, polifenol, flavonoid, dan senyawa lainnya seperti eugenol, estragol, karvakrol, dan asam klorogenik (Achmad, S. A., 1986). Ekstrak daun sirih hijau telah digunakan sebagai agen reduksi dalam pembuatan nanopartikel logam jenis perak (Ag-NP), emas (Au-NP), tembaga (II) oksida (CuO-NP), dan besi (III) oksida (Fe_2O_3). Yasser, dkk (2021) melakukan penelitian menggunakan ekstrak daun sirih hijau pada sintesis nanopartikel perak dan menghasilkan nanopartikel perak yang stabil pada penyimpanan (waktu) dengan kisaran serapan panjang gelombang maksimum antara 446 nm – 450 nm. Sane, dkk (2013) melakukan sintesis nanopartikel emas menggunakan ekstrak empat tanaman salah satunya daun sirih, disimpulkan jika konsentrasi reduktor dalam campuran menjadi lebih banyak daripada emas klorida maka akan terjadi reduksi acak karena spektrum yang luas. Penentuan perkiraan ukuran GNP (*Gold Nanoparticles*) berkisar antara 26-63 nm (531-601 nm). Kale, dkk., (2018) mensintesis nanopartikel tembaga menggunakan ekstrak daun sirih dan menghasilkan pada absorbansi maksimum (0,0573), kondisi yang dioptimalkan adalah suhu 65,32 C dan konsentrasi agen pereduksi 4 gram/100 ml sesuai dengan *central composite design* (CCD). Cu Np yang terbentuk sebagian besar berbentuk bulat dan kristalin dengan 20,952% kristalinitas. Ukuran partikel rata – rata jauh di bawah 35 nm.

Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi proses sintesis dari senyawa pigmen hematit, salah satunya adalah variasi konsentrasi yang dapat mempengaruhi ukuran kristal dalam sintesis, beberapa penelitian menunjukkan semakin tinggi konsentrasi hematit yang

digunakan akan menghasilkan ukuran partikel yang semakin kecil serta seragam dan kristalinitas hematit semakin meningkat (Su, dkk. 2016). Menurut Khiara (2020) penggunaan variasi konsentrasi ekstrak daun sirih merah pada sintesis magnetit cukup efektif pada volume 5 mL dengan nilai 0,09 mT. Jika menggunakan volume yang lebih tinggi akan menyebabkan laju reaksi melambat karena banyaknya senyawa fenolik pada ekstrak daun sirih merah yang akan menghambat gugus yang akan berikatan dengan Fe^{+2} dan Fe^{+3} . Fouda, dkk. (2012) mensintesis hematit menggunakan prekursor ferri sulfat dengan metode presipitasi dan variasi konsentrasi 0,2; 0,4; dan 0,6 M, hasilnya diperoleh bahwa semakin tinggi konsentrasinya maka derajat kristalinitasnya juga meningkat, begitu juga dengan ukuran kristal dan ukuran partikelnya.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi pada struktur hematit, morfologi, ukuran partikel, dan panjang gelombang hasil sintesis?
2. Bagaimana hasil karakterisasi dari produk hasil sintesis sebelum dan sesudah menggunakan spektrofotometer FTIR ?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui pengaruh dari variasi konsentrasi pada struktur hematit, morfologi, ukuran partikel dan panjang gelombang hasil sintesis.
2. Mengetahui hasil karakterisasi dari FTIR produk hasil sintesis sebelum dan sesudah.

1.4 Batasan Masalah

1. Sampel yang digunakan ialah daun sirih hijau (*Piper Betle L.*) muda (pucuk) di daerah kota Malang.
2. Variasi konsentrasi FeCl_3 0,6; 1; dan 1,4 M.
3. Suhu presipitasi yakni 90 °C selama 1 jam dan suhu kalsinasi yakni 750°C selama 3 jam.
4. Metode sintesis yang digunakan adalah metode presipitasi.
5. Identifikasi senyawa menggunakan spektrofotometer XRD, UV-DRS, SEM dan FTIR.

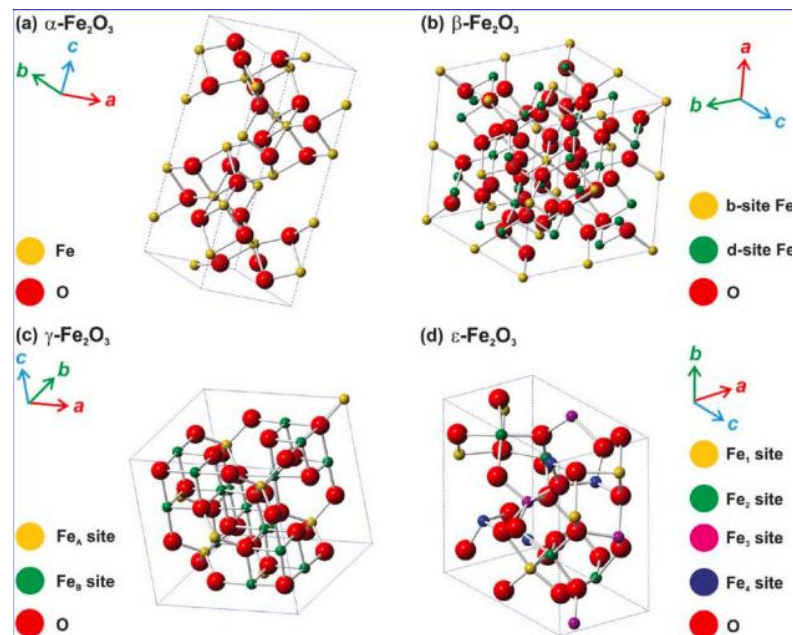
1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan bermanfaat untuk mengkaji metode dalam sintesis hematit, sehingga dapat dikembangkan untuk menghasilkan pigmen berkualitas dari ekstrak tanaman.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Oksida Besi Hematit



Gambar 2.1 Struktur Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (MacHala et al., 2011).

Hematit dalam konteks mineralogi atau $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ adalah jenis korundum dengan struktur heksagonal berpusat rhombohedral yang mengkristal dalam grup ruang R-3c (167). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1, dua pertiga dari situs oktahedral ditempati oleh ion Fe(III) dalam kisi oksigen yang dikemas rapat (MacHala dkk., 2011). Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) adalah mineral oksida besi yang memiliki rumus kimia Fe_2O_3 . Mineral ini merupakan salah satu bentuk penting dari besi. Hematit memiliki sifat fisik yang khas, yaitu berwarna merah kecoklatan, dan memiliki kilap logam. Kristal hematit memiliki permukaan yang khas dengan bentuk bersegi dan cenderung menunjukkan refleksi cahaya yang kuat. (Tini, 2018). Struktur kristal hematit biasanya memiliki struktur kristal heksagonal, dengan setiap atom besi dihubungkan dengan enam atom oksigen (Cornell dan Schwertmann, 2003). Dari semua oksida besi, yang paling umum adalah Fe_2O_3 , semua besi dalam keadaan trivalen terikat pada oksigen membentuk empat polimorf yang berbeda dalam kondisi sekitar. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ disebut hematit dalam bentuk mineralnya karena mengkristal dalam struktur trigonal [R3c]. Selain itu, $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ termasuk dalam keluarga kubik [Ia3], $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [Fd3m] dan $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [Pna2₁]. $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ merupakan polimorf yang langka dari besi (iii) oksida yang hanya ada dalam bentuk nanosized, kelimpahan alamnya belum dilaporkan. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ merupakan polimorf yang paling umum kedua di alam dan dapat dibentuk melalui berbagai reaksi. $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ merupakan polimorf yang langka sama seperti beta yang hanya ada dalam bentuk nano dan memiliki kelimpahan alami yang rendah (MacHala et al., 2011).

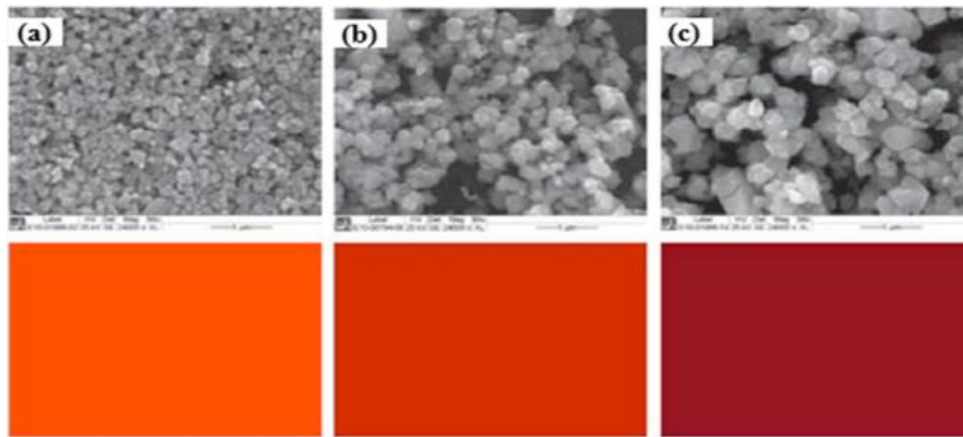
Tabel 2.1 Data Kristalografi hematit $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Ashraf, 2020)

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rombohedral, heksagonal
Grup ruang	R-3c
Parameter kisi (nm)	$a=b=0,5031$, $c=1,375$ (Heksagonal) $a_{Rh}=0,5427$, $\alpha=55,3^\circ$ (rombohedral)
Struktur kristal	Corundum
Densitas (g/cm^3)	5,26
Warna	Merah
Titik leleh ($^\circ\text{C}$)	1350
Kekerasan	6,5
Kemagnetan	Feromagnetik yang lemah atau antiferomagnetik
Rasio $a : c$	1 : 2,734
Volume unit sel	30,272
Formula unit per unit sel (Z)	6

Table 2.1 menunjukkan table pendukung H-NP yang menyebutkan karakteristik kristal H-NP. H-NP memiliki fitur elektromagnetik yang bersifat antiferromagnetik. Dibandingkan dengan oksida magnetik lainnya, H-NP sebagian besar merupakan tipe n dengan celah pita $>2,0$ eV. Gambar 1 memberikan perbandingan antara sifat kimia dan fisika karakteristik H-NPs. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ memperoleh feromagnetisme yang lebih rendah pada suhu 25°C dengan saturasi magnetisasi yang relatif lebih kecil, yaitu $1 \text{ emu}\cdot\text{g}^{-1}$ (Ashraf, 2020).

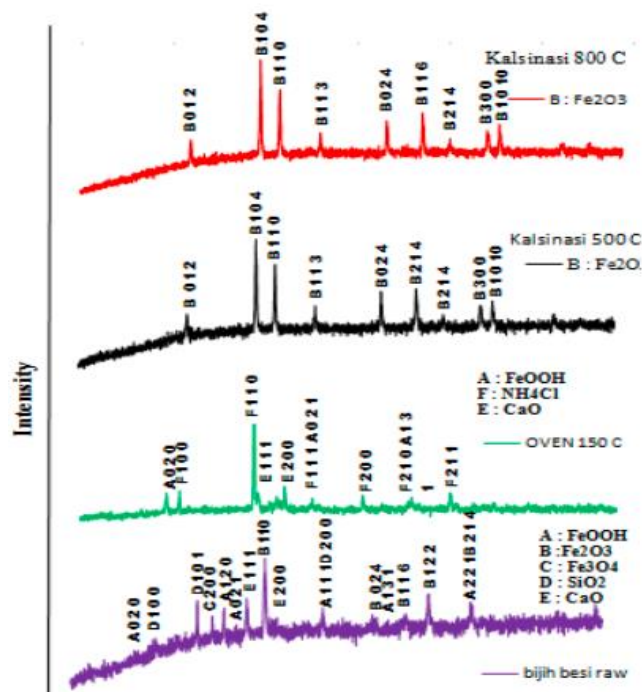
Hematit memiliki sifat magnetik yang rendah dan merupakan semikonduktor dengan celah pita energi yang lebar. Nanopartikel hematit memiliki ukuran yang sangat kecil, yaitu dalam kisaran nanometer (1-100 nm). Ukuran yang kecil ini memberikan sifat-sifat unik kepada nanopartikel hematit, seperti luas permukaan yang tinggi, sifat magnetik yang dapat dikendalikan, dan potensi reaktivitas kimia yang lebih besar. Sifat magnetik dapat ditingkatkan yang akan membuatnya berguna dalam aplikasi seperti teknologi pemrosesan data magnetik, pemisahan magnetik, atau penandaan magnetik dalam bidang biomedis. Hematit nanopartikel ini juga digunakan dalam katalisis, dimana sifat permukaan dan aktivitas reaktifnya dapat dimanfaatkan dalam berbagai reaksi kimia, termasuk reaksi oksidasi (Fouda dkk., 2012).

Hematit, oksida besi dengan warna merah bata, dapat digunakan sebagai pigmen jika ukuran dan distribusi partikelnya sesuai dengan standar, yaitu antara $0,1$ dan $0,5 \mu\text{m}$ (Cornell dan Schwermann, 2003), dan distribusi partikel harus beragam karena berpengaruh terhadap kekuatan penampilan (Buxbaum dan Pafaff, 2005). Selain itu, distribusi ukuran partikel hematit mempengaruhi warna pigmen. Semakin kecil ukuran partikel hematit, semakin terang warna yang dihasilkan seperti pada gambar 2.2 (Lanxess, 2015).



Gambar 2.2 Distribusi ukuran partikel yang dihasilkan dan variasi warna pigmen pada perbedaan konsentrasi hematit komersil Bayferrox a) 110 M; (b)140 M; (c)180 M dengan ukuran partikel (a) 0,09 μm ; (b) 0,3 μm ; (c) 0,7 μm (Lanxess,2015)

Rahman, dkk. (2013) pada penelitiannya membagi pigmen besi oksida menjadi 3 bagian yaitu black pigmen (magnetit), colored pigmen (geothit dan maghemit), dan metal effect pigment (hematit). Septityana, dkk. (2013) telah memanfaatkan nanopartikel hematit sebagai pigmen, diperoleh uji XRD dengan ukuran kristal pada suhu 500°C sebesar 40 nm dan pada suhu kalsinasi 800°C sebesar 41 nm. Hasil karakterisasi XRD menghasilkan intensitas tertinggi berada pada $2\theta = 35,7^\circ$ yang merupakan puncak khas dari hematit dengan indeks Miller masing-masing berada pada (220), (311), (400), (511) dan (440).



Gambar 2.3 Pola XRD Bijih Besi raw, pengeringan 150°C, kalsinasi 500°C dan 800°C (Septityana, dkk., 2013)

Pada gambar 2.3 analisis XRD menunjukkan bahwa untuk bijih besi mentah terlihat fasa FeOOH , Fe_2O_3 , CaO , dan SiO_2 . Setelah pelarutan dan pengendapan, terlihat fasa NH_4Cl

dan FeOOH. Kemudian, fase hematit (Fe_2O_3) terbentuk setelah kalsinasi pada 500 °C dan 800 °C, yang menunjukkan bahwa fase lain tidak muncul lagi. Ini menunjukkan bahwa kristal yang dibuat dari bijih besi mentah semakin murni.

2.2 Daun Sirih Hijau Sebagai Agen Pereduksi



Gambar 2.4 Daun sirih (*Piper Batlle*) (Sarjani dkk., 2017)

Tanaman sirih (*Piper* sp.) adalah tanaman asli Indonesia yang dapat mencapai tinggi 15 meter dan tumbuh merambat pada pohon lain. Akar sirih adalah akar tunggang yang berbentuk bulat dan berwarna coklat kekuningan. Batang sirih berwarna coklat kehijauan atau hijau keunguan berbentuk bulat dan beruas, dan merupakan tempat keluarnya akar. Daun sirih memiliki satu daun dengan bentuk jantung, permukaan yang berkilau, ujung runcing, pertumbuhan berselang-seling, bertangkai, dan aroma yang khas. Daun berukuran 6-17,5 cm panjang dan 3,5-10 cm lebar (Sarjani dkk., 2017) seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.4.

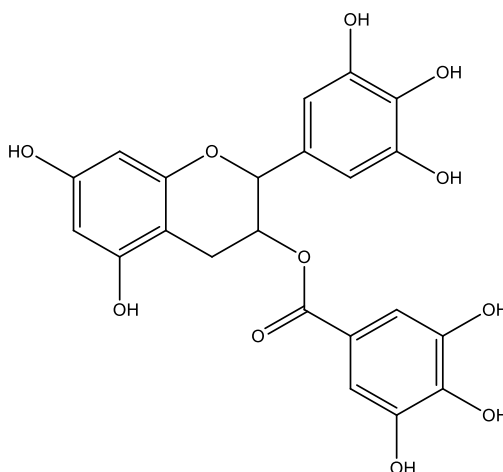
Daun sirih hijau (*Piper betle* L.) telah digunakan secara tradisional dalam pengobatan dan memiliki kandungan senyawa kimia yang berpotensi sebagai agen pereduksi. Berikut adalah tinjauan tentang bahan daun sirih sebagai agen pereduksi. Daun sirih mengandung berbagai senyawa kimia, termasuk senyawa fenolik, flavonoid, tanin, dan senyawa lainnya seperti eugenol, estragol, karvakrol, dan asam klorogenik. Beberapa senyawa ini memiliki sifat reduktor atau mampu mentransfer elektron, sehingga dapat berperan sebagai agen pereduksi (Achmad, S. A., 1986).

Kehidupan manusia sangat terkait dengan peran tumbuhan, yang mencakup berbagai hal seperti sumber makanan, penyedia oksigen, sumber obat, bahan bangunan, dan sebagainya. Allah telah berfirman, terutama dalam surah 'Abasa ayat 27-32, tentang manfaat tumbuhan.

مَتَاعًا لَكُمْ وَلِأَنْعَامِكُمْ (٣٢) فَأَنْبَتْنَا فِيهَا حَبًّا (٢٧) وَعِنَبًا وَقَضْبًا (٢٨) وَزَيْتُونًا وَنَخْلًا (٢٩) وَحَدَائِقَ غُلْبًا (٣٠) وَفَاكِهَةً وَأَبًّا (٣١)

Artinya : "(27) Kemudian, di tempat tersebut, Kami menyebarkan benih-benih tumbuhan (28) seperti anggur, sayur-sayuran, (29) juga zaitun, dan pohon kurma (30) serta kebun-kebun yang memberikan teduh (31) bersama dengan berbagai jenis buah dan tumbuhan yang lebat (32) - semua itu diciptakan untuk memberikan kesenangan dan kesejahteraanmu, serta untuk kebutuhan hewan ternakmu (Q.S. 'Abasa [80]: 27-32)."

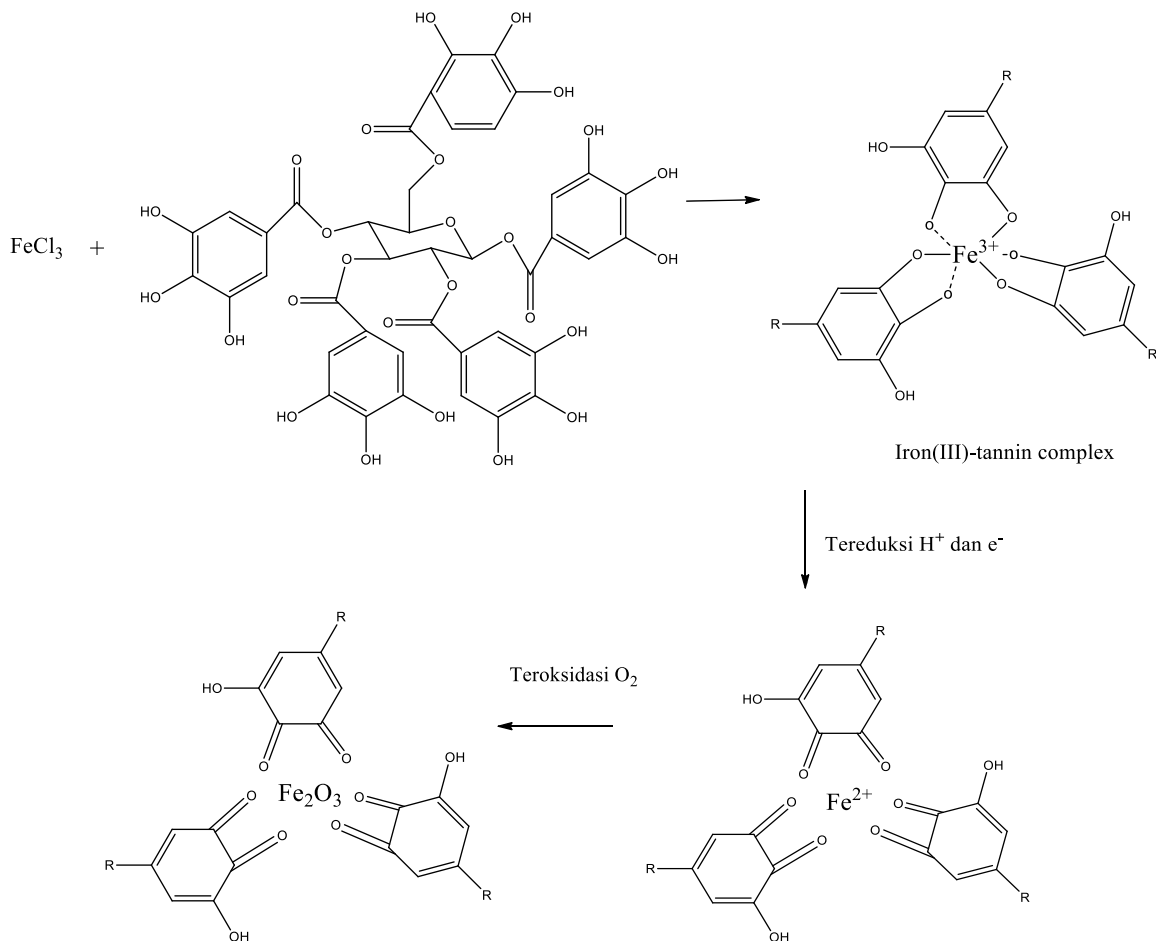
Berdasarkan tafsir al-Munir, kata “mata’an” juga diartikan sebagai kenikmatan, “kami menumbuhkan tumbuhan agar kalian dapat mengambil kenikmatan dan agar binatang dapat mengambil manfaat dari semua itu, sebagian macam yang disebutkan adalah makanan manusia dan yang lain adalah makanan hewan.” (Zuhaili, 2003).



Gambar 2.5 Struktur Tanin (Wahyuni, Tian & Syamsudin, 2014)

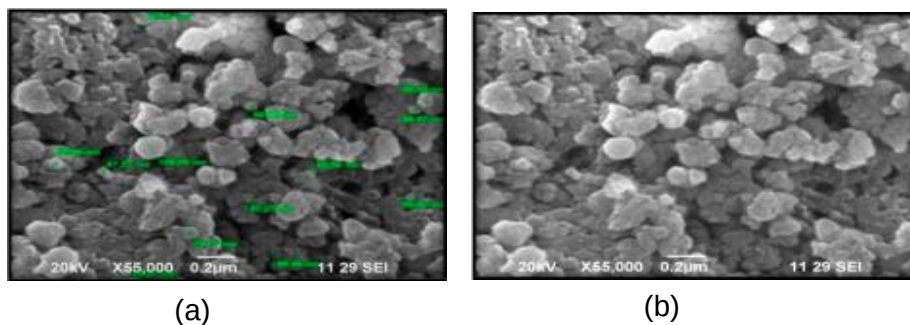
Tanin memiliki kemampuan untuk membentuk khelat dengan besi dan kation logam lainnya karena mengandung gugus OH dalam posisi orto pada cincin aromatik seperti pada gambar 2.5. Karena tanin terhidrolisa, tanat besi dapat dibentuk dengan baik. Ini terbukti dengan reaksi ion Fe^{3+} dengan OH di posisi orto, yang menghasilkan larutan kompleks tanat besi berwarna biru-hitam. Tanat akan melekat pada permukaan besi, mencegah korosi lebih lanjut (Wahyuni, Tian & Syamsudin, 2014). Daun sirih hijau memiliki aktivitas antioksidan yang kuat. Daun sirih hijau mengandung tanin (0.1-1.3%) (Pradhan et al., 2013). Senyawa-senyawa fenolik, tanin dan flavonoid dalam daun sirih dapat menghambat oksidasi dan mengurangi radikal bebas dalam sistem biologis. Aktivitas antioksidan ini menunjukkan bahwa daun sirih memiliki kemampuan untuk melakukan reaksi reduksi. Zat tanin memiliki kemampuan untuk menghambat korosi. Kandungan senyawa-senyawa aktif dalam daun sirih hijau dapat berinteraksi dengan senyawa lain dalam suatu reaksi kimia dan berperan sebagai agen pereduksi. Misalnya, senyawa tanin dan flavonoid dalam daun sirih dapat memberikan elektron kepada senyawa lain yang membutuhkannya, sehingga mengurangi bilangan oksidasi senyawa tersebut.

Dalam ekstrak daun sirih hijau terdapat senyawa polifenol (tanin) yang berfungsi sebagai agen pereduksi dan penstabil dengan banyak fenolik $-\text{OH}$ dari gugus galloy. Gugus fungsi ini dapat membentuk kompleks yang kuat dengan ion Fe^{3+} . selanjutnya gugus hidroksil dari senyawa polifenol melepas sebuah proton (H^+) dan berperan mereduksi ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Dengan demikian, ion Fe^{3+} mengoksidasi gugus hidroksil menjadi gugus karbonil dan terjadi reaksi reduksi pada Fe^{3+} menjadi NPs Fe^{2+} dan selanjutnya dioksidasi oleh oksigen atmosfer atau air yang menghasilkan endapan nanopartikel $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ sesuai dengan mekanisme yang terdapat pada Gambar 2.6.



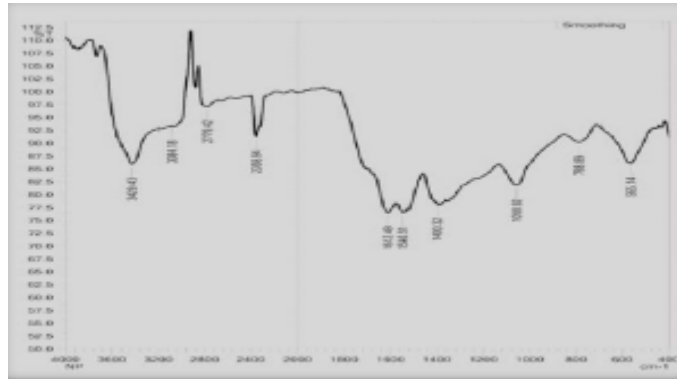
Gambar 2.6 mekanisme reaksi FeCl_3 dengan tanin pada ekstrak daun sirih hijau (Shtewi, 2021)

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan Rukmini (2020) skrining fitokimia pada daun sirih hijau menunjukkan adanya kandungan alkaloid, flavonoid, polifenol, dan terpenoid yang dapat digunakan sebagai zat pereduksi dan agen pengoksidasi alami dalam sintesis nanopartikel Fe_3O_4 (Khoirotin, dkk. 2023). Gowri, dkk. (2020) mensintesis nanopartikel besi oksida dari ekstrak daun sirih dan menunjukkan hasil sintesis XRD berukuran kristal Fe_2O_3 ditemukan sebesar 9,9166 nm. SEM memperkirakan morfologi sintesis Fe_2O_3 , yang berbentuk bulat kecil. FTIR menunjukkan bahwa gugus fungsi yang ada dalam oksida besi yang diperbaiki.



Gambar 2.7 Data SEM dari nanopartikel Fe_2O_3 dengan perbesaran (a) 55.000 x (b) 65.000 x (Gowri, dkk. 2020)

Dengan menggunakan SEM pada tingkat perbesaran yang berbeda, sample yang diberi daya dianalisis untuk memeriksa struktur dan morfologi partikel nano oksida besi yang disintesis, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7. Gambar SEM menunjukkan bahwa partikel nano oksida besi yang disintesis teragregasi dalam bentuk bola kecil. Sebagian besar, morfologi partikel nano memiliki tampilan berpori dan kenyal (Gowri, dkk., 2020).



Gambar 2.8 Data FTIR dari nanopartikel Fe_2O_3 (Gowri, dkk., 2020)

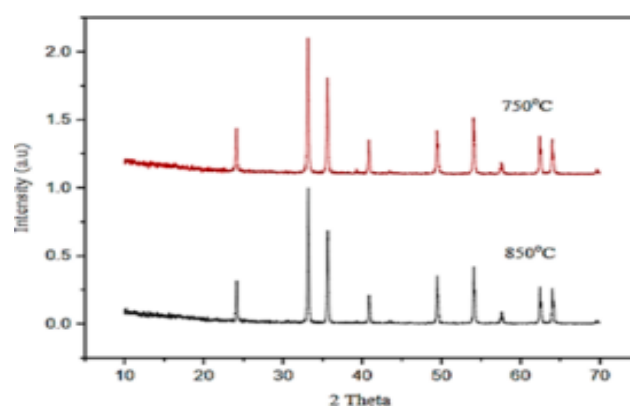
FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi sampel yang disintesis. Wilayah panjang gelombang tercatat pada rentang $(400\text{--}4000)\text{ cm}^{-1}$. Spektrum FTIR partikel nano oksida besi ditunjukkan pada gambar 2.8 Pita serapan diamati pada $3084,18\text{ cm}^{-1}$ yang ditetapkan untuk O-H dalam alcohol O-H bending. Pita serapan teramati $2779,42\text{ cm}^{-1}$ yang ditetapkan untuk C-H dalam ALKYNE bending. Pita pada $2358,94\text{ cm}^{-1}$ ditetapkan ke $\text{O}=\text{C}=\text{O}$ ISOCYNATE. Pita pada $1612,49\text{ cm}^{-1}$ ditetapkan pada C-Cin α, β tak jenuh. Pita pada 1546 cm^{-1} sesuai dengan regangan senyawa nitro N-O. Pita pada 1400 cm^{-1} ditetapkan untuk asam karboksilat O-H bending. Pita pada $1058,92\text{ cm}^{-1}$ ditetapkan untuk C-O eter alifatik bending. Pita pada 788.89 cm^{-1} ditetapkan pada 1,2,3 tri tersubstitusi C-H bending (Gowri, dkk., 2020).

2.3 Sintesis Hematit Menggunakan Metode Presipitasi Kalsinasi

Metode presipitasi memiliki beberapa kelebihan jika dibandingkan dengan metode lainnya yaitu proses yang cukup sederhana, hemat bahan dan energi, kemurnian dan kristalinitas yang tinggi, waktu persiapan yang singkat, homogenitas tinggi dan suhu reaksi yang relatif rendah (Lassoued, 2017). Berdasarkan hasil ukuran partikel tiap metode sintesis hematit serta kelebihan metode presipitasi maka pada penelitian ini akan mensintesis hematit menggunakan metode presipitasi. Prinsip metode presipitasi ialah pemisahan unsur-unsur berdasarkan perbedaan besarnya hasil kali kelarutan (K_{sp}). Pengendapan akan terjadi jika nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga senyawa tersebut (Wasito & Biyantoro, 2009). Prinsip metode kalsinasi melalui pemanasan, yang melepaskan gas, seperti karbonat atau hidroksida, dan menghasilkan oksida dari bahan (Chabib, 2017).

Chabib (2017) menyebutkan bahwa metode presipitasi merupakan metode yang paling mudah dilakukan dalam sintesis hematit dari bahan prekursor yang tidak murni seperti limbah bubut. Metode ini memiliki beberapa keunggulan diantaranya waktu persiapan singkat, biaya

rendah, produk yang dihasilkan banyak, akan tetapi ukuran partikelnya masih besar dan beragam. Chabib (2017) dalam penelitiannya juga menyebutkan bahwa dengan metode presipitasi saja morfologi hematit yang didapatkan masih beragam, dan terdapat unsur lain berupa C dan Na. Sahoo (2010) dalam penelitiannya juga menyebutkan bahwa dengan metode presipitasi didapatkan hematit dengan kemurnian yang tinggi akan tetapi ukuran partikel yang didapatkan masih terlalu besar, yakni sekitar 50-60 nm dan masih terjadi penggumpalan. Khoiroh, dkk. (2021) berhasil melakukan sintesis hematit dengan menggunakan metode presipitasi-kalsinasi. Presipitasi dilakukan selama satu jam selama sintesis, dan kalsinasi dilakukan pada suhu yang berbeda antara 750 dan 850 derajat Celcius. Pola XRD menunjukkan kristalinitas tinggi dengan intensitas tinggi pada suhu kalsinasi 750 derajat Celcius.



Gambar 2.9 Pola XRD sintesis hematit pada suhu 750 C dan 850 C (Khoiroh, L.M., dkk. 2021)

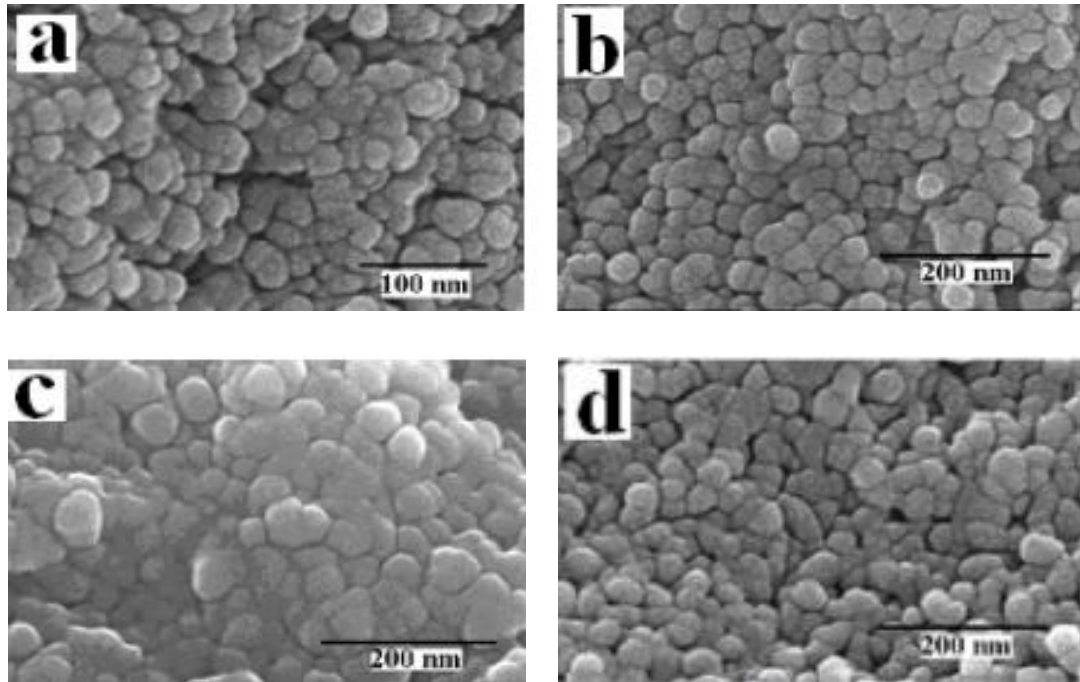
Gambar 2.9 menunjukkan pola difraksi antara pigmen hasil sintesis dari limbah memiliki posisi puncak yang hampir mirip dengan pola difraksi hematit dari $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, namun pigmen hasil sintesis dari limbah pada suhu 750°C, orientasi kristal tidak muncul dan hadirnya posisi puncak pada sudut $2\theta(^{\circ}) = 24,1178$ dan $63,9766$ yang menunjukkan bahwa pada suhu tersebut pigmen yang dihasilkan terdapat kristal lain selain hematit (khoiroh, LM., dkk., 2021).

2.4 Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor Sintesis pada Hematit

Variasi konsentrasi dalam sintesis hematit dengan metode presipitasi dapat mempengaruhi karakteristik fisik dan kimia dari produk akhir. Konsentrasi ion besi dalam larutan prekursor dapat mempengaruhi sintesis hematit. Peningkatan konsentrasi ion besi dapat menghasilkan partikel hematit yang lebih besar dengan peningkatan jumlah partikel yang terbentuk.

Dar, dkk. (2007) mensintesis nanopartikel hematit dengan urea sebagai agen pengendap dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sebagai prekursor menggunakan metode sol-gel dan diperoleh

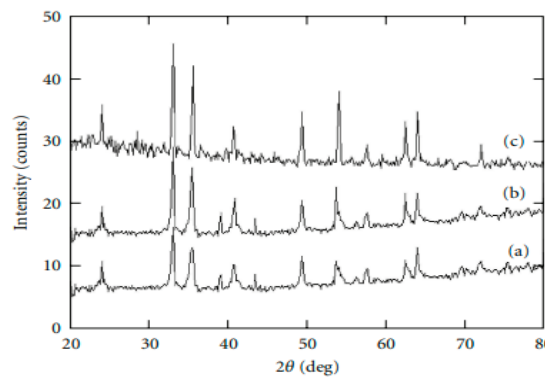
hematit berukuran 10 nm dengan partikel yang seragam serta semakin rendah konsentrasi urea yang digunakan maka semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan.



Gambar 2.10 Data SEM $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Dar, dkk. 2007)

Gambar 2.10 (a-d) menunjukkan gambar FE-SEM dari sampel dengan konsentrasi urea yang menurun. Konsentrasi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$: urea diambil dengan perbandingan 1:4,5; 1:1,5; dan 1:1 secara berurutan (Gambar 2.10 (a-c)). Gambar 2.9 c dan d menunjukkan transformasi fasa $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ menjadi $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Gambar hasil pemindaian pada Gambar 2.10 (a-d) menunjukkan distribusi ukuran partikel yang seragam. Pada Gambar 2.9a partikel tampak berbentuk bulat dan teraglomerasi karena adanya berbagai macam gaya tarik menarik yang terdiri dari gaya Vander waal ikatan hidrogen, gaya coulomb dan gesekan fisik antara partikel nano halus. Pada Gbr. 2.10b, partikel-partikel tersebut tampak berbentuk bulat dan memanjang dengan distribusi yang seragam. Partikel-partikel tersebut tampak memanjang karena kalsinasi pada suhu 500°C selama 3 jam.

Fouda dkk. (2012) mensintesis hematit menggunakan prekursor ferrisulfat dengan variasi konsentrasi 0,2; 0,4; dan 0,6 M. Hasilnya menunjukkan bahwa derajat kristalinitas meningkat seiring dengan konsentrasi, dan ukuran kristal dan partikel meningkat seiring dengan konsentrasi.



Gambar 2.11 Data XRD dengan konsentrasi ferri sulfat 0,2;0,4 dan 0,6 M (Fouda. dkk., 2012)

Gambar 2.11 menunjukkan pola difraksi sampel yang berbeda menunjukkan puncak karakteristik yang sama pada fase $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ standar. Garis Bragg di indeks dalam susunan heksagonal grup ruang R3c. Parameter kisi (a dan c) dari serbuk yang disintesis ditentukan dengan menggunakan kecocokan kuadrat terkecil. Baik puncak difraksi maupun parameter kisi sampel ditemukan sesuai dengan yang dilaporkan untuk hematit dalam literatur (Kartu JCPDS no. 89-0529). Selain itu, ditemukan bahwa rasio antara intensitas terintegrasi (104) hingga (110) puncak (I_{104}/I_{110}) lebih besar dari kesatuan yang sesuai dengan pola XRD standar hematit.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari – juni 2024 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR di Laboratorium Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dan SEM di Laboratorium Institut Teknologi Sepuluh November (ITS), karakterisasi color reader di Laboratorium Ilmu dan Teknologi Pangan Universitas Brawijaya (UB)

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya seperangkat alat gelas, corong buchner, tanur, lemari asam, erlenmeyer vakum, magnetic stirrer, timbangan analitik, kertas saring whatmann 42, UV-VIS, FTIR, XRD, dan SEM.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya FeCl_3 (0,1 M), aquademin, dan ekstrak daun sirih hijau.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) menggunakan metode presipitasi dengan variasi konsentrasi agen reduktor dan dilanjutkan dengan kalsinasi. Penelitian ini menggunakan agen reduktor green synthesis yaitu ekstrak daun sirih hijau. ekstrak di uji dengan FTIR terlebih dahulu sebelum disintesis. Setelah disintesis akan didapatkan produk berupa serbuk dan di karakterisasi menggunakan XRD, SEM dan FTIR.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahap sebagai berikut :

1. Preparasi Daun Sirih.
2. Sintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi konsentrasi sintesis
3. Karakterisasi dengan FTIR, XRD dan SEM
4. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Ekstraksi Daun Sirih Hijau

Daun Sirih dicuci hingga bersih dan dibilas dengan aquades. Kemudian daun sirih yang sudah dibilas diblender hingga halus dan ditimbang sebanyak 140 gram menggunakan neraca analitik dan dimasukkan ke dalam beaker glass 1000 mL. Kemudian ditambahkan 700

mL aquademin dan diaduk hingga homogen. Beaker glass yang berisi larutan daun sirih ditutup dengan aluminium foil dan dipanaskan diatas penangas air selama 30 menit dengan suhu 80°C. Waktu pemanasan mulai dihitung pada suhu 80°C. Ekstrak sirih didiamkan sampai larutan mengendap. kemudian disaring dengan kertas saring dan didapatkan filtrat yang digunakan sebagai agen reduktor. Filtrat yang didapatkan disimpan pada suhu 4°C lalu dikeringkan dengan freeze drying agar kandungan air pada filtrat hilang dan akan digunakan sebagai agen reduktor dan presipitator pada sintesis, selanjutnya filtrat akan di karakterisasi dengan FTIR.

3.5.2 Identifikasi Kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Sirih

Filtrat yang dibuat dari ekstrak daun sirih hijau kemudian dipipet 1 mL dan dipindahkan ke dalam tabung reaksi, setelah itu ditambahkan 2-3 tetes FeCl_3 . Perubahan warna biru tua atau hijau kehitaman menunjukkan hasil positif uji ini (Halimu, dkk., 2017).

3.5.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Variasi Konsentrasi Prekursor FeCl_3

Larutan prekursor FeCl_3 0,6 M dilarutkan dengan 200 mL aquademin kemudian ditambahkan ekstrak daun sirih hijau dengan perbandingan 1:3. sedikit demi sedikit supaya merata dan tetap diaduk dengan magnetic stirrer. Lalu dipanaskan selama 1 jam pada suhu 90°C dan didinginkan selama 24 jam (Legodi dan De waal, 2007). Setelah terbentuk endapan dan filtrat maka larutan di dekantasi dan endapan dicuci dengan aquademin. Endapan disaring dengan corong buchner untuk menghilangkan kadar air. Kemudian endapan dihaluskan dan dikalsinasi dalam tanur pada suhu 750°C selama 3 jam (Chabib, 2017) setelah itu dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, UV-DRS, dan SEM.

Dengan langkah yang sama dengan 1; 1,4 M larutan FeCl_3 dilakukan proses sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Ketiga produk yang dihasilkan dianalisis menggunakan XRD sehingga diperoleh fasa dan ukuran kristal serta SEM untuk mengetahui morfologi permukaan sampel.

3.6 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis

3.6.1 Identifikasi Menggunakan XRD

Hematit hasil sintesis di karakterisasi menggunakan teknik XRD untuk mengetahui fasa, ukuran dan struktur kristal hematit yang didapat. Sumber radiasi yang digunakan adalah Cu Ka (= 1,54060) dengan daya sebesar 30 kV dan arus sebesar 10 Ma. Pengukuran dilakukan pada rentang 2θ : 10-90.

3.6.2 Identifikasi Menggunakan SEM

Sampel hasil sintesis di karakterisasi menggunakan SEM. Karakterisasi ini bertujuan untuk menganalisis morfologi permukaan. Ukuran partikel dan komposisi unsurnya. Kemudian sampel diletakkan di tempat sampel. lalu ditembakkan dengan seberkas elektron berenergi

tinggi sehingga objek akan terlihat dengan jelas. Pengukuran dilakukan pada rentang perbesaran 5000-50,000 x.

3.6.3 Identifikasi Menggunakan UV-Vis

Panjang gelombang serapan dan puncak absorbansi sampel diukur melalui karakterisasi spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang yang dipilih adalah antara 200-800 nm. Hal ini dilakukan karena rentang tersebut merupakan panjang gelombang spektrum UV dan cahaya tampak. Hasil sintesis dilarutkan dengan asam klorida 6 M dan dimasukkan ke dalam kuvet dan dicari Panjang gelombangnya.

3.6.4 Identifikasi Menggunakan FTIR

Produk hasil sintesis dengan variasi konsentrasi di karakterisasi menggunakan FTIR untuk menganalisis gugus fungsi suatu sampel dilakukan dengan membandingkan pita absorpsi yang terbentuk pada spektrum infra merah menggunakan tabel korelasi dan menggunakan spektrum senyawa pembanding (yang sudah diketahui). Sinar infra merah memiliki rentang panjang gelombang dari 2,5 - 25 μm . Adapun frekuensi sinar infrared memiliki rentang dari 400 - 4000 cm^{-1}

3.7 Analisis Data

3.7.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi XRD

Produk yang dihasilkan dari sintesis dikarakterisasi menggunakan metode XRD untuk mengidentifikasi senyawa yang terbentuk. Hasil XRD dianalisis kualitatif dengan cara membandingkan pola difraksi sinar -X dengan standar *data base* JCPDS no 33-0664. Sumber sinar radiasi adalah Cu K α ($\lambda = 1,540600 \text{ nm}$), yang memiliki daya 30 kV dan arus 10 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang $2\theta(^{\circ}) = 10-90$. Hasil sintesis hematit yang dianalisis oleh XRD berupa difraktogram. Nilai 2θ dan β (lebar setengah puncak) difraktogram ini didapatkan, dan persamaan Debye-Scherrer digunakan untuk menghitung ukuran kristal (D) yang ditulis sesuai persamaan 3.1 (Lassoued, 2017).

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

Dengan D adalah ukuran kristal (nm), k adalah konstanta (0,8-1), λ adalah Panjang gelombang radiasi (nm), β adalah full width at half maximum (FWHM) dan θ adalah sudut datang.

3.7.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi SEM

Data yang didapatkan pada karakterisari SEM berupa gambar digital morfologi dari hasil sintesis yang akan diolah menggunakan Image-J. Data yang didapatkan pada Image-J diolah menggunakan aplikasi origin sehingga akan diperoleh tabel ukuran rata-rata partikel dari persamaan fungsi Gaussian.

3.7.3 Analisis Hasil Data UV-Vis

Pigmen merah hematit memiliki serapan maksimum pada Panjang gelombang 268 nm. Karakterisasi UV-Vis akan menghasilkan data berupa spektrum dan Panjang gelombang maksimum. Penyerapan warna merah hematit pada rentang Panjang gelombang 200-400 nm disebabkan oleh transisi elektron, transfer muatan ligan ke logam, dan morfologi partikel (Ali, dkk., 2017).

3.7.4 Analisis Hasil Data FTIR

Hasil didapatkan pada FTIR berupa Spektrum absorbansi diwakili oleh sumbu x dan absorbansi diwakili oleh sumbu y dari hasil FTIR. Pengujian FTIR menghasilkan grafik intensitas dan frekuensi dari data. Frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang ada dalam sampel, sedangkan intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa dalam sampel. Data pita absorpsi untuk senyawa hematit ditemukan pada stretching Fe-O dengan bilangan gelombang 465 dan 544 cm^{-1} , dan spektrum yang dihasilkan dibaca dan dicocokkan dengan standar FTIR hematit SDBS (Darezereshki, dkk., 2012)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

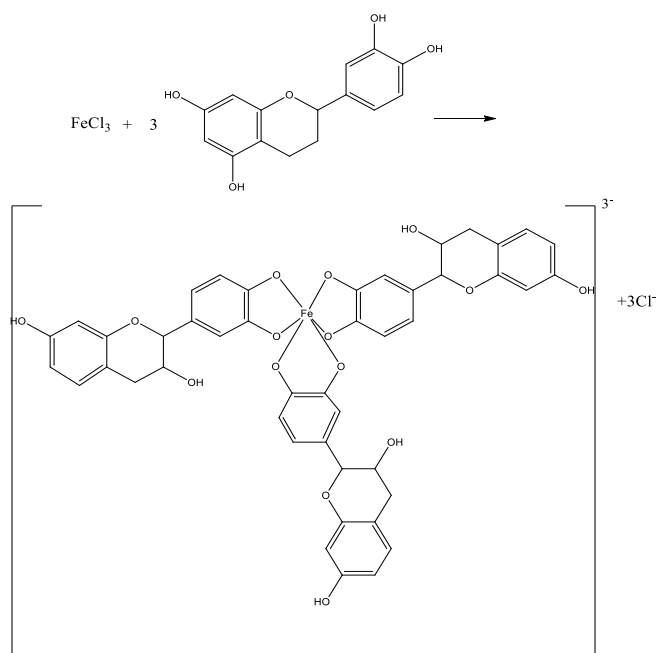
4.1 Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle L.*)

4.1.1 Uji Kualitatif Tanin Pada Ekstrak Daun Sirih Hijau

Pada uji kualitatif tanin dihasilkan larutan berwarna hijau kehitaman yang mengindikasikan terbentuknya senyawa kompleks sebagaimana gambar 4.3. Hal tersebut menjadi indikasi adanya senyawa tanin dalam ekstraksi daun sirih hijau (Taminggu & Tahril., 2022). Adapun reaksi yang terjadi antara tanin dengan FeCl_3 ditunjukkan pada gambar 4.4



Gambar 4.1 Ekstrak Daun Sirih Hijau setelah penambahan FeCl_3



Gambar 4.2 Reaksi antara Tanin dan FeCl_3

Pembentukan senyawa kompleks antara tanin dan FeCl_3 terjadi karena ion Fe^{3+} berperan sebagai atom pusat, sementara tanin memiliki atom oksigen dengan pasangan elektron bebas yang dapat berkoordinasi dengan ion Fe^{3+} sebagai ligan. Dalam reaksi ini, ion Fe^{3+} mengikat 3 molekul tanin, yang masing-masing memiliki dua atom donor oksigen pada posisi 4' dan 5' dihidroksi. Atom-atom oksigen ini menyediakan 6 pasangan elektron bebas yang dapat berkoordinasi dengan ion Fe^{3+} . Atom oksigen pada posisi 4' dan 5' dihidroksi

memiliki energi yang paling rendah untuk membentuk senyawa kompleks, sehingga berperan efektif sebagai ligan

4.1.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau

Pada penelitian ini, daun sirih hijau digunakan sebagai agen reduktor dalam sintesis hematit. Agen reduktor alami digunakan untuk mengubah Fe^{3+} menjadi Fe^0 , membantu pembentukan fasa hematit yang stabil, mengontrol ukuran partikel dan bahan alami yang digunakan untuk mengurangi dampak limbah beracun. Daun sirih hijau dipetik secara langsung pada daun ketiga, keempat dan kelima dari pucuk karena mengandung senyawa aktif (Arjani, 2016). Daun sirih dihaluskan dengan tujuan memperluas permukaan sehingga dapat mempercepat terjadinya proses ekstraksi sebagaimana gambar 4.1. Proses pemanasan dilakukan untuk membantu mempercepat pelarutan zat aktif di dalam daun sirih hijau ke dalam pelarut.



Gambar 4.3 Proses penghalusan daun sirih hijau

Daun sirih hijau yang sudah di ekstrak kemudian di saring. Pada ekstrak daun sirih menghasilkan pH 5 dan filtrat berwarna coklat seperti pada gambar 4.2. Hasil filtrat yang diperoleh dianalisis dengan FTIR untuk mengetahui kandungan senyawa tanin dalam daun sirih hijau.

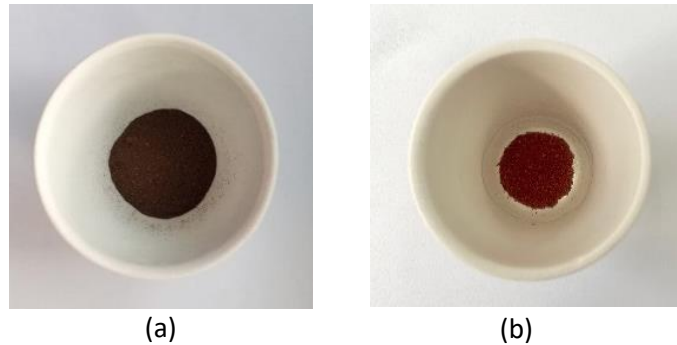


Gambar 4.4 Proses penyaringan

4.1.3 Sintesis Hematit dengan Variasi Konsentrasi FeCl_3

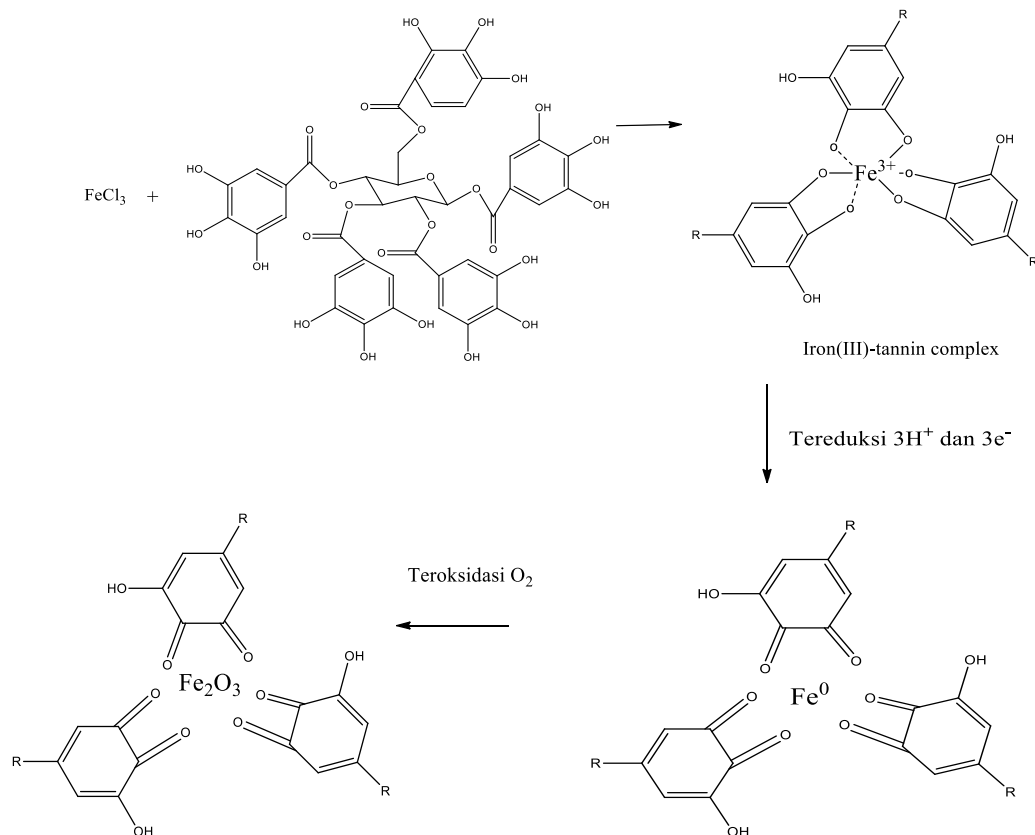
Pada sintesis hematit dilakukan dengan metode presipitasi dilanjutkan dengan kalsinasi. Pada metode presipitasi ekstrak daun sirih dengan pH 5 dicampur dengan FeCl_3 yang memiliki pH 3 kemudian dihasilkan endapan berwarna hijau kehitaman dengan pH 4 yang dinetralkan sampai pH 6 mengindikasikan terbentuknya nanopartikel FeOOH . Kalsinasi pada suhu $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ akan menghilangkan kadar air dan bahan organik serta mengubah fasa dari

fasa transisi geothit yang berwarna hijau kehitaman menjadi fasa hematit yang berwarna merah. Hasil sintesis sebelum dan setelah kalsinasi ditunjukkan pada gambar 4.5.



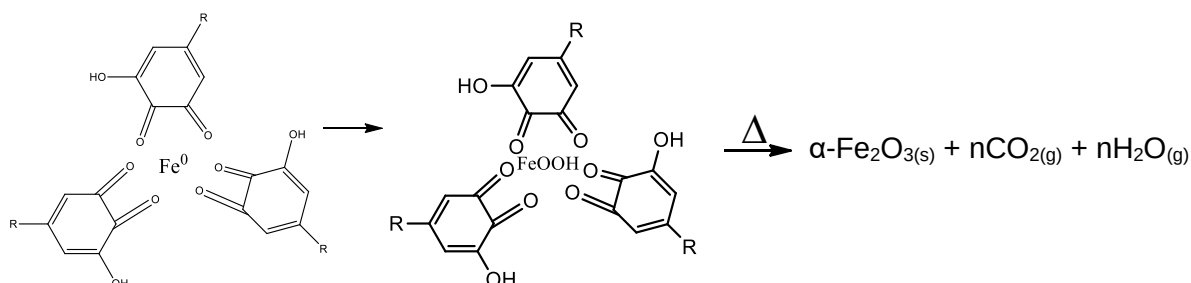
Gambar 4.5 Hasil sintesis (a) padatan berwarna hijau kehitaman sebelum kalsinasi (b) padatan berwarna merah setelah kalsinasi

Saat presipitasi terjadi reaksi yang terjadi pada ekstrak daun sirih yang mengandung Senyawa polifenol (tanin) yang bertindak sebagai agen pereduksi dengan banyak gugus fenolik (-OH) membentuk kompleks antara ion besi (III) dan gugus hidroksil (OH) pada tanin. Gugus hidroksil dari senyawa polifenol mengalami deprotonasi, mengubah Fe^{3+} menjadi Fe^0 . Ion Fe^0 kemudian mengoksidasi gugus hidroksil menjadi gugus karbonil, terjadi reaksi reduksi antara Fe^{3+} dan Fe^0 yang akhirnya teroksidasi oleh oksigen atau air, menghasilkan endapan Fe_2O_3 sesuai dengan mekanisme reaksi pada gambar 4.6



Gambar 4.6 Reaksi pembentukan nanopartikel Fe_2O_3 (Sthewi, dkk., 2018)

Pada penelitian ini dihasilkan produk sintesis berupa padatan berwarna hijau kehitaman yang merupakan senyawa goethit seperti pada gambar 4.5. Proses kalsinasi menyebabkan perubahan fasa transisi goethit menjadi fasa hematit karena suhu tinggi yang diberikan. Selain itu, gas dilepaskan dalam bentuk hidroksida dan menghasilkan bahan dalam bentuk oksida, sehingga mekanisme reaksi yang terjadi seperti pada gambar 4.7.



Gambar 4.7 Reaksi saat kalsinasi

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis

4.2.1 Karakterisasi XRD

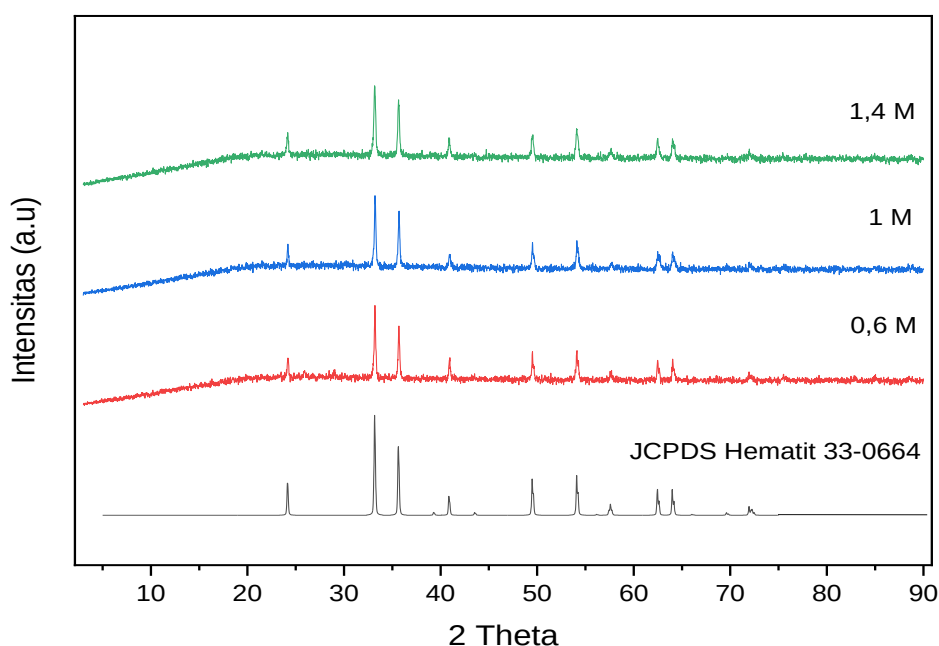
Pada hasil sintesis setelah kalsinasi menghasilkan padatan berbentuk rombohedral. Pola difraktogram sebagaimana gambar 4.8 menunjukkan bahwa puncak hematit setelah kalsinasi berkesesuaian dengan standar JCPDS hematit No. 00-033-0664. Perbesaran posisi puncak 2 θ : 33 dan 35 ditunjukkan pada gambar 4.9. Pada perbesaran tersebut, dapat diketahui posisi puncak difraktogram hematit hasil sintesis mengalami pergeseran ke arah kanan. Pergeseran puncak yang terjadi diperkirakan karena terjadi pergeseran parameter sel kisi yang berpengaruh pada ukuran kristal dan beberapa cacat dalam kisi kristal hematit (Muller, dkk., 2015). Pada sampel dengan konsentrasi 0,6 M memiliki intensitas cukup rendah dan lebar. Konsentrasi 1 M memiliki intensitas yang tinggi dan tajam. Sedangkan pada sampel dengan konsentrasi 1,4 M memiliki intensitas yang rendah dan lebar. Kristalinitas yang tinggi menunjukkan susunan ion dalam padatan yang semakin teratur (Indriyanti, 2013). Hal ini sesuai dengan hasil analisis FTIR dimana konsentrasi 1 M yang memiliki serapan khas hematit dengan intensitas tinggi.

Analisis *Rietica* struktur kristal hematit hasil sintesis dengan metode *Le-Bail* menggunakan *refinement* yang ditunjukkan pada tabel 4.1. Proses Analisa dilakukan dengan membandingkan pola difraksi data terhitung dan terukur dari JCPDS hematit No. 00-033-0664. Kecocokan tersebut ditunjukkan dengan indeks R seperti Rwp (Indeks kecocokan bobot, Rp (indeks kecocokan seluruh hasil fitting) dan GOF (indeks pencocokan) Indeks kecocokan dari pola difraksi terhitung (garis merah) dan pola garis terukur adalah hasil dari proses refinement. (Mukminin, 2019). Indeks kecocokan dari pola difraksi terhitung (garis merah) dan pola garis terukur adalah hasil dari proses refinement. Kriteria yang diperlukan untuk *Rietveld refinement* adalah GOF kurang dari 4% dan Rwp kurang dari 20% (Kisi, 1994). Semakin tinggi konsentrasi yang diberikan maka nilai Rp Rwp semakin besar sehingga dapat mengurangi kualitas kristal.

Perhitungan Ukuran kristal senyawa hematit dilakukan pada puncak $2\theta = 33$ sesuai dengan bidang hkl (104) dari struktur kristal hematit dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*. Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis ditampilkan pada tabel 4.2 yang menunjukkan bahwa sintesis yang dilakukan menghasilkan kristal hematit dalam ukuran nano dengan kisaran 48-55 nm. Ukuran kristal masing-masing variasi semakin kecil dengan kenaikan konsentrasi. Konsentrasi 1,4 M memiliki ukuran kristal paling kecil karena dilihat pada puncak $2\theta = 33$ yang lebar sehingga struktur kristal berbanding terbalik dengan lebar puncak. Ukuran kristal yang lebih kecil juga bisa menunjukkan adanya peningkatan cacat dalam struktur. Konsentrasi yang lebih tinggi biasanya mengalami pembentukan kristal yang lebih kecil akibat peningkatan nukleasi dan pembatasan pertumbuhan kristal (Ramzannezhad & Bahari, 2018). Ukuran kristal yang optimal penting karena mempengaruhi kilau, daya tutup, kekuatan pewarnaan, kekuatan pencerah dan sifat mekanik (Buxbaum dan Pafaff, 2005).

Tabel 4.1 Hasil Refinement hematit sintesis dengan standar hematit

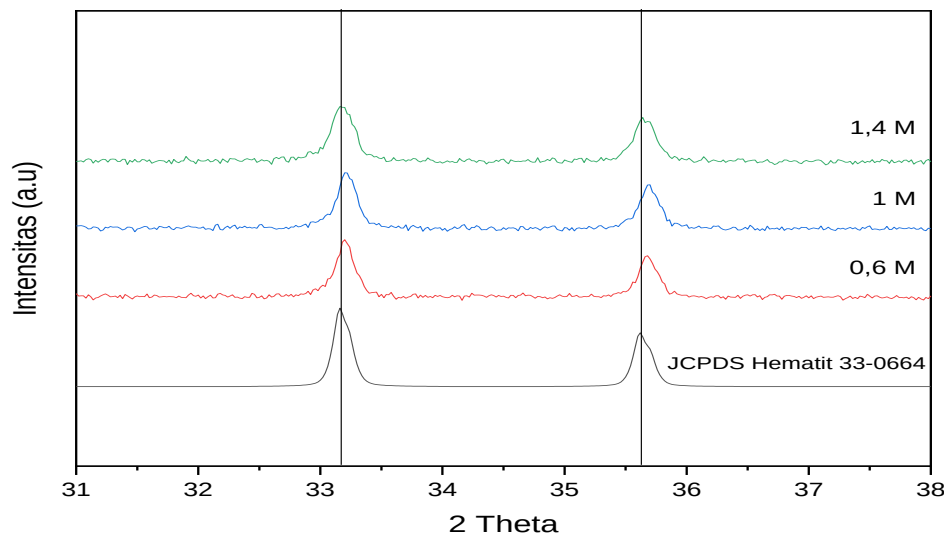
Parameter	Standar Hematit	Variasi waktu sintesis		
		0,6 M	1 M	1,4 M
Kisi kristal	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral
Grup ruang	R-3c	R-3c	R-3c	R-3c
Unit	6	6	6	6
a (Å)	5,0342	5,0359	5,0327	5,0355
b (Å)	5,0342	5,0359	5,0327	5,0355
c (Å)	13,7460	13,7529	13,7419	13,7515
α		90,0000	90,0000	90,0000
β		90,0000	90,0000	90,0000
γ		120,0000	120,0000	120,0000
Rp		4,55	4,61	4,61
Rwp		6,22	6,35	6,48
GOF		0,2312	0,2977	0,2691



Gambar 4.8 Difraktogram hematit hasil sintesis

Tabel 4.2 Ukuran kristal senyawa hematit hasil sintesis

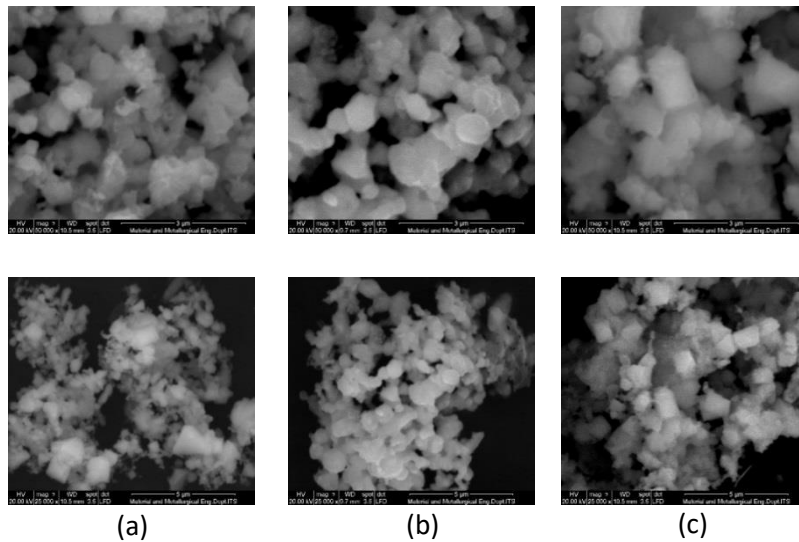
Sampel hematit	2 θ (°)	FWHM (°)	Ukuran kristal (nm)	Kritalinitas (%)
Variasi 0,6 M	33,2	0,235	35,28	64,58
Variasi 1 M	33,22	0,237	35,29	76,41
Variasi 1,4 M	33,18	0,256	32,88	74,65

**Gambar 4.9** Perbesaran beberapa puncak tertinggi pada hematit hasil sintesis.

4.2.2 Karakterisasi SEM

Hasil sintesis di analisis menggunakan SEM untuk menganalisis morfologi permukaan dan ukuran partikel. Aplikasi image-J dan origin digunakan untuk mengolah hasil SEM ditunjukkan pada gambar 4.10. Hasil SEM pada konsentrasi 0,6 M memiliki bentuk partikel yang tidak teratur dengan beberapa partikel yang berbentuk bulat dan ditemukan partikel yang teraglomerasi. Pada konsentrasi 1 M memiliki morfologi yang cenderung bulat dan beberapa partikel kotak serta ditemukan partikel yang teraglomerasi. Adapun pada konsentrasi 1,4 M memiliki morfologi yang cenderung kotak dan beberapa partikel bulat dengan masih banyak partikel yang teraglomerasi. Pada penelitian Khalil 2014, melakukan variasi konsentrasi FeCl_3 16, 40 dan 64 mM dengan metode hidrotermal dan hasil yang didapatkan menyatakan konsentrasi ion besi memiliki efek signifikan pada bentuk dan ukuran partikel nanopartikel hematit. Pada konsentrasi Fe yang lebih tinggi banyak inti terbentuk dari larutan, yang menyebabkan beberapa aglomerasi partikel hematit yang dihasilkan.

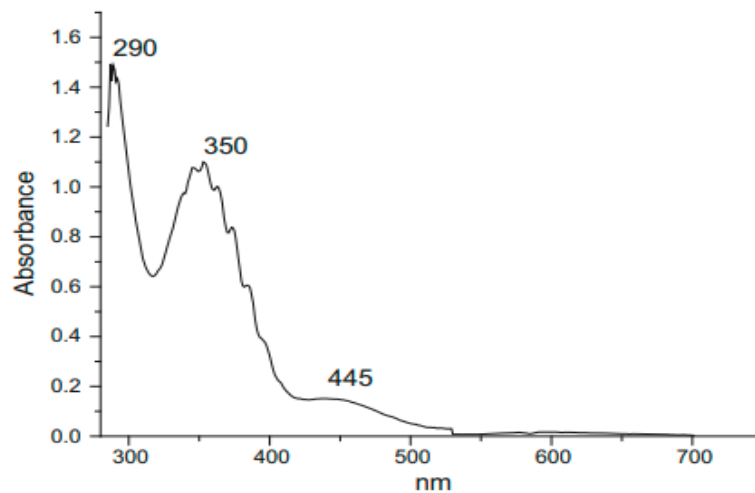
Sedangkan hasil SEM yang dianalisis menggunakan origin dapat diketahui untuk seluruh konsentrasi telah sesuai dengan standar yakni nilai R-square yang didapat berada pada rentang standar 0,999-1. Dan ukuran rata-rata partikel juga diketahui melalui nilai Xc. Konsentrasi 0,6 M memiliki rata-rata partikel 0,26 μm . Konsentrasi 1 M memiliki rata-rata partikel 0,40 μm dan konsentrasi 1,4 M memiliki rata-rata partikel berukuran 0,24 μm . Dalam penelitian yang dilakukan oleh Fakhruddin (2019), hematit diintesis menggunakan urea sebagai agen pengendap, menghasilkan partikel dengan ukuran rata-rata yang lebih kecil, yakni sekitar 0,26076 hingga 0,28433 μm .



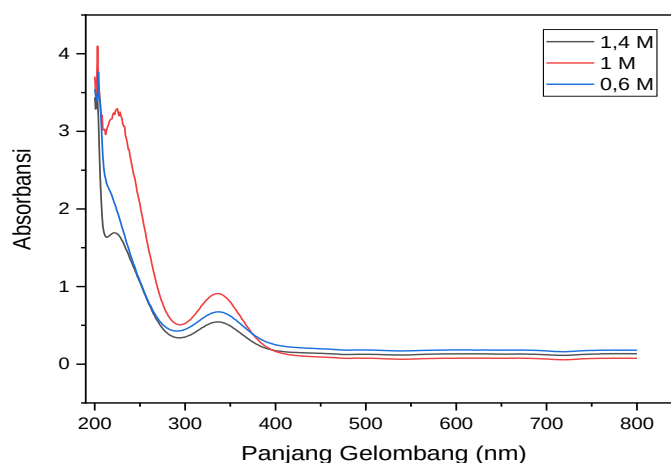
Gambar 4.10 Hasil SEM perbesaran 25.000 dan 50.000 (a) 0,6 M (b) 1 M (c) 1,4 M

4.2.3 Karakterisasi UV-Vis

Pigmen hematit dikarakterisasi menggunakan UV-Vis dalam bentuk larutan yang bertujuan untuk melihat panjang gelombang yang diserap oleh pigmen merah hematit hasil sintesis. Berdasarkan gambar 4.12 didapatkan serapan maksimum pada konsentrasi 0,6 M terdapat pada panjang gelombang 337 nm, pada konsentrasi 1 M serapan maksimum terdapat pada panjang gelombang 225 nm dan 337 nm, konsentrasi 1,4 M serapan maksimum terdapat pada panjang gelombang 225 nm 335 nm yang disebabkan oleh transisi medan ligan ke logam dan sebagian dari kontribusi transisi medan ligan $\text{Fe}^{3+} \ ^6\text{A}_1 \rightarrow \ ^4\text{T}_1(^4\text{P})$. Hal ini sesuai dengan penelitian Hosny, 2015 yang mensintesis hematit nanokristal menghasilkan panjang gelombang 290, 350 dan 445 nm seperti pada gambar 4.11 dengan transisi elektron yang terjadi adalah $\ ^6\text{A}_1 \rightarrow \ ^4\text{T}_1(^4\text{P})$, $\ ^6\text{A}_1 \rightarrow \ ^4\text{T}_2$ dan $\ ^6\text{A}_1 \rightarrow \ ^4\text{E}, \ ^4\text{A}$. Namun panjang gelombang 445 tidak muncul pada penelien ini dikarenakan adanya perbedaan ukuran partikel pada penelitian ini dan pada sumber rujukan yang menyebabkan warna yang dihasilkan kurang tajam yang menyebabkan transisi electron tidak kuat (Cornell & Schwertmann, 2003).



Gambar 4.11 Hasil spektra UV-Vis hematit



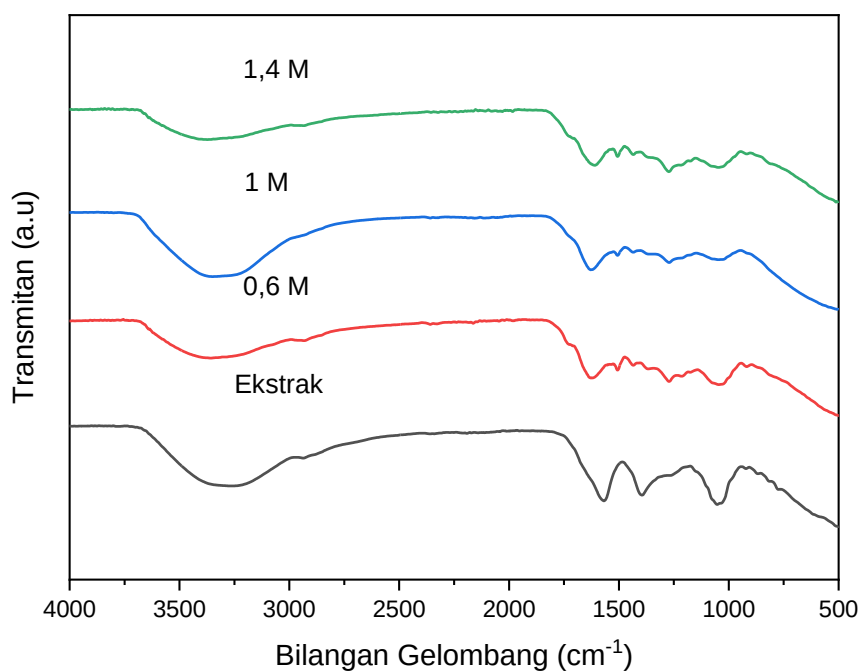
Gambar 4.12 Hasil analisis UV-Vis

4.2.4 Karakterisasi FTIR

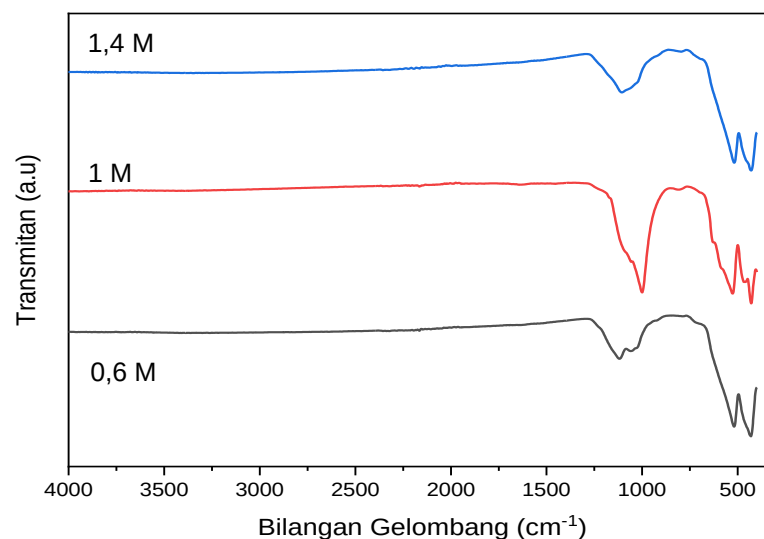
Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada ekstrak daun sirih hijau dan nanopartikel hematit pada kisaran bilangan gelombang 4000-500 yang terdapat pada tabel 4.1 dan 4.2. Analisis FTIR dilakukan sebelum kalsinasi dan sesudah kalsinasi untuk melihat perubahan yang terjadi pada ekstrak daun sirih hijau. Untuk mengetahui kemungkinan keterlibatan biomolekul dalam penelitian dan stabilitas nanopartikel hematit spektrum FTIR yang terdapat pada ekstrak daun sirih hijau dan dibandingkan dengan hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi. Gugus O-H *stretching* dari senyawa polifenol yang terbaca pada bilangan gelombang 3200-3397 menunjukkan indikasi ikatan hidrogen yang kuat dengan dibuktikan intensitas yang tajam. Gugus C=C aromatik yang terdapat pada senyawa polifenol terbaca pada bilangan gelombang 1504-1568 dengan intensitas yang sedang menunjukkan adanya ikatan aromatik yang cukup dominan. Gugus OH *bending* terbaca pada bilangan gelombang 1443-1394 yang berasal dari agen pengendap daun sirih hijau. Gugus fungsi ini menunjukkan keberadaan senyawa polifenol dalam ekstrak daun sirih hijau yang bertindak sebagai agen pereduksi dalam sintesis $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Bilangan gelombang 1052-1026 menunjukkan ikatan vibrasi Fe-O. Rentang 1070-1080 tidak dapat digunakan untuk menentukan dengan jelas antara fasa hematit dan maghemite (Bepari dkk., 2017). Bilangan gelombang 867 dan 774 menunjukkan gugus fungsi C-H *bending* dari senyawa tanin. Gugus fungsi ini menunjukkan keberadaan senyawa polifenol dalam ekstrak daun sirih hijau yang bertindak sebagai agen pereduksi dalam sintesis $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Gugus fungsi O-H, C-H, C=C, dan C-O yang masih terbaca pada produk sintesis dikarenakan gugus tersebut hanya membentuk ikatan sederhana dengan FeCl_3 sehingga tidak mengubah struktur dasarnya. Keberadaan senyawa tanin juga diperkuat dengan hasil uji fitokimia yang mengalami perubahan warna dari coklat menjadi hijau kehitaman.

Berdasarkan tabel 4.3 gugus fungsi yang terdapat pada ekstrak daun sirih hijau beberapa menghilang setelah dilakukan kalsinasi dikarenakan suhu tinggi yang diberikan. Spektrum setelah kalsinasi menunjukkan adanya serapan Fe-O khas hematit yang terbaca

pada bilangan gelombang 526-430 cm^{-1} dengan intensitas yang tajam mengindikasikan senyawa hematit yang terbentuk semakin banyak (Wahyinto, dkk., 2022). Bilangan gelombang 1118-999 yang terbaca pada spektrum setelah kalsinasi dikarenakan atom besi (Fe) dan oksigen (O) masih terjadi interaksi saat peningkatan suhu yang diberikan sehingga semakin banyak hematit yang terbentuk dan pada saat pemanasan yang tinggi senyawa organik akan terurai menjadi gas seperti CO_2 dan H_2O (Nakonieczny et al., 2021). Pada hasil produk setelah kalsinasi sudah tidak terbaca senyawa organik karena senyawa organik telah terdekomposisi dan hilang pada saat kalsinasi. Senyawa anorganik yang dapat terbaca dikarenakan senyawa anorganik yakni Fe-O dapat menyerap pada daerah infrared (Nyquist & Kagel, 1971). Pada panjang gelombang 1000 cm^{-1} kebawah menunjukkan getaran yang berhubungan dengan ikatan logam-oksigen, yang lebih relevan dengan struktur anorganik (Khan et al., 2018).



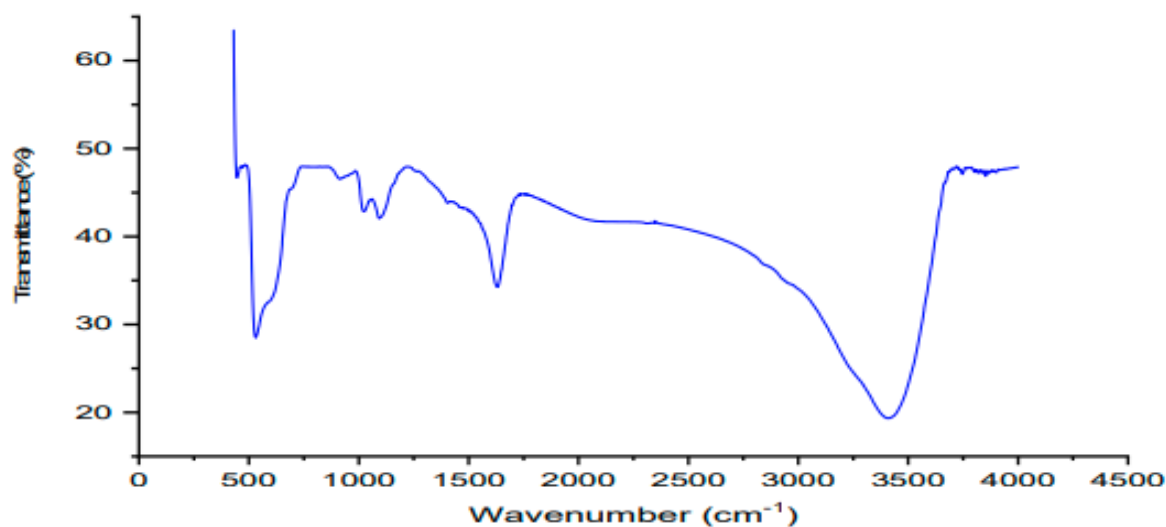
Gambar 4.13 Spektra hasil FTIR ekstrak dan sebelum kalsinasi



Gambar 4.14 Spektra hasil FTIR setelah kalsinasi

Tabel 4.3 Interpretasi hasil spektra FTIR pada ekstrak, sebelum dan sesudah kalsinasi

Bilangan gelombang daun sirih hijau							Gugus fungsi	Intensitas	Literatur
Ekstra k	Sebelum kalsinasi		Setelah kalsinasi						
	0,6 M	1 M	1,4 M	0,6 M	1 M	1,4 M			
3266	3386	3361	3397				O-H <i>stretching</i>	Lemah	3200-3550 (Shiner,2004
-	1625	1625	1619				C=C <i>stretching</i>	Lemah	1613 (Nurfizatullah dkk, 2023)
1568	1504	1513	1504				C=C aromatic	Sedang	1675-1500 (Dachriyanus, 2004)
1394	1438	1443	1438				O-H <i>bending</i>	Lemah	1330-1420 (Shiner,2004
1266	1271	1274	1274				C-O	Sedang	1300-1050 (Batan dkk, 2018)
-	-	-	-	1118	999	1106	Ikatan <i>vibrasi</i>	Lemah	1070-1080 (Bepari dkk., 2017)
1052	1026	1032	1032				Fe-O		
867	-	-	-				C-H <i>bending</i>	sedang	864 (Karade, dkk.,2017)
				519 dan 430	526 dan 429	519 dan 430	Fe-O	Kuat	450-740 (Suryawashi, dkk., 2018)

**Gambar 4.15** Hasil spektra FTIR tanpa daun sirih

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Dhull dkk., 2024 mensintesis hematit menggunakan ferric nitrate dan oxalic acid dihydrate (3:1) menunjukkan terdapat gugus OH pada bilangan gelombang 3409 cm^{-1} dan ikatan vibrasi Fe-O pada bilangan gelombang 531 dan 446 cm^{-1} . Terbacanya gugus OH dapat terjadi apabila pemanasan yang dilakukan tidak dapat menghilangkan semua air pada hasil sintesis (Dhull dkk., 2024).

4.3 Pandangan Islam Tentang Penelitian yang Dilakukan.

Penelitian sintesis pigmen hematit ini menggunakan ekstrak daun sirih hijau sebagai agen reduktor atau agen pengendap karena mengandung senyawa polifenol. Untuk menjadi hematit, logam besi memerlukan agen pengendap. Tanaman daun sirih hijau tidak hanya dapat digunakan sebagai bahan pengobatan tradisional, tetapi dengan kandungan senyawa kimia yang terdapat pada tanaman daun sirih hijau berpotensi dapat digunakan sebagai agen reduksi atau pengendap yang dapat membantu proses dalam sintesis hematit. Allah telah berfirman dalam surat As-Syuara ayat 7 tentang manfaat tanaman yang berbunyi.:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَيْفَ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

Artinya: “*Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, betapa banyaknya kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?.*”

Dalam kitab tafsir Abu Muhammad Ja'far Muhammad bin Jarir al-Tabaari (2008) menjelaskan bahwa *zauj* berarti berbagai pasangan tumbuhan yang ditumbuhkan oleh Allah setelah bumi mati yang menunjukkan bahwa tanaman yang berbeda yang memiliki nilai dan manfaat yang tinggi. Dan *karim* berarti mulia atau baik yang menunjukkan bahwa tanaman-tanaman ini tidak hanya beragam dalam jenisnya, tetapi juga bermanfaat, baik dalam segi nutrisi, keindahan, atau kegunaannya dalam kehidupan manusia. Daun sirih hijau digunakan dalam penelitian ini karena mereka memiliki kemampuan untuk mereduksi senyawa besi dan menghasilkan ion kompleks. Di antara senyawa yang berfungsi sebagai agen reduktor dan presipitator dalam sintesis hematit adalah tanin yang memiliki gugus -OH dalam posisi orto pada cincin aromatik (Wahyuni & Ab., 2014). Dapat disimpulkan dari ayat ini bahwa Allah mengajak kita untuk belajar dari alam agar mereka tahu bahwa terdapat banyak tumbuh-tumbuhan yang baik dan bermanfaat bagi manusia.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini, maka dapat disimpulkan :

1. Hasil sintesis setelah kalsinasi pada setiap variasi menghasilkan struktur kristal rombohedral dan morfologi bulat, bulat dan kotak dengan ukuran partikel yang dihasilkan sebesar 0,26 μm ;0,40 μm ;0,26 μm pada variasi 0,6 ;1 ;1,4 M. Dapat diketahui bahwa konsentrasi FeCl_3 berpengaruh signifikan ketika konsentrasi Fe yang lebih tinggi maka banyak inti yang terbentuk dari larutan. Panjang gelombang hasil sintesis yang didapatkan pada setiap konsentrasi adalah 200-300 nm.
2. Hasil karakterisasi FTIR produk hasil sintesis sebelum kalsinasi pada setiap variasi menghasilkan serapan gugus fungsi O-H, C-H, C=C, dan C-O yang merupakan gugus khas senyawa polifenol pada tanin yang berperan sebagai agen reduktor dan produk hasil sintesis setelah kalsinasi pada setiap variasi menghasilkan serapan gugus khas hematit pada bilangan gelombang 526-430 cm^{-1} dengan intensitas yang tajam.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah penggunaan alat *vacuum ultrafiltration* untuk meningkatkan efisiensi penyaringan dan mengurangi hilangnya partikel selama proses filtrasi, yang dapat berdampak pada peningkatan rendemen sintesis hematit. Rendemen yang sedikit dalam penelitian ini mungkin disebabkan oleh partikel-partikel yang lolos selama penyaringan. Hasil karakterisasi yang menunjukkan masih terdapatnya pengotor sehingga penting untuk melakukan optimasi dan pengontrolan konsentrasi agen reduktor dan memperbaiki teknik pemisahan partikel untuk mendapatkan hasil yang lebih murni dan optimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Abu Ja'far Muhammad bin Jarir al-Tabari, Tafsir Al-Tabari, Jil.19, (Jakarta: Pustaka Azzam, 2008), 544.
- Achmad, S. A. 1986. *Kimia Organik Bahan Alam*. Jakarta: Universitas Terbuka.
- Arjani, I. A. M. S. (2016). Kadar Tanin Pada Air Rebusan Daun Sirih Merah (*Piper crocatum*). In Meditorty the Journal of Medical Laboratory (Vol. 4, pp. 39–41)
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2013.12.010>
- Buxbaum, G dan Pfaff, G. 2005. *Industrial Inorganic Pigments*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KGaA. Weinheim.
- Carolia N, Noventi W. *Potensi Ekstrak Daun Sirih Hijau (Piper betle L .) sebagai Alternatif Terapi Acne vulgaris*. Studi Pendidikan Dokter, Fak Kedokteran, Univ Lampung. 2016;5(1):140.
- 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*. 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.
- Dar, M. A., S. G. Ansari, Rizwan Wahab, Young Soon Kim, dan Hyung Shik Shin. 2007. *The Synthesis of Maghemite and Hematite (γ -Fe₂O₃, α -Fe₂O₃) Nanospheres*. *Materials Science Forum*. 534 (1): 157-160.
- Darezereshki, E., Bakhtiari, F., Alizadeh, M., Behrad Vakylabad, A., dan Ranjbar, M. 2012. Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 15(1). 91–97.
- Dhull, P., Lohchab, R. K., Kumari, M., Singh, K., Bhankhar, A. K., & Shaloo. (2024). A Facile Method for Synthesis of α -Fe₂O₃ Nanoparticles and Assessment of Their Characterization. *Nature Environment and Pollution Technology*, 23(1), 321–330. <https://doi.org/10.46488/NEPT.2024.v23i01.027>
- E. R. Taminggu dan T. Tahril, "Identifikasi Senyawa Metabolit Sekunder Pada Batang dan Daun Lamun (Seagrass) di Teluk Palu," *Media Eksakta*, vol. 18, no. 1, hlm. 6–11, Mei 2022
- Fakhruddin, M. J. (2019). Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Bubut Besi dengan Variasi Waktu Sonikasi dan Aplikasinya Sebagai Anti Swelling pada Kayu. In Skripsi..
- Fouad, D. F. dkk. 2019. *Improved size, morphology and crystallinity of hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles synthesized via the precipitation route using ferric sulfate precursor*. *Results in Physics*, 12, 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.

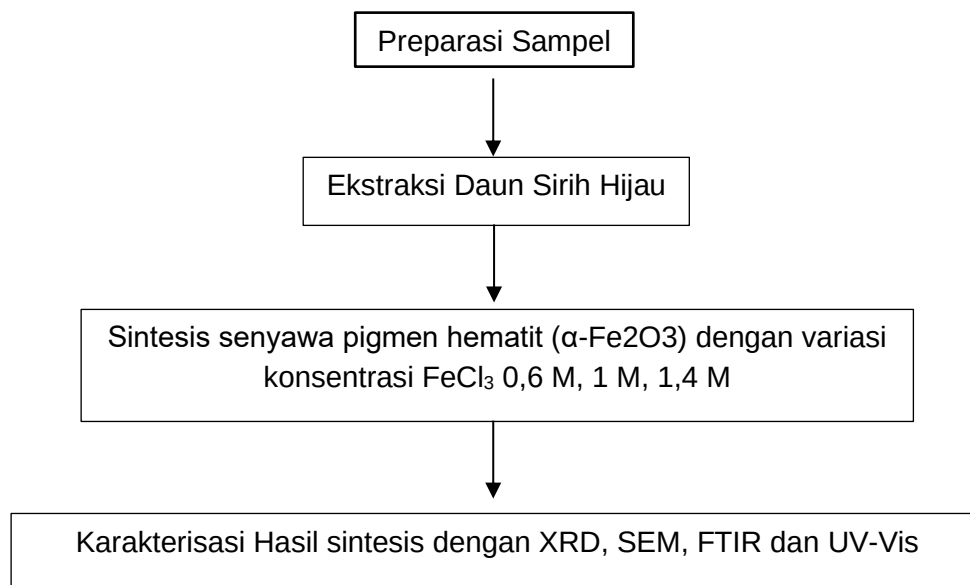
- Gowri Manohari N, & Mohanapriya N. (2020). Characterization of iron oxide nanoparticles from the leaf extract of piper betle by green synthesis method. *Nanoscale Reports*, 3(1), 26–29.
- Halimu, R. B., Sulistijowati, R. S., & Mile, L. (2017). Identifikasi kandungan tanin pada *Sonneratia alba*. *Jurnal Ilmiah Perikanan Dan Kelautan*, 5(4), 93–97.
- Indriyanti, Medina, Rahmad Nuryanto, dan Linda Suyati. 2013. Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Konduktivitas dan Kristalinitas Elektrolit Padat $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 16 (2) 46 – 49
- Ismawati, Y., Primanti, A., Brosche, S., Clark, S., & Weinberg, J. (2013). Laporan Nasional Timbal dalam Cat Enamel Rumah Tangga di Indonesia BaliFokus. 1–36.
- Kale, R. D., & Kane, P. (2018). *Green Synthesis Of Copper Nanoparticles Using Betel Leaves: Synthesis And Characterization*. 4(May), 11.
- Khaira, R., Ulinas, A., Azhar, M., & Mawardi. (2020). Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Fe_3O_4) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Merah (*Piper crocatum*) Sebagai Agen Pelindung (*capping agent*). *Jurnal Kimia*, 9(2), 42–46.
- Khalil, M., Yu, J., Liu, N., & Lee, R. L. (2014). Hydrothermal synthesis, characterization, and growth mechanism of hematite nanoparticles. *Journal of Nanoparticle Research*, 16(4).
- Khan, S. A., Khan, S. B., Khan, L. U., Farooq, A., Akhtar, K., & Asiri, A. M. (2018). Fourier transform infrared spectroscopy: Fundamentals and application in functional groups and nanomaterials characterization. *Handbook of Materials Characterization*, 317–344. https://doi.org/10.1007/978-3-319-92955-2_9
- Khoirotin, Faaizatunnisa, N., & Munasir. (2023). Green Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles Using Green Betel Leaf Extract for Methylene Blue Adsorption. *Natural and Life Sciences Communications*, 22(3).
- Lanxess Energizing Chemistry. 2015. *Inorganic Pigments using the Laux Process*.
- Lassoued, A., Dkhil, B., Gadri, A., dan Ammar, S. 2017. *Control of The Shape and Size of Iron Oxide ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Nanoparticles Synthesized Through the Chemical Precipitation Method*. *Results in Physics*. 7. 3007–3015.
- Legodi, M.A., dan de Waal, D. 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality From Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigments*, 74(1), 161-168.
- Loures, C. C. A., Alcântara, M. A. K., Filho, H. J. I., Teixeira, A. C. S. C., Silva, F. T., Paiva, T. C. B., & Samanamud, G. R. L. (2013). Advanced Oxidative Degradation Processes: Fundamentals and Applications. *International Review of Chemical Engineering (IRECHE)*, 5(2), 102. <https://doi.org/10.15866/ireche.v5i2.6909>
- MacHala, L., Tuček, J., & Zbořil, R. (2011). Polymorphous transformations of nanometric iron(III) oxide: A review. *Chemistry of Materials*, 23(14), 3255–3272. <https://doi.org/10.1021/cm200397g>
- Mamoto, L. V., & Citraningtyas, F. G. (2013). Analisis rhodamin b pada lipstik yang beredar di pasar kota manado. *Jurnal Ilmiah Farmasi*, 2(02), 61–67.
- Mukminin, A. (2019). Analisis Komposisi Fasa dan Parameter Unit Sel Kristal Hasil Kalsinasi Suhu Tinggi Abu Cangkang (Paguroidea) dengan Metode Rietveld. *JST (Jurnal Sains Terapan)*, 5(1), 43–48.

- Nakoneczny, D. S., Kern, F., Dufner, L., Dubiel, A., Antonowicz, M., & Matus, K. (2021). Effect of calcination temperature on the phase composition, morphology, and thermal properties of ZrO_2 and Al_2O_3 modified with APTES (3-aminopropyltriethoxysilane). *Materials*, 14(21). <https://doi.org/10.3390/ma14216651>
- Nurul, T.R., Sukarto, A., Mardiyati, Haryono, S., Rivai, A.K. 2012. *Review Pengembangan Teknologi Pengolahan Sumber Daya Pasir Besi Menjadi produk Besi/Baja. Pigmen. Bahan Keramik. Magnet. Kosmetik. dan Fotokatalistik dalam Mendukung Industri Nasional*. Prosiding InSINas.. hal 85-91.
- Nyquist, R. A., & Kagel, R. O. (1971). Infrared Spectra of Inorganic Compounds. *Handbook of Infrared and Raman Spectra of Inorganic Compounds and Organic Salts*, 1–18. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-523450-4.50005-5>
- Pradhan, D., Suri, K. a, Pradhan, D. K., & Biswasroy, P. (2013). Golden Heart of the Nature : Piper betle L . *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 1(6), 147–167.
- Rahman, Tito P.S., Agus, R., Nurul, T.M.A. 2013. Sintesis Pigmen Besi Oksida Berbahan Baku Limbah Industri Baja (Mill Scale). *Jurnal Fisika Unnes*, 3(1): 79535.
- Ramzannezhad, A., & Bahari, A. (2018). Synthesis and Tuning of Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Iron Oxide Nanorods with Magnetism. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 31(7), 2247–2253.
- Rukmini, A., Utomo, D. H., and Laily, A. N. 2020. Skrining fitokimia familia piperaceae. *Jurnal Biologi dan Pembelajarannya*. 7(1): 28–32.
- Sahoo. 2010. *Characterization of γ - and $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$* . *International Journal of Engineering, Science and Technology*. 2 (8): 118-126.
- Sane, N., Hungund, B., & Ayachit, N. (2013). *Biosynthesis and characterization of gold nanoparticles using plant extracts*. Proceedings of the International Conference on “Advanced Nanomaterials and Emerging Engineering Technologies”, ICANMEET 2013, 295–299.
- Sari, A. N. 2016. Berbagai Tanaman Rempah Sebagai Sumber Antioksidan Alami. *Journal of Islamic Science and Technology*, 2(2), 203–212.
- Sarjani, T. M., Mawardi, M., Pandia, E. S., & Wulandari, D. (2017). IDENTIFIKASI MORFOLOGI DAN ANATOMI TIPE STOMATA FAMILI Piperaceae DI KOTA LANGSA. *Jurnal IPA & Pembelajaran IPA*, 1(2), 182–191.
- Septityana, K. D., Priyono, Rochman, N.T., Yuswono, Rahman, T.P., Nugroho, D.W., Ikono, R., Nofrizal, dan 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.
- Silverstein, RM., Francis, XW., David, JK.1989. Spectrometric identification of organic compound. Seventh Edition.
- Su, Minsua, Chun He, dan Kaimin Shih. 2016. Facile Synthesis of Morphology and Size-Controlled $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ And Fe_3O_4 Nano-and Microstructures by Hydrothermal/Solvothermal Process: The Roles of Reaction Medium and Urea Dose. *Ceramics International*. 42 (13): 14793-14804.
- 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.
- Wahyinto, I. R., Aritonang, A. B., & Zaharah, T. A. (2022). Extraction and Characterization of Fe₂O₃ from Red Mud PT. Indonesia Chemical Alumina West Kalimantan. *Berkala Sainstek*, 10(3), 155–161.
- W. Barag, F. Ali Shtewi, and W. Mohammed Barag Awatef Abdulsalam Tarroush Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using MenthaPiperita Leaves Extract. 2021.doi:10.13140/RG.2.2.16073.3695
- 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.
- Wasito, B., dan Biyantoro, D. 2009. *Optimasi Proses Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Pasir Senotim dan Analisis Produk dengan Spektrometer Pendar Sinar-X*. November. 677–686.
- Willian, N. 2018. Marine Bio-Nanoteknologi Perak (AgNps) Menggunakan Ekstrak Tanaman Mangrove Dan Aplikasinya: Suatu Tinjauan. *Jurnal Zarah*, 6(1), 13–20.
- Yang, H., & Nakane, K. (2019). Pd(II)-doped SiO₂/Fe₂O₃ Nanofibers As A Novel Catalyst for The Ethanol Dehydration Reaction. *Journal of Materials Science*, 54(24), 14763–14777.
- Yasser, M., Negeri, P., Pandang, U., Muhamad, A., Akbar, I., Negeri, P., & Pandang, U. 2022. *KARAKTERISASI UJI KESTABILAN NANOPARTIKEL PERAK-EKSTRAK DAUN*. February.
- Zanur. H., Putra. A., dan Astuti. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Bijih Besi di Jorong Kepalo Bukik Kabupaten Solok Selatan Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Fisika Unand*. 6(2). 149–15.
- Zuhaili, Wahbah, 2003. *Tafsir al-Munir*, Beirut: Dar Al-Fikr.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian



Lampiran 2. Diagram Alir**L.2.1 Ekstraksi Daun sirih Hijau****Preparasi Sampel**

- dicuci daun sirih hijau hingga bersih
- dibilas dengan aquades
- dipotong daun sirih hijau
- diblender daun sirih hijau hingga halus
- ditimbang daun sirih hijau sebanyak 70 gram
- dimasukkan ke dalam gelas beaker 1000 mL
- ditambahkan 700 mL aquademin
- diaduk hingga homogen
- ditutup alumunium foil
- dipanaskan diatas penangan air selama 15 menit pada suhu 80 °C
- didiamkan hingga larutan mengendap.
- endapan di saring dengan kertas saring whatman No. 42.

Filtrat**L.2.2 Identifikasi kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Sirih Hijau****Filtrat**

- Dipipet 1 mL filtrat
- Dipindahkan ke dalam tabung reaksi
- Ditambahkan 2-3 tetes FeCl_3
- Diamati perubahan yang terjadi

Hasil

L.2.3 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Konsentrasi Ekstrak Daun Sirih Hijau

Prekursor FeCl_3

- dilarutkan 0,6 M larutan prekursor FeCl_3 dengan 200 mL aquademin
- ditambahkan 400 ml ekstrak daun sirih hijau sedikit demi sedikit
- diaduk menggunakan magnetic stirer
- dipanaskan selama 1 jam pada suhu 90 °C
- didinginkan selama 24 jam hingga terbentuk endapan
- di dekantasi larutan dan endapan dicuci dengan aquademin
- disaring endapan menggunakan corong buchner
- di oven pada suhu 750 °C selama 3 jam
- dilakukan perlakuan yang sama untuk variasi konsentrasi 1 dan 1,4 M sebanyak 200 mL
- di karakterisasi menggunakan XRD, SEM, FTIR, dan UV-Vis

Data

Lampiran 3. Perhitungan**L.3.1 Pembuatan Larutan FeCl₃ 0,6 M dalam 200 mL**

$$Mr = 162,2 \text{ g/mol}$$

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

$$0,6 \text{ M} = \frac{\text{mol}}{0,2 \text{ L}} = 0,12 \text{ mol}$$

$$\text{Mol} = \frac{m}{Mr}$$

$$0,12 \text{ mol} = \frac{\text{mol}}{162,2 \text{ g/mol}} = 19,464 \text{ gram}$$

L.3.2 Pembuatan larutan FeCl₃ 1 M dalam 200 mL

$$Mr = 162,2 \text{ g/mol}$$

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

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

$$\text{Mol} = \frac{m}{Mr}$$

$$0,2 \text{ mol} = \frac{\text{mol}}{162,2 \text{ g/mol}} = 32,44 \text{ gram}$$

L.3.3 Pembuatan larutan FeCl₃ 1,4 M dalam 200 mL

$$Mr = 162,2 \text{ g/mol}$$

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

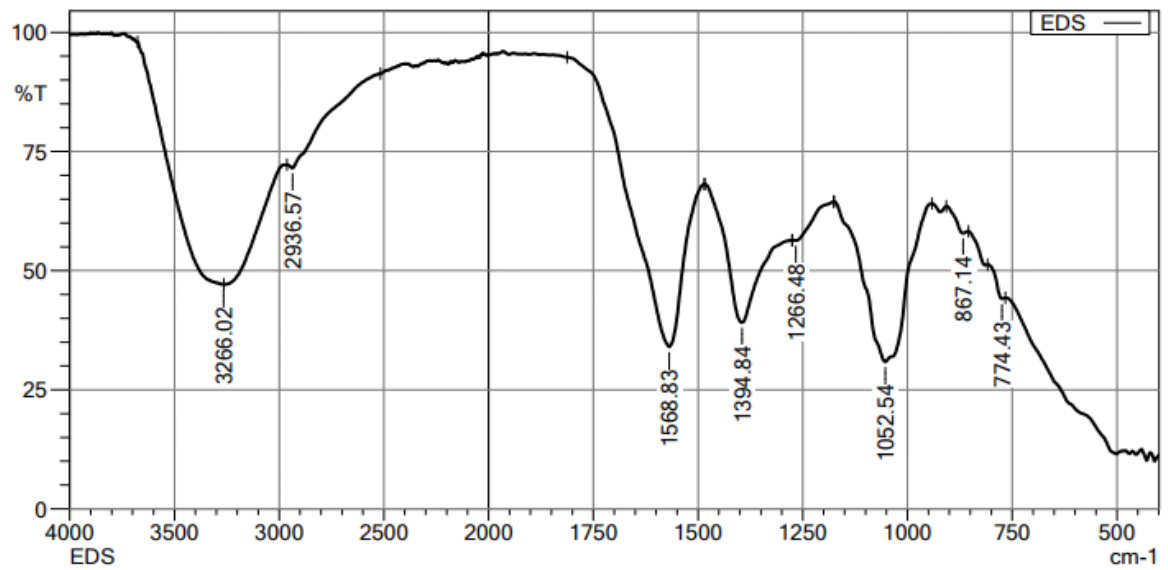
$$1,4 \text{ M} = \frac{\text{mol}}{0,2 \text{ L}} = 0,28 \text{ mol}$$

$$\text{Mol} = \frac{m}{Mr}$$

$$0,28 \text{ mol} = \frac{\text{mol}}{162,2 \text{ g/mol}} = 45,416 \text{ gram}$$

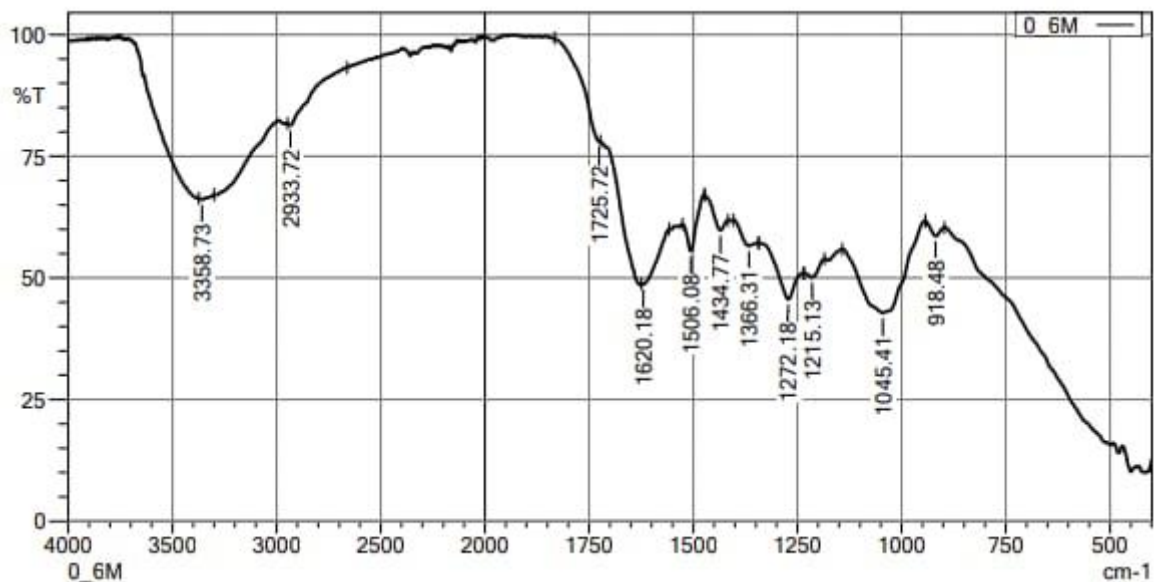
Lampiran 4. Hasil karakterisasi FTIR

L.4.1 Hasil Karakterisasi FTIR Daun Sirih Hijau

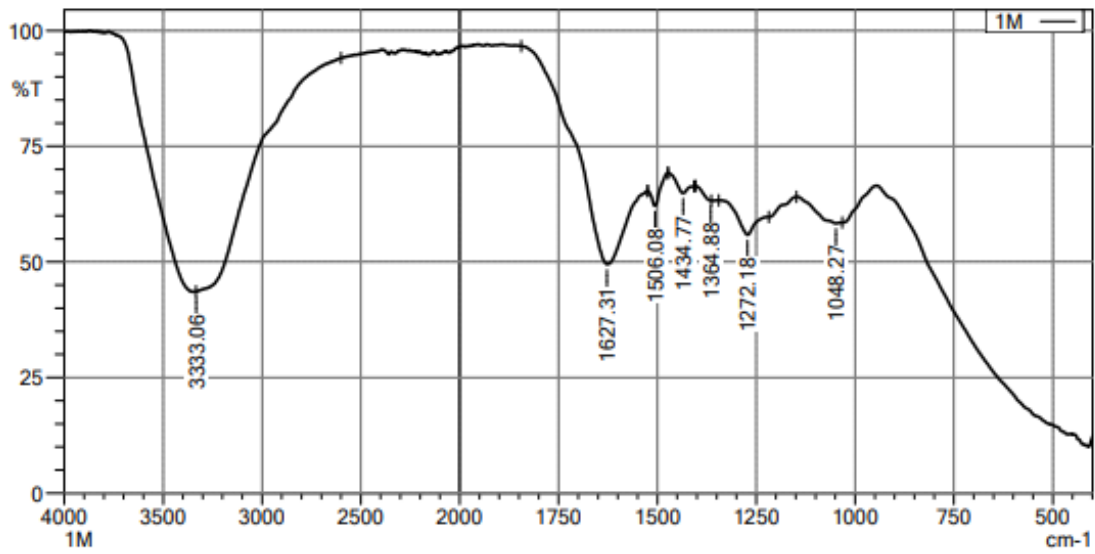


L.4.2 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi

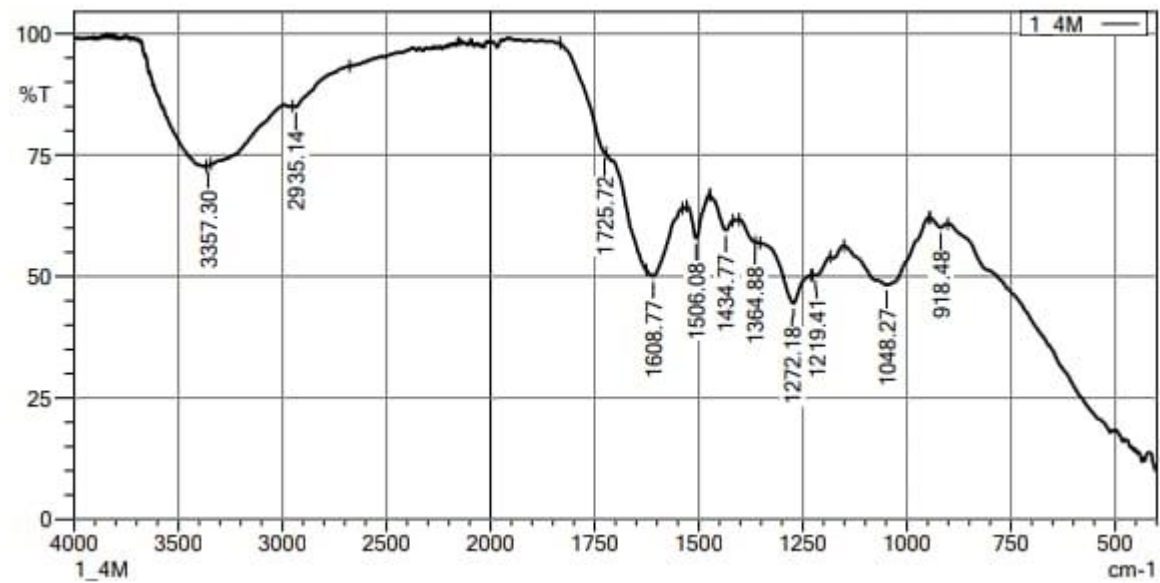
L.4.2.1 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi Variasi Konsentrasi 0,6 M



L.4.2.2 Hasil Kalsinasi FTIR Sebelum Kalsinasi Variasi Konsentrasi 1 M

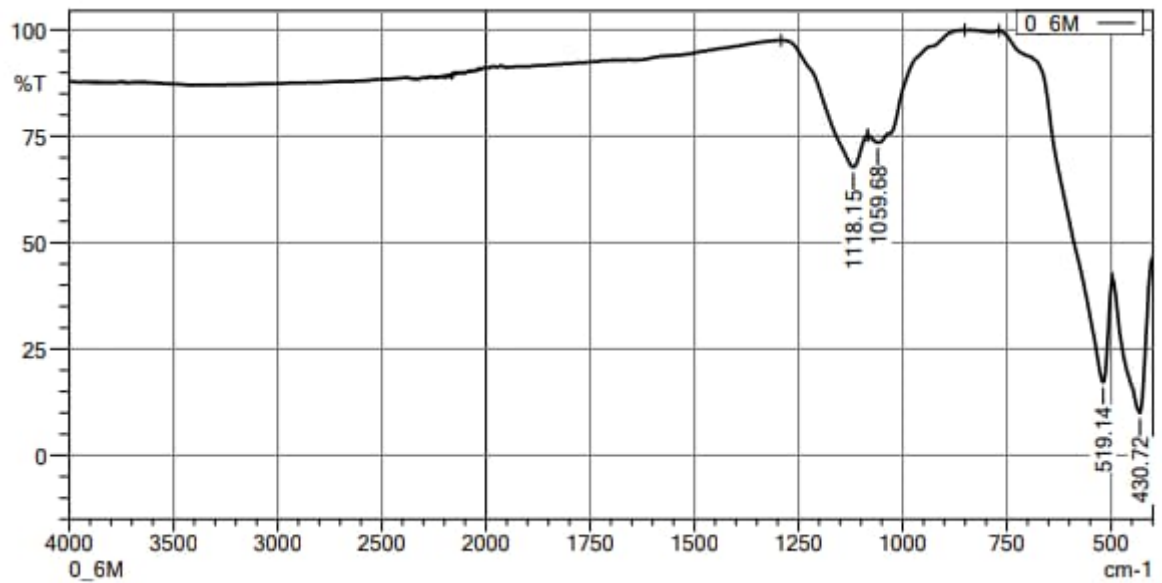


L.4.2.3 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi Variasi Konsentrasi 1.4 M

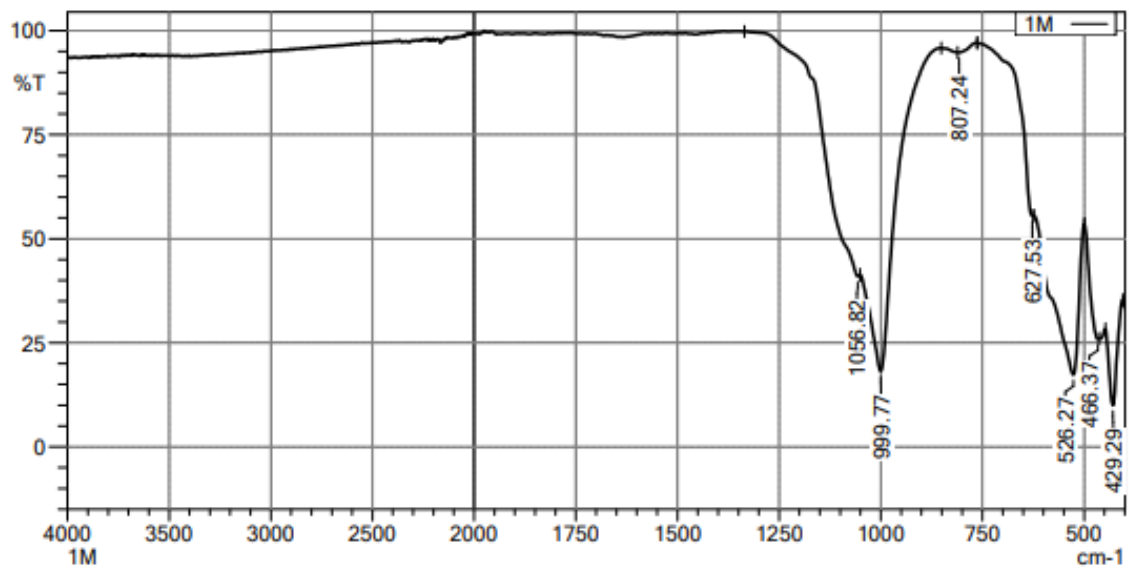


L.4.3 Hasil Karakterisasi FTIR Sesudah Kalsinasi

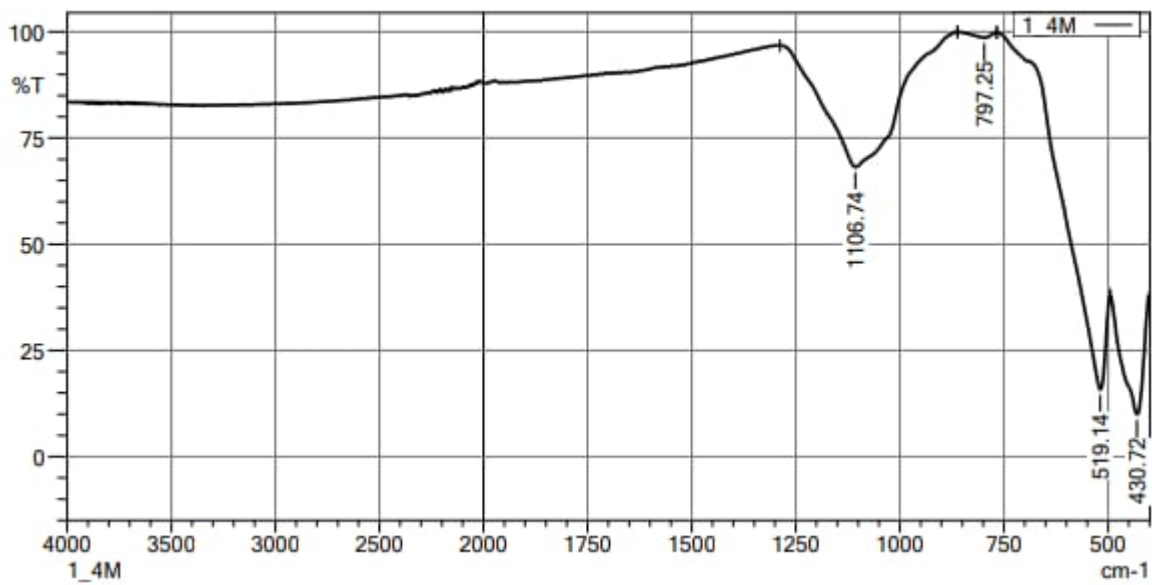
L.4.3.1 Hasil Karakterisasi FTIR Sesudah Kalsinasi Variasi Konsentrasi 0.6 M



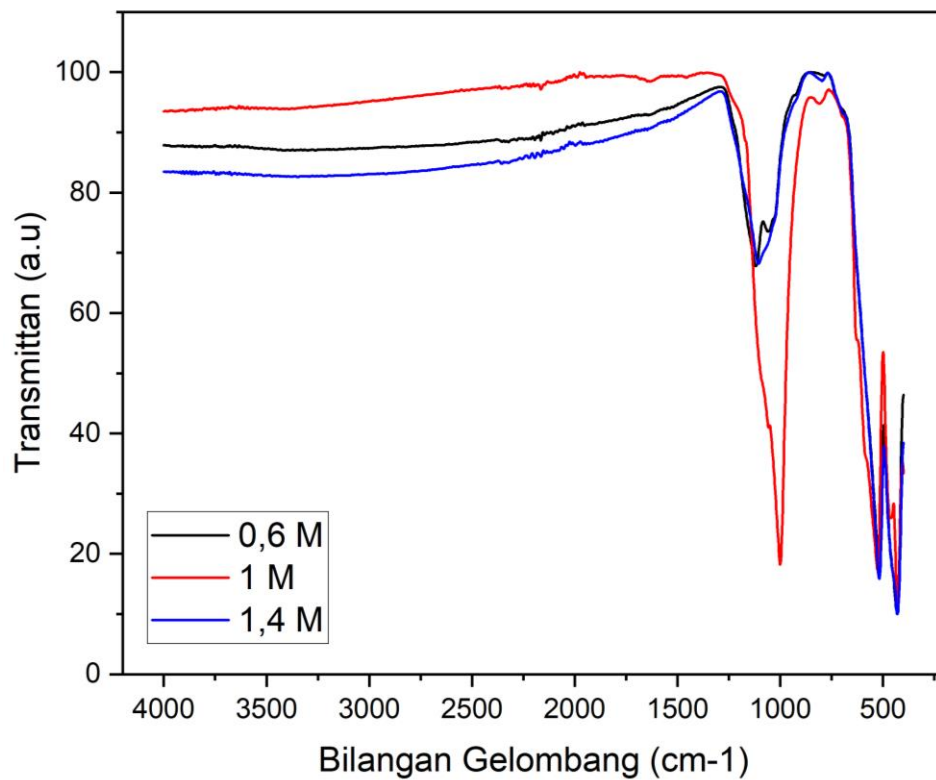
L.4.3.2 Hasil Karakterisasi FTIR Sesudah Kalsinasi Variasi Konsentrasi 1 M



L.4.3.3 Hasil Karakterisasi FTIR Sesudah Kalsinasi Variasi Konsentrasi 1,4 M

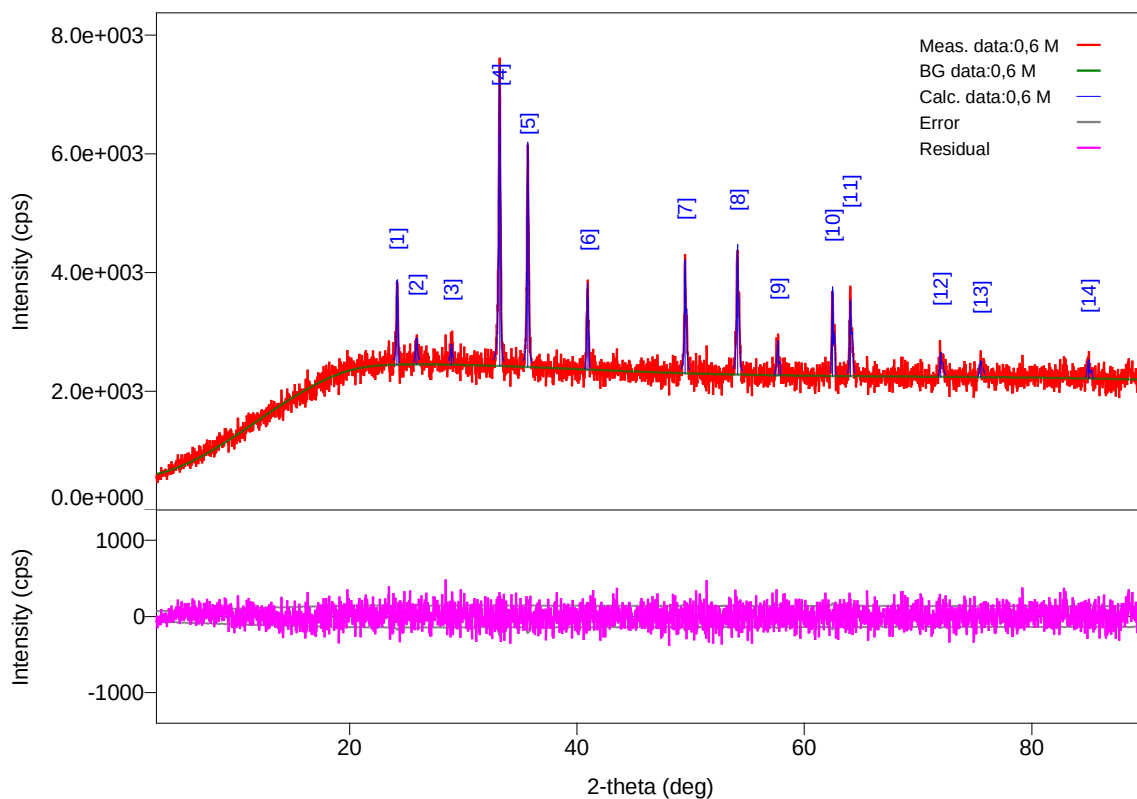


L.4.3.4 Hasil Penggabungan Spektra Karakterisasi FTIR Sesudah kalsinasi



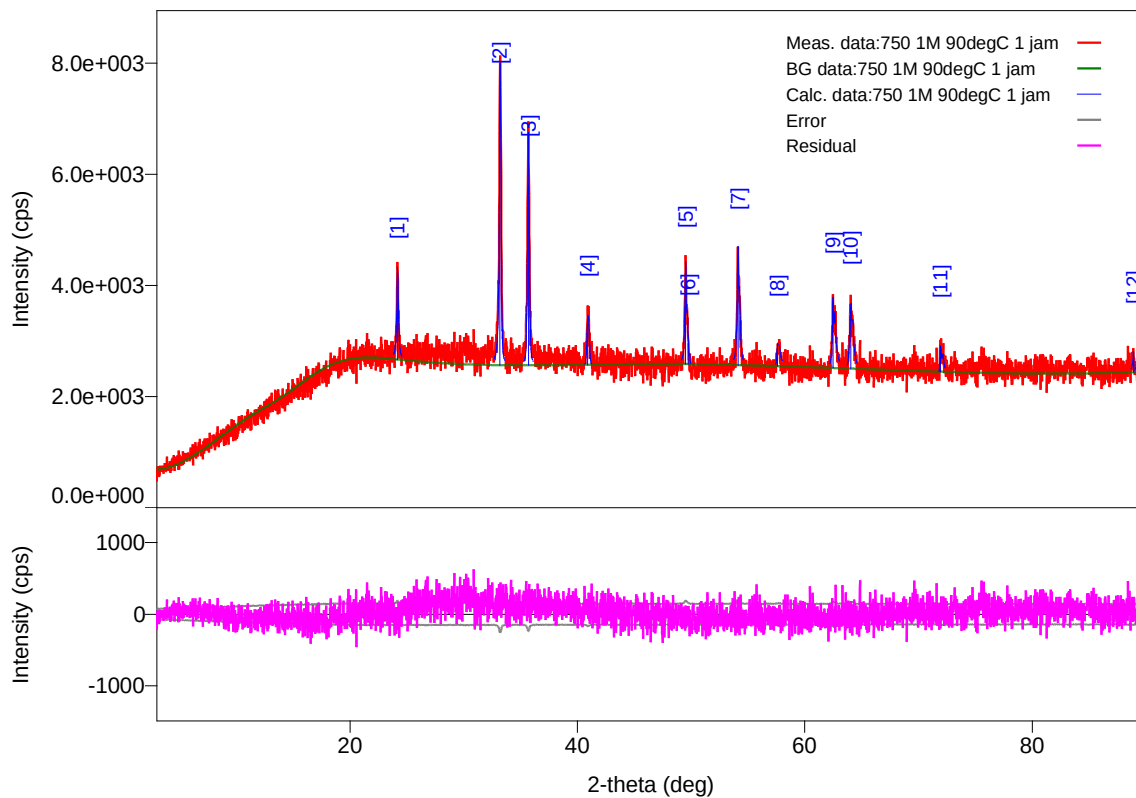
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRD

L.5.1 Hasil Karakterisasi XRD Variasi Konsentrasi 0,6 M



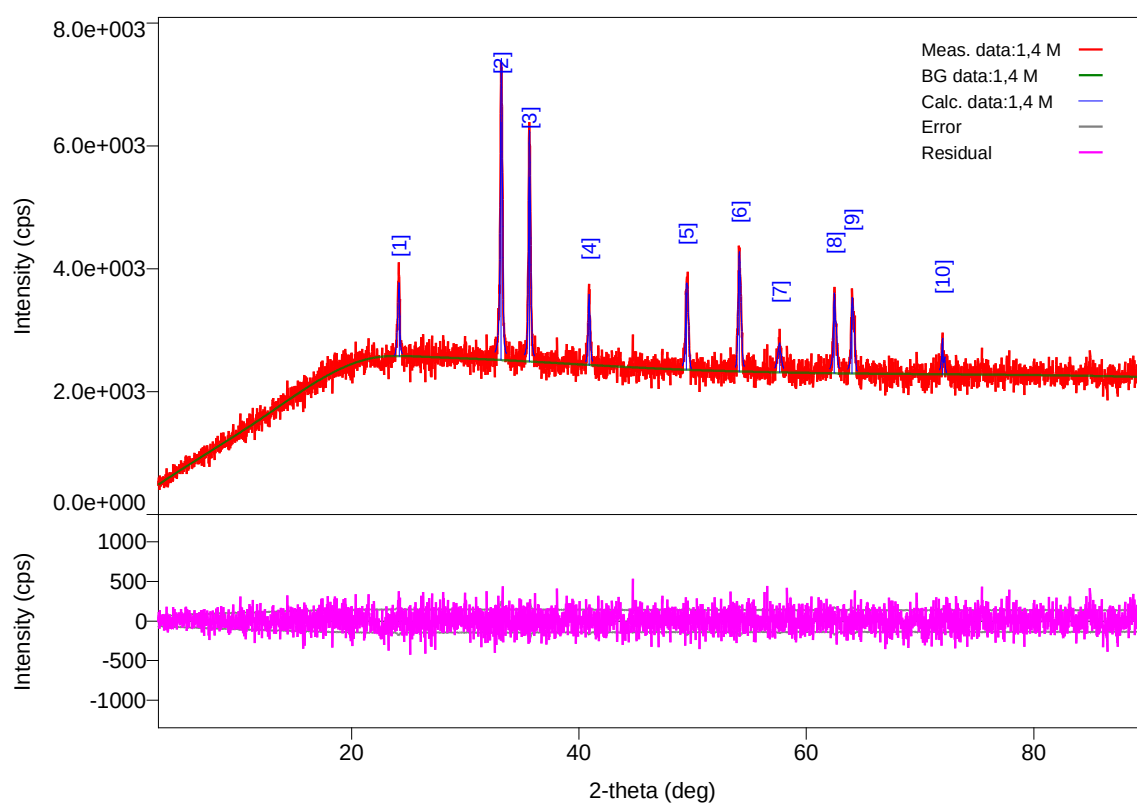
No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.172(1)	3.679(3)	1122(97)	0.13(2)	210(16)	0.19(3)	0.8(5)
2	25.86(7)	3.443(9)	344(54)	0.18(10)	102(16)	0.30(9)	0.7(14)
3	28.95(2)	3.082(2)	276(48)	0.15(6)	76(15)	0.28(10)	0.9(16)
4	33.202(7)	2.6962(5)	3919(181)	0.150(8)	807(17)	0.206(14)	1.9(4)
5	35.672(7)	2.5149(5)	3110(161)	0.134(9)	568(16)	0.183(15)	1.5(3)
6	40.950(4)	2.20210(4)	1193(100)	0.129(12)	178(14)	0.15(2)	5(4)
7	49.511(1)	1.8395(4)	1774(122)	0.115(11)	314(14)	0.18(2)	1.3(6)
8	54.133(5)	1.69288(4)	1961(128)	0.138(11)	419(16)	0.21(2)	3.1(4)
9	57.697(9)	1.5965(2)	474(63)	0.18(3)	91(16)	0.19(6)	5(6)
10	62.480(1)	1.4853(2)	1449(110)	0.128(9)	222(15)	0.15(2)	1.3(5)
11	64.034(1)	1.4529(2)	1248(102)	0.154(12)	243(16)	0.19(3)	0.9(4)
12	72.00(2)	1.3105(3)	393(57)	0.16(4)	86(16)	0.22(7)	2.3(12)
13	75.51(6)	1.2580(9)	262(47)	0.20(7)	68(18)	0.26(11)	2(4)
14	85.00(4)	1.1402(5)	306(50)	0.19(4)	63(17)	0.21(9)	3(3)

L.5.2 Hasil Karakterisasi XRD Variasi Konsentrasi 1 M

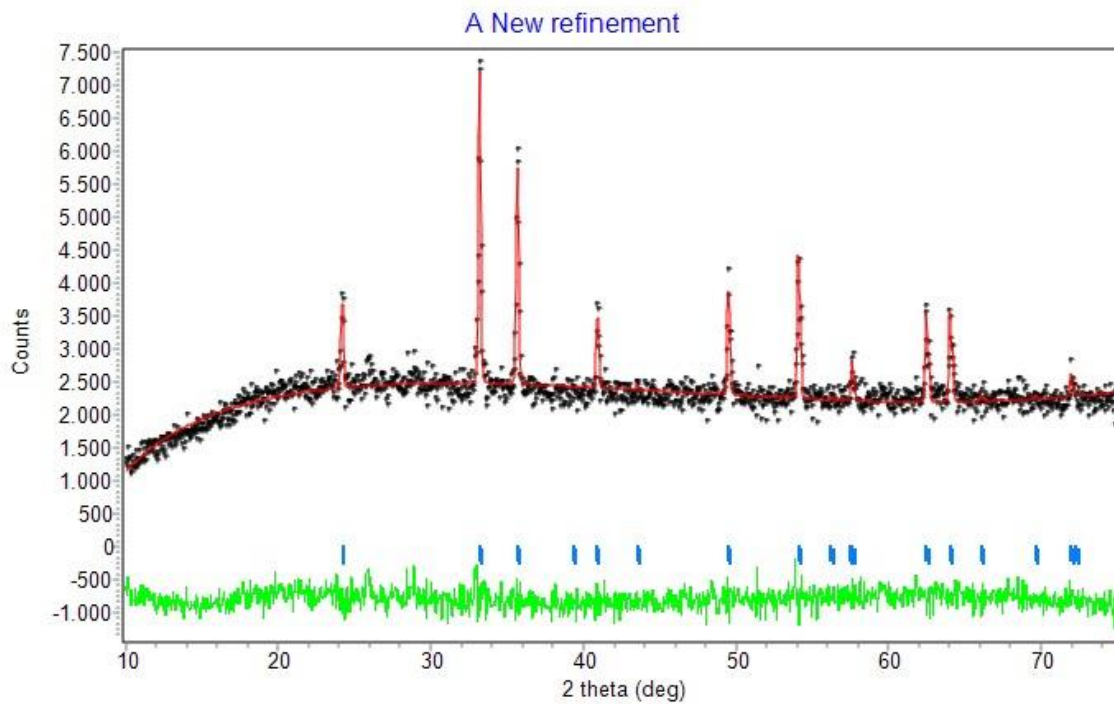
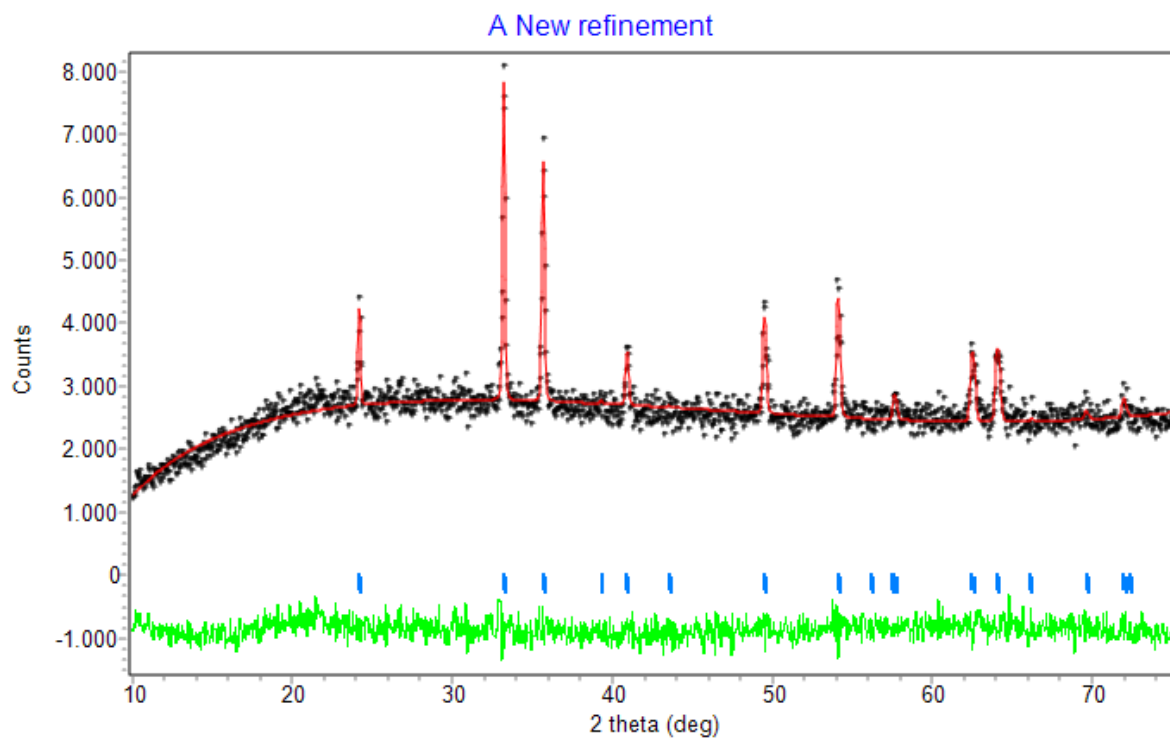


No	2- theta(deg)	d(ang.)	Height(cp s)	FWHM(d eg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.169(1)	3.679(2)	1304(104)	0.13(3)	282(16)	0.22(3)	1.0(7)
2	33.194(6)	2.6968(4)	4556(195)	0.130(8)	879(19)	0.193(12)	0.91(18)
3	35.692(8)	2.5135(5)	3247(164)	0.154(9)	646(19)	0.199(16)	2.1(5)
4	40.91(4)	2.204(2)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

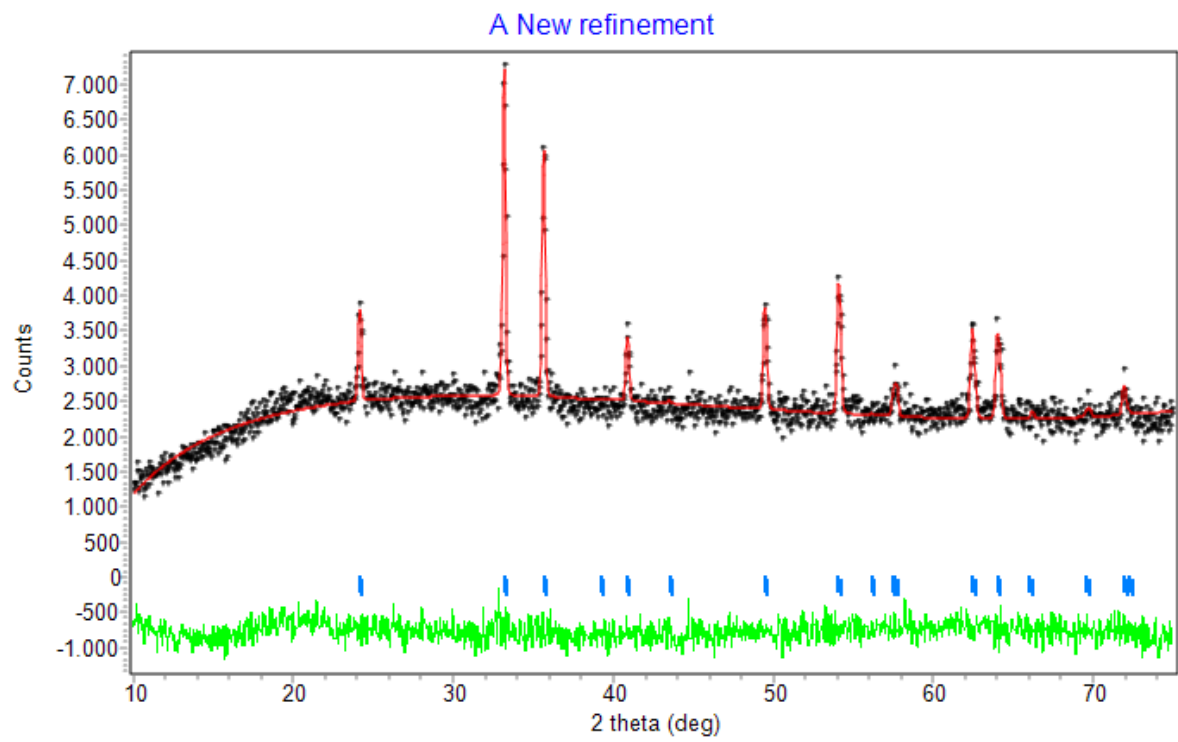
L.5.3 Hasil Karakterisasi XRD Variasi Konsentrasi 1,4 M



No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.193(7)	3.6758(1)	835(83)	0.199(18)	199(19)	0.24(5)	5(3)
2	33.155(9)	2.6998(7)	3872(180)	0.172(10)	949(21)	0.245(17)	0.9(2)
3	35.631(1)	2.5177(7)	3005(158)	0.170(10)	690(20)	0.230(19)	1.0(3)
4	40.88(2)	2.2056(1)	938(88)	0.16(3)	208(17)	0.22(4)	1.7(10)
5	49.442(6)	1.8419(2)	1258(102)	0.202(18)	319(19)	0.25(4)	0.5(2)
6	54.094(1)	1.6940(5)	1634(117)	0.220(18)	451(20)	0.28(3)	1.2(4)
7	57.651(1)	1.5976(5)	355(54)	0.30(6)	156(22)	0.44(13)	4(4)
8	62.459(1)	1.4857(3)	1170(99)	0.18(2)	318(18)	0.27(4)	1.0(5)
9	64.022(1)	1.4532(3)	1133(97)	0.20(2)	299(19)	0.26(4)	0.7(3)
10	71.980(8)	1.31082(	536(67)	0.12(3)	110(14)	0.20(5)	3(5)

Lampiran 6. Hasil Refinement Produk Sintesis**L.6.1 Hasil refinement Variasi Konsentrasi 0,6 M****L.6.2 Hasil Refinement Variasi Konsentrasi 1 M**

L.6.3 Hasil Refinement Variasi Konsentrasi 1.4 M



Lampiran 7. Perhitungan Kristal Hematit

Untuk mengetahui ukuran kristal, dapat dihitung menggunakan persamaan Scherrer. Data yang dihitung ukuran kristalnya yaitu pada variasi konsentrasi 1,4 M.

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

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

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,2352 \text{ rad} = \frac{0,2352}{180} \times 3,14 = 0,0044$$

$$2\theta = 33,18$$

$$\theta = 16,59$$

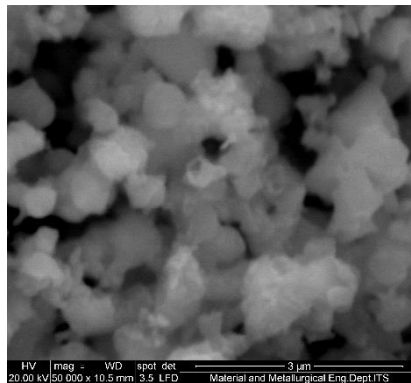
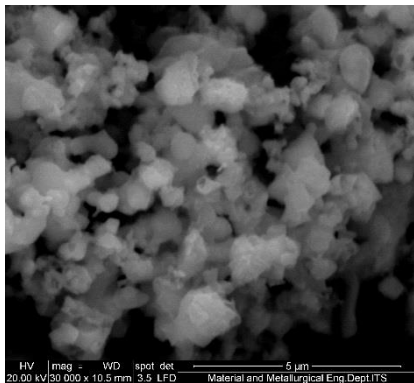
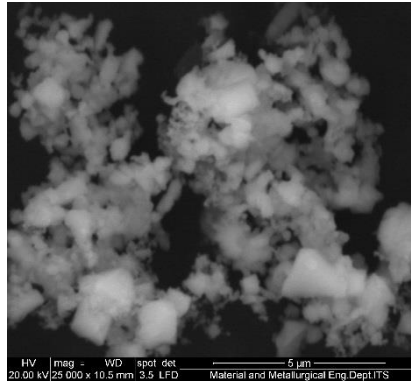
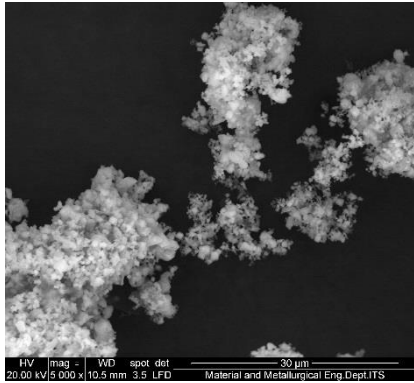
$$\cos \theta = 0,9583$$

Sehingga ukuran kristal hematitnya sebesar:

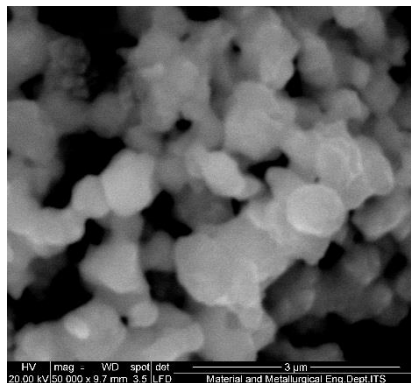
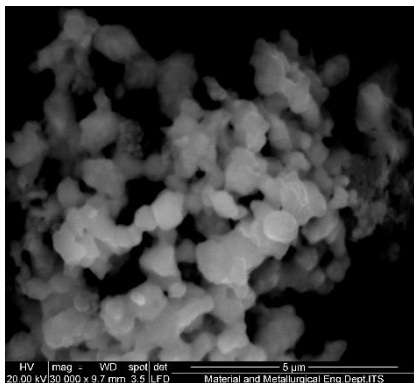
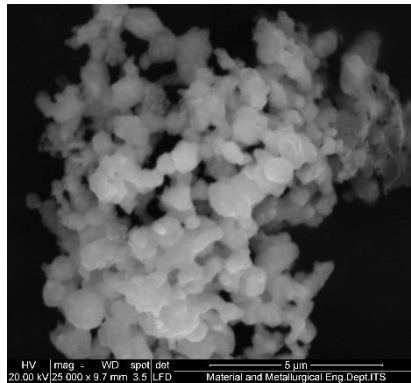
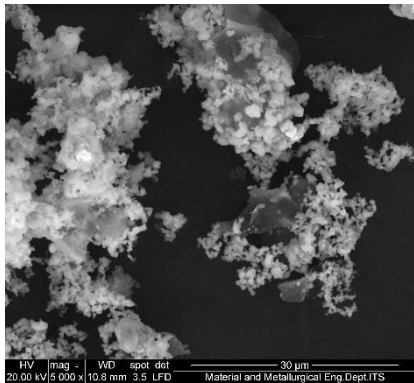
$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0044 \times 0,9583} = 328,8 \text{ \AA} = 32,88 \text{ nm}$$

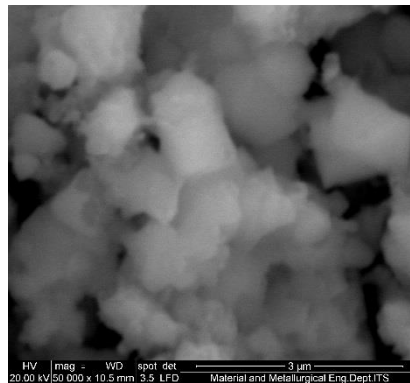
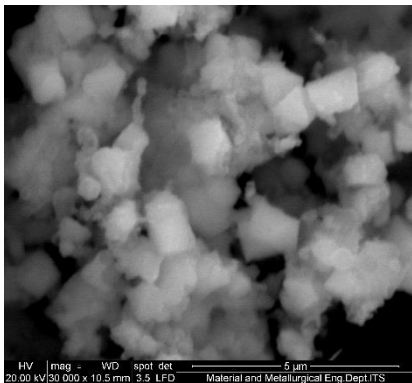
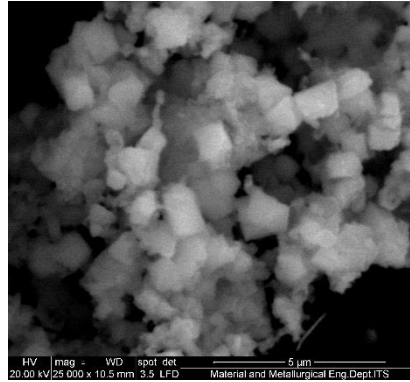
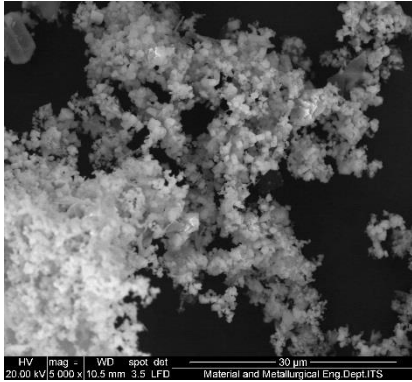
Lampiran 8. Hasil Karakterisasi SEM

L8.1 Hasil SEM konsentrasi 0,6 M perbesaran 5000x, 25000x, 30000x dan 50000x



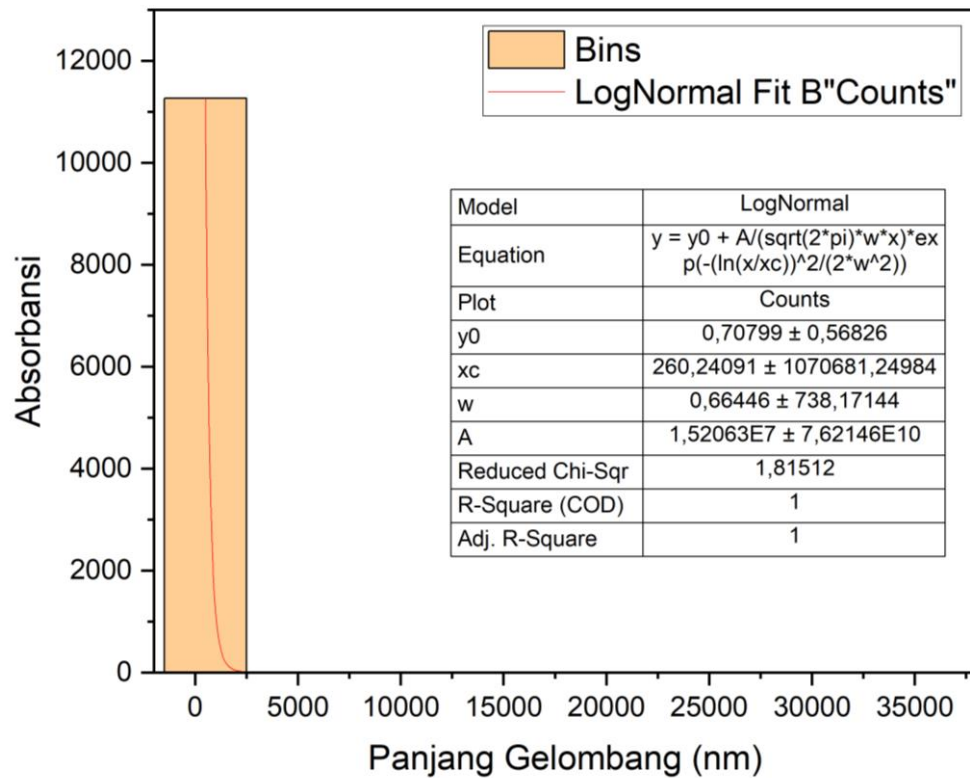
L8.2 Hasil SEM konsentrasi 1 M perbesaran 5000x, 25000x, 30000x dan 50000x



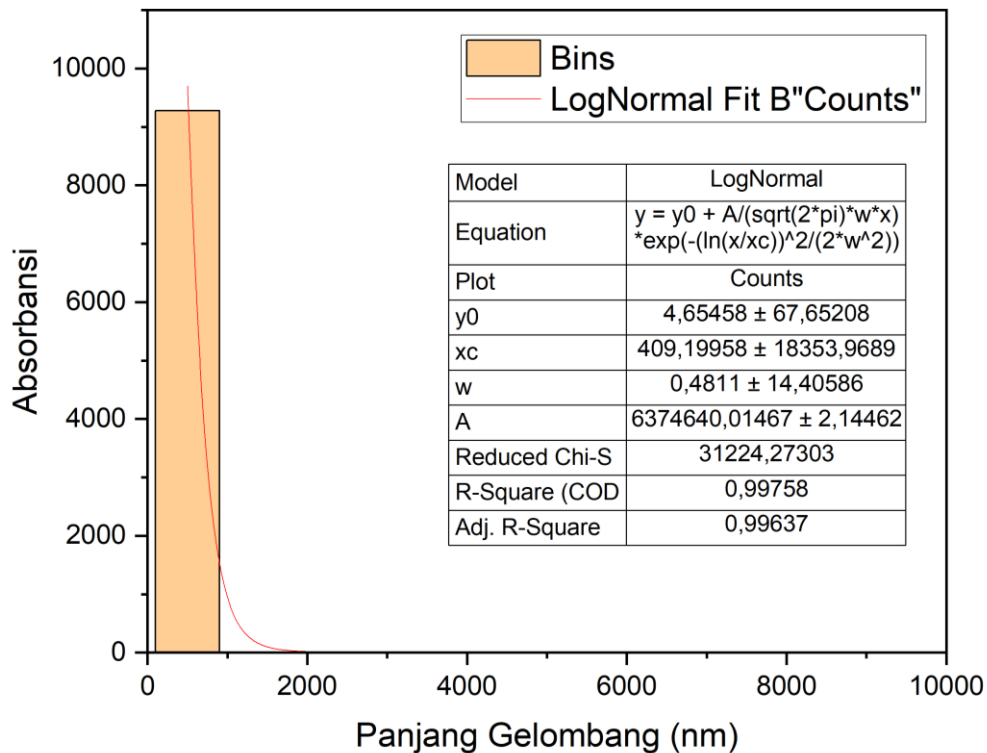
L8.3 Hasil SEM konsentrasi 1,4 M perbesaran 5000x, 25000x, 30000x dan 50000x

Lampiran 9. Histogram dan nilai R-Square produk hasil sintesis

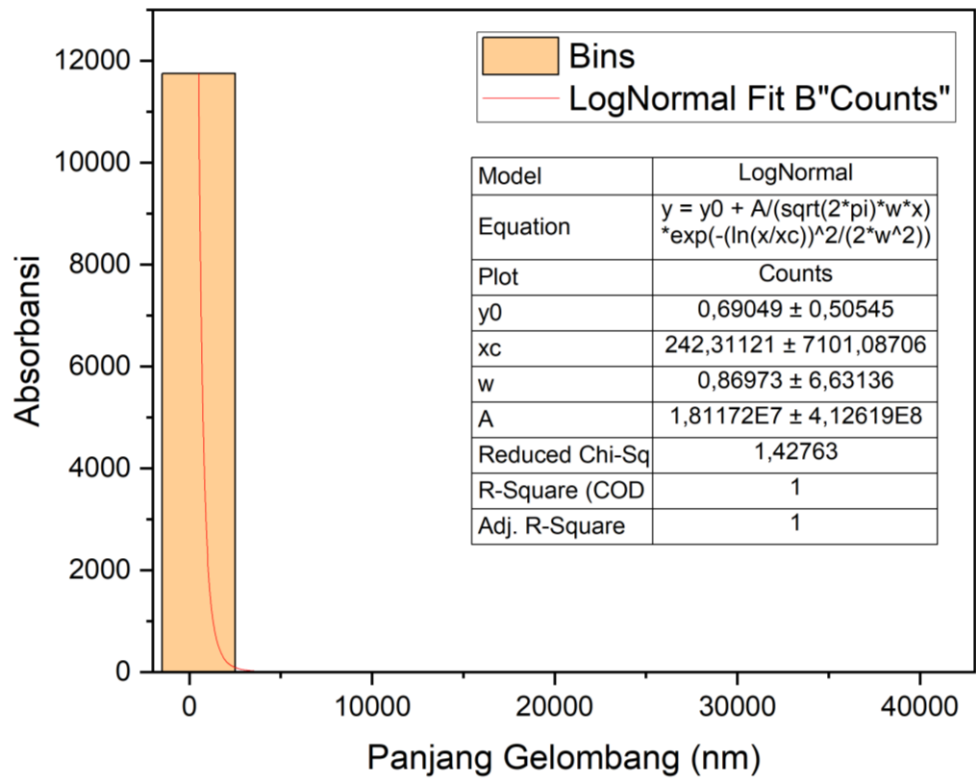
L9.1 Konsentrasi 0,6 M perbesaran 50000x



L9.2. Konsentrasi 1 M perbesaran 50000x

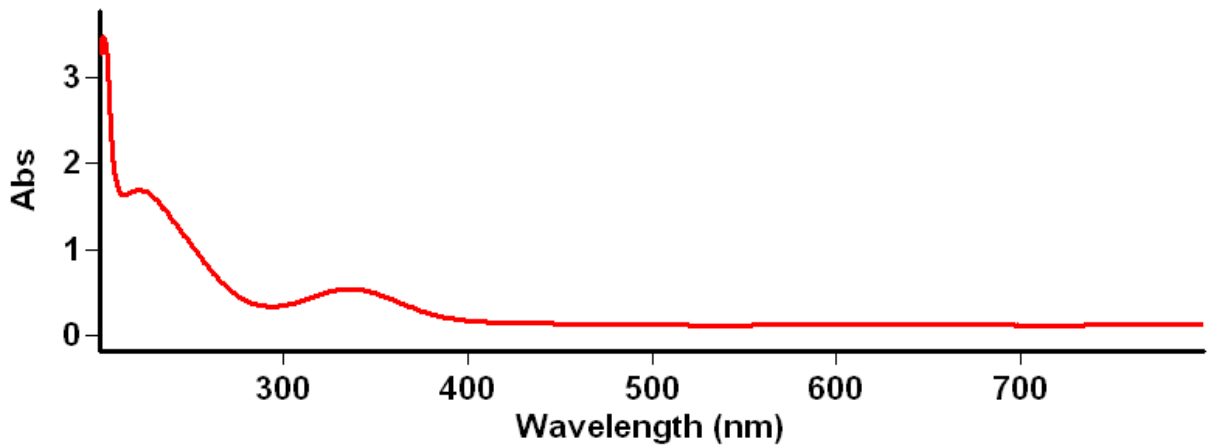


L9.3 Konsentrasi 1,4 M perbesaran 50000x



Lampiran 10 Hasil karakterisasi UV-Vis

L10. 1 Konsentrasi 0,6 M



Scan Analysis Report

Report Time : Fri 26 Jul 01:43:21 PM 2024
Method:
Batch: D:\Mahasiswa On Going\Nada\Lamdha Maks Hematit HCl 0,6 2 ml (26-07-2024).DSW
Software version: 3.00 (339)
Operator: Rika

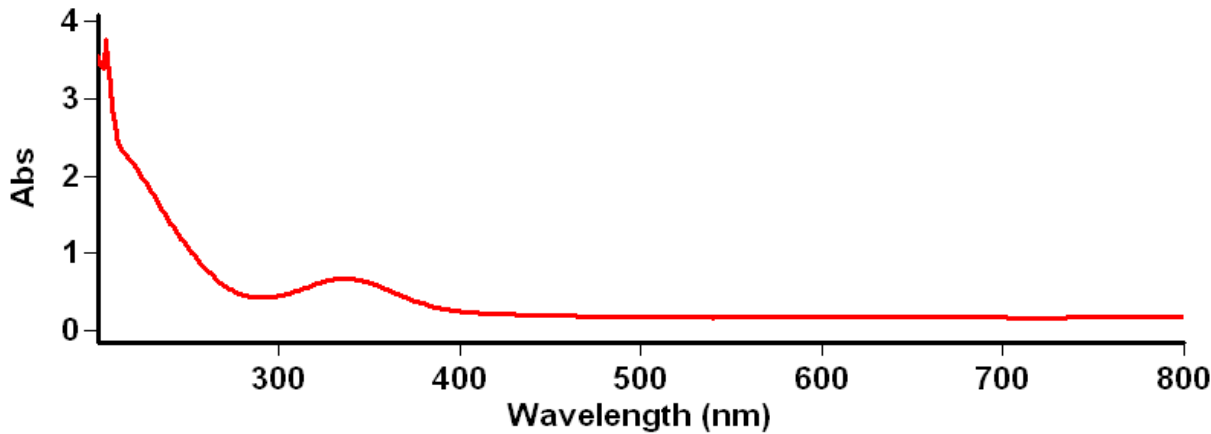
Sample Name: Hematit HCl 0,6 2 ml

Collection Time 7/26/2024 1:43:25 PM

Peak Table
Peak Style Peaks
Peak Threshold 0.0100
Range 799.9nm to 200.1nm

Wavelength (nm)	Abs
601.0	0.133
337.0	0.544

L10.2 Konsentrasi 1 M



Scan Analysis Report

Report Time : Tue 23 Jul 11:39:13 AM 2024
Method:
Batch: D:\Mahasiswa On Going\Nada\Lamdha Maks Hematit HCl 1 Jam (23-07-2024).DSW
Software version: 3.00 (339)

Operator: Rika

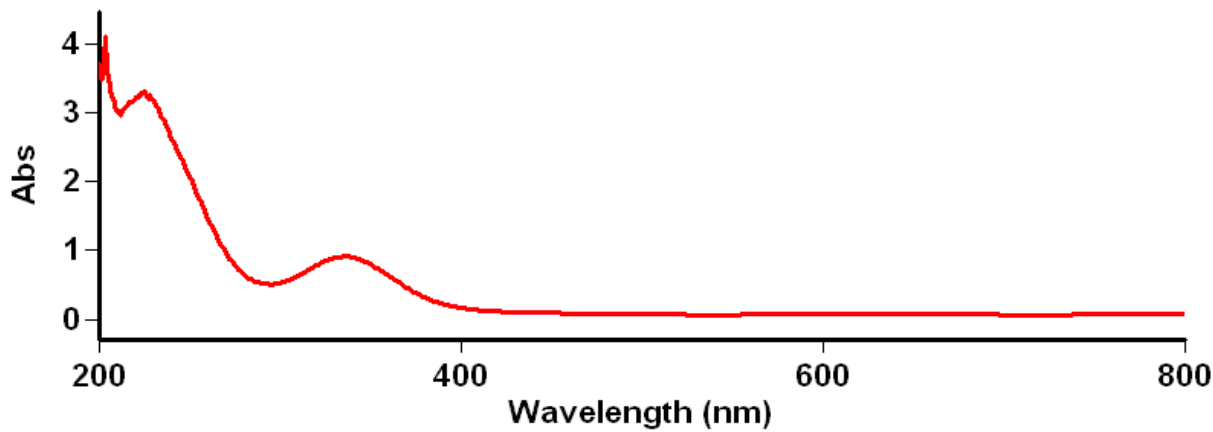
Sample Name: Hematit HCl 1 jam

Collection Time 7/23/2024 11:39:20 AM

Peak Table
Peak Style Peaks
Peak Threshold 0.0100
Range 800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
608.0	0.184
337.0	0.674

L10.3 Konsentrasi 1,4 M



Scan Analysis Report

Report Time : Wed 24 Jul 01:54:20 PM 2024
Method:
Batch: D:\Mahasiswa On Going\Nada\Lamdha Maks Hematit HCl 1,4 M (24-07-2024).DSW
Software version: 3.00(339)
Operator: Rika

Sample Name: Hematit HCl 1,4 M

Collection Time 7/24/2024 1:54:25 PM

Peak Table
Peak Style Peaks
Peak Threshold 0.0100
Range 800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm)	Abs
669.0	0.078
335.9	0.910

Lampiran 11. Dokumentasi Penelitian

L11.1 Ekstraksi daun sirih hijau



Proses ekstraksi
daun sirih hijau



Proses penyaringan
ekstraksi

L11.2 Uji Kualitatif tanin pada ekstrak daun sirih



Hasil uji fitokimia

L11.3 Sintesis hematit dengan variasi konsentrasi FeCl_3



Proses pencampuran larutan
 FeCl_3 dengan ekstrak
menggunakan buret



Proses penetralan
hasil sintesis



Hasil sintesis sebelum kalsinasi



Proses kalsinasi hasil sintesis



Hasil sintesis setelah kalsinasi