

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

SKRIPSI

Oleh :
NADA RIFQI AMALIYAH
NIM. 200603110119



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

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

SKRIPSI

**Oleh:
Nada Rifqi Amaliyah
NIM 200603110119**

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

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

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

SKRIPSI

Oleh:
NADA RIFQI AMALIYAH
200603110119

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 5 Desember 2024

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIP. 19900906 202321 2 033

Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia



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

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

SKRIPSI

Oleh:
Nada Rifqi Amaliyah
NIM. 200603110119

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 5 Desember 2024**

Ketua Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Anggota Penguji I : Vina Nurul Istighfarini, M.Si
LB. 63025

Anggota Penguji II : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 201903 2 008

Anggota Penguji III : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIP. 19900906 202321 2 033

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

**Mengesahkan,
Ketua Program Studi Kimia**


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Nada Rifqi Amaliyah
NIM : 200603110119
Pogram Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Bette L.*) dengan Variasi Waktu Sintesis

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibutiktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi dari perbuatan tersebut.

Malang, 5 Desember 2024
Yang membuat pernyataan,



Nada Rifqi Amalyah
NIM. 200603110119

MOTTO

“maka sesungguhnya Bersama kesulitan ada kemudahan. Maka engkau telah selesai (dari suatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain). Dan hanya kepa Allah engkau berharap”

(QS. Al-insyirah:6-7)

“Bukan kesulitanlah yang membuat kita takut, tapi sering ketakutanlah yang membuat jadi sulit. Jadi jangan mudah menyerah”

(Joko Widodo)

PERSEMBAHAN

Pertama saya ucapkan puji syukur kehadirat Allah Swt. atas segala nikmat berupa Kesehatan dalam proses menulis skripsi ini. Selawat serta salam selalu terlimpahkan kepada Nabi Muhammad saw. Dalam menulis skripsi ini penulis banyak mendapatkan bimbingan, pengetahuan, serta dukungan dari banyak pihak yang selama ini membantu dalam menyelesaikan skripsi ini. Dengan hati yang tulus penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Cinta pertama dan panutanku, ayahanda Moh Natsir. Beliau memang tidak sempat merasakan pendidikan sampai bangku perkuliahan, namun beliau bekerja keras serta mendidik, memberi motivasi, memberi dukungan sehingga penulis dapat menyelesaikan studi sampai sarjanah.
2. Ibunda ibu Ummul Mufidah, ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya penulis berikan kepada beliau atas segala bentuk bantuan, semangat dan doa yang diberikan selama ini. Terimakasih atas nasihat yang selalu diberikan, terimakasih atas kesabaran hati menghadapi penulis yang keras kepala. Ibu menjadi tempat penguat dan pengingat paling hebat.
3. Kepada keempat adik saya, M Alif Haikal Firdaus, Nayla Lutfiyatur Rusyda, l'anatun Nisa' dan Mahreen Salma Al mahirah. Terima kasih telah memberikan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga senantiasa diberikan kelancaran dan keberkahan dalam menuntut ilmu.
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen pembimbing, terima kasih atas bimbingan, kritik dan saran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini, dan terima kasih kepada bu Lulu'atul Hamidatu Ulya selaku dosen pembimbaing agama yang telah memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis.
5. Teruntuk teman-teman KIMIA 20 terima kasih telah memberikan semangat, motivasi, semangat dan memberikan pengalaman dan pengalaman selama dibangku kuliah.
6. Seluruh pihak yang memberikan bantuan kepada penulis. Terima kasih atas bantuan, semangat dan doa baik yang diberikan kepada penulis selama ini.
7. Terakhir, kepada saya sendiri. Terima kasih sudah bertahan selama ini. Terima kasih sudah memutuskan untuk tidak menyerah sesulit apapun proses penyusun skripsi ini dan telah menyelesaikannya sebaik mungkin.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Syukur alhamdulillah penulis hanturkan kehadiran Allah Swt. yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Sintesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle L.*) dengan Variasi Waktu Sintesis”**. Tidak lupa selawat serta salam tetap terlimpahkan kepada baginda Nabi Muhammad saw. yang telah mengantarkan kita dari zaman yang gelap menuju jalan yang terang yakni *ad-Dinul Islam*.

Penulis mengucapkan terima kasih seiring do'a dan harapan *jazakumullah ahsanal jaza'* kepada semua pihak yang telah membantu proses penyusunan skripsi ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. Zainuddin Zaen, M. HI selaku Rektor Universitas Islam Negeri Mulana Malik Ibrahim Malang
2. 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 Prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Anik Maunatin, M.P selaku dosen wali yang telah memberikan pengarahan serta nasehat kepada penulis.
5. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M. Si selaku dosen pembimbing skripsi, yang telah banyak memberikan pengarahan meluangkan waktu.
6. Ibu Lu'luatul Hamidatu Ulya, M. Sc selaku dosen pembimbing agama yang telah meluangkan waktu, memberikan pengarahan.
7. Ibu admin laboran kimia fisika yang telah membantu dalam penulis selama penelitian
8. Semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa materiil maupun moril.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga skripsi ini bisa memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya bagi penulis secara pribadi. *Amin Ya Rabbal Alamin*.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Malang, 1 Desember 2024

Penyusun

DAFTAR ISI

MOTTO.....	ix
PERSEMBAHAN.....	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
DAFTAR GAMBAR.....	xix
DAFTAR TABEL	xxi
ABSTRAK	xxiii
ABSTRACT.....	xxv
مُسْتَخْلَصُ الْبَحْثِ.....	xxvii
 BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Masalah.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Peran Ekstrak Daun Sirih	5
2.2 Hematit Sebagai Pigmen.....	8
2.3 Sintesis pigmen Hematit menggunakan metode presipitasi-kalsinasi	11
2.4 Sintesis pigmen Hematit menggunakan Variasi waktu Sintesis	12
2.5 Hematit dalam Perspektif al-Qur'an	13
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	15
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	15
3.2 Alat dan Bahan.....	15
3.2.1 Alat	15
3.2.2 Bahan	15
3.3 Rencana Penelitian	15
3.4 Tahapan Penelitian	15
3.5 Prosedur Penelitian	16
3.5.1 Pembuatan Larutan FeCl ₃	16
3.5.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau (<i>piper betle</i> L)	16
3.5.3 Identifikasi Kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Sirih Hijau	16
3.5.4 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Waktu Sintesis.....	16
3.6 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis.....	17
3.6.1 Karakterisasi Ekstrak Daun Sirih dengan FTIR	17
3.6.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan X-Ray Diffraction (XRD).....	17
3.6.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan UV-Vis	17
3.7 Analisis Hasil Penelitian	17
3.7.1 Analisis Hasil dengan Fourier transform Infrared Spectroscopy (FTIR)	17
3.7.2 Analisis Hasil X-Ray Diffraction (XRD)	17
3.7.3 Analisis data Hasil UV-VIS.....	18
 BAB IV PEMBAHASAN	19
4.1 Ekstraksi Daun Sirih Menggunakan Metode Infusa	19
4.2 Uji Fitokimia Pada Ekstrak Daun sirih Hijau.....	20
4.3 Sintesis Hematit dengan Variasi Waktu Sintesis.....	22
4.4 Karakterisasi Hematit Hasil Sintesis Menggunakan XRD	24
4.5 Karakterisasi Hematit dengan FTIR.....	28
4.6 Hasil karakterisasi UV-VIS.....	30
4.7 Kajian Hasil Penelitian Berdasarkan Perspektif Islam.....	31

BAB V PENUTUP.....	33
5.1 Kesimpulan.....	33
5.2 Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN.....	41

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Rancangan penelitian.....	41
Lampiran 2.	Diagram Alir	42
Lampiran 3.	Perhitungan Pembuatan Larutan FeCl_3 1 M dalam 200 mL.....	44
Lampiran 4.	Hasil Karakterisasi FTIR.....	45
Lampiran 5.	Hasil karakterisasi XRD	49
Lampiran 6	Perhitungan Ukuran Kristal Hematit.....	55
Lampiran 7.	Hasil Refinement Hematit Hasil Sintesis dengan Standar Hematit.....	56
Lampiran 8.	Hasil Perhitungan Derajat Kristalinitas Hematit Hasil Sintesis dengan Origin .	58
Lampiran 9.	Hasil karakterisasi UV-VIS.....	64
Lampiran 10.	Dokumentasi	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Daun Sirih	5
Gambar 2.2	Struktur tanin.....	6
Gambar 2.3	Hasil SEM dan XRD pada sintesis Hematit	7
Gambar 2.4	Hasil XRD dan SEM pada sintesis hematit.....	8
Gambar 2.5	Struktur kristal hematit	9
Gambar 2.6	Pigmen hasil sintesis dengan variasi waktu sintesis.....	10
Gambar 2.7	Hasil karakterisasi UV-Vis	10
Gambar 2.8	Hasil XRD sintesis hematit pada suhu kalsinasi 750 dan 850°C	11
Gambar 2.9	Hasil SEM sintesis hematit dengan variasi waktu sintesis 1 jam	12
Gambar 2.10	Hasil XRD dan SEM sintesis hematit dengan variasi waktu sintesis 2 jam	12
Gambar 2.11	Hasil XRD dan SEM sintesis hematit variasi waktu sintesis 3 jam	13
Gambar 4.1	Daun sirih hijau setelah dicuci	19
Gambar 4.2	Proses ekstraksi daun sirih hijau (a) pemanasan dengan suhu 80°C selama 30 menit (b) penyaringan ekstrak daun sirih hijau	19
Gambar 4.3	Ekstrak daun sirih hijau (b) Ekstrak daun sirih hijau setelah ditambahkan FeCl_3	20
Gambar 4.4	Reaksi antara tanin dengan FeCl_3	20
Gambar 4.5	Hasil karakterisasi ekstrak daun sirih	21
Gambar 4.6	Mekanisme Reaksi Pembentukan V- FeOOH	23
Gambar 4.7	Sebelum kalsinasi A1) variasi 1 jam, A2) variasi 2 jam, A3 variasi 3 jam	23
Gambar 4.8	Setelah kalsinasi B1) variasi 1 jam, B2) variasi 2 jam, B3) variasi 3 jam.....	24
Gambar 4.9	Reaksi setelah kalsinasi	24
Gambar 4.10	Difraktogram hasil XRD sebelum kalsinasi, (a) standar geotit (JCPDS No. 29-0713), (b) variasi 1 jam, (c) variasi 2 jam, (d) variasi 3 jam	25
Gambar 4.11	Hasil difraktogram setelah kalsinasi, (a) standar hematit (JCPDS No. 33-0664), (b) variasi 1 jam, (c) variasi 2 jam, (d) variasi 3 jam.....	26
Gambar 4.12	Perbesaran difraktogram setelah kalsinasi, (a) standar hematit (JCPDS No. 33-0664), (b) variasi 1 jam, (c) variasi 2 jam, (d) variasi 3 jam	26
Gambar 4.13	Hasil karakteriasi sebelum kalsinasi, (a) variasi 1 jam, (b) variasi 2 jam, (c) variasi 3 jam.....	28
Gambar 4.14	Hasil karakteriasi setelah kalsinasi, (a) variasi 1 jam, (b) variasi 2 jam, (c) variasi 3 jam.....	29
Gambar 4.15	Hasil karakterisasi UV-VIS	31

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik senyawa tanin.....	7
Tabel 2.2 Data kristalografi hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)	9
Tabel 4.1 Interpretasi hasil spektra pada ekstrak daun sirih hijau	22
Tabel 4.2 Hasil perhitungan ukuran kristal senyawa hematit dengan variasi waktu sintesis..	27
Tabel 4.3 Hasil refinement hematit hasil sintesis dengan standar hematit.....	27
Tabel 4.4 Interpretasi hasil spektra FTIR, sebelum kalsinasi dan sesudah kalsinasi	29

ABSTRAK

Amaliyah, N. R. 2024. **Sintesis Hematit (α -Fe₂O₃) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle L.*) dengan Variasi Waktu Sintesis**. *Skripsi*. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Dosen Pembimbing I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Pembimbing II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc

Kata kunci: daun sirih hijau, hematit, pigmen, waktu sintesis

Sintesis hematit dapat dilakukan dengan ekstrak daun sirih (*piper Betle.L*). Ekstrak daun sirih mengandung senyawa metabolit sekunder, diantaranya tanin, steroid, terpenoid yang memiliki gugus OH. Penggunaan ekstrak daun sirih berfungsi sebagai agen pengendap dalam sintesis besi oksida, selain itu dapat menghasilkan senyawa yang non toksik. Metode yang digunakan adalah presipitasi dengan variasi waktu sintesis selama 1,2 dan 3 jam dan dilanjutkan kalsinasi. Hasil sintesis dikalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C. Ekstrak daun sirih dilakukan dengan metode infusa dan dikarakterisasi menggunakan FTIR. Produk sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD dan UV-Vis. Hasil karakterisasi XRD sebelum kalsinasi menunjukkan fasa goethit sedangkan setelah kalsinasi, fase yang terbentuk adalah hematit dengan struktur rombohedral, ukuran kristal yang dihasilkan secara berurutan yaitu 34; 38 dan 49 nm. Hal ini, kemungkinan dipengaruhi suhu pemanasan bahwa semakin lama pemanasan maka semakin besar ukuran kristal. Fasa hematit berhasil terbentuk yang ditandai dengan keberadaan vibrasi IR pada bilangan gelombang 433 dan 556 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi Fe-O. Spektrum IR juga menunjukkan bahwa masih ditemukan gugus Fe-O-OH yang ditandai dengan puncak pada posisi sekitar 1005 cm⁻¹ yang menandakan bahwa proses transformasi fasa hematit belum terjadi secara sempurna. Hasil karakterisasi UV-VIS pigmen merah hematit menyerap pada panjang gelombang 337 nm.

.

ABSTRACT

Amaliyah, N. R. 2024. **Synthesis of Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Using GREEN Betel Leaf Extract (*Piper Betle L.*) with Variations Time**. Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Supervisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Supervisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

Keywords: Green Betel Leaf, Hematite, pigment, Synthesis Time

Hematite synthesis can be done with betel leaf extract (*piper Betle.L*). Betel leaf extract contains secondary metabolite compounds, including tannins, steroids, terpenoids that have OH groups. The use of betel leaf extract serves as a precipitating agent in the synthesis of iron oxide, besides that it can produce non-toxic compounds. The method used is precipitation with variations in the length of synthesis for 1, 2 and 3 hours and continued calcination. The synthesis results were calcined for 3 hours at 750°C. The extract of betel leaf was done by infusa method and characterised using FTIR. The synthesis products were characterised using FTIR, XRD and UV-Vis. The results of XRD characterisation before calcination show the goethite phase while after calcination, the phase formed is hematite with a rhombohedral structure, the resulting crystal sizes were 34; 38 and 49 nm, respectively. This is likely influenced by the heating temperature that the longer the heating, the larger the crystal size. The hematite phase was successfully formed which was characterised by the presence of IR vibrations at wave numbers 433 and 556 cm^{-1} which are Fe-O vibrations. The IR spectrum also shows that the Fe-O-OH group is still found, marked by a peak at around 1005 cm^{-1} , indicating that the hematite phase transformation process has not yet occurred completely. UV-VIS characterisation results of hematite red pigment absorbs at a wavelength of 337 nm.

مُسْتَخْلَصُ الْبَحْثِ

أماليا، ن. ر. ٢٠٢٤. تخليق الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) باستخدام مستخلص أوراق التنبول الأخضر (Piper Betle L.) مع اختلافات في

مدة التوليف. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية، مالانج. المشرفة

الأولى: ليليك مفتاح الخير، الماجستير؛ المشرفة الثانية: لؤلؤة الحميدة علي، الماجستير

الكلمة الرئيسية: أوراق التنبول الخضراء، الهيماتيت، الصباغ، وقت التوليف

يمكن إجراء تخليق الهيماتيت باستخدام مستخلص أوراق التنبول (Piper Betle.L) يحتوي مستخلص أوراق التنبول على مركبات مستقلب ثانوية، بما في ذلك العفص والمنشطات والتربينويدات التي تحتوي على مجموعة OH. يعمل استخدام مستخلص أوراق التنبول كعامل ترسيب في تخليق أكسيد الحديد، بالإضافة إلى أنه يمكن أن ينتج مركبات غير سامة. كانت الطريقة المستخدمة هي هطول الأمطار مع اختلافات في وقت التوليف من ٢.١ و ٣ ساعات والتكليس المستمر. تم تحميل نتائج التوليف لمدة ٣ ساعات عند ٧٥٠ درجة مئوية. تم تنفيذ مستخلص أوراق التنبول بطريقة التسريب وتم تمييزه باستخدام FTIR. تتميز المنتجات التوليفية باستخدام FTIR و XRD و UV-Vis. أظهرت نتائج توصيف XRD قبل التكليس طور الجيوثيت بينما بعد التكليس، كان الطور المتكون هو الهيماتيت ذو البنية الرومبوهيدريال، كان حجم البلورة المنتج بالتتابع ٣٨.٣٤ و ٤٩ نانومتر. من المحتمل أن يتأثر هذا بدرجة حرارة التسخين أنه كلما طالت مدة التسخين، زاد حجم البلورة. تم تشكيل مرحلة الهيماتيت بنجاح والتي تتميز بوجود اهتزازات الأشعة تحت الحمراء عند أرقام الموجة ٤٣٣ و ٥٥٦ سم⁻¹ وهي اهتزازات Fe-O. يظهر طيف الأشعة تحت الحمراء أيضا أنه لا تزال هناك مجموعة Fe-O-OH مميزة بذروة عند حوالي ١٠٠٥ سم⁻¹ مما يشير إلى أن عملية تحويل طور الهيماتيت لم تحدث بالكامل بعد. نتائج توصيف الأشعة المرئية وفوق البنفسجية للصبغة الحمراء الهيماتيت تمتص بطول موجي ٣٣٧ نانومتر.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Daun sirih merupakan salah satu jenis tumbuhan yang dapat dimanfaatkan sebagai obat tradisional (Ningtias, dkk., 2014). Daun sirih dipercaya memiliki banyak manfaat untuk mengobati berbagai penyakit yang ada di masyarakat, yaitu sebagai obat sariawan, luka, gatal, mata gatal dan merah, mimisan atau keluarnya darah dari hidung, serta menghilangkan bau badan, bau mulut, dan menghilangkan jerawat. Daun sirih juga mengandung berbagai metabolit sekunder diantaranya yaitu alkaloid, flavonoid, steroid, terpenoid, saponin, tanin (Purnama, 2017), sehingga daun sirih dapat dimanfaatkan sebagai agen reduksi dalam sintesis hematit (Carolia & Noventi., 2016).

Dari penjelasan tersebut daun sirih memiliki banyak manfaat yang dapat digunakan sebagai kepentingan masyarakat. Hal ini, sesuai di dalam al-Qur'an surat Asy-Syuara ayat 7 yang berbunyi:

وَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ 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?"*.

Menurut Abu Muhammad Ja'far Muhammad bin Jarir al-Tabari (2008) dalam kitab tafsir al Tabari menjelaskan bahwa *zauj* berarti bermacam pasangan tumbuhan yang telah ditumbuhkan oleh Allah setelah bumi itu mati, dan tidak ada tumbuhan di dalamnya. Dalam penelitian ini tumbuhan yang digunakan berupa daun sirih yang dapat berperan dalam mereduksi senyawa besi dan menghasilkan ion kompleks (Shen, dkk., 2012). Di antara senyawa yang bertindak sebagai agen reduktor dan presipitator yaitu tanin dalam sintesis hematit. Senyawa tanin memiliki kandungan gugus -OH dalam posisi orto pada cincin aromatik. Ketika ion Fe^{3+} bereaksi dengan -OH di posisi orto akan membentuk larutan kompleks tanat besi berwarna biru-hitam (Wahyuni & Syamsul., 2014). Dalam ayat ini dapat disimpulkan bahwa Allah mengajak kita untuk belajar dari seluruh alam, agar mereka tahu bahwasanya terdapat berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik dan bermanfaat bagi manusia. Pada penelitian kali ini menggunakan metode presipitasi berbasis *green chemistry*.

Metode *green chemistry* atau kimia hijau dapat didefinisikan sebagai model dalam proses pembuatan produk dengan mengurangi bahan kimia yang berbahaya (Ratnawati & Praptomo., 2023). Penggunaan bahan alami yang ramah lingkungan, efektif dalam pembiayaan dan lebih sederhana (Asworo, dkk., 2023) seperti ekstrak daun sirih hijau dapat menjadi alternatif yang menarik dalam sintesis nanopartikel hematit. Ekstrak daun sirih dapat bertindak sebagai agen reduktor dan capping agent dalam sintesis nanopartikel (Oktavia, 2018). Di dalam daun sirih hijau terdapat kandungan senyawa tanin sebesar (0,1-1,3%). Tanin merupakan suatu senyawa polifenol yang terdiri dari gugus hidroksil dan karboksil, alkaloid (Hidayat, dkk., 2020).

Penelitian ini memiliki keterbaruan yang mana menggunakan prekursor berupa FeCl_3 dengan agen pereduksi berupa daun sirih hijau untuk mengendapkan ion Fe dalam proses sintesis hematit.

Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) merupakan material oksida yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi (Eko, dkk., 2016; Sobirin, dkk., 2015; Rahmawati dkk., 2020). Hematit salah satu jenis nanopartikel yang memiliki berbagai aplikasi di bidang teknologi, seperti sebagai katalis, elektrokimia, dan sensor gas dan pigmen. Hematit berwarna coklat kemerahan yang bersifat antiferromagnetik. Selain itu, hematit dapat digunakan sebagai pigmen pada cat, dan baterai isi ulang lithium (Mufti, dkk., 2014). Menurut Lee, dkk. (2014) menyatakan bahwa partikel hematit dapat diproduksi dalam berbagai morfologi, termasuk spindel, bola, kubus, elipsoid, batang serta rombohedral.

Sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dapat dilakukan dengan metode presipitasi. Presipitasi merupakan metode pengendapan, dimana suatu zat yang larut akan tersangkut atau membentuk endapan selama pengendapan zat yang diinginkan. Metode ini sering digunakan karena prosesnya yang mudah untuk mengontrol ukuran partikel dan waktu yang dibutuhkan juga lebih cepat (Wahyuni, dkk., 2022). Menurut penelitian yang dilakukan Lestari (2023) bahwa hasil karakterisasi *X-Ray Diffraction* menghasilkan puncak tajam sesuai standar hematit *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) No. 86-0550 yang merupakan puncak khas hematit dengan intensitas tertinggi pada $2\theta=35,7^\circ$. Menurut penelitian Mahmoud (2017) hasil karakterisasi pada spektrum *Fourier Transform Infrared* (FTIR) hematit, terlihat adanya dua puncak tajam pada 478 dan 568 cm^{-1} , yang menunjukkan keberadaan gugus Fe-O. Selain itu, terdapat pita lebar pada 3441 cm^{-1} , yang dapat menunjukkan adanya gugus O-H. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Tussa'adah (2015), disebutkan bahwa jika proses sintesis berlangsung dalam waktu yang lebih lama, maka partikel cenderung menyebabkan aglomerasi (penggumpalan) partikel. Perbedaan waktu sintesis dapat mempengaruhi diameter partikel yang dihasilkan. Borsing, dkk. (2017) melakukan sintesis hematit dengan variasi waktu sintesis selama 1 jam menggunakan prekursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Hasil karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM) menunjukkan bahwa hematit tersebut berbentuk agregat partikel besar dengan ukuran antara 50-100 nm. Sintesis hematit dalam waktu 2 jam, menghasilkan pola XRD dengan puncak yang tajam dan hasil SEM berbentuk *spheric* dengan ukuran partikel 15-20 nm (Miri, dkk., 2020). Sintesis senyawa hematit selama 3 jam menggunakan prekursor ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), hasil XRD menunjukkan bahwa senyawa hematit murni tanpa pengotor. Pada hasil SEM kristalit hematit yang dihasilkan menunjukkan sifat halus dan bentuk hampir bulat dengan ukuran partikel sebesar 61 nm (Lassoued, 2017).

Khalil, dkk. (2017) menyatakan bahwa pembentukan kristal pada sintesis hematit dapat dipengaruhi oleh agen pereduksi. Ekstrak tumbuhan dapat digunakan sebagai zat pereduksi dan penstabil untuk sintesis logam dan oksida karena tumbuhan mengandung senyawa aktif dengan kemampuan yang sangat baik untuk mereduksi logam menjadi nanopartikel (Akintelu,

dkk., 2021). Yoonus, dkk. (2021) mensintesis hematit dengan metode presipitasi, sonikasi dan dilanjutkan kalsinasi sebagai anti bacterial atau anti kanker menggunakan ekstrak daun sirih hijau dan FeCl_3 menghasilkan produk hematit yang tercampur fasa lain sehingga terdapat fasa amorf dengan ukuran 25,17 nm. Menurut penelitian Manohari (2020) melakukan karakterisasi pigmen hematit menggunakan UV-Vis untuk melihat Panjang gelombang yang diserap oleh hematit hasil sintesis, analisis hasil spektroskopi UV-Vis dilakukan pada rentang 200-1200 nm.

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis nanopartikel hematit menggunakan ekstrak daun sirih hijau sebagai agen reduksi dengan variasi waktu sintesis. Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) yang memiliki beberapa keunggulan diantaranya lebih ramah lingkungan *non toxic*, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan tahan lama yang baik, hematit juga memiliki kelemahan yaitu memiliki konduktivitas listrik yang rendah dan memiliki stabilitas yang rendah pada suhu tinggi.

Berdasarkan uraian yang telah dijelaskan, maka dalam penelitian ini mensintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) menggunakan ekstrak daun sirih hijau. Metode yang digunakan adalah metode presipitasi-kalsinasi dengan variasi waktu sintesis. Prekursor yang telah dibuat dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan UV-Vis.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan pada penelitian ini adalah:

- Bagaimana struktur, ukuran kristal hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi menggunakan ekstrak daun sirih dengan variasi waktu sintesis?
- Bagaimana mengetahui gugus fungsi pada ekstrak daun sirih hijau?
- Bagaimana mengetahui bilangan gelombang hasil sintesis sesudah kalsinasi?

1.3 Tujuan Masalah

Adapun tujuan masalah dari penelitian ini adalah:

- Untuk mengetahui struktur, ukuran kristal hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi menggunakan ekstrak daun sirih dengan variasi waktu sintesis
- Untuk mengetahui gugus fungsi pada ekstrak daun sirih hijau
- Untuk mengetahui bilangan gelombang hasil sintesis sesudah kalsinasi

1.4 Batasan Masalah

Adapun Batasan masalah dari penelitian ini adalah

- Daun sirih hijau yang digunakan dalam penelitian ini didapatkan dari Kota Malang
- Karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, UV-Vis
- Metode sintesis yang digunakan yaitu presipitasi dengan suhu 90°C dan dilanjutkan dengan kalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C
- Menggunakan variasi waktu sintesis presipitasi selama 1, 2 dan 3 jam.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah penggunaan bahan alam berupa daun sirih yang dapat digunakan dalam industri pigmen dan menghasilkan produk yang tidak berbahaya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Peran Ekstrak Daun Sirih

Green chemistry merupakan suatu konsep yang bertujuan untuk menghilangkan dan mengurangi senyawa berbahaya dalam desain, pembuatan dan aplikasi dalam produk kimia (Ulfah, 2022). Dalam pembentukan nanopartikel logam dengan bantuan bahan alam yang berasal dari organisme (Aswowo, dkk., 2023). Bahan alam yang digunakan berupa ekstrak daun sirih hijau. Ekstrak daun sirih hijau merupakan salah satu tumbuhan yang dapat digunakan untuk pembentukan hematit. Dalam daun sirih hijau terdapat senyawa metabolit sekunder yaitu saponin, flavonoid, polifenol dan minyak atsiri, alkaloid, steroid, terpenoid, tanin. Selain itu, terkandung juga fenol, minyak atsiri, fenilpropan, dan terpen (Lawarti & Cahyaningrum., 2022). Daun sirih merupakan tanaman yang merambat yang dapat tumbuh hingga mencapai ketinggian 15 meter. Batangnya berwarna coklat kehijauan dan beruas-ruas, berfungsi sebagai tempat keluarnya akar (Mursito, 2002). Tanaman memiliki bentuk seperti jantung, dengan tangkai daun Panjang, berujung runcing, pangkal daun yang berlekuk, tumbuh berselang seling, bertangkai, teksturnya kasar jika diraba, dan mengeluarkan aroma yang khas. Daun sirih hijau ditampilkan pada Gambar 2.1.



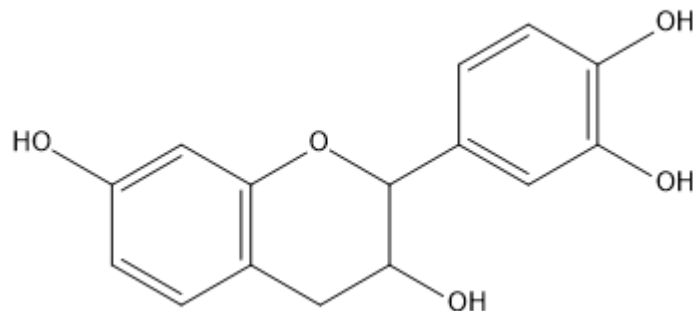
Gambar 2.1 Daun Sirih

Menurut Tjitrosoepomo (1993), klasifikasi sirih (*Piper betle* L.) adalah sebagai berikut :

<i>Kingdom</i>	: <i>Plantae</i>
<i>Divisio</i>	: <i>Spermatophyta</i>
<i>Sub Divisio</i>	: <i>Angiospermae</i>
<i>Classis</i>	: <i>Dicotyledoneae</i>
<i>Ordo</i>	: <i>Piperales</i>
<i>Familia</i>	: <i>Piperaceae</i>
<i>Genus</i>	: <i>Piper</i>
<i>Species</i>	: <i>Piper betle</i> L

Daun sirih merupakan tanaman yang memiliki aktivitas antioksidan karena dapat diketahui mengandung senyawa yang mengalami oksidasi dan mengikat radikal bebas. Menurut penelitian yang dilakukan Andarwulan & Nuri (2000), kandungan polifenol dalam daun sirih semakin banyak maka akan meningkatkan aktivitas antioksidan. Hal ini, daun sirih dapat mengidentifikasi bila polifenol bertindak sebagai reduktor. Tanaman daun sirih juga mengandung senyawa tanin yang dapat memberikan manfaat yang cukup tinggi. Daun yang banyak mengandung senyawa tanin terdapat pada daun yang muda (pucuk) atau pada buah

yang muda, serta perbedaan kandungan tanin dapat di sesuaikan dengan tingkat umur daunnya (Arjani, 2016). Tanin merupakan suatu senyawa polifenol yang berasal dari tumbuhan (Malangngi, dkk., 2012). Tanin merupakan senyawa organik yang tidak beracun, larut dalam air, ramah lingkungan, dan tergolong polifenol yang banyak ditemukan dialam (Wahyuni & Syamsudin., 2014). Gambar struktur senyawa tanin ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur tanin (Halimu, 2017).

Tanin secara umum dibagi menjadi dua jenis yaitu tanin terkondensasi dan tanin terhidrolisis. Tanin terhidrolisis terbentuk dari reaksi esterifikasi asam fenolat dan glukosa, sedangkan tanin terkondensasi terbentuk dari polimer senyawa flavonoid dengan ikatan karbon-karbon berupa catechin dan galloocatechin (Hidayah, 2016). Kedua jenis tanin ini ada di dalam tumbuhan, namun yang paling umum ditemui dalam tanaman adalah tanin yang sudah mengalami kondensasi (Fathurrahman & Musfiroh., 2018).

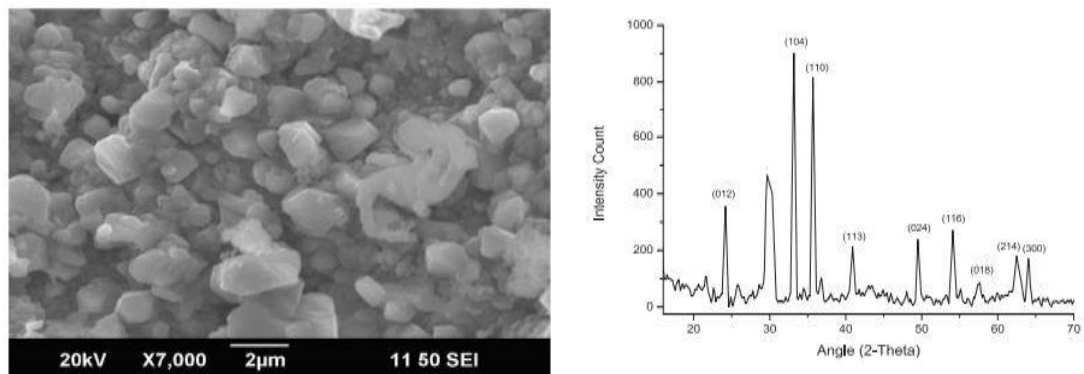
Senyawa tanin terdiri dari cincin benzena (C6) yang berikatan dengan gugus hidroksil (-OH). Sifat utama tanin tergantung pada gugus phenolik -OH yang terkandung dalam tanin (Browning, 1966). Senyawa tanin memiliki sifat umum yaitu memiliki gugus phenol dan bersifat koloid karena itu, dalam air tanin bersifat koloid dan asam lemah. Semua jenis tanin dapat larut dalam air, dan sangat larut dalam air panas. Tanin dapat larut dalam pelarut organik seperti aseton, methanol, etanol, dan lainnya. Tanin akan mengalami reaksi warna ketika dicampur dengan garam besi. Senyawa tanin mempunyai berat molekul yang tinggi dan cenderung mudah dioksidasi menjadi satu polimer, Sebagian besar tanin memiliki struktur tidak teratur (amorf) dan tidak memiliki titik leleh. Warna tanin bervariasi dari putih hingga kekuningan, tergantung pada sumbernya (Irianty & Yenti., 2014). karakteristik senyawa tanin dapat dijelaskan pada Tabel 2.1.

Tabel 2. 1 Karakteristik senyawa tanin

Sifat Fisika	Sifat Kimia
Berwarna putih kekuningan Rasa sepat (astrigen)	Rumus Kimia $C_{76}H_{52}O_{46}$. Tanin dapat larut dalam air, dan dapat larut dalam pelarut organik seperti methanol, etanol, aseton.
Berbentuk amorf	Tanin akan terurai menjadi <i>pyrogallol</i> , <i>pyrocatechol</i> dan <i>phloroglucinol</i> .

Sumber:(Irianty & Yenti., 2014)

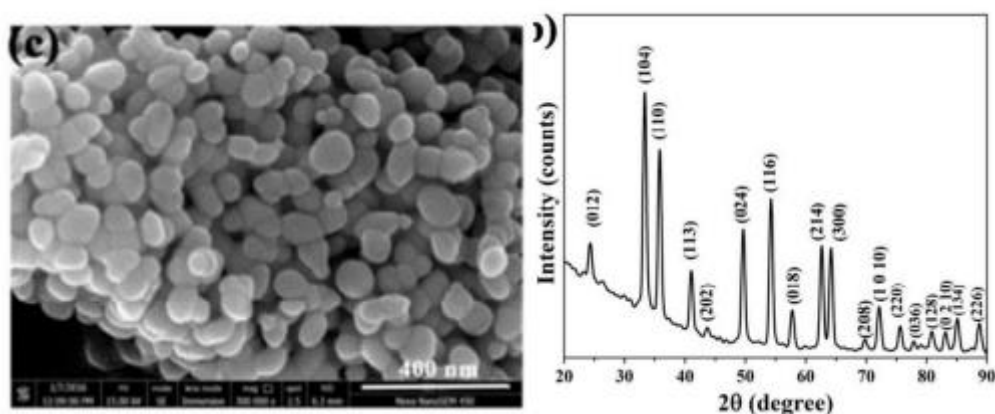
Ekstrak aquades daun sirih hijau (*piper betle L.*) memiliki kandungan berupa alkaloid, fenolik, triterpenoid (Mufflihah & Prabowo., 2017) tanin, saponin dan flavonoid (Carolia & Noventi., 2016). Tanin merupakan senyawa polifenol yang tidak beracun yang mampu membentuk khelat dan besi (III). Senyawa polifenol (tanin) yang terdapat dalam ekstrak air berperan dalam membentuk kelat dengan ion $Fe^{III}-R$ melalui bagian dari gugus ortho dihidroksi benzena. Selanjutnya, kelat $Fe^{II}-R$ mengalami perubahan fasa menjadi $\alpha-Fe_2O_3$ (Rufus, dkk., 2017). Menurut penelitian Yoonus, dkk. (2021) Bahwa sintesis hematit dengan memanfaatkan ekstrak daun sirih hijau sebagai agen reduktor yang mana digunakan sebagai anti bacterial dan anti kanker. Prekursor yang digunakan berupa $FeCl_3$ dengan metode presipitasi, sonikasi dan dilanjutkan dengan kalsinasi. Gambar hasil SEM dan XRD pada sintesis hematit ditampilkan pada Gambar 2.3.

**Gambar 2.3** Hasil SEM dan XRD pada sintesis Hematit (Yoonus, dkk., 2021)

Hasil analisis menggunakan XRD terdapat adanya pengotor sehingga dapat dikatakan hasil sintesis tercampur fasa lain sehingga terdapat fasa amorf dengan struktur rhombohedral dan ukuran kristal sebesar 25,17 nm. Sedangkan hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan morfologi yang hampir berbentuk kubik.

Menurut penelitian Rufus (2016) Metode presipitasi yang digunakan dengan prekursor $FeCl_3$ dan ekstrak daun jambu biji menghasilkan ukuran kristal rata-rata sebesar 3,41 nm. Hasil XRD menunjukkan bahwa tidak ada kontaminan, hasil sintesis memiliki tingkat kemurnian yang tinggi. Namun, pola difraksi menunjukkan puncak yang agak lebar dan adanya fase amorf. Karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bahwa partikel memiliki

bentuk quasi-sferis atau semi bulat dengan diameter rata-rata sebesar 35 nm. Gambar hasil SEM dan XRD pada sintesis hematit ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Hasil XRD dan SEM pada sintesis hematit (Rufus, 2016)

Menurut penelitian yang dilakukan Bhuiyan, dkk. (2020) mensintesis nanopartikel hematit menggunakan prekursor $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan reduktor ekstrak daun papaya dan NaOH 1M menghasilkan produk hematit dengan kristalinitas dan kemurnian tinggi berdasarkan data XRD dihasilkan puncak yang tajam dengan ukuran kistal rata-rata 4,58 nm. Hasil FESEM menunjukkan bahwa nanopartikel yang disintesis tidak seragam dan teraglomerasi (penggumpalan), hal ini dapat terjadi karena kemampuan *capping* yang rendah dari ekstrak tumbuhan serta terdapat interaksi magnetik.

2.2 Hematit Sebagai Pigmen

Besi merupakan logam yang paling banyak terdapat di alam. Kebanyakan besi terdapat dalam batuan sebagai oksida besi seperti seperti oksida besi magnetit (Fe_3O_4) mengandung besi 65%, hematit (Fe_2O_3) mengandung 60-75% besi, limonit ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) mengandung 20% besi dan siderit (Fe_2CO_3) mengandung 10% besi. Dalam kehidupan, besi merupakan logam yang biasa digunakan sebagai paduan logam. Hal ini dapat disebabkan karena harga yang murah dan memiliki kekuatan yang baik serta Sebagian besar digunakan dalam berbagai industri. Misalnya, sintesis besi oksida digunakan sebagai katalis dalam proses redoks dan sebagai pigmen, selain itu, besi oksida dapat digunakan untuk mewarnai kertas, karet, plastic dan semen. (Puthri, dkk., 2017).

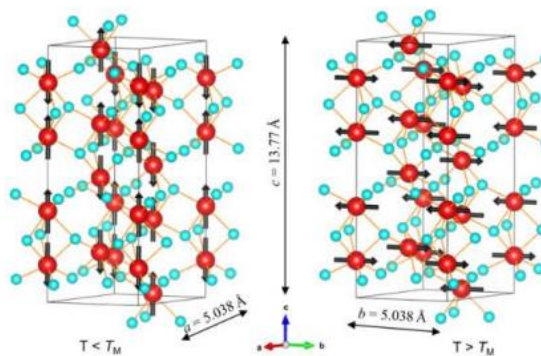
Hematit merupakan besi oksida salah satu besi oksida yang banyak ditemukan di tanah, seringkali terdapat pada daerah yang tropis (Fahmi, 2011). Hematit juga memiliki keunggulan yaitu tidak beracun, ramah lingkungan, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, memiliki daya tahan yang baik, tahan terhadap korosi yang tinggi dan tahan terhadap suhu yang tinggi (Septityana, dkk., 2013). Sehingga hematit dapat digunakan sebagai nanokatalis, aplikasi biomedis dan pigmen (Khoiroh, 2018).

Hematit $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ merupakan mineral primer atau mineral yang terdapat di dalam batuan secara alami. Besi oksida hematit memiliki struktur yaitu korondum dengan ion-ion oksigen dalam rapat heksagonal (Hamsah, 2007). Menurut data *International Centre for Diffraction*

Data (ICDD) terkandung dalam sampel $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan struktur kristal yang terbentuk adalah rhombohedral dengan $\alpha = \beta = 90$ dan $\gamma = 120$, dengan parameter kisi $a=b = 5,0355 \text{ \AA}$ dan $c = 13,7676 \text{ \AA}$ (Kusomoyudo, 1986). Berikut gambar data struktur hematit dapat dilihat pada Tabel 2.2 dan gambar struktur hematit ditampilkan pada Gambar 2.5.

Tabel 2. 2 Data Kristalografi Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (cormel and Schwetmann, 2003)

Karakteristik	Hematit
Sistem kristal	Rombohedral, heksagonal
Parameter kisi (nm)	$a=b=0,50346$, $c=1,3752$ (heksagonal) $a_{Rh}=0,5427$, $\alpha=55,3^\circ$ (rhombohedral)
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



Gambar 2.5 Struktur kristal hematit (Jiang, dkk., 2022)

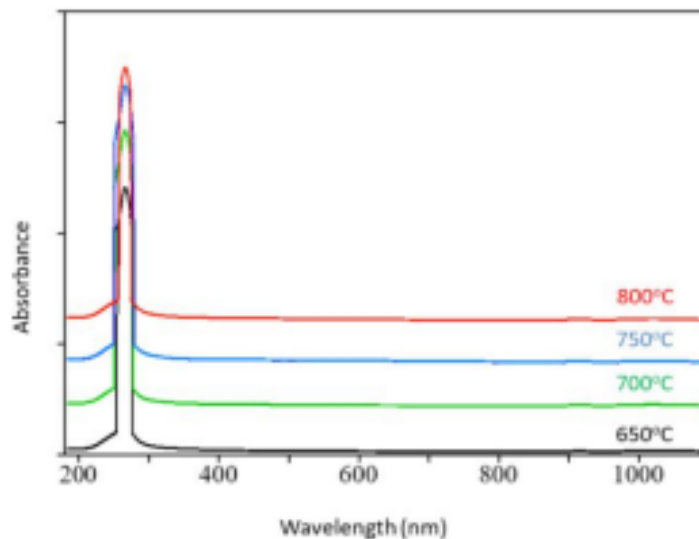
Struktur hematit terdiri dari ion oksigen yang disusun dengan rapat dalam bentuk heksagonal. Dalam struktur ini, dua pertiga dari celah kisi oktahedral diisi oleh ion Fe^{3+} secara teratur. Ion Fe^{3+} ini menduduki dua tempat dan meninggalkan satu tempat kosong di sepanjang sumbu $[001]$, membentuk cincin enam kali lipat pada bidang (001) . Kation ini membentuk pasangan oktahedra $\text{Fe}(\text{O})_6$ yang berdekatan. Setiap oktahedral berbagi tepi dengan tiga oktahedral tetangga dalam bidang yang sama dan satu sisi dengan oktahedral di bidang yang berdekatan (Jiang, dkk., 2022).

Pigmen besi oksida banyak dikembangkan sebagai pigmen karena memiliki ukuran nanopartikel yang sangat kecil sehingga warna yang dihasilkan akan merata, dan memiliki tingkat kereaktivitas tinggi dan tahan terhadap cahaya. Nanopartikel besi umumnya memiliki ukuran 2-10 nm yang dapat meningkatkan transparansi 3-10 kali dibandingkan bentuk awalnya (Tenner, 2015). Maghfiroh (2023) melakukan sintesis hematit dengan variasi lama sintesis dapat ditampilkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Pigmen hasil sintesis dengan variasi lama sintesis (Maghfiroh 2023)

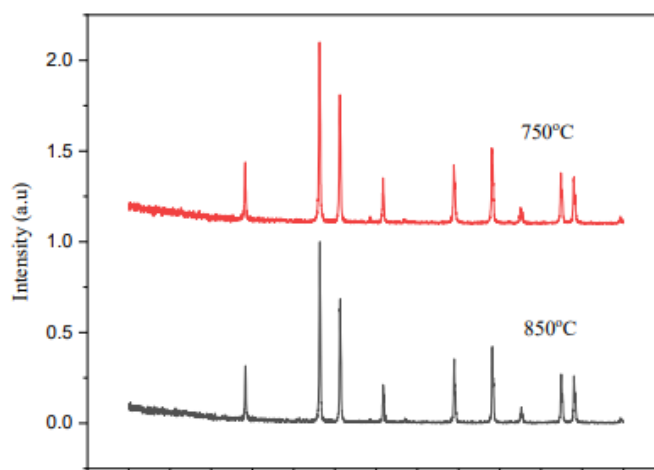
Berdasarkan hasil karakterisasi tersebut warna pigmen hematit dengan variasi waktu sintesis dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu sintesis maka warna yang diperoleh semakin gelap. Adapun Faktor yang mempengaruhi proses sintesis dari senyawa pigmen hematit diantaranya yaitu jenis prekursor, konsentrasi prekursor, suhu kalsinasi dan waktu kalsinasi (Darezereshki, dkk., 2012). Menurut penelitian yang dilakukan Lestari (2023) karakterisasi pigmen menggunakan UV-Vis dengan prekursor berupa FeCl_3 dan pelarut berupa HCl . Disonikasi dan ditambahkan NaOH kedalam prekursor kemudian disaring, endapan dicuci menggunakan aquademin hingga netral. Hasil yang diperoleh setelah karakterisasi UV-Vis adalah terbaca pada rentang Panjang gelombang 268 nm. Pigmen merah hematit akan menyerap pada rentang Panjang gelombang 200-400 nm (Ali, dkk., 2017). Hasil karakterisasi UV-Vis sebagaimana pada Gambar 2.7.



Gambar 2. 7 Hasil karakterisasi UV-Vis

2.3 Sintesis pigmen Hematit menggunakan metode presipitasi-kalsinasi

Sintesis hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dapat disintesis menggunakan berbagai metode diantaranya sol-gel, hidrotermal, microwave-kalsinasi, dan presipitasi (Soekansa, dkk., 2023). Penelitian yang dilakukan kongsat (2021) sintesis hematit menggunakan metode hidrotermal memperoleh diameter hematit antara 15-205 nm. Metode presipitasi menghasilkan ukuran sebesar 0,5122-0,7496 nm (Khalamudillah, 2017). Metode presipitasi adalah cara untuk mengendapkan bahan dasar dengan menambahkan reaktan khusus ke dalam larutan. Dalam metode ini, bahan aktif dilarutkan dalam pelarut dan dicampur dengan larutan lain yang tidak dapat larut. Akibatnya, larutan menjadi jenuh dan partikel-partikel kecil terbentuk dengan cepat, membentuk nanopartikel (Zanur, dkk., 2017). Hal ini metode presipitasi banyak digunakan dalam sintesis hematit karena prosesnya sederhana, biaya yang digunakan rendah dan produk yang dihasilkan banyak (Suyanti, dkk., 2008), mudah pengoperasiannya, konsentrasi keluaran rendah dan bahan yang digunakan mudah didapatkan (Handoko, dkk., 2013). Setelah melakukan proses presipitasi, langkah berikutnya melakukan metode kalsinasi. Kalsinasi merupakan proses pembakaran tahap awal yang berupa reaksi dekomposisi secara endotermik dan berfungsi untuk melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida sehingga menghasilkan serbuk dalam bentuk oksida dengan kemurnian yang tinggi (Afza, 2011). Kalsinasi berfungsi untuk menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan seperti H_2O , air kristal dan gas (Pinna, 1998). Adapun penelitian yang dilakukan oleh Khoiroh (2021) melakukan sintesis hematit dengan metode presipitasi-kalsinasi pada suhu 750 dan 850°C menghasilkan pola XRD yang menunjukkan kristalinitas tinggi dengan intensitas tinggi pada suhu kalsinasi 750°C. Adapun hasil XRD sintesis pada suhu kalsinasi 750 dan 850°C dapat dilihat pada Gambar 2.8.



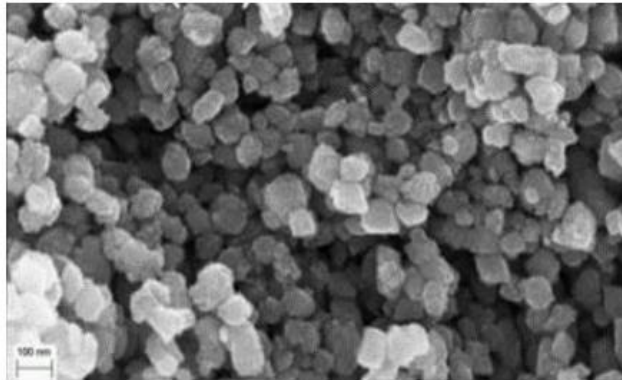
Gambar 2.8 Hasil XRD sintesis hematit pada suhu kalsinasi 750 dan 850°C

Sahoo, dkk. (2010) menyatakan bahwa kalsinasi pada suhu tinggi dapat menurunkan aglomerasi (penggumpalan). Aglomerasi dapat berkurang dengan meningkatkan konsentrasi

ekstrak tumbuhan yang dapat berperan sebagai capping agent untuk menstabilkan nanopartikel dan mencegah aglomerasi (Yunita, dkk., 2020)

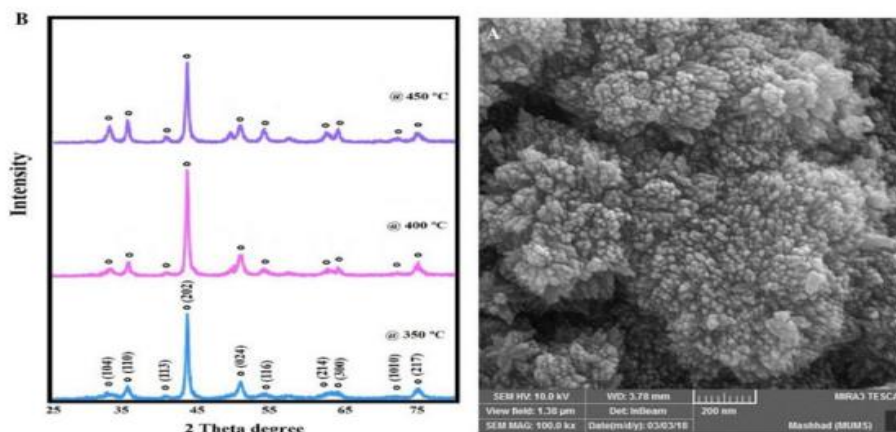
2.4 Sintesis pigmen Hematit menggunakan Variasi waktu Sintesis

Menurut penelitian yang dilakukan Borsing, dkk. (2017) Sintesis hematit dilakukan dalam waktu 1 jam menggunakan precursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bahwa hematit terbentuk dalam bentuk agregat partikel besar dengan ukuran partikel berkisar antara 50 hingga 100 nm. Hasil karakterisasi hematit dengan variasi waktu sintesis dengan variasi waktu sintesis 1 jam dapat ditampilkan pada Gambar 2.9.



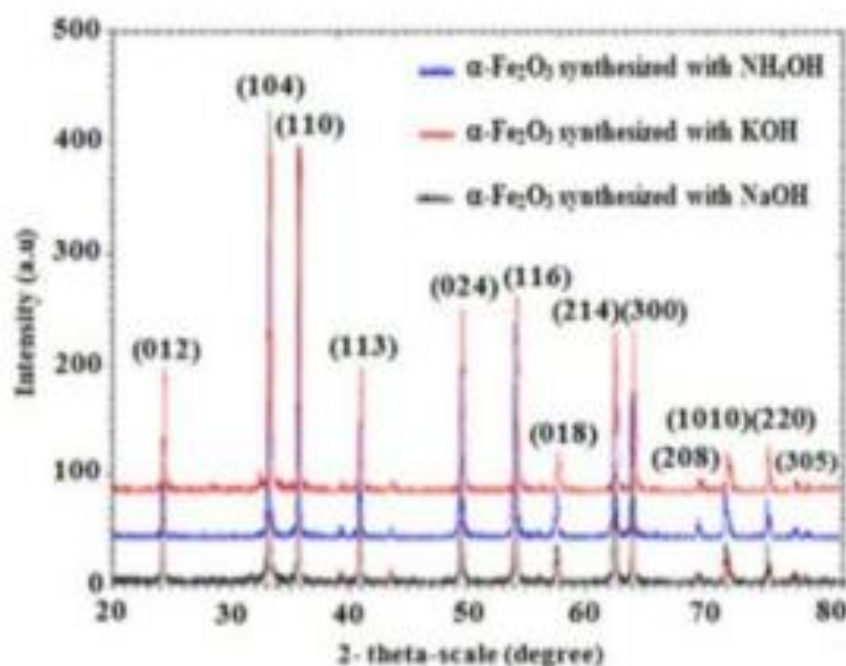
Gambar 2.9 Hasil SEM sintesis hematit dengan variasi waktu sintesis 1 jam (Borsing, dkk., 2017)

Menurut penelitian Miri, dkk. (2020) hasil karakterisasi hemati menggunakan variasi waktu sintesis selama 2 jam dapat ditampilkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Hasil XRD dan SEM sintesis hematit dengan variasi waktu sintesis 2 jam (Miri, dkk., 2020)

Sintesis hematit dilakukan dalam waktu 2 jam dan menghasilkan pola XRD dengan puncak yang tajam, yang menunjukkan kristalinitas tinggi. Analisis XRD menunjukkan bahwa hematit yang terbentuk adalah senyawa murni tanpa pengotor. Bentuk partikel pada hasil SEM berbentuk *spheric* dengan ukuran partikel 15-20 nm. Menurut penelitian yang dilakukan Lassoued, dkk. (2017) sintesis hematit selama 3 jam menggunakan prekursor ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Analisis pola XRD menunjukkan tingkat kristalinitas yang tinggi dengan puncak yang tajam dan sempit. Hasil XRD juga menunjukkan bahwa hematit yang dihasilkan adalah senyawa murni tanpa kontaminan. Dari karakterisasi SEM, terlihat bahwa kristal hematit memiliki sifat yang halus dan bentuknya hampir bulat, dengan ukuran partikel sekitar 61 nm. Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 2.10.



Gambar 2.11 Hasil XRD dan SEM sintesis hematit variasi waktu sintesis 3 jam (Lassoued, dkk., 2017)

2.5 Hematit dalam Perspektif al-Qur'an

Hematit dapat dengan mudah disintesis dengan berbagai metode, salah satunya yaitu menggunakan metode presipitasi. Metode ini menggunakan agen pengendap agar terjadi pemisahan antara filtrat dan endapan. agen pengendap yang umum digunakan yaitu berupa bahan kimia yang berbahaya di antaranya NH_4OH , HCl dan H_2SO_4 yang mana akan menimbulkan limbah kimia. Oleh karena itu pada riset ini menggunakan bahan kimia yang murni berupa FeCl_3 yang digunakan untuk mensintesis hematit dengan menggunakan agen pengendap dari bahan dasar alam berupa ekstrak daun sirih. Hematit dapat dimanfaatkan dalam industri besi, industri keramik, tinta, kertas dan dapat digunakan sebagai pigmen warna pada cat. Pigmen warna berfungsi untuk menambah warna dan dapat memberikan daya tutup

dan anti korosi. Hal ini sesuai dengan salah satu surat dalam al-Qur'an surat Al-Hadid ayat 25 yang menjelaskan tentang manfaat besi bagi manusia:

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: "Sungguh, Kami telah mengutus rasul-rasul Kami dengan bukti-bukti yang nyata dan kami turunkan bersama mereka kitab dan neraca (keadilan) agar manusia dapat berlaku adil. Dan Kami menciptakan besi yang mempunyai kekuatan, hebat dan banyak manfaat bagi manusia, dan agar Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)-Nya dan rasul-rasul-Nya walaupun (Allah) tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Mahakuat, Mahaperkasa".

Menurut Shihab (2002) dalam tafsiran al-Misbah dijelaskan bahwa besi mempunyai kekuatan yang dapat digunakan dalam kehidupan manusia, kegunaan besi dapat menguntungkan dan dapat membahayakan pada industri kerajinan besi dan industri bangunan. Selain itu dapat dikatakan bahwa Allah menciptakan besi yang memiliki banyak sekali manfaat bagi manusia dan memiliki kekuatan yang hebat. Sintesis hematit besi oksida yang dapat digunakan sebagai pigmen dan katalis dalam proses redoks. Dalam riset ini warna hematit yang dihasilkan berwarna merah dapat digunakan sebagai zat pewarna pada plastik, material konstruksi dan semen. Karakterisasi pigmen hematit antara lain anti korosi, katahanan pada permukaan panas, tidak beracun, dan warna yang stabil (Nisa, 2019).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada rentang waktu bulan Januari-Juni 2024 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR di Laboratorium Universitas Brawijaya Malang. Karakterisasi XRD di Laboratorium Greenlab Bandung, karakterisasi UV-Vis di Laboratorium Universitas Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah seperangkat alat gelas, corong buchner, tanur, lemari asam, Erlenmeyer vakum, *magnetic stirrer*, timbangan analitik, kertas saring *Whatman* 42, FTIR, XRD, dan UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah FeCl_3 , aquademin, ekstrak daun sirih.

3.3 Rencana Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah mensintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) menggunakan metode presipitasi dan dilanjutkan kalsinasi. Ekstraksi daun sirih menggunakan aquademin, dilanjutkan sintesis FeCl_3 dengan ekstrak daun sirih dan dikalsinasi. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, UV-Vis.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan pada penelitian ini adalah:

- a Pembuatan ekstrak daun sirih hijau
- b Sintesis pigmen hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi waktu sintesis
- c Identifikasi kualitatif tanin pada ekstrak daun sirih
- d Karakterisasi hasil ekstraksi daun sirih hijau menggunakan FTIR
- e Karakterisasi Hasil Sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi dengan XRD
- f Karakterisasi Hasil Sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi dengan *color reader*
- g Analisis Data.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Pembuatan Larutan FeCl_3

FeCl_3 1 M ditimbang sebanyak 32,44 gram dan dilarutkan dengan aquademin dalam labu ukur 300 ml, kemudian ditanda bataskan dan dihomogenkan hingga tercampur merata.

3.5.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau (*piper betle* L)

Daun sirih yang dipetik, dicuci dengan

air mengalir serta dibilas menggunakan aquades. Daun sirih hijau dihaluskan menggunakan blender. Ditimbang daun sirih yang sudah halus sebanyak 20 gram, dimasukkan kedalam Erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan aquademin sebanyak 100 ml (Khoirotin, dkk., 2023). Diaduk hingga homogen, erlenmeyer yang berisi ekstrak daun sirih ditutup dengan alumunium foil selanjutnya dipanaskan di atas penangas air selama 30 menit dengan suhu 80°C . Kemudian, larutan didiamkan hingga mengendap lalu disaring menggunakan kertas saring Whatman No 42. Didapatkan filtrat yang digunakan sebagai agen pengendap. Filtrat tersebut kemudian di *freeze dryer* untuk menghilangkan H_2O . Di karakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam daun sirih.

3.5.3 Identifikasi Kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Sirih Hijau

Filtrat yang telah dihasilkan dari ekstrak daun sirih hijau kemudian dipipet 1 ml dan dipindahkan ke dalam tabung reaksi, setelah itu ditambahkan 2-3 tetes larutan FeCl_3 . Hasil positifnya ditandai dengan terbentuknya warna biru tua atau hijau kehitaman (Halimu, dkk., 2017). Uji ini digunakan untuk mengetahui senyawa tanin yang ditandai dengan perubahan warna biru tua dan hijau kehitaman setelah ditambahkan FeCl_3 .

3.5.4 Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Waktu Sintesis

FeCl_3 1 M dilarutkan dengan 200 ml aquademin kemudian ditambahkan 600 ml ekstrak daun sirih tetes per tetes agar campuran merata dengan perbandingan (1:3), diaduk menggunakan magnetic stirrer hingga homogen dan dicek pH. Setelah itu, dipanaskan dengan suhu 90°C selama 1, 2 dan 3 jam dengan kecepatan 750 rpm. Larutan didinginkan pada suhu ruang hingga mengendap. Setelah terbentuk endapan dan filtrat didekantasi dan endapan dicuci dengan aquademin hingga pH netral. Endapan disaring menggunakan corong buchner dan dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C untuk menghilangkan kadar air. Dikalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam. Dan setelah itu dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR, XRD, *color reader*. Hasil karakterisasi terbaik dilakukan karakterisasi FTIR.

3.6 Karakterisasi Senyawa Pigmen Hematit Hasil Sintesis

3.6.1 Karakterisasi Ekstrak Daun Sirih dengan FTIR

Produk hasil dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui senyawa kimia yang terkandung dalam ekstrak daun sirih. Tujuan lain dari FTIR untuk mengetahui adanya ikatan logam-oksigen pada produk yang dihasilkan melalui vibrasi molekul dengan adanya pita penyerapan pada frekuensi tertentu. Sinar inframerah memiliki rentang panjang gelombang dari 2,5 sampai 25 μm . Sampel dikarakterisasi pada bilangan gelombang 400 sampai 4000 cm^{-1}

3.6.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD untuk mengetahui ukuran kristal, struktur kristal dan parameter kisi hematit. Serbuk hematit dipress terlebih dahulu menggunakan alat pengepres. Kemudian, sampel diletakkan pada sampel dan diberi sinar-X dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) dengan arus sebesar 10 mA. Dan daya sebesar 30 kV. Pengukuran dilakukan pada rentang $2\theta(^{\circ}) = 20-80^{\circ}$.

3.6.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan UV-Vis

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan UV-Vis untuk mengukur absorbansi, transmittan dan panjang gelombang pada sampel. Pengujian sampel menggunakan alat *spectrofotometers* UV merek *shimadzu* series. Sampel yang digunakan untuk pengujian berupa serbuk hematit dilarutkan kedalam larutan HCl setelah itu, di sonikasi untuk membantu mencampurkan menjadi campuran yang homogen, diambil 1 ml dan dilarutkan dengan aquademin sebanyak 10 ml setelah itu, dianalisis. Pigmen merah hematit akan menyerap pada rentang Panjang gelombang 200-400 nm.

3.7 Analisis Hasil Penelitian

3.7.1 Analisis Hasil dengan Fourier transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Analisis yang diperoleh dari FTIR menghasilkan spektrum absorbansi dengan sumbu x berupa bilangan gelombang dan sumbu y % transmittan. Analisis FTIR dilakukan pada panjang gelombang 4000-400 cm^{-1} yang menunjukkan adanya puncak-puncak untuk menentukan gugus fungsi dalam sampel. Hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan dengan standar FTIR hematit SDBS (*Standart data base*). Absorpsi senyawa hematit dapat dilihat pada bilangan gelombang 465 dan 544 cm^{-1} dengan jenis vibrasi Fe-O stretching (Darezereshki, 2012).

3.7.2 Analisis Hasil X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristal, perubahan fasa dan derajat kristalinitas. Hasil sintesis hematit yang dianalisis oleh XRD berupa difraktogram. Kemudian dibandingkan dengan standar yang ada dan dilakukan analisis menggunakan *xpert*. Diperoleh

nilai 2θ dan β (lebar setengah puncak) yang digunakan untuk menghitung ukuran kristal (D) menggunakan persamaan Debye-Scherrer persamaan 3.1.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots 3.1$$

Dengan D adalah Ukuran kristal (nm), K : nilai konstanta factor (0,9-1), λ : Panjang gelombang sinar X (1,54056 Å), B : nilai FWHM dalam radian dan θ : sudut Bragg.

3.7.3 Analisis data Hasil 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).

BAB IV PEMBAHASAN

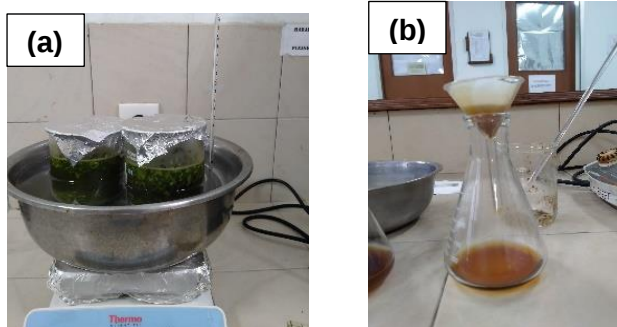
4.1 Ekstraksi Daun Sirih Menggunakan Metode Infusa

Daun sirih yang digunakan sebagai agen reduktor dalam penelitian ini diperoleh dari kota Malang. Daun sirih yang dipilih yaitu bagian daun yang muda (pucuk) karena pada daun tersebut terdapat banyak metabolit sekunder seperti tanin (Arjani, 2016). Daun sirih hijau yang sudah dipetik kemudian dicuci dengan air mengalir dan dihaluskan dengan blender yang bertujuan untuk memperluas permukaan sehingga dapat mempercepat reaksi antara daun sirih dengan pelarut sehingga diperoleh jumlah ekstrak yang optimum. Adapun gambar daun sirih hijau setelah dicuci sebagaimana pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Daun sirih hijau setelah dicuci

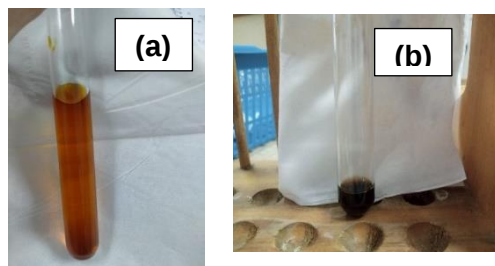
Daun sirih hijau yang telah halus kemudian diekstraksi dan dipanaskan yang berfungsi untuk mempercepat reaksi kimia yang terlibat dalam ekstraksi. Penyaringan dilakukan dengan tujuan untuk memisahkan antara filtrat dan ampas. Hasil ekstraksi berupa filtrat berwarna coklat bening dengan pH 5. Proses ekstraksi daun sirih hijau sebagaimana pada Gambar 4.2.



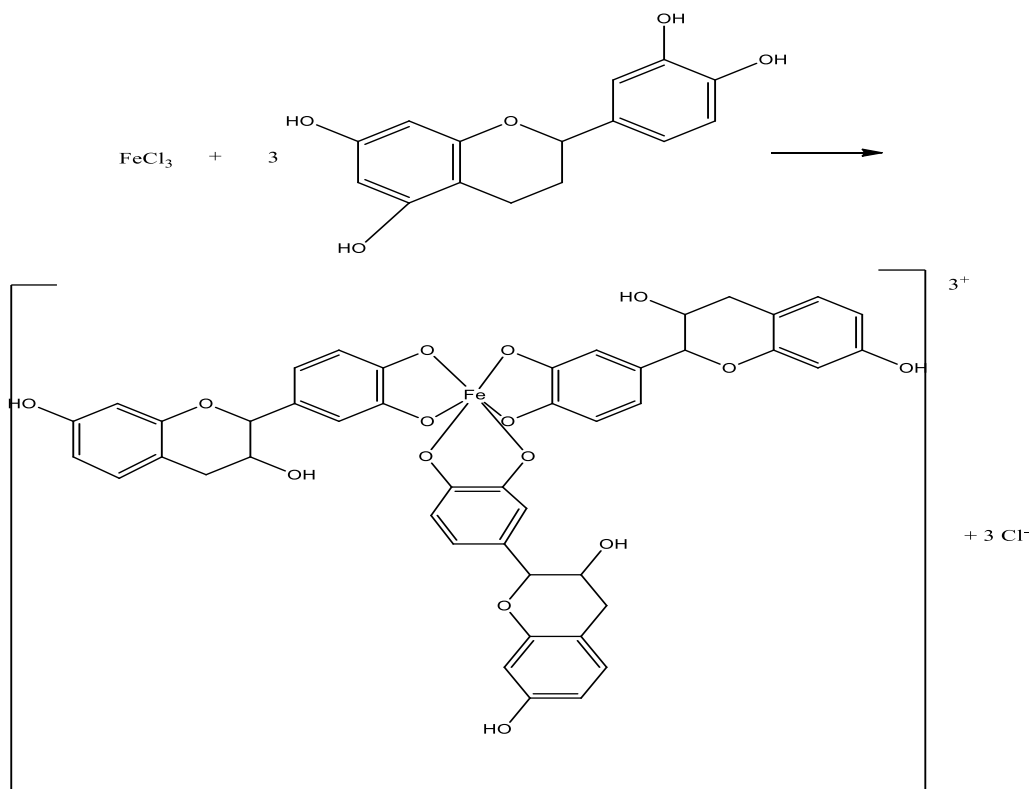
Gambar 4.2 Proses ekstraksi daun sirih hijau (a) pemanasan dengan suhu 80°C selama 30 menit (b) penyaringan ekstrak daun sirih hijau

4.2 Uji Fitokimia Pada Ekstrak Daun sirih Hijau

Uji fitokimia dilakukan pada hasil ekstrak daun sirih. Berdasarkan hasil uji fitokimia menunjukkan bahwa terbentuk larutan berwarna hijau kehitaman yang menandakan adanya kandungan tanin dalam ekstrak. Terbentuknya warna hijau kehitaman dikarenakan setelah ditambahkan FeCl_3 senyawa tanin akan membentuk senyawa kompleks trisianoferitrikalium ferri (III), sesuai dengan pernyataan Syahron, dkk (2020) bahwa senyawa tanin memiliki gugus OH sehingga bersifat polar, dan senyawa tanin akan larut dalam pelarut polar. Gambar ekstrak daun sirih hijau sebelum dan sesudah ditambahkan FeCl_3 sebagaimana pada Gambar 4.3. Adapun reaksi antara FeCl_3 dengan tanin sebagaimana pada Gambar 4.4.

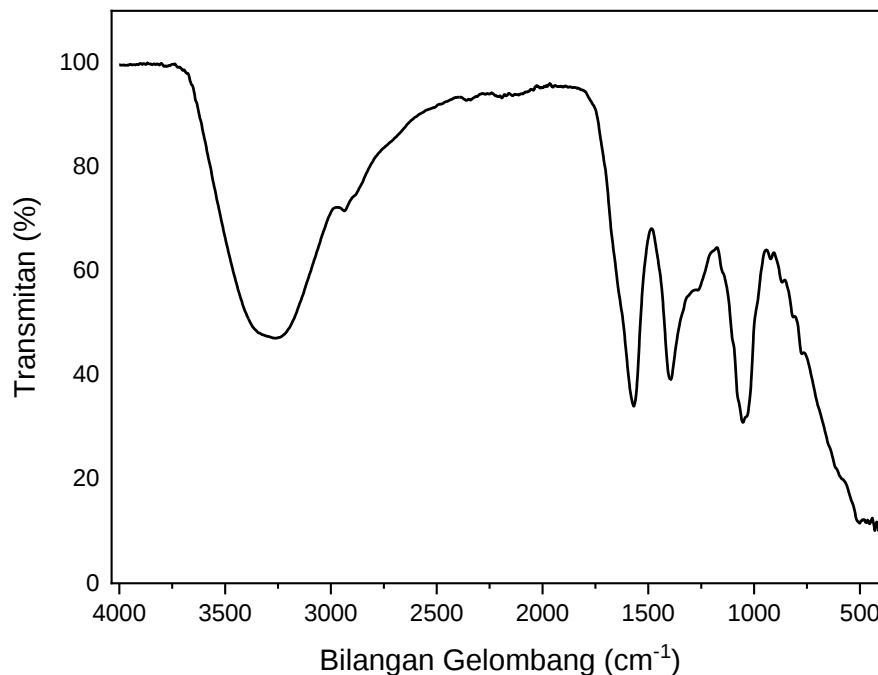


Gambar 4.3 Ekstrak daun sirih hijau (b) Ekstrak daun sirih hijau setelah ditambahkan FeCl_3



Gambar 4.4 Reaksi antara tanin dengan FeCl_3

Ekstrak daun sirih yang sudah di *freeze dryer* dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam ekstrak daun sirih. Hasil karakterisasi FTIR ekstrak daun sirih hijau dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4. 5 Hasil karakterisasi ekstrak daun sirih

Berdasarkan Gambar 4.5 hasil FTIR ekstrak daun sirih memiliki bilangan gelombang 3266,02 cm⁻¹ dengan intensitas melebar pada bilangan gelombang yang merupakan puncak vibrasi fenolik (O-H *stretching*). Hasil deteksi gugus OH didukung oleh Hikmah, dkk. (2018) yang menjelaskan bahwa pada rentang 3200-3650 cm⁻¹ terdapat gugus hidroksil (OH) pada sampel. Pada spektra muncul *peak* pada bilangan gelombang 2936,57 cm⁻¹ yang mengindikasikan adanya ikatan vibrasi C-H *stretching* dengan intensitas rendah, terdapat pada rentang 2900 cm⁻¹. Spektra *infrared* dengan rentang panjang gelombang antara 1500-500 cm⁻¹ merupakan daerah khas ekstrak (Damayanti, dkk., 2021). Pada bilangan gelombang 1568,83 cm⁻¹ terlihat pada bilangan gelombang 1500-1600 cm⁻¹ yang menunjukkan C=C *aromatic* dengan intensitas yang tajam. Pada bilangan gelombang 1394,84 cm⁻¹ terlihat pada bilangan gelombang 1390-1310 cm⁻¹ yang menunjukkan C-N (*amina*) dengan intensitas rendah (sari dkk., 2015). Terdapat bilangan gelombang yang muncul pada *peak* 1266,48 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus C=O terlihat pada bilangan gelombang 1280-1150 cm⁻¹ sedikit landai. Pada bilangan gelombang 1052 cm⁻¹ menunjukkan C-O *stretching* pada daerah 1059 cm⁻¹. Menurut penelitian yang dilakukan Syahrir, dkk., (2021) senyawa yang terkandung dalam ekstrak daun sirih diantaranya gugus fungsi O-H yang merupakan senyawa hidroksil, muncul gugus fungsi lain berupa C=O, C-O *stretching*, C=C *aromatic*, C-H *stretching*. Hal ini senyawa organik yang terkandung dalam ekstrak daun sirih tersebut dapat berperan sebagai agen

reduktor untuk sintesis hematit sebagaimana pada uji fitokimia dengan terbentuknya warna hijau. Interpretasi tabel spektra FTIR ekstrak daun sirih sebagaimana pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Interpretasi hasil spektra pada ekstrak daun sirih hijau

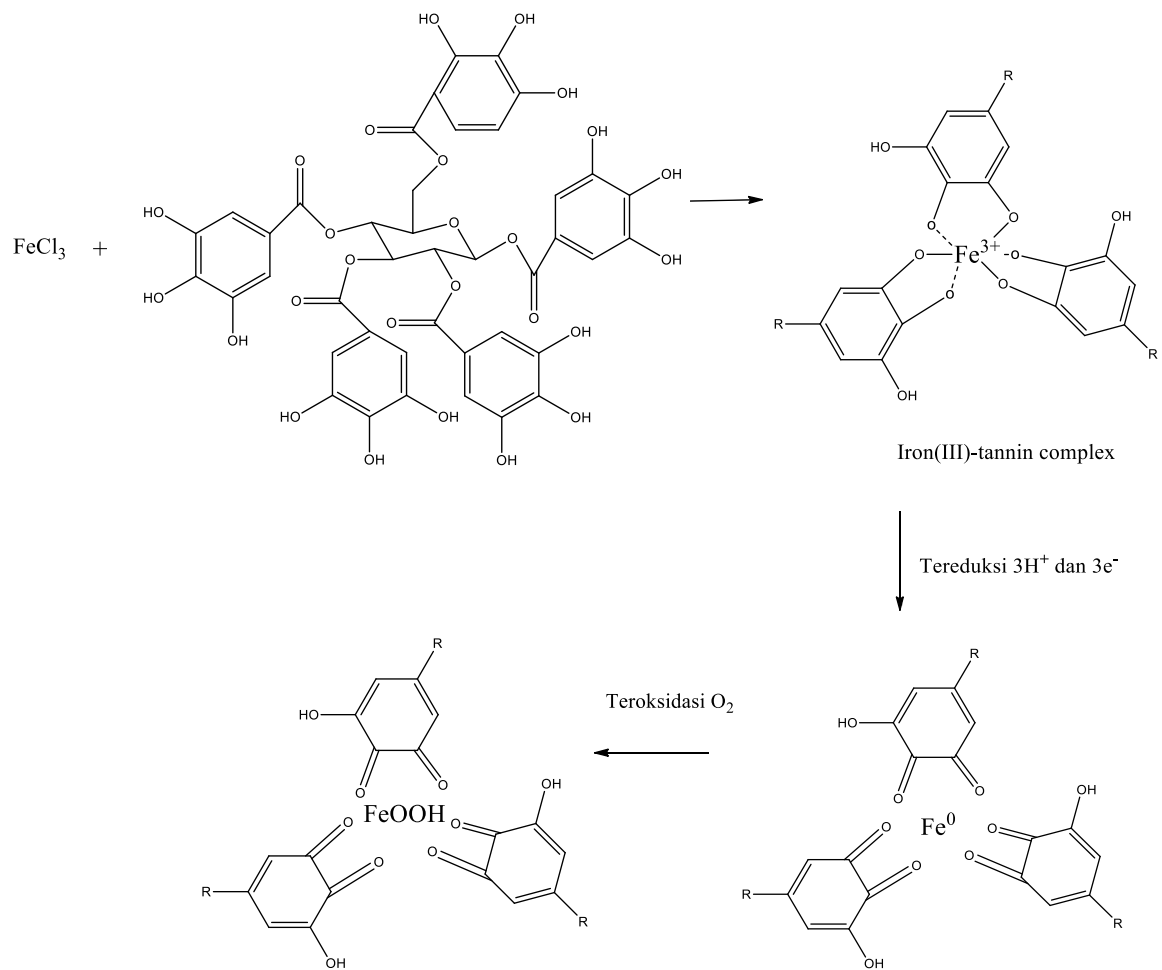
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Literatur
O-H <i>stretching</i>	3266	3200-3650 cm^{-1} (Shiner, 2004)
C-H <i>stretching</i>	2936	2900 cm^{-1} (Rehan, dkk., 2019)
C=C aromatik	1568	1500-1600 cm^{-1} (Bepari, 2017)
C-N (<i>amina</i>)	1394	1265-1321 cm^{-1} (Pandhi, dkk., 2022)
C=O <i>stretching</i>	1266	1150-1280 cm^{-1} (Pavia, dkk., 2022)
C-O <i>stretching</i>	1052	1059 cm^{-1} (Adu, dkk., 2022)

4.3 Sintesis Hematit dengan Variasi Waktu Sintesis

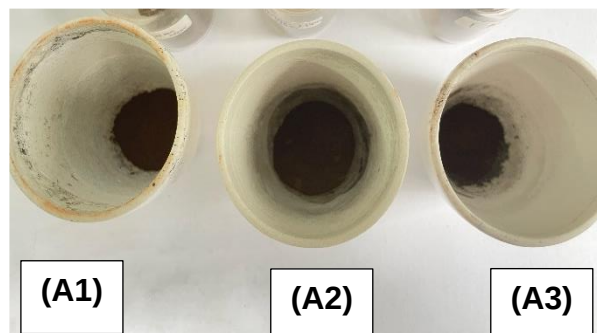
Sintesis hematit dilakukan menggunakan metode presipitasi-kalsinasi. Tahap sintesis diawali dengan penambahan aquademin pada prekursor berupa FeCl_3 menggunakan pelarut aquademineral bertujuan untuk melarutkan FeCl_3 . Penambahan ekstrak daun sirih hijau dapat memberikan warna hijau kehitaman. Hal ini, mengindikasikan terbentuknya senyawa kompleks antara besi (III) dengan gugus hidroksil (-OH) dari gugus galoil pada tanin. Kemudian gugus hidroksil dari senyawa polifenol mengalami terdeprotonasi dan bertindak untuk mereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe sehingga terbentuk endapan. Ion Fe^{3+} direduksi menjadi Fe^0 dan kemudian dioksidasi oleh oksigen atau air yang dapat membentuk FeOOH berwarna coklat kehitaman. Mekanisme reaksi pembentukan FeOOH sebagaimana pada Gambar 4.6.

Pencucian dengan aquademineral bertujuan untuk menetralkan produk sintesis. Aquademineral digunakan untuk mencuci produk sintesis karena memiliki kandungan mineral yang sedikit sehingga dapat memperkecil hadirnya pengotor. Dilakukan kalsinasi selama 3 jam pada suhu 750°C yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan air dan senyawa organik yang tersisa serta untuk mengubah fasa FeOOH menjadi fasa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Pada hasil sintesis sebelum kalsinasi berwarna coklat kehitaman yang menunjukkan telah terjadi terbentuk fasa transisi v-geothit (Cornell & Schwertmann., 2000).

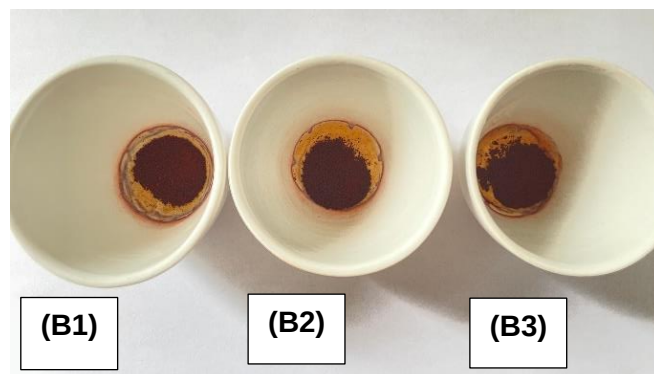
Berdasarkan mekanisme reaksi 4.6, terdapat perbedaan dari penelitian yang dilakukan oleh Shtewi (2021), di mana terbentuk reaksi Fe_2O_3 , sedangkan dalam penelitian ini terbentuk FeOOH , sesuai dengan hasil XRD yang diperoleh. Produk setelah kalsinasi berubah dari coklat kehitaman menjadi merah yang menunjukkan telah terjadi transformasi dari v-geothit menjadi hematit sebagaimana pada Gambar 4.7 menunjukkan sampel sebelum kalsinasi dan Gambar 4.8 menunjukkan sampel setelah kalsinasi. Reaksi setelah kalsinasi sebagaimana Gambar 4.9.



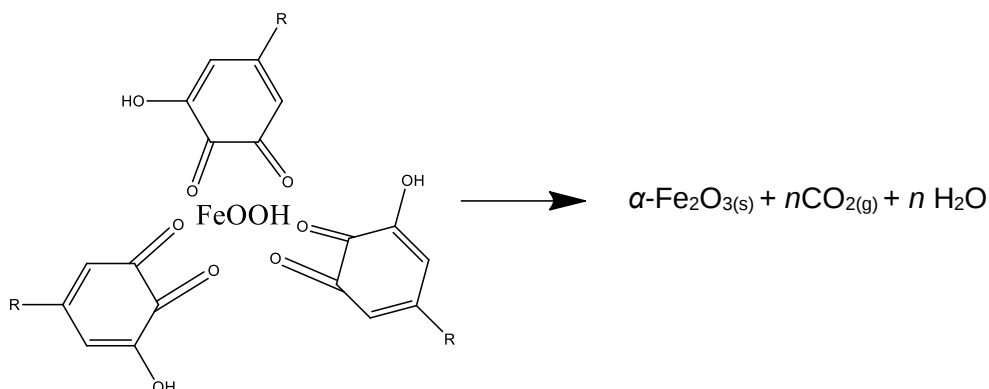
Gambar 4. 7 Mekanisme Reaksi Pembentukan V-FeOOH (Shtewi, 2021)



Gambar 4.6 Sebelum kalsinasi A1) variasi 1 jam, A2) variasi 2 jam, A3 variasi 3 jam



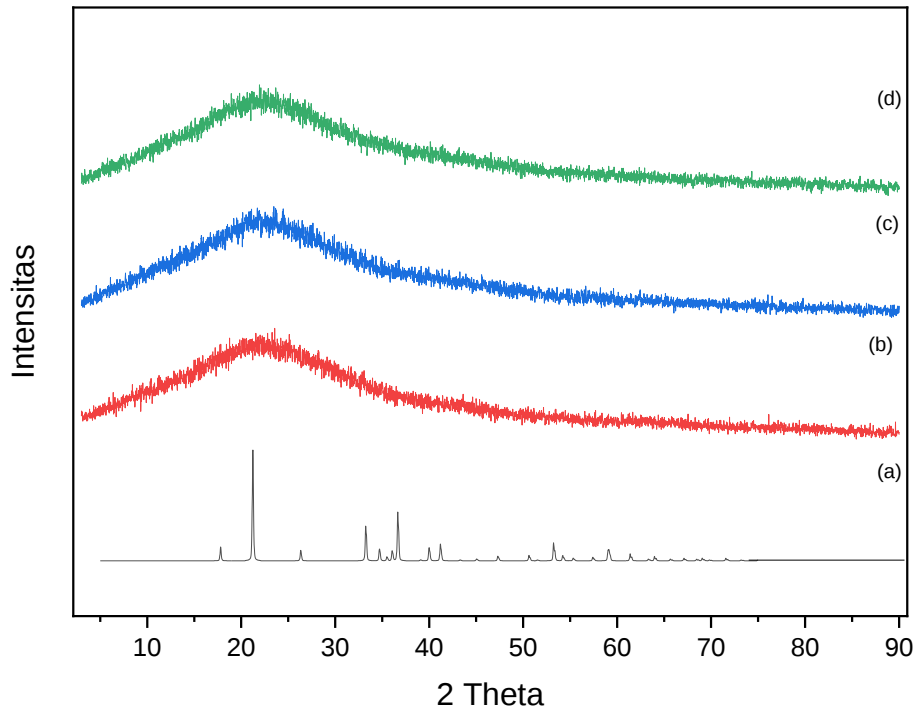
Gambar 4.8 Setelah kalsinasi B1) variasi 1 jam, B2) variasi 2 jam, B3) variasi 3 jam



Gambar 4.9 Reaksi setelah kalsinasi

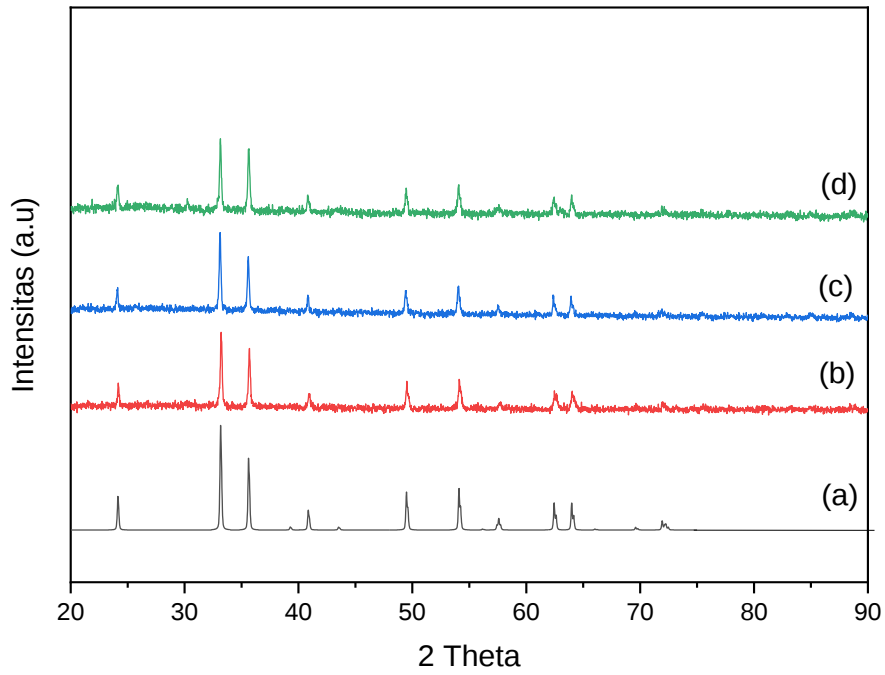
4.4 Karakterisasi Hematit Hasil Sintesis Menggunakan XRD

Karakterisasi XRD sebelum kalsinasi bertujuan untuk mengetahui senyawa yang diperoleh serta kristalinitas hasil sintesis. Difraktogram sebelum kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.6. Berdasarkan pada pola difraktogram menunjukkan terdapat pda peak 2θ :23 yang menunjukkan peak geothit. Hasil analisa XRD besi oksida pada variasi 1, 2 dan 3 jam menunjukkan bahwa peak-peak sesuai standar geotit pada 2θ (°):23 (JCPDS No. 29-0713). Pada variasi 1, 2 dan 3 jam terdapat satu puncak yang muncul pada rentang sudut 2θ (°):23, puncak tampak melebar yang menunjukkan adanya struktur amorf atau semi kristal pada sampel. Puncak yang landai pada pola difraksi menandakan bahwa hasil tersebut cenderung amorf atau tidak memiliki keteraturan kristal yang tinggi, sehingga tidak memiliki puncak yang tajam melainkan lebih berupa landai (Dwilaksana, dkk.,2022). Hal ini, sejalan dengan hasil FTIR sebelum kalsinasi yang menunjukkan adanya senyawa organik. senyawa organik dapat menyebabkan struktur amorf setelah proses pemanasan yang tidak cukup untuk menghilangkan semua senyawa organik.

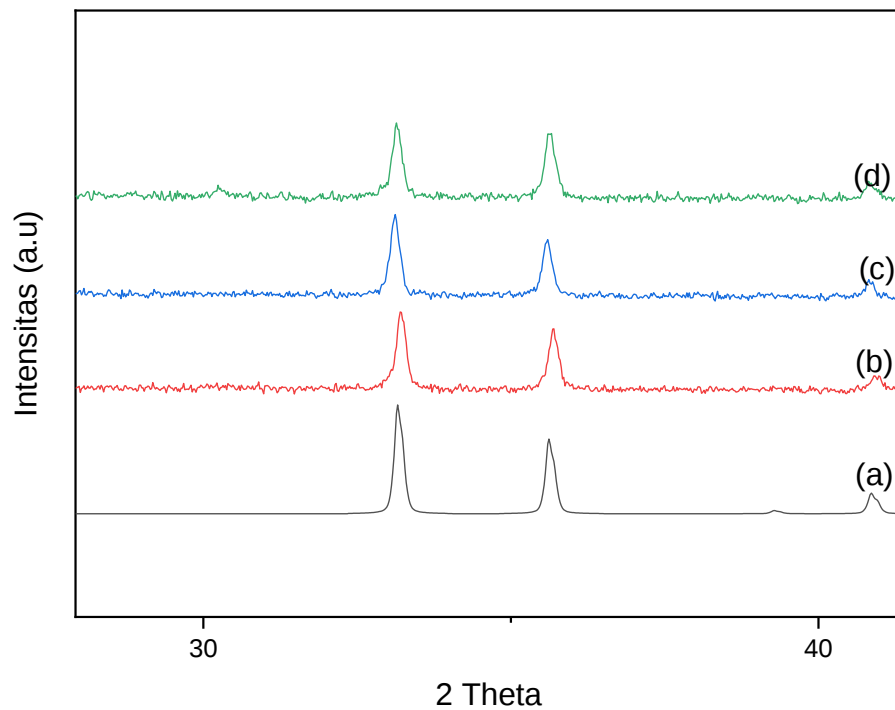


Gambar 4.10 Difraktogram hasil XRD sebelum kalsinasi, (a) standar geotit (JCPDS No. 29-0713), (b) variasi 1 jam, (c) variasi 2 jam, (d) variasi 3 jam

Hasil karakterisasi XRD sesudah kalsinasi bertujuan untuk mengubah fasa geothit (FeOOH) menjadi fasa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Hal ini, sesuai dengan persamaan reaksi 4.10. Pola difraksi yang dihasilkan dengan variasi waktu sintesis 1, 2 dan 3 jam dibandingkan dengan standar hematit (JCPDS NO. 33-0664) menunjukkan ketiga sampel memiliki puncak yang sama, puncak difraksi yang muncul pada posisi 2θ sekitar 33° identik dengan puncak senyawa hematit, ditandai dengan intensitas yang tajam. Puncak yang tinggi mengindikasikan struktur yang lebih teratur dari suatu fase kristalin, yang berkontribusi pada peningkatan derajat kristalinitas material. Pada posisi 2θ sekitar 23° menunjukkan puncak fasa FeOOH atau Fe_2O_3 yang belum sepenuhnya bertransformasi. Puncak-puncak tersebut mengindikasikan adanya fasa campuran atau transisi antara FeOOH dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, yang sesuai dengan hasil FTIR menandakan bahwa proses transformasi belum terjadi secara sempurna. Hasil difraktogram setelah kalsinasi sebagaimana pada Gambar 4.11. dan puncak difraktogram pada posisi 2θ ditampilkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.11 Hasil difraktogram setelah kalsinasi, (a) standar hematit (JCPDS No. 33-0664), (b) variasi 1 jam, (c) variasi 2 jam, (d) variasi 3 jam



Gambar 4.12 Perbesaran difraktogram setelah kalsinasi, (a) standar hematit (JCPDS No. 33-0664), (b) variasi 1 jam, (c) variasi 2 jam, (d) variasi 3 jam

Berdasarkan perhitungan menggunakan Debye-Scherrer ukuran kristal hematit yang dihasilkan berkisar 34-49 nm. Dari data tersebut bahwa semakin lama proses pemanasan maka semakin besar ukuran partikelnya (Ramahdita, 2011). Berdasarkan tabel tersebut, ukuran kristal yang dihasilkan berbanding terbalik dengan nilai FWHM. (Masrurroh, dkk., 2013). Nilai FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitas maka nilai FWHM semakin kecil. Semakin lama waktu pemanasan, ukuran kristal yang dihasilkan akan semakin besar. Hal ini, menyebabkan perubahan pada lebar puncak difraksi atau FWHM dan pergeseran posisi sudut 2θ . Peningkatan ukuran kristal biasanya membuat puncak difraksi menjadi lebih sempit (FWHM mengecil), dan posisi 2θ sedikit bergeser karena adanya perubahan tegangan dalam kristal (Afriani, 2018). Derajat kristalinitas dihitung dengan membandingkan fraksi dengan penjumlahan fraksi luas kristalin dan fraksi luas amorf (Purnama, dkk., 2006). Ukuran kristal dan derajat kristalinitas senyawa hematit hasil sintesis dapat sebagaimana pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil perhitungan ukuran kristal senyawa hematit dengan variasi waktu sintesis

Sampel hematit	2θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)	Derajat kristalinitas (%)
Variasi 1 jam	33,19	0,2346	34,09	63,209
Variasi 2 jam	33,11	0,3144	38,20	76,842
Variasi 3 jam	33,13	0,2466	49,37	81,008

Analisis *Rietveld* menggunakan metode Lee *Bail* digunakan untuk memperoleh kesesuaian antara data pengamatan dan perhitungan. Proses Analisa dilakukan dengan mencocokkan antara kurva teoritis yaitu database kristalografi (JCPDS No. 33-0664) dengan hasil eksperimen sehingga kedua kurva memiliki kesesuaian. Refinement *Rietveld* dapat diterima menurut kriteria yang disyaratkan yaitu $GOF < 4\%$ dan $R_{wp} < 20\%$, $R_p < 20\%$ (kisi, 1994). Hasil *refinement* hematit sebagaimana pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil refinement hematit hasil sintesis dengan standar hematit

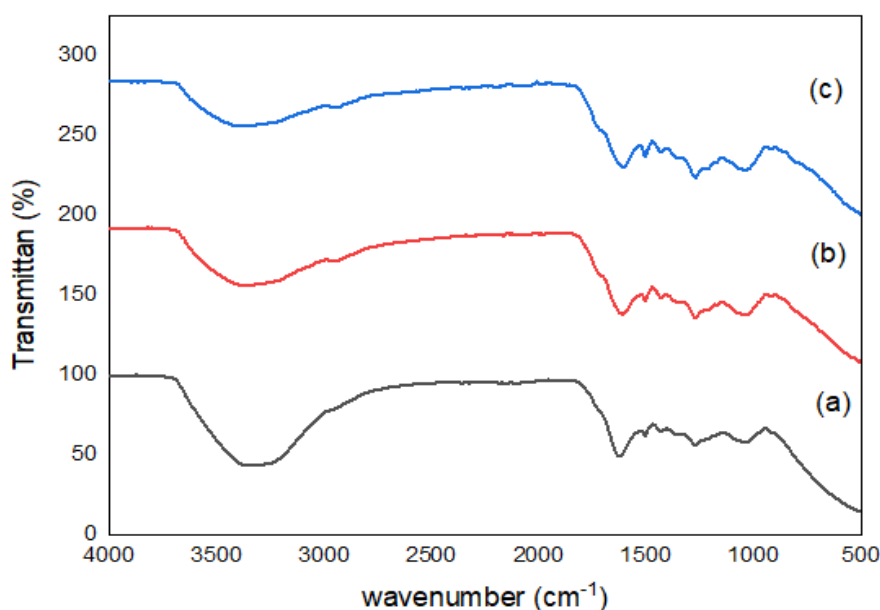
Parameter	Standar	Variasi waktu sintesis		
	hematit	1 jam	2 jam	3 jam
Kisi kristal	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral
a(Å)	5,0342	5,034968	5,033912	5,037466
b(Å)	5,0342	5,034968	5,033912	5,037466
c(Å)	13,7460	13,764313	13,749100	13,750013
R_p		4,60	4,68	4,83
R_{wp}		6,29	6,15	6,40
GOF		0,2920E	0,2324E	0,2639E
Grup ruang	R-3c	R-3c	R-3c	R-3c
Unit (z)	6	6	6	6

Hasil Analisa XRD menggunakan aplikasi rietica, sampel keseluruhan memiliki struktur rhombohedral. Nilai R_p , R_{wp} dan GOF menunjukkan kecocokan sampel, nilai ini diambil dari

rentang pada saat proses *refinement*. Nilai-nilai pada masing-masing variasi sudah sesuai dengan standart hematit keberhasilan sintesis hematit juga dianalisis menggunakan FTIR.

4.5 Karakterisasi Hematit dengan FTIR

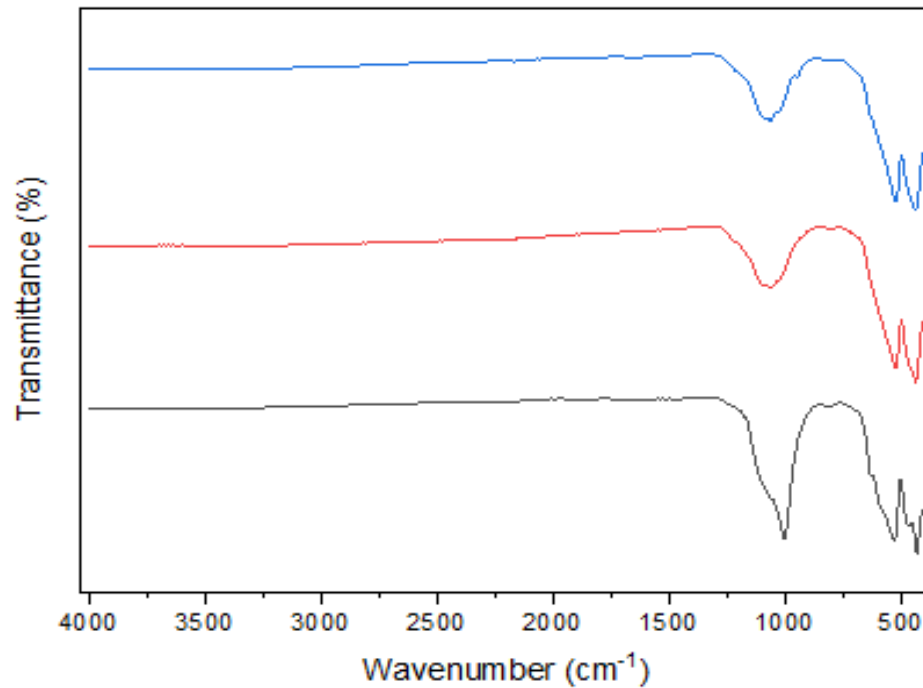
Karakterisasi sampel sebelum kalsinasi dilakukan terhadap sampel hasil metode presipitasi dengan variasi 1, 2 dan 3 jam menggunakan agen reduktor berupa daun sirih hijau. Karakterisasi ini bertujuan untuk menganalisis besi oksida (Fe_2O_3) dengan variasi waktu sintesis. Berdasarkan hasil spektra FTIR sebelum dan setelah kalsinasi sebagaimana pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Hasil karakteriasi sebelum kalsinasi, (a) variasi 1 jam, (b) variasi 2 jam, (c) variasi 3 jam

Berdasarkan Gambar 4.13 sintesis sebelum kalsinasi terdapat gugus yang sama dengan gugus senyawa pada ekstrak daun sirih hijau. Pada panjang gelombang 3349-3397 cm^{-1} menunjukkan gugus hidroksil (OH) yang masih tertinggal dipermukaan sampel (Shriner, 2024). Serapan muncul pada bilangan gelombang 1612-1625 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=C stretching dengan intensitas yang tajam. Serapan 1501-1504 cm^{-1} menunjukkan gugus C-C *aromatic*. Serapan yang muncul pada bilangan gelombang 1437 cm^{-1} menunjukkan gugus C=H. serapan 1273 cm^{-1} menunjukkan gugus C=O. Serapan pada bilangan gelombang 1042 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus Fe-O-OH *bending*, yang menunjukkan pembentukan oksida besi dalam bentuk geothit sebelum proses kalsinasi dengan intensitas rendah, menunjukkan bahwa geothit adalah fase awal yang terbentuk dari reaksi antara Fe dan tanin sebelum bertransformasi menjadi hematit pada tahap setelah kalsinasi. Selanjutnya pada variasi 1 jam intensitas yang dihasilkan semakin tajam. Hal ini, gugus OH yang terikat dengan Fe lebih

banyak dari variasi 2 dan 3 jam. Interpretasi hasil FTIR hasil sintesis sebelum kalsinasi sebagaimana pada Tabel 4.4.



Gambar 4.14 Hasil karakteriasi setelah kalsinasi, (a) variasi 1 jam, (b) variasi 2 jam, (c) variasi 3 jam

Tabel 4.4 Interpretasi hasil spektra FTIR, sebelum kalsinasi dan sesudah kalsinasi

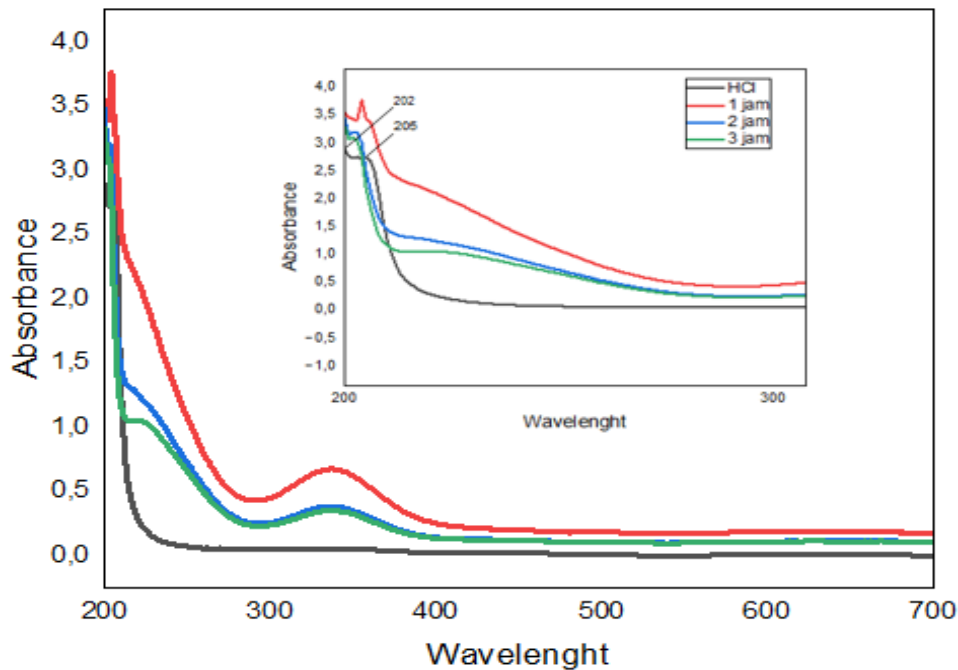
Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)								
Sebelum kalsinasi			Sesudah kalsinasi			Gugus fungsi	Literatur	Intensitas
1 jam	2 jam	3 jam	1 jam	2 jam	3 jam			
3349	3361	3397				O-H <i>stretching</i>	3200-3650 (Shiner,2004)	Strong
1625	1619	1612				C=C <i>stretching</i>	1610-1660 (Shriner,2004)	strong
1501	1438	1504				C-C <i>aromatic</i>	1500-1600 (Bepari, 2011)	weak
1437	1438	1425				C-OH <i>bending</i>	1390-1310 (Shiner,2004)	medium
1273	1268	1274				C=O <i>stretching</i>	1280 (Bepari, 2017)	medium
1042	1032	1038				Fe-O-OH <i>bending</i>	1088 (Ghosh, dkk., 2011)	medium
			1005	1058	1066			
			431 & 522	433 & 524	432 & 524	Fe-O <i>stretching</i>	433 dan 556 (Lassoued, 2017)	strong

Berdasarkan gambar 4.14 gugus fungsi yang terdapat dalam ekstrak daun sirih hilang karena dilakukan kalsinasi pada suhu tinggi sehingga senyawa organik hilang. Pada bilangan gelombang $1005\text{-}1066\text{ cm}^{-1}$, muncul puncak yang mengindikasikan adanya gugus Fe-O-OH, yang menunjukkan pembentukan senyawa oksida besi hidroksida (FeOOH) sebagai fase transisi sebelum terbentuknya $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Keberadaan gugus Fe-O-OH ini menandakan bahwa proses kalsinasi belum sepenuhnya mengubah senyawa FeOOH menjadi Fe_2O_3 (Ghosh, dkk., 2017). Pada bilangan gelombang $433\text{ dan }556\text{ cm}^{-1}$ yang menyatakan vibrasi Fe-O *stretching* yang berasal dari ikatan dalam molekul $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. dengan intensitas yang tajam dan kuat (Duhan, 2010).

4.6 Hasil karakterisasi UV-VIS

Karakterisasi pigmen merah hematit menggunakan UV-Vis bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum dari pigmen hematit. Hasil karakterisasi UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 4.15. Pada spektrum UV-Vis larutan HCl, serapan cahaya terlihat signifikan pada rentang panjang gelombang $200\text{-}300\text{ nm}$, dengan puncak absorbansi yang cukup tinggi di sekitar $202\text{-}205\text{ nm}$. Hal ini, menunjukkan bahwa HCl memiliki aktivitas serapan yang kuat di wilayah ultraviolet. Pada penelitian ini, hematit memiliki serapan yang muncul pada panjang gelombang 337 nm dapat disebabkan oleh transisi transfer muatan ligan ke logam oleh transisi elektronik pada ion besi (Fe^{3+}) membentuk struktur kristal hematit. Hal ini, sesuai dengan penelitian yang dilakukan Pal, dkk., (2014) bahwa sampel hematit menyerap pada Panjang gelombang 320 nm . Berdasarkan penelitian yang dilakukan Soekansa dkk., (2023) pigmen merah hematit menyerap pada panjang gelombang 268 nm pada rentang $200\text{-}400\text{ nm}$ di daerah ultraviolet.

Hematit dikenal sebagai transisi *d-d*, yang terjadi di dalam orbital terbelah akibat medan kristal oktahedral pada ion besi (Silva, dkk., 2020). Pada kompleks ini, orbital *d* mengalami perpecahan energi menjadi dua, yaitu T_{2g} yang berenergi lebih rendah dan E_g yang berenergi lebih tinggi. Elektron di orbital T_{2g} menyerap cahaya pada panjang gelombang sekitar 600 nm , yang berada di daerah *visible*. Serapan pada daerah ini menyerap cahaya warna hijau-biru, sehingga warna yang muncul adalah merah, yang merupakan warna komplementer dari cahaya yang diserap. Transisi $T_{2g} \rightarrow E_g$ menggambarkan pergerakan elektron (Effendy, 2017). Intensitas sampel variasi 1 jam mempunyai puncak paling tinggi disebabkan oleh konsentrasi terukur sampel lebih banyak dibandingkan dengan variasi yang lain.



Gambar 4.15 Hasil karakterisasi UV-VIS

4.7 Kajian Hasil Penelitian Berdasarkan Perspektif Islam

Besi oksida yang telah disintesis dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan UV-Vis. Karakterisasi ini menghasilkan ukuran kristal, warna, hingga panjang gelombang yang berbeda sesuai dengan variasi yang dilakukan pada masing-masing sampel. Hasil sintesis menghasilkan warna yang beragam pada setiap variasi yang dilakukan dengan tingkat pewarnaan yang kuat, sehingga cocok diaplikasikan sebagai pigmen. Sebagaimana warna yang diciptakan Allah di bumi yang menunjukkan kekuasaannya dalam al-Qur'an surah An-Nahl (16):13 yang berbunyi:

وَمَا ذَرَأَ لَكُمْ فِي الْأَرْضِ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهُ ۚ إِنَّ فِي ذَٰلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَذَكَّرُونَ

Artinya: “Dan Dia (menundukkan pula) apa yang Dia ciptakan untuk kamu di bumi ini dengan berlain-lainan macamnya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang mengambil pelajaran”.

Tafsir Ibnu Katsir menyebutkan bahwa **مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهُ** (yang memiliki warna yang berbeda-beda) dalam konteks Al-Qur'an merujuk pada keberagaman warna yang diciptakan oleh Allah sebagai tanda kebesaran-Nya. Dalam sains, keberagaman warna ini dapat dihubungkan dengan konsep perubahan fisik dan kimiawi, misalnya dalam penelitian sintesis material seperti hematit. Allah Swt mengingatkan atas tanda-tanda yang ada di langit, Dia mengingatkan atas apa yang Dia ciptakan di bumi, berupa benda-benda menakjubkan dan berbagai macam sesuatu, diantaranya binatang-binatang, benda-benda tambang, tumbuh-tumbuhan dan berbagai macam warna dan bentuk kegunaan dan keistimewaan (Abdullah, 2003). Warna yang diciptakan di bumi ada berbagai macam, salah satunya yaitu pigmen

merah hematit yang dihasilkan dari ekstrak daun sirih hijau yang mana ekstrak daun sirih hijau biasanya digunakan oleh masyarakat untuk obat-obatan. Pada penelitian ini sintesis hematit menggunakan ekstrak daun sirih hijau menghasilkan pigmen merah yang dapat diaplikasikan sebagai pewarna dalam pembuatan cat karena memiliki sifat yang kuat dan tahan lama dalam pewarnaan dan tidak berbahaya. Dalam penelitian ini hematit menyerap pada panjang gelombang maksimum 300-600 nm yang menandakan warna merah.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

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

- a Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa sebelum kalsinasi terdapat peak geotit karena hasil sintesis menyerupai warna v-geothit yaitu coklat kehijauan. Hasil karakterisasi XRD setelah kalsinasi menunjukkan bahwa diperoleh kisi kristal hematit berbentuk rombohedral
- b Identifikasi sintesis sebelum kalsinasi menggunakan FTIR menghasilkan serapan berupa gugus OH yang merupakan senyawa metabolit sekunder. Fasa hematit berhasil terbentuk yang ditandai dengan keberadaan vibrasi IR pada bilangan gelombang 433 dan 556 cm^{-1} yang merupakan vibrasi Fe-O. Spektrum IR juga menunjukkan bahwa masih ditemukan gugus Fe-O-OH yang ditandai dengan puncak pada posisi sekitar 1005 cm^{-1} yang menandakan bahwa proses transformasi fasa hematit belum terjadi secara sempurna.
- c Hasil karakterisasi UV-VIS pigmen merah hematit menyerap pada panjang gelombang 337 nm. Hematit merupakan transisi *d-d*, dengan serapan di sekitar 600 nm, yang menghasilkan warna merah sebagai warna komplementer dari cahaya hijau-biru yang diserap.

5.2 Saran

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

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, 2003. Tafsir Ibnu Katsir. Jilid 5.
- Abu Ja'far Muhammad bin Jarir al-Ṭabari, Tafsir Al-Ṭabari, Jil.19, (Jakarta: Pustaka Azzam, 2008), 544.
- Akbar, S., Hasanain S.K., Azmat, N., dan Nadeem, M. 2004. Synthesis of Fe Or Nanoparticles by New Sol-Gel Method and Their Structural and Mugnenc Characterizations: 1-19.
- Akintelu, S. A., Oyebamiji, A. K., Olugbeko, S. C., & Folorunso, A. S. (2021). Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Application and Environmental Remediation : A Review. *Eclética Química Journal*, 46(4), 17– 37.
- Ali Shtewi, F., & Mohammed Barag Awatef Abdulsalam Tarroush, W. (2021). Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using MenthaPiperita Leaves Extract. *International Science and Technology Journal*, 24
- 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).
- Asworo, R. Y., Widwastuti, H., & Widayanti, E. (2023). "Sintesis Nanopartikel Perak menggunakan Ekstrak Kulit Sirsak sebagai Bioreduktor." *Indonesian Journal of Pharmaceutical (e-Journal)*, 3(3), 468-474.
- Azhari, F. K., Suhendar, D., & Supriadin, A. (2017). "Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Besi (III) Oksida dari Serbuk Besi Limbah Bubut Logam." *Al-Kimiya*, 4(1), 45-50. UIN Sunan Gunung Djati Bandung.
- Baird, R. A. (1995). "Spectroscopy of Transition Metal Complexes." *Chemical Reviews*, 95(6), 1809-1826.
- 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.
- Bhuiyan, M. S. H., Miah, M. Y., Paul, S. C., Aka, T. Das, Saha, O., Rahaman, M. M., Sharif, M. J. I., Habiba, O., & Ashaduzzaman, M. (2020). "Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticle Using Carica Papaya Leaf Extract Application for Photocatalytic Degradation of Remazol Yellow RR Dye and Antibacterial Activity. *Heliyon*, 6, 1–13.
- Bolobajev, J., Trapido, M., & Goi, A. (2016). Interaction of tannic acid with ferric iron to assist 2,4,6-trichlorophenol catalytic decomposition and reuse of ferric sludge as a source of iron catalyst in Fenton-based treatment. *Applied Catalysis B: Environmental*, 187, 75–82.
- Börsig, N., Scheinost, A. C., Shaw, S., Schild, D., & Neumann, T. (2017). Uptake Mechanisms of Selenium Oxyanions during The Ferrihydrite-Hematite Recrystallization. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 206, 236–253.
- Browning, B. L. 1966. *Methods of Wood Chemistry*. Vol I, II. Interscience Publishers. New York. Dikutip dari Jurnal Penelitian Risnasari., I. "Tanin". Fakultas Pertanian Universitas Sumatra Utara.
- Carolia, N., & Noventi, W. 2016"Potensi Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper betle* L.) sebagai Alternatif Terapi Acne Vulgaris. "Jurnal Farmakologi, Universitas Lampung, Volume 5(1)

- Chaluvaraju dan Zaranappa. 2011. Synthesis and Biological Evaluation of some Isatin derivatives for Antimicrobial Properties. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 2(1): 541-546
- Cornell, R.M. dan Sewertman. U., 2003. The iron Oxides: structure, Reaction, Occurrences and uses. WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, ISBN: 3-527-30274-3.
- Damayanti, dkk., 2021 Identification of Betel Leaf Wave Numbers (Piper sp.) Using Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy Methods and Principal Component Analysis (PCA). *Jurnal Fisika*, Vol 22.
- Darezereshki, dkk. (2012). Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite (α-Fe₂O₃) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing* 15-9197.
- Donald L. Pavia, Gary M. Lampman, and George S. Kriz, Introduction to Spectroscopy (Boston: Cengage Learning, 2022), 45.
- Duhan, S, S. Devi. 2010. Synthesis and Structural Characterization of Iron Oxide-silica Nanocomposites Prepared by the Sol-Gel Method. *International Journal of Electronic Engineering*, 2 (1): 89-92.
- Dwilaksana, D, dkk., (2022). Pengaruh Arus Plasma dan Laju Aliran Gas Pada Mesin DC Thermal Plasma Terhadap Karakteristik Partikel Nano ZnO. in *Jurnal Sartor* (Vol. 5)
- Fathurrahman, N. R., & Musfiroh, I. (2018). "Teknik Analisis Instrumentasi Senyawa Tanin." *Suplemen*, 16(2), 449. Fakultas Farmasi Universitas Padjadjaran.
- Ghosh, dkk., 2011. Arsenic adsorption on goethite nanoparticles produced through hydrazine sulfate assisted synthesis method. School of Chemical and Mathematical Sciences, Murdoch University.
- Halimu (2017). "Identifikasi Kandungan Tanin pada Sonneratia Alba." *Jurnal Ilmiah Perikanan dan Kelautan*, Volume 5, Nomor 4, Halaman 93.
- Handoko, C. T., Yanti, T. B., Syadiyah, H., and Marwati, S., 2013, Penggunaan metode presipitasi untuk menurunkan kadar Cu dalam limbah cair industri perak di Kota Gede, *Jurnal Penelitian Saintek*, Vol. 18, No. 2, pp. 51–58
- Hasan, S. (2015). A Review on Nanoparticles: Their Synthesis and Types. In *Research Journal of Recent Sciences* (Vol. 4).
- Hasbi, R. (2007). Analisis polutan logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam sedimen laut pelabuhan Pantoloan berdasarkan kedalamannya (skripsi). UNTAD Press, Palu.
- Hidayah, N. (2016). Pemanfaatan Senyawa Metabolit Sekunder Tanaman (Tanin dan Saponin) dalam Mengurangi Emisi Metan Ternak Ruminansia [Utilization of Plant Secondary Metabolites Compounds (Tanin and Saponin) to Reduce Methane Emissions from Ruminant Livestock]. *Jurnal Sains Peternakan Indonesia*, 11(2).
- Hidayat., dkk 2020. Aktivitas Kombinasi Ekstrak Daun Sirih Hijau Dan Buah Asam Jawa Terhadap *Candida albicans* Secara Mikrodilusi., *Farmasi Mitra Sehat*.
- Hikmah, S. A., Rahim, E. A., & Musafira. 2018. Sintesis dan Karakteristik Polieugenol dari Eugenol Menggunakan Katalis H₂SO₄-CH₃COOH. *Kovalen: Jurnal Riset Kimia*, 4(3): 285-296.

- I. Kazeminezhad dan S. Mosivand, "Phase Transition of Electrooxidized Magnetite to maghemite and hematite Nanoparticles Using Sintering Treatment," *Acta Phys. Pol. A*, 125 (2014) 5, 1210–1214
- Iravani, S.; Zolfaghari, B. 2013. Green synthesis of silver nanoparticles using pinus eldarica bark extract. *BioMed Research International*.
- Irianty, R. S., & Yenti, S. R. (2014). Pengaruh Perbandingan Pelarut Etanol-Air terhadap Kadar Tanin pada Sokletasi Daun Gambir (*Uncaria gambir* Roxb) [Effect of Ethanol-Water Solvent Ratio on Levels of Tanins in Leaves Gambier Socletation]. *SAGU: Jurnal Ilmiah Teknik Kimia*, 13(1), 1-7. ISSN 1412-4424.
- Jiang, Z., Lui, Q., Roberts, A. P., Dekkers, M. J., Barron, V., Torrent, J., & Li, S. (2022). The Magnetic and Color Reflectance Properties of Hematite: from Earth to Mars. *Reviews of Geophysics*, 60(1), 1–71.
- Khaira, Rafiq., dkk., 2020 Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Fe_3O_4) menggunakan Ekstrak Daun Sirih Merah (*piper crocatum*) Sebagai Agen Pelindung (Capping Agent), Vol 9 NO 2
- Khalamudilah, F.A., Suhendar, D., dan Supriadin, A. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Besi (III) Oksida dari Serbuk Besi Limbah Bubut Logam. *Al-kimiya*. Vol. 4, No. 1 (45-50)
- Khalil, M., Liu, N., & Lee, R. L. (2017). Synthesis and Characterization of Hematite Nanoparticles Using Ultrasonic Sonochemistry Method. *International Journal of Technology*, 4, 582–590.
- Khoiroh, L.M. 2013. Pengaruh pH dan Suhu Kalsinasi Terhadap Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan Metode Termal Transformasi FeOOH . Tesis. Malang: Program Pascasarjana Universitas Brawijaya.
- Khoirotin, Faaizatunnisa, N., and 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): e2023042.
- Lassoued, A., dkk. (2017). Synthesis, structural, optical and morphological characterization of hematite through the precipitation method: Effect of varying the nature of the base. *Journal of Molecular Structure*, 1141, 99–106.
- Lawarti & Cahyaningrum (2022). Potential Antibacterial Activity of Hydroxyapatite Composite and Green Betel Leaf Extract (*Piper betle* L.) Against *Streptococcus mutans* Bacteria. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 11(1).
- Lee, J. B., Kim, H. J., Luznik, J., Jelen, A., Pajic, D., Wencka, M., Jaglicic, Z., 52 Meden, A., & Dolinšek, J. (2014). Synthesis and Magnetic Properties of Hematite Particles in a "Nanomedusa" Morphology. *Journal of Nanomaterials*, 1–9.
- Legodi, M.A. dan Waal, D. 2007. The Preparation of Magnetite, Goethite, Hematite and Maghemite of Pigment Quality from Mill Scale Iron Waste. *Dyes and Pigment*, 74(2): 161-168.
- Lestari, D. U. (2023). Synthesis of Hematite Red Pigment ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) from Iron Sand via Coprecipitation and Hydrothermal Method: A Review. Universitas Negeri Padang, Volume 1.
- Maghfiroh, Nur Laila. 2023. Synthesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Pengendap Alami dari Ekstrak Daun Jambu Biji dengan Variasi Lama Sintesis. Skripsi.

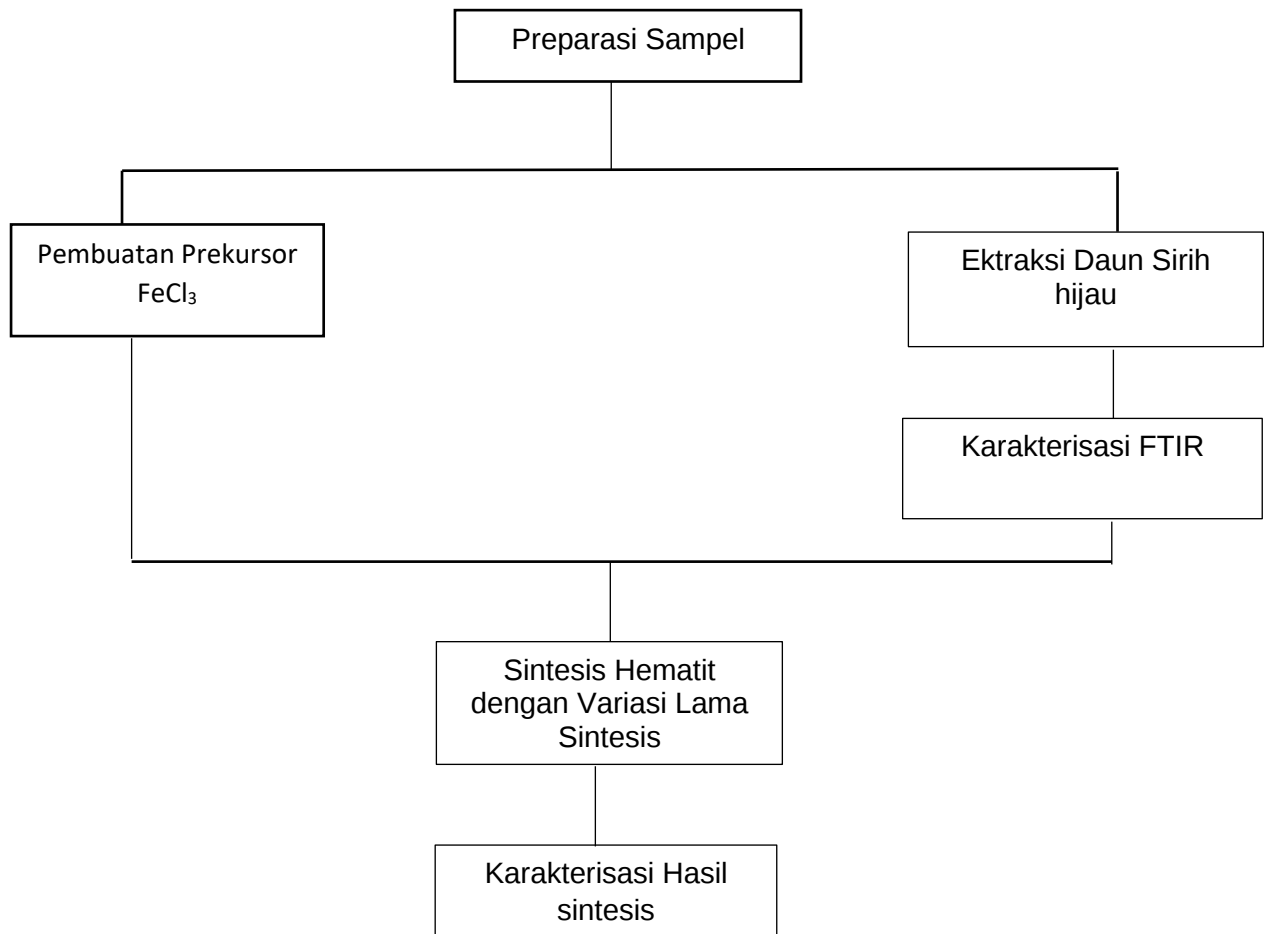
- Mahmoud, Z. H. (2017). The Magnetic Properties of Alpha Phase for Iron Oxide NPs that Prepared from its Salt by Novel Photolysis Method. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 9(8), 29-33. ISSN: 0975-7384. CODEN (USA): JCPRC5.
- Malangngi, L.P., Sangi, M.S., Paendonga, J.J.E. (2012). Penentuan Kandungan Tanin dan Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Biji Buah Alpukat (*Persea americana Mill.*). *Jurnal MIPA UNSRAT Online*, 1(1), 5-10.
- Masruroh, dkk., 2013. Penentuan ukuran Kristal (crystallite size) lapisan tipis PZT dengan metode XRD melalui pendekatan persamaan Debye Scherrer. FMIPA, Universitas Brawijaya.
- Miri, A. dkk. (2020). Biosynthesis, Magnetic and Cytotoxic Studies of Hematite Nanoparticles. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 30(3), 767–774.
- Mufti, N. Atma, T. Fuad, A. & Suradu, E. (2014) Synthesis and characterization of black, red and yellow nanoparticles pigments from the iron sand AIP Conference Proceedings, 1017 February 2015), 165-169.
- Mursal. 2017, Pengaruh Penambahan Asam Borat (H_3BO_3) Terhadap Hasil Karakterisasi Nanokristal TiO_2 , *PharmaXplore*, Vol. 1 No 2 November 2016
- Mursito, B. 2002. *Ramuan Tradisional Untuk Kesehatan Anak*. Jakarta: Penebar Swadaya
- Ningtias, A. F., Asyiah, I. N., & Pujiastuti. (2014). Manfaat Daun Sirih (*Piper betle L.*) Sebagai Obat Tradisional Penyakit Dalam di Kecamatan Kalianget Kabupaten Sumenep Madura. Jurusan Pendidikan MIPA, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Jember (UNEJ).
- Nisa, C. dkk. (2019). Sintesis Pigmen Geothit (α -FeOOH) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Presipitasi. *Journal of Chemistry*, 7(2), 40–45.
- Nuayi, A. W. (2023). "Sintesis Nanopartikel Besi (III) Oksida (Fe_2O_3) dengan Menggunakan Salt-Assisted Combustion Method (SACM)." Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Gorontalo.
- Oktavia, Y. (2018). Green Synthesis Material Magnetik $MnFe_2O_4$ dengan Adanya Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper betle L*) Sebagai Capping Agent dan Aktivitas Fotokatalitiknya [Skripsi].
- Pal, M., Rakshit, R., & Mandal, K. (2014). Facile functionalization of Fe_2O_3 nanoparticles to induce inherent photoluminescence and excellent photocatalytic activity. *Applied Physics Letters*, 104(23).
- Rahmawati, D. E., Khoiroh, L. M., Ningsih, R., Yusniyanti, F., Solawati, W., dan Sari, P. 2020. Synthesis of Hematite Pigment (α - Fe_2O_3) from Iron Lathe Waste Using Precipitation Sonication Method as Anti-swelling on Wood. *International Journal of Mechanical Engineering Technologies and Applications*, 1(2), 69-76.
- Ratnawati, E., & Praptomo, S. (2023). Penerapan Pembelajaran Kimia Hijau Melalui Project Based Learning (PjBL) Pada pembelajaran Kimia SMA. *UNESA Journal of Chemical Education*, 12(2), 141–147. ISSN: 2252-9454.
- Razoki, dkk., 2023. Phytochemical screening test and measurement of total flavonoid levels in paku (*Nephrolepis biserrata*) extract with *n*-hexane, ethyl acetate, and water fractions. *Journal of Pharmaceutical and Sciences*, 6(3), ISSN: 2656-3088.

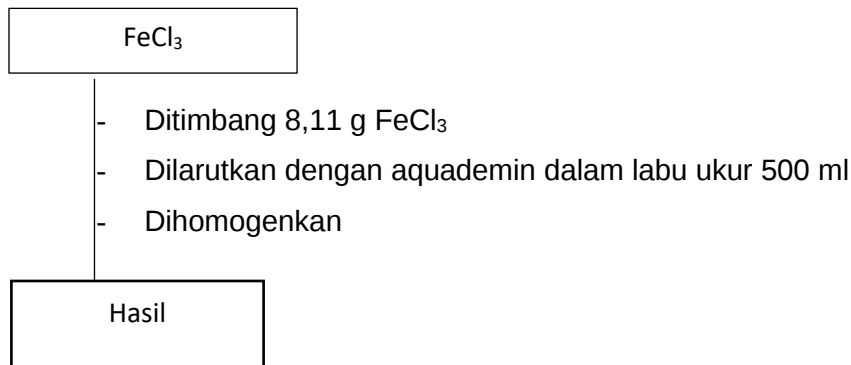
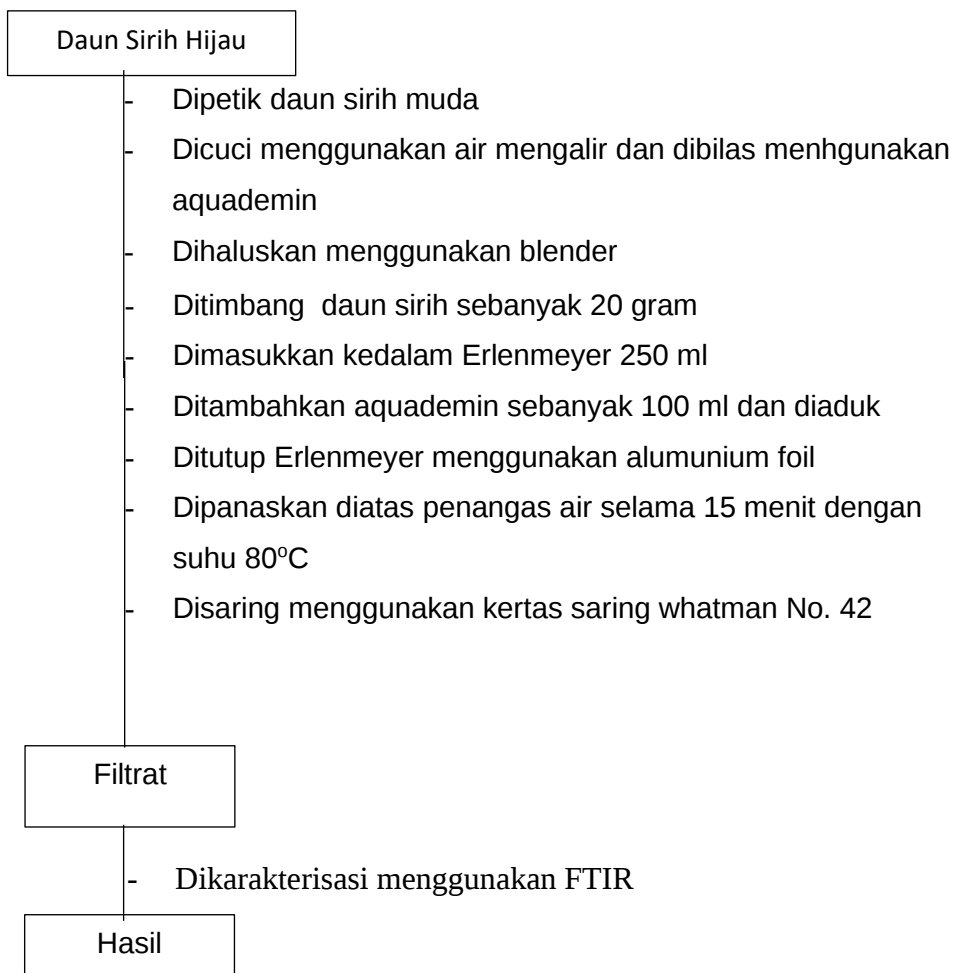
- Rianna, M., Hamid, M., Handayani, F., Sebayang, A. M. S., Rangkuti, W. R., Situmorang, M., Sembiring, T., Setiadi, E. A., Tetuko, A. P., & Sebayang, P. (2022). "Studi dan karakterisasi Fe_3O_4 yang disintesis dari pasir besi alam Sumatera Utara". *J. Aceh Phys. Soc.*, 11(2).
- Rufus, A., Sreeju, N., and Philip, D. 2016. Synthesis of Biogenic Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Nanoparticles for Antibacterial and Nanofluid Applications. Departement of Physics. India.
- Saragi. T. dkk., 2018 Karakterisasi Optik Dan Kristal Nanopartikel Magnetit, Vol 2, No 1
- Sari, Z. D. 2020. Green Synthesis Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Teh Hijau (*Camellia Sinensis*) dengan Metode Presipitasi (Doctoral Dissertation, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim).
- Septityana, dkk. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Youngster Physics Journal*, 1(4): 95-100.
- Setiadi, E. A., Simanjuntak, S., Sochada, A. M., & Sebayang, P. (2016). "Pembuatan dan Karakterisasi $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Berbasis Limbah Baja Mill Scale dengan Aditif FeMo." Dalam Seminar Nasional Sains dan Teknologi, Prodi Teknik Mesin, Universitas Pamulang
- Shen, L., Qiao, Y., Guo, Y., Tan, J., 2012. Preparation and formation of nano-iron mechanism Oxide black pigment from blast furnace flue dust. school of chemistry and chemical Occure engineering. Departement of Tianjin University 39 737-747
- Shihab, Q. M. (2002). *Tafsir al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Lentera Hati.
- Shriner, R.L. 2004. The Systematic Identification of Organic Compound. Wiley; John Wiley and Sons, Inc.
- Silva, M. A., Rocha, C. V., Gallo, J., Felgueiras, H. P., & de Amorim, M. T. P. (2020). Porous composites based on cellulose acetate and alfa-hematite with optical and antimicrobial properties. *Carbohydrate Polymers*, 241.
- Soekansa, A. F, dkk., (2023). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari Pasir Besi Kabupaten Sijunjung, Sumatera Barat, Indonesia. *Chemistry Journal of Universitas*, 12(1).
- Suyanti. Purwani. 2008. Peningkatan Neodimium Secara Proses Pengendapan Bertingkat Memakai Amonia. Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir: Yogyakarta, Batan: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan. Halaman 429-438.
- Syahrir, dkk., 2021. Kajian Potensi Senyawa Metabolit Sekunder Ekstrak Daun Sirih. Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang. 978-623-98762-1-0.
- Syaron Manongko, P., Sangi, S., Momuat, I., Kimia, P., Mipa, F., & Ratulangi, S. (2020). *Uji Senyawa Fitokimia dan Aktivitas Antioksidan Tanaman Patah Tulang (Euphorbia tirucalli L)*. Jurnal MIPA 9 (2) 64-69
- Ulfah, Maria. (2022). Konsep Pengetahuan Lingkungan Green Chemistry pada Program Studi Pendidikan Biologi. Semarang: Pendidikan Biologi FPMIPA IKIP PGRI Semarang.
- Vujtek, M. Zboril, R. Kubinek, R., dan Mashlan, M. 2003. Ultrafine Particles of Iron (III) Oxides by View of AFM Novel Route for Study of Polymorphism in Nano-World. Science. Technology and Education of Microscopy, 1: 1–8.

- Wahyuni, T., & Ab, S. (2014). Pemanfaatan Tanin Ekstrak Daun Jambu Biji terhadap Laju Korosi Besi dalam Larutan NaCl 3%. *Jurnal Penelitian dan Pengembangan Teknologi Energi*, 3(1), 45–52.
- Yazirin, C., Puspitasari, P., Sasongko, M. I. N., Tsamroh, D. I., & Risdanareni, P. (2017). Phase Identification and Morphology Study of Hematite (Fe_2O_3) With Sintering Time Variations. Mechanical Engineering Department, Engineering Faculty, State University of Malang.
- Yoonus, J., Resmi, R., & Beena, B. (2020). Evaluation of antibacterial and anticancer activity of green synthesized iron oxide ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, 46, 2969–2974.
- Zanur. (2017). "Sintesis Dan Karakterisasi Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Dari Bijih Besi Di Jorong Kepalo Bukik Kabupaten Solok Selatan Menggunakan Metode Presipitasi." *Jurnal Fisika Unand*, 6(2), ISSN 2302-8491.
- Zulaicha, Siti Annisa, dkk. 2020. Green Synthesis Nanopartikel Perak (AgNPs) Menggunakan Bioreduktor Alami Ekstrak Daun Ilalang (*Imperata cylindrica* L), *Journal of Natural and Applied Sciences*.

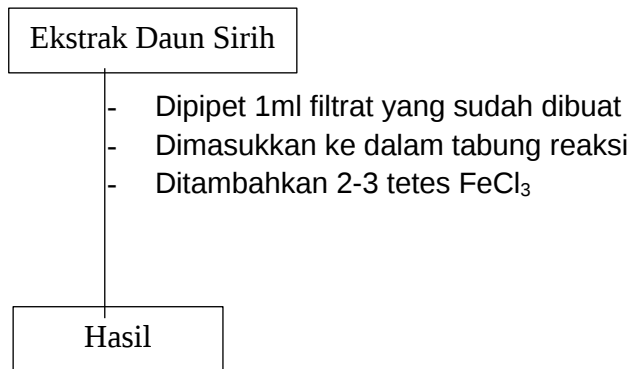
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan penelitian

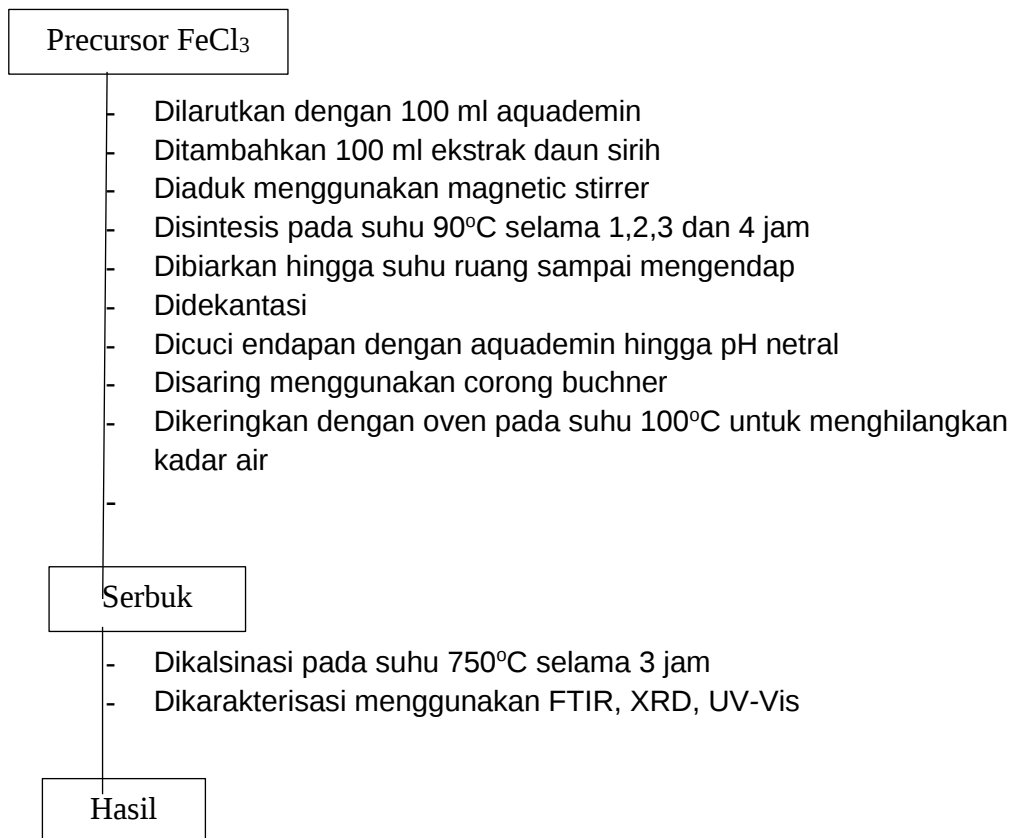


Lampiran 2. Diagram Alir**1. Pembuatan Prekursor FeCl_3** **2. Ekstrak Daun Sirih Hijau (*piper betle L*)**

3. Identifikasi kualitatif Tanin pada Ekstrak Daun Sirih



4. Sintesis Senyawa Pigmen Hematit dengan Variasi Waktu Sintesis



Lampiran 3. Perhitungan Pembuatan Larutan FeCl₃ 1 M dalam 200 mL

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

$$M = \frac{mol}{v}$$

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

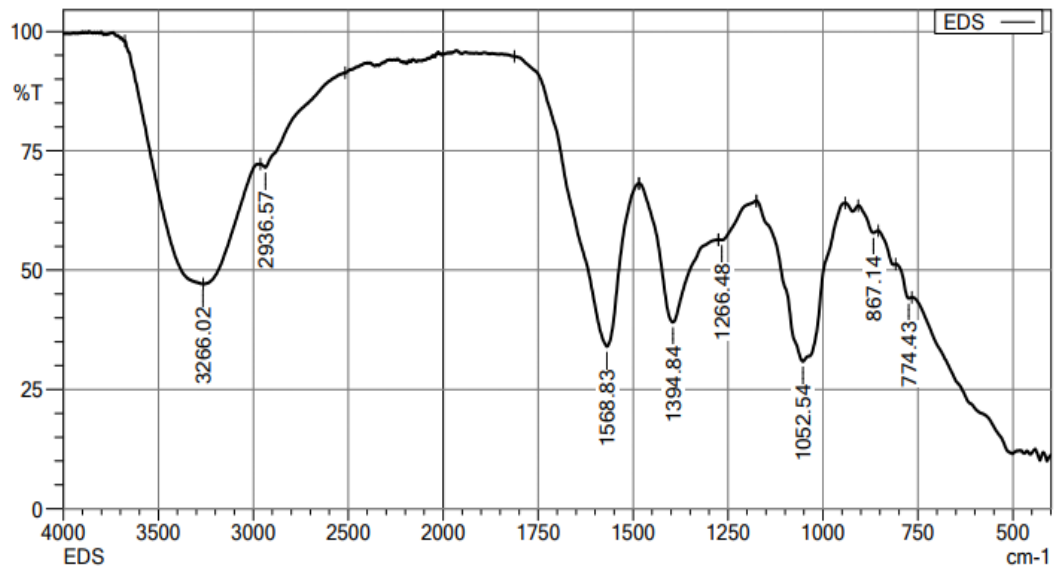
$$Mol = \frac{m}{Mr}$$

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

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

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi FTIR

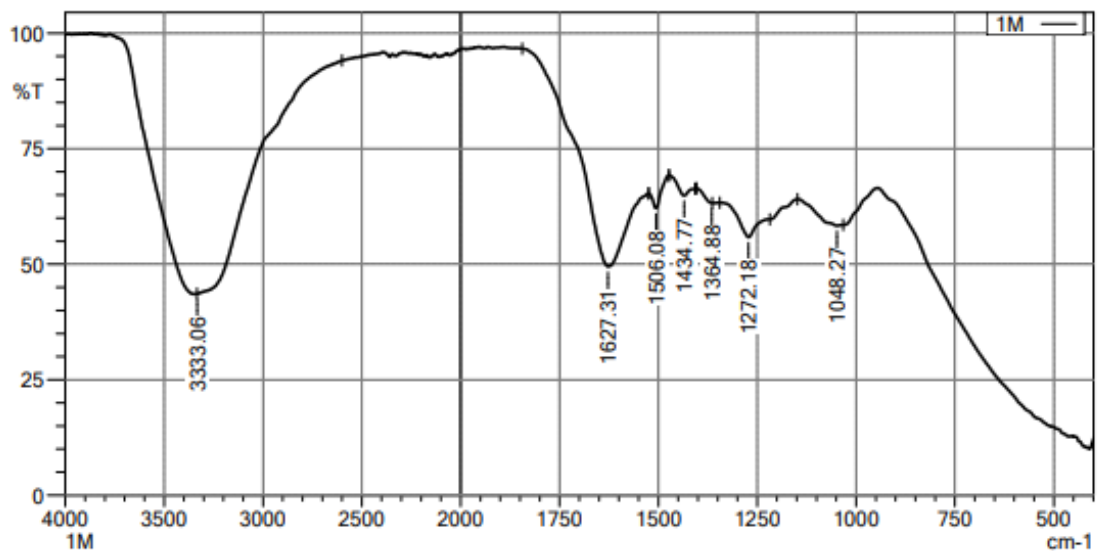
L. 4.1 Hasil Karakterisasi FTIR Daun Sirih Hijau



Gambar L. 4.1 Hasil karakterisasi FTIR daun sirih hijau

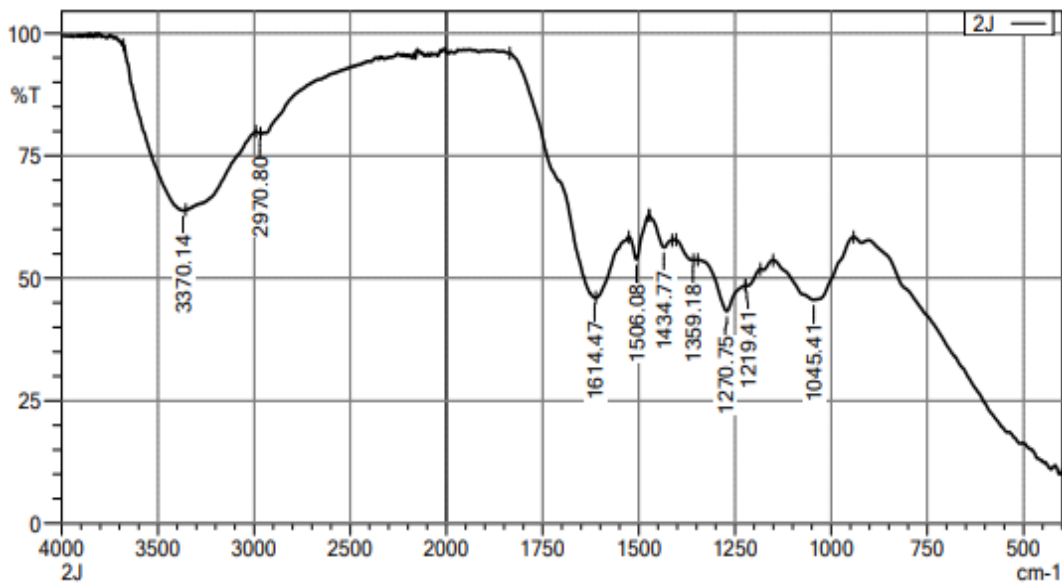
L. 4.2 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi

L.4.2.1 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 1 Jam



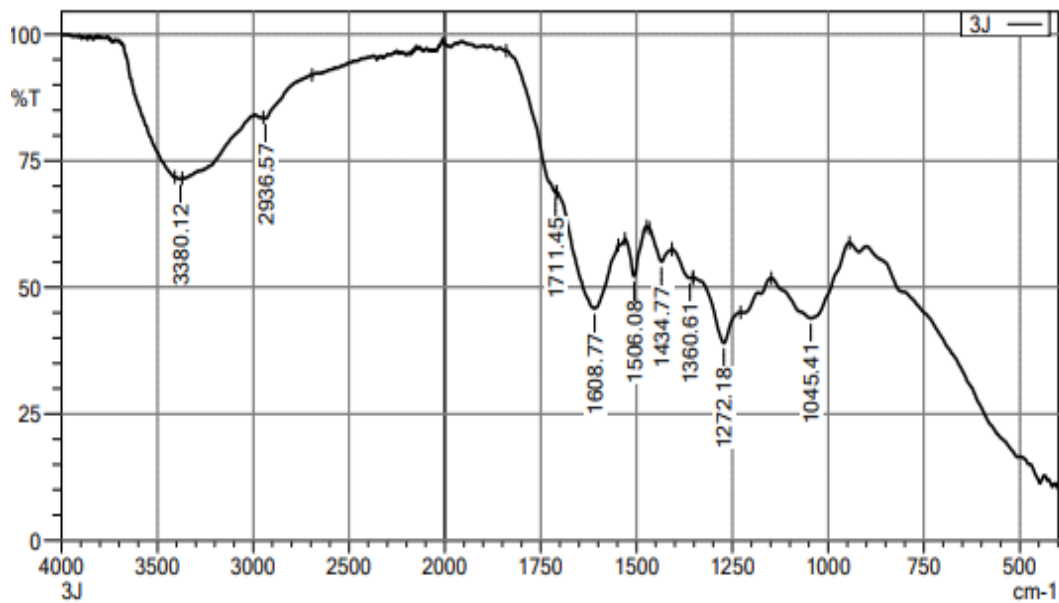
Gambar L.4.2.1 Hasil karakterisasi FTIR sebelum kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 1 jam

L.4.2.2 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 2 Jam



Gambar L.4.2.2 Hasil karakterisasi FTIR sebelum kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 2 jam

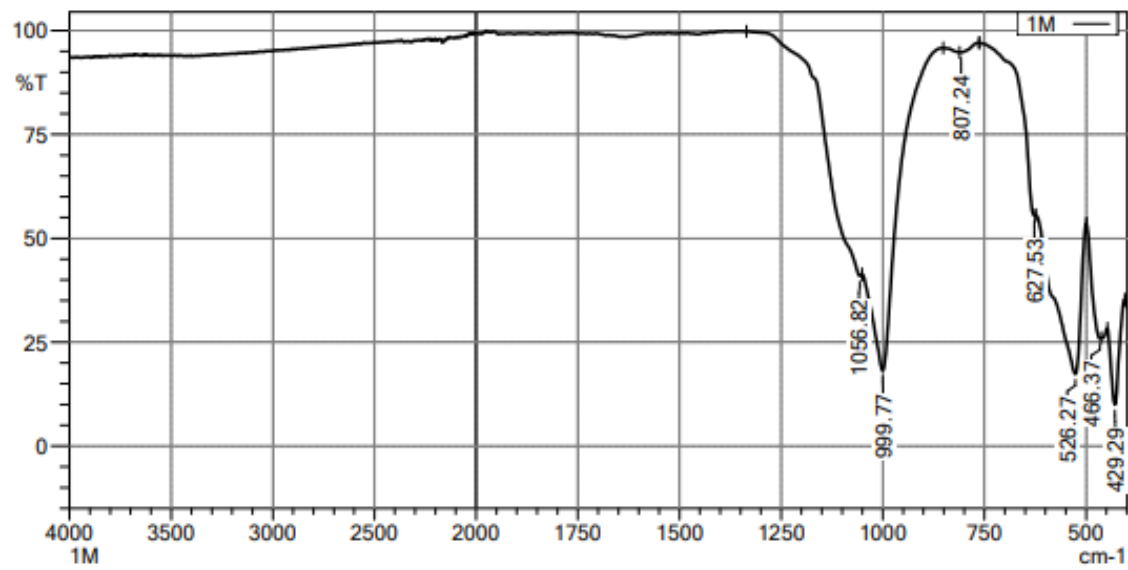
L.4.2.3 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 3 Jam



Gambar L.4.2.3 Hasil karakterisasi FTIR sebelum kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 3 jam

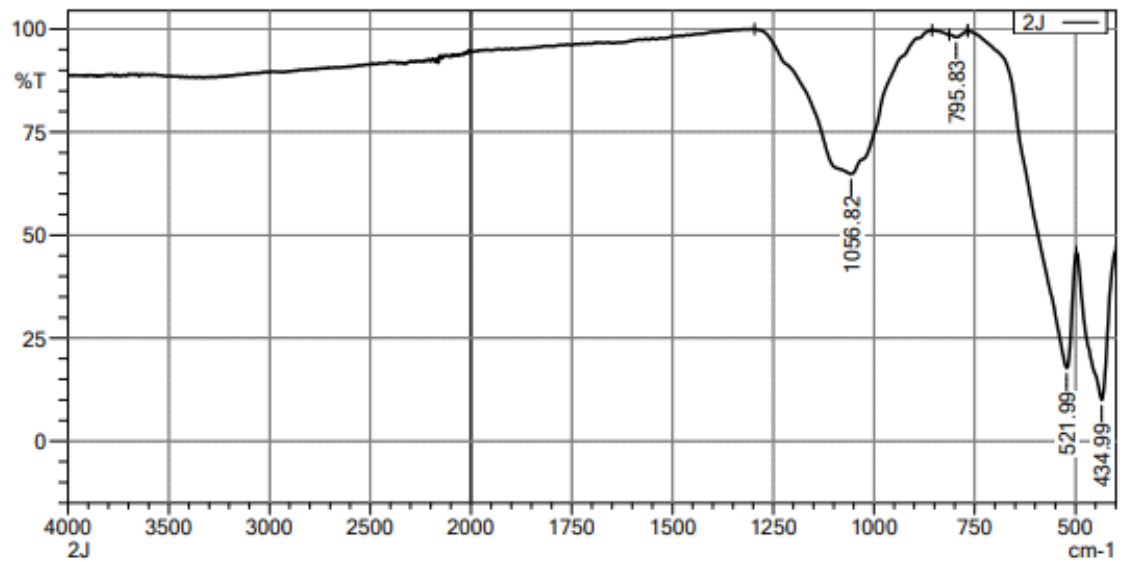
L. 4.3 Hasil Karakterisasi FTIR Sesudah Kalsinasi

L.4.3.1 Hasil Karakterisasi FTIR Sesudah kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 1 Jam



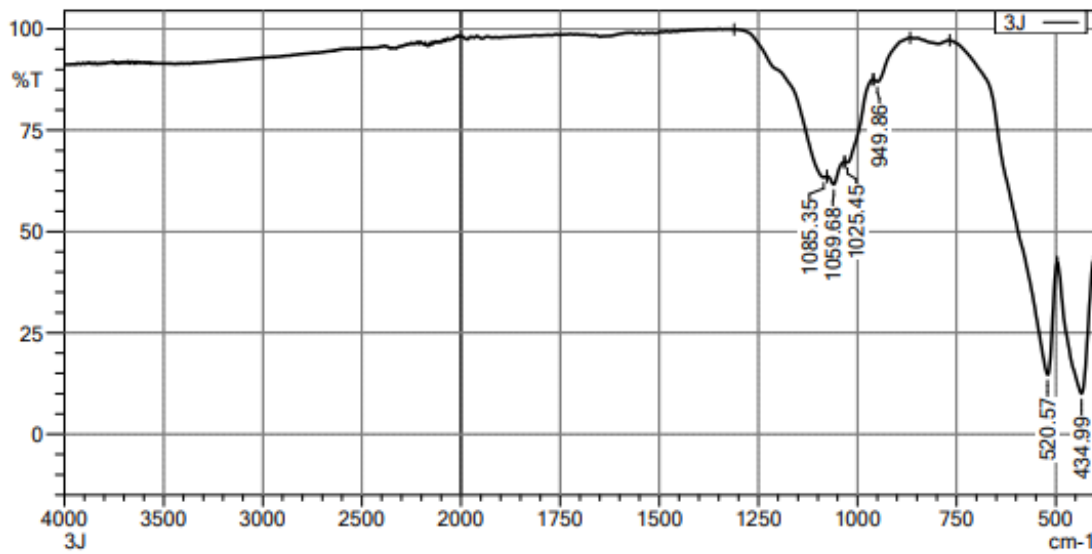
Gambar L.4.3.1 Hasil karakterisasi FTIR sesudah kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 1 jam

L.4.3.2 Hasil Karakterisasi FTIR Sesudah kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 2 Jam



Gambar L.4.3.2 Hasil karakterisasi FTIR sesudah kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 2 jam

L.4.3.3 Hasil Karakterisasi FTIR Sesudah kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 3 Jam

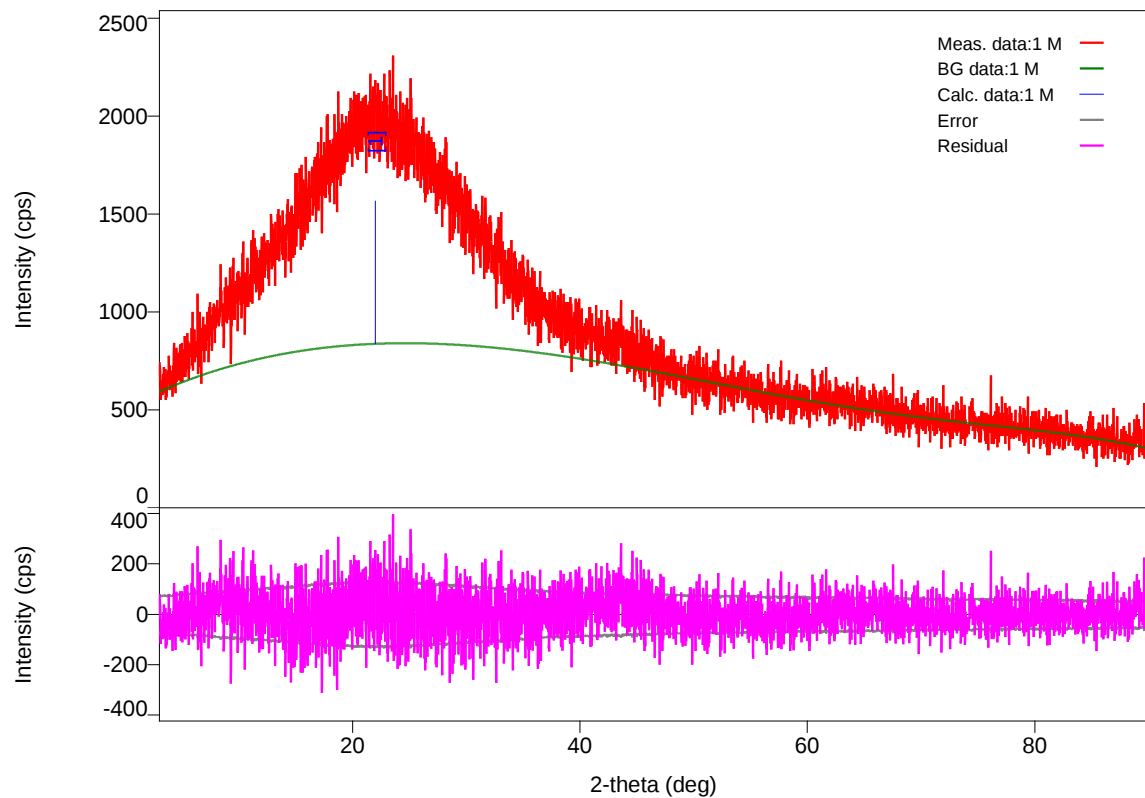


Gambar L.4.3.3 Hasil karakterisasi FTIR sesudah kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 3 jam

Lampiran 5. Hasil karakterisasi XRD

L.5.1 Hasil Karakterisasi XRD Sebelum kalsinasi

L.5.1.1 Hasil Karakterisasi XRD Sebelum kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 1 Jam

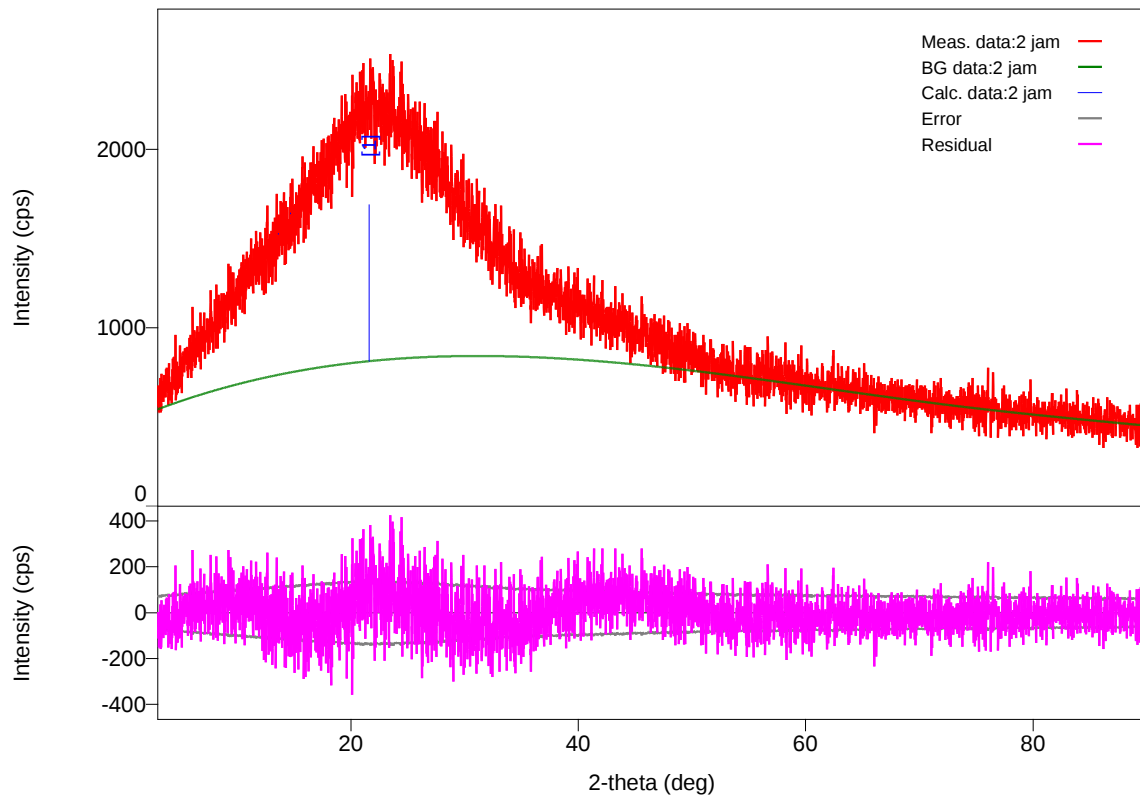


Gambar L.5.1.1 Hasil karakterisasi XRD sebelum kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 1 jam

Tabel L.5.1.1 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida waktu sintesis selama 1 jam

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	22.01(14)	4.04(3)	730(78)	18.64(12)	15392(159)	21(2)	0.93(3)

L.5.1.2 Hasil Karakterisasi XRD Sebelum kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 2 Jam

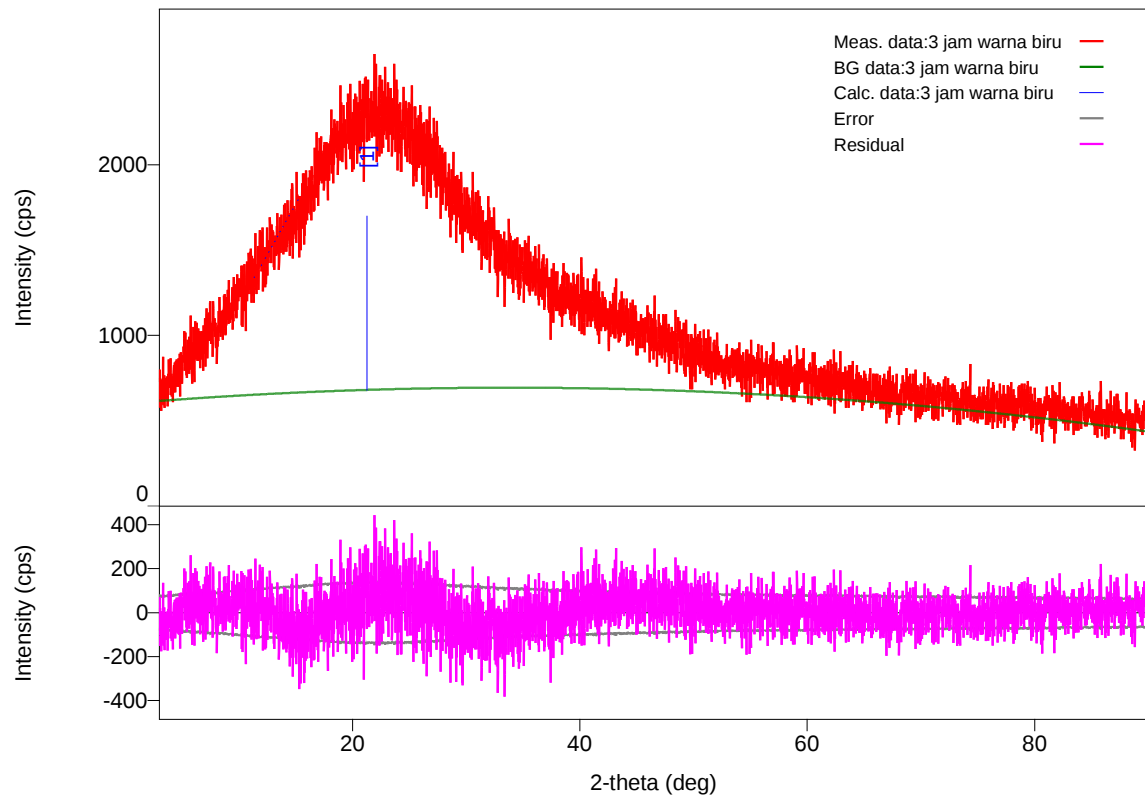


Gambar L.5.1.2 Hasil karakterisasi XRD sebelum kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 2 jam

Tabel L.5.1.2 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida waktu sintesis selama 2 jam

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	21.60(15)	4.11(3)	878(86)	20.59(13)	21641(198)	25(3)	0.85(3)

L.5.1.3 Hasil Karakterisasi XRD Sebelum kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 3 Jam



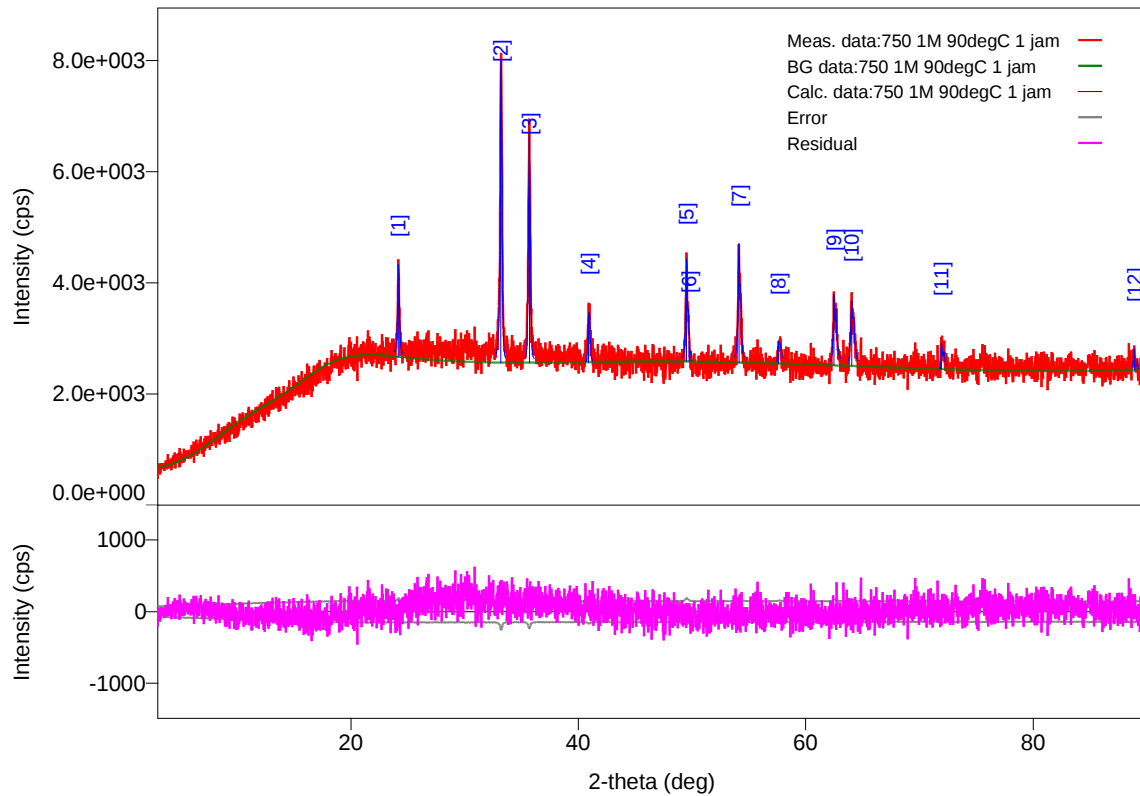
Gambar L.5.1.3 Hasil karakterisasi XRD sebelum kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 3 jam

Tabel L.5.1.3 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida waktu sintesis selama 3 jam

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	21.27(10)	4.175(19)	1020(92)	22.73(17)	29266(309)	29(3)	0.686(16)

L.5.2 Hasil Karakterisasi XRD Sesudah kalsinasi

L.5.2.1 Hasil Karakterisasi XRD Sesudah kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 1



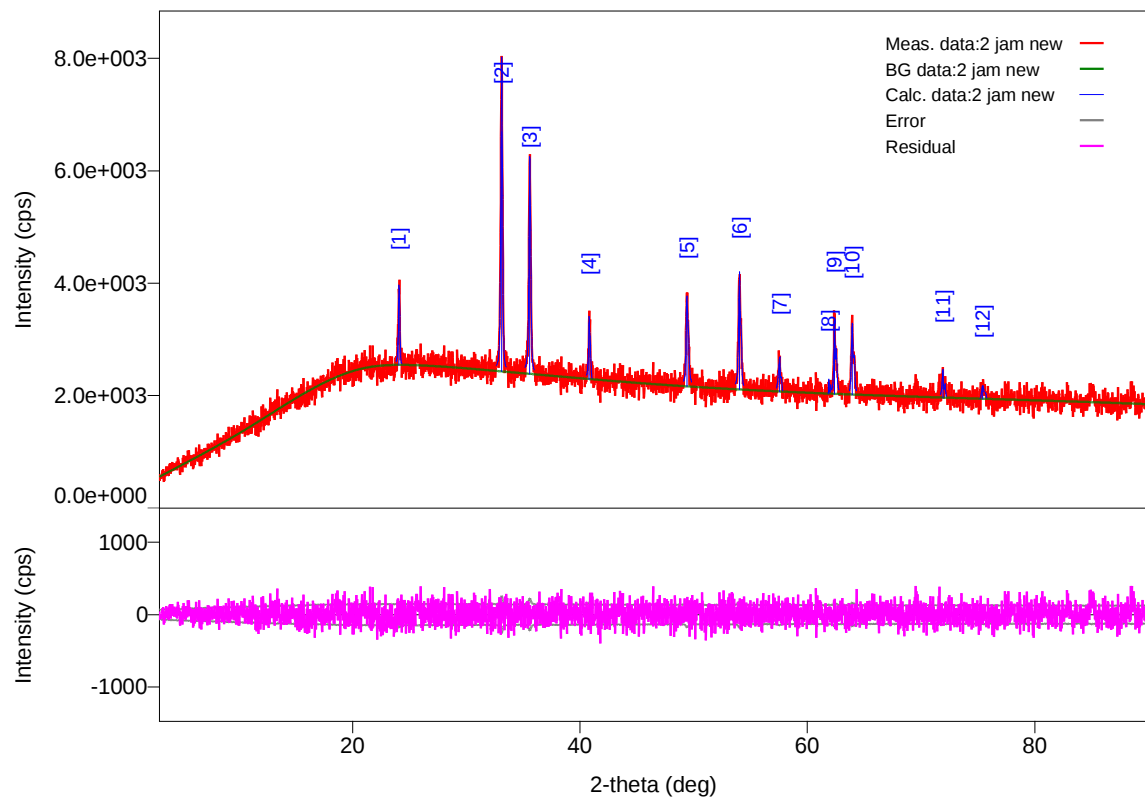
Jam

Gambar L.5.2.1 Hasil karakterisasi XRD sesudah kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 1 jam

Tabel L.5.2.1 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida waktu sintesis selama 1 jam

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

L.5.2.2 Hasil Karakterisasi XRD Sesudah kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 2 Jam

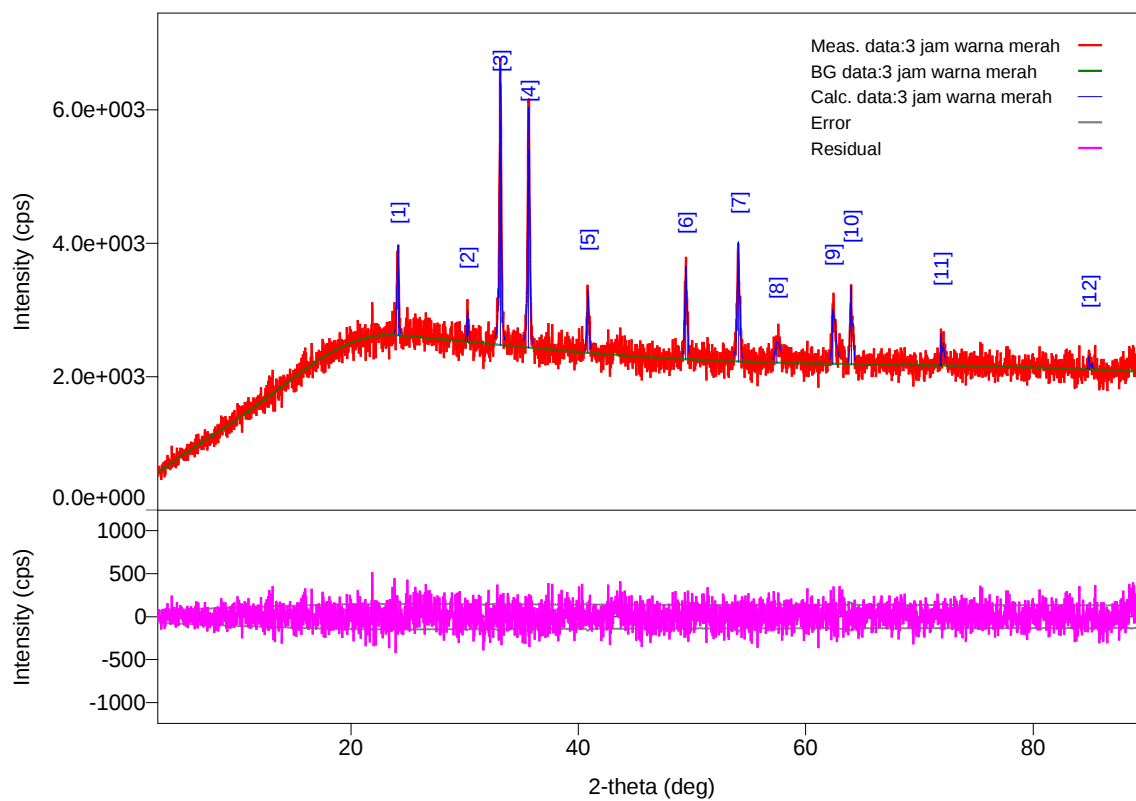


Gambar L.5.2.2 Hasil karakterisasi XRD sesudah kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 2 jam

Tabel L.5.2.2 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida waktu sintesis selama 2 jam

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.069(9)	3.6945(13)	1194(100)	0.103(14)	181(15)	0.15(3)	0.5(2)
2	33.117(6)	2.7029(5)	4268(189)	0.154(7)	845(19)	0.198(13)	1.9(4)
3	35.582(8)	2.5211(5)	3171(163)	0.141(10)	622(18)	0.196(16)	1.5(4)
4	40.793(5)	2.2102(3)	1004(91)	0.110(16)	155(14)	0.15(3)	0.5(3)
5	49.398(13)	1.8435(4)	1418(109)	0.161(18)	329(17)	0.23(3)	1.1(4)
6	54.033(10)	1.6958(3)	1825(123)	0.160(12)	403(17)	0.22(2)	1.7(5)
7	57.57(3)	1.5996(7)	507(65)	0.18(3)	114(17)	0.22(6)	4(4)
8	61.872(9)	1.4984(2)	244(45)	0.05(3)	13(9)	0.05(5)	0.5(15)
9	62.368(4)	1.48767(9)	1294(104)	0.121(14)	239(15)	0.18(3)	0.5(3)
10	63.946(14)	1.4547(3)	1201(100)	0.154(14)	245(16)	0.20(3)	1.6(7)
11	71.926(7)	1.31167(1)	477(63)	0.11(3)	83(12)	0.17(5)	4(6)
12	75.41(5)	1.2594(7)	236(44)	0.19(5)	48(17)	0.20(11)	1.2(15)

L.5.2.3 Hasil Karakterisasi XRD Sesudah kalsinasi dengan Variasi Waktu Sintesis 3 Jam



Gambar L.5.2.3 Hasil karakterisasi XRD sesudah kalsinasi dengan variasi waktu sintesis 3 jam

Tabel L.5.2.3 Daftar puncak yang muncul pada difraktogram besi oksida waktu sintesis selama 3 jam

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.167(16)	3.680(2)	953(89)	0.172(19)	197(18)	0.21(4)	4(3)
2	30.27(2)	2.9507(19)	385(57)	0.12(4)	66(15)	0.17(6)	2.8(19)
3	33.135(8)	2.7014(6)	3379(168)	0.143(10)	697(18)	0.206(16)	1.2(3)
4	35.603(10)	2.5196(7)	2965(157)	0.166(10)	649(19)	0.219(18)	0.8(2)
5	40.82(2)	2.2087(11)	814(82)	0.15(3)	169(16)	0.21(4)	1.3(9)
6	49.458(16)	1.8414(5)	1159(98)	0.170(19)	263(17)	0.23(3)	1.9(9)
7	54.087(5)	1.69420(15)	1495(112)	0.165(15)	362(18)	0.24(3)	3.9(6)
8	57.45(15)	1.603(4)	234(44)	0.52(17)	184(32)	0.8(3)	0.7(9)
9	62.38(3)	1.4874(5)	751(79)	0.22(4)	281(20)	0.37(7)	0.6(4)
10	64.005(4)	1.45351(9)	1073(95)	0.144(15)	197(16)	0.18(3)	4(2)
11	71.91(2)	1.3119(3)	484(64)	0.12(3)	94(15)	0.19(6)	0.7(6)
12	84.93(2)	1.1409(2)	200(41)	0.12(6)	31(14)	0.15(10)	5(17)

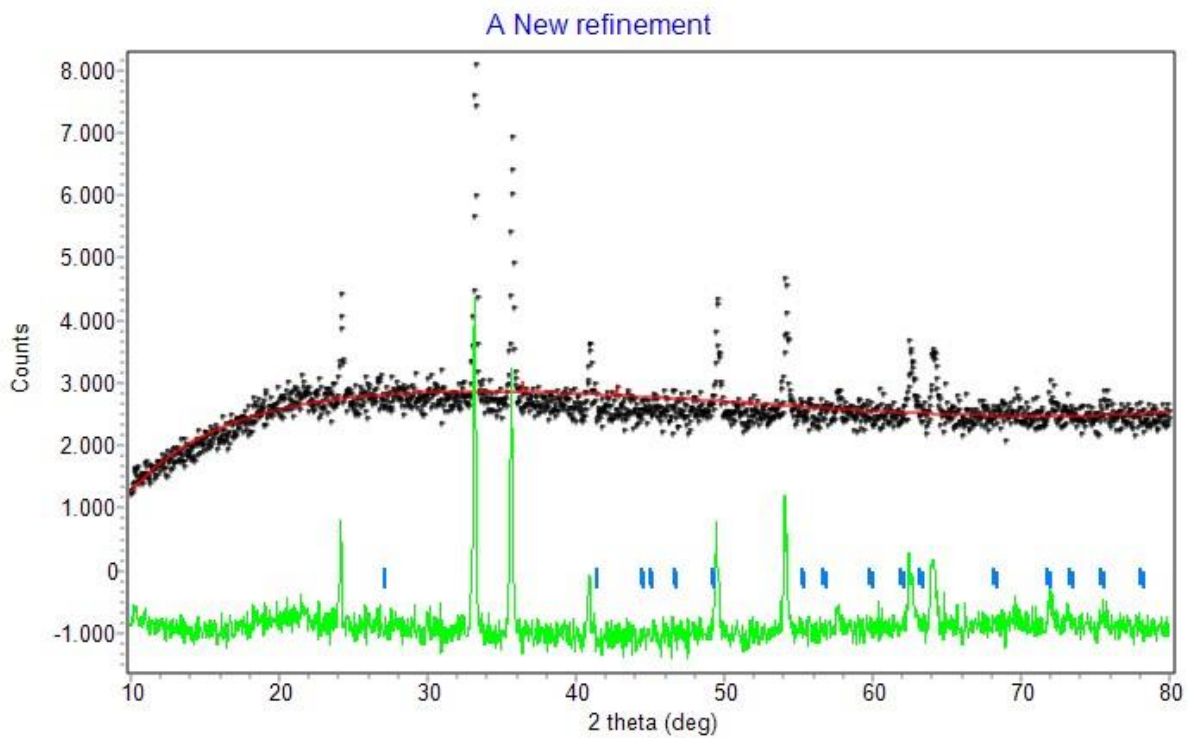
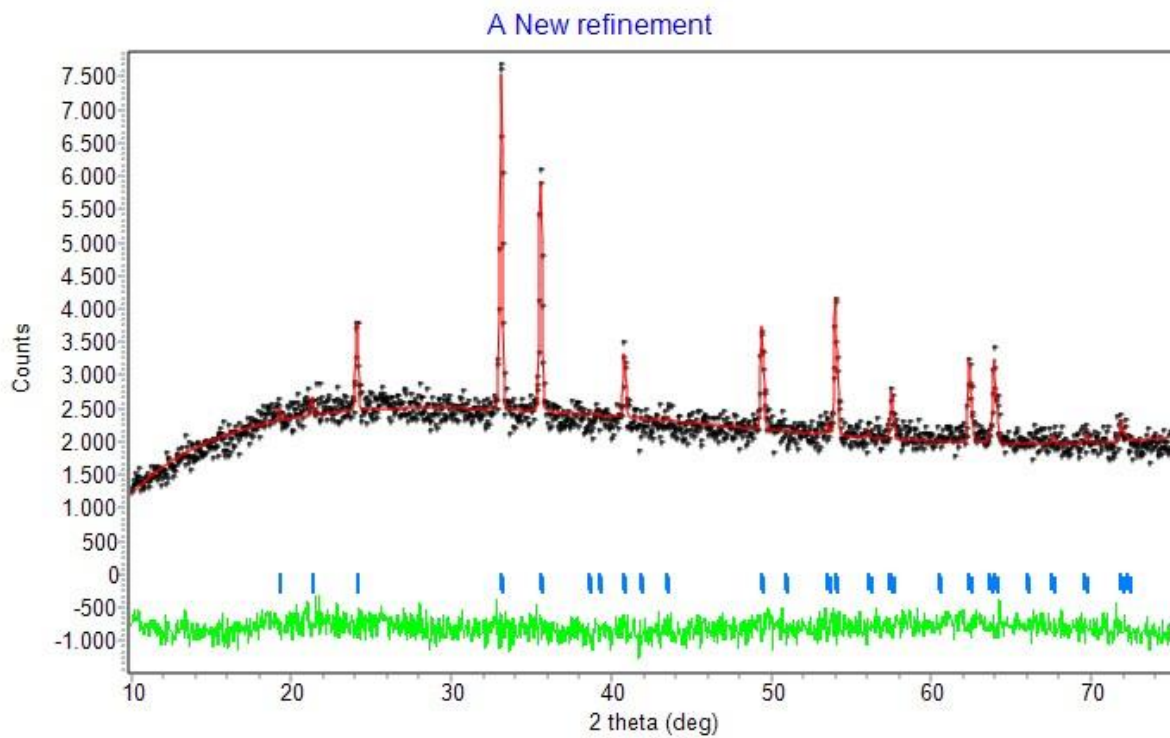
Lampiran 6 Perhitungan Ukuran Kristal Hematit

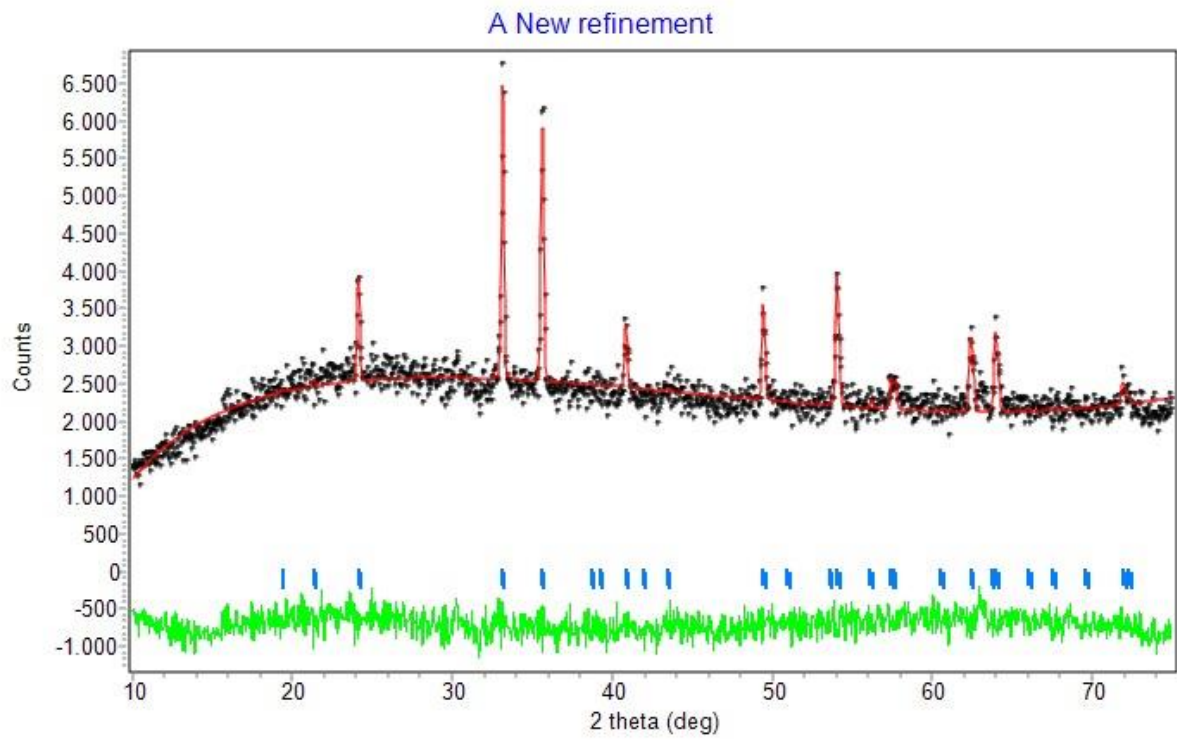
Untuk menghitung ukuran kristal pada salah satu hasil sintesis hematit dalam variasi 1 jam menggunakan persamaan data Debye-Scherrer sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 \lambda &= 1,54060 \text{ \AA} \\
 \beta \text{ (FWHM)} &= 0,23461 \longrightarrow \frac{FWHM \times \pi}{180} = \frac{0,23461 \times 3,14}{180} = 0,00409 \\
 2\theta &= 33,194 \\
 \theta &= 16,594 \\
 \cos \theta &= 0,99421
 \end{aligned}$$

Sehingga ukuran kristal hematit sebesar:

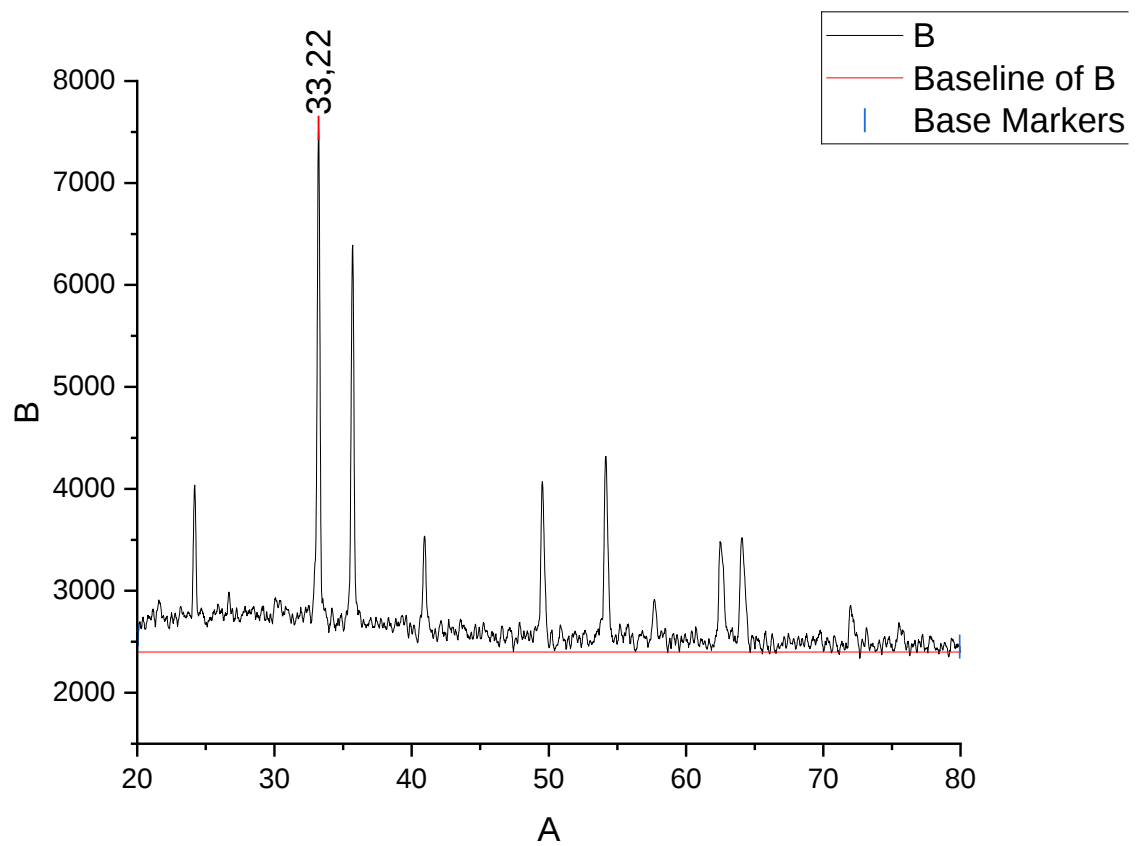
$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00409 \times 0,99421} = 340,981 \text{ \AA} = 34,09 \text{ nm}$$

Lampiran 7. Hasil Refinement Hematit Hasil Sintesis dengan Standar Hematit**L.7.1 Hasil *Refinement* Hematit Hasil Sintesis dengan Standar Hematit variasi 1 jam****L.7.2 Hasil *Refinement* Hematit Hasil Sintesis dengan Standar Hematit variasi 2 jam**

L.7.3 Hasil *Refinement* Hematit Hasil Sintesis dengan Standar Hematit variasi 3 jam

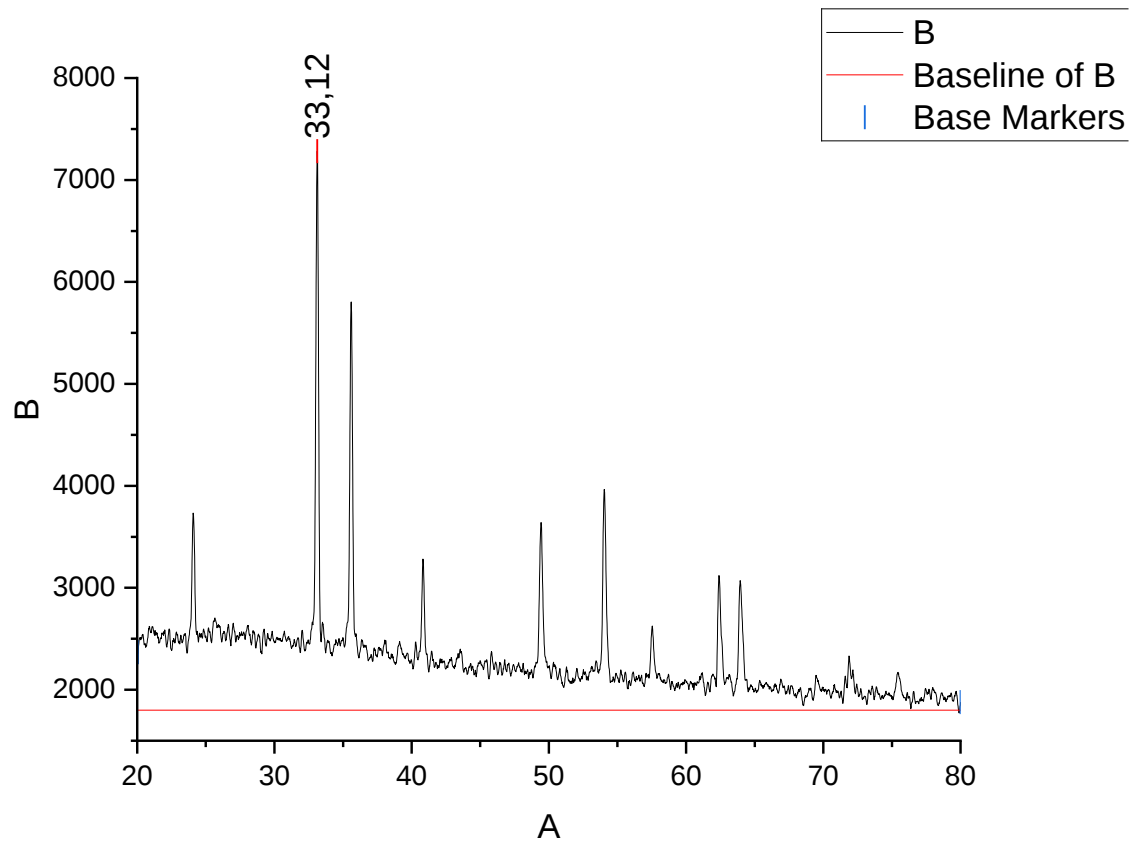
[illegible]

Luas area puncak

[illegible]

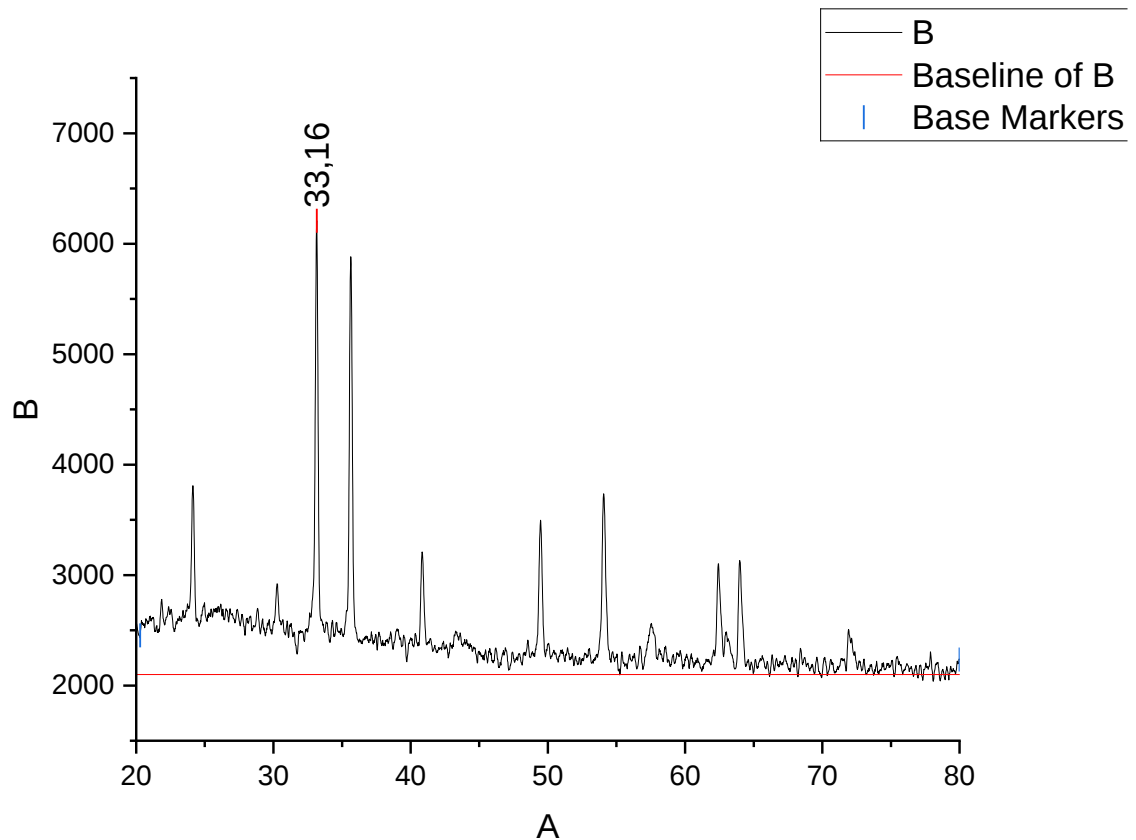
[illegible]

Luas area puncak

[illegible]

[illegible]

Luas area puncak



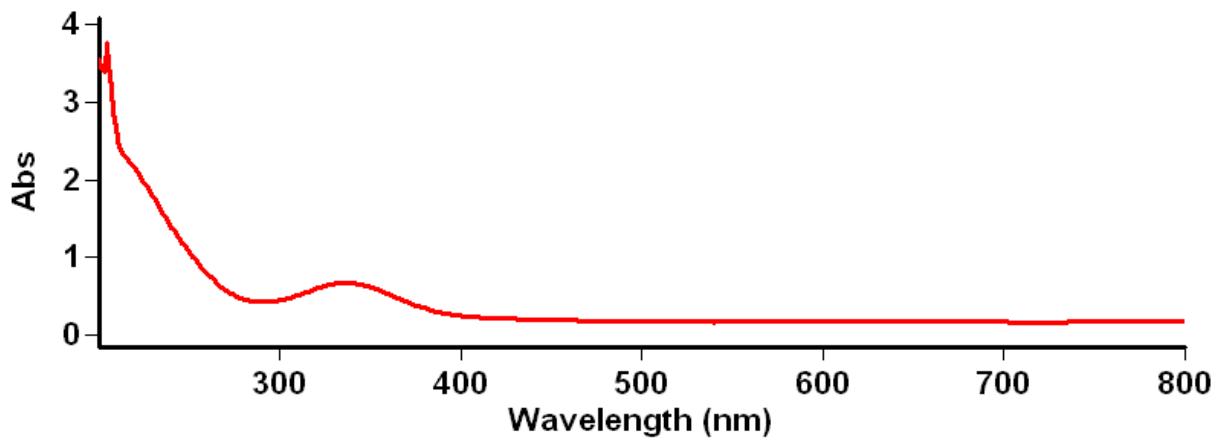
	A(X)	B(Y)	C(Y)	D(Y)	E(Y)	F(Y)	G(Y)	H(Y)	I(Y)
Long Name	Index	Area	AreaIntgP(%)	Row Index	Beginning X	Ending X	FWHM	Center	Height
Units									
Comments	Integral Result of B	Integral Result of B	Integral Result of B	Integral Result of B	Integral Result of B	Integral Result of B	Integral Result of B	Integral Result of B	Integral Result of B
F(x)=									
1	1	17927,65582	95,86898	659	20,28	80	0,24214	33,16	4107,23777
2									
3									
4									
5									
6									
7									

Perhitungan menggunakan excel

	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P
1	1971.153	10455.42	16540.81			5930.275	22367.05	29107.82			3533.468	14522.999	17927.66		
2	2612.71					4109.956					946.8496				
3	1894.46		63.20984			3697.43		76.84209			1903.846		81.00891		
4	714.1414					3156.912					2046.716				
5	878.0279					1111.9					1182.951				
6	1041.012					1652.959					1330.489				
7	555.6105					1148.233					1153.37				
8	500.8296					641.5254					992.3903				
9	287.4752					917.8647					777.3552				
10											655.5632				

Lampiran 9. Hasil karakterisasi UV-VIS

L.9.1 Hasil karakterisasi UV-VIS dengan variasi 1 jam



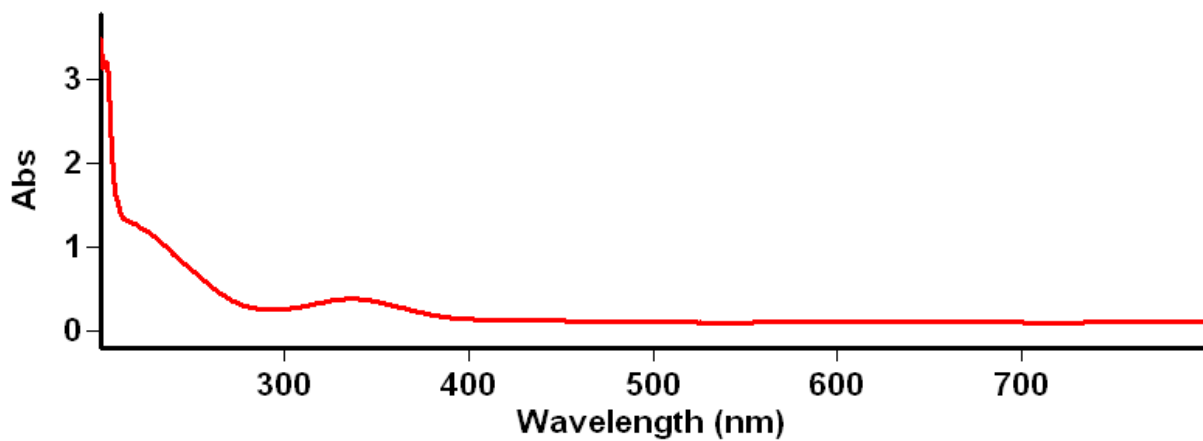
Wavelength (nm) Abs

608.0 0.184

337.0 0.674

204.0 3.763

L.9.2 Hasil karakterisasi UV-VIS dengan variasi 2 jam



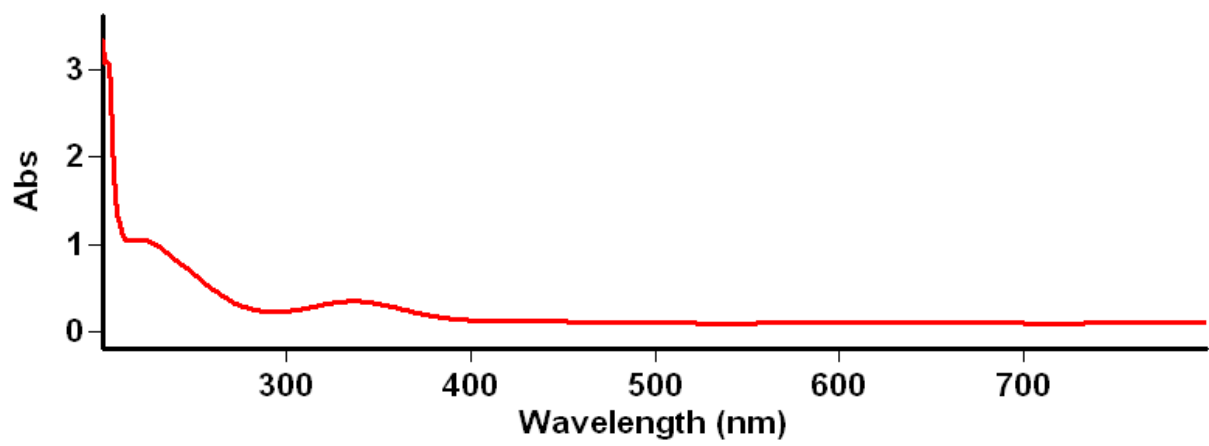
Wavelength (nm) Abs

670.9 0.113

337.0 0.382

203.0 3.197

L.9.3 Hasil karakterisasi UV-VIS dengan variasi 3 jam



Wavelength (nm)	Abs
633.0	0.111
336.1	0.350
201.9	3.092

Lampiran 10. Dokumentasi

L.10.1 Ekstrak Daun Sirih



preparasi daun sirih



daun sirih dihaluskan dengan blender



proses ekstraksi selama 30 menit



disaring menggunakan kertas saring



uji kualitatif tanin

L.10.2 Sintesis Pigmen Hematit



Prekursor + ekstrak daun sirih



Disaring menggunakan corong buchner



Ditanur dengan suhu 750°C selama 3 jam



Hasil setelah ditanur

