

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

SKRIPSI

Oleh:
RAMADHANA FATAHILLAH AL AKBAR
NIM. 200603110116



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

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

SKRIPSI

**Oleh:
RAMADHANA FATAHILLAH AL AKBAR
NIM. 200603110116**

**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**

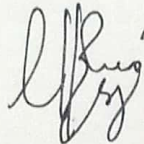
**SINTESIS PIGMEN HEMATIT ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN SIRIH HIJAU
(*Piper Betle L.*) DENGAN VARIASI SUHU PRESIPITASI**

SKRIPSI

Oleh:
RAMADHANA FATAHILLAH AL AKBAR
NIM. 200603110116

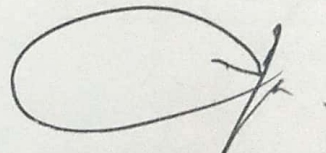
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 5 Desember 2024

Pembimbing I



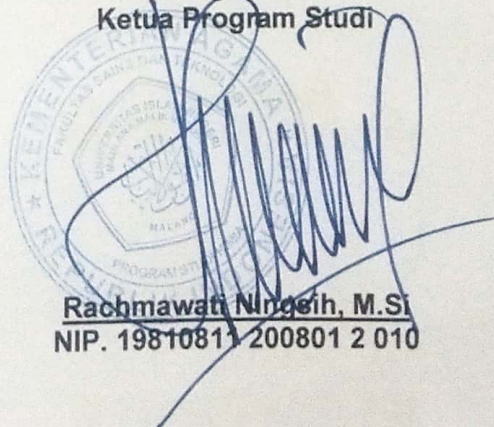
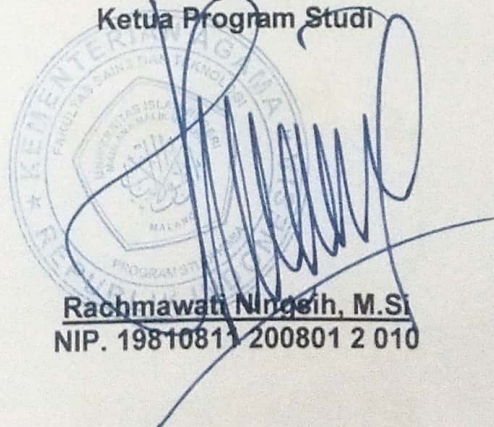
Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 201903 2 008

Pembimbing II



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

Mengetahui,
Ketua Program Studi



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

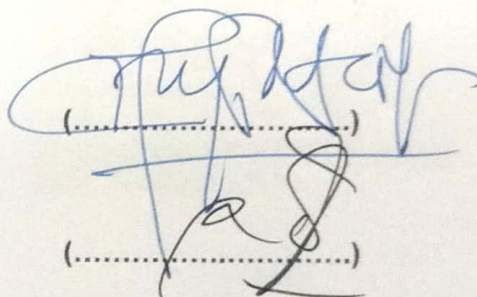
**SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN SIRIH HIJAU
(*Piper Betle L.*) DENGAN VARIASI SUHU PRESIPITASI**

SKRIPSI

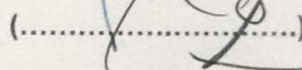
Oleh:
RAMADHANA FATAHILLAH AL AKBAR
NIM. 200603110116

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

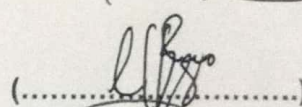
Ketua Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

(.....)


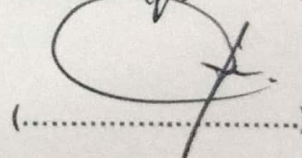
Anggota Penguji I : Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIP. 19830125 202321 2 020

(.....)


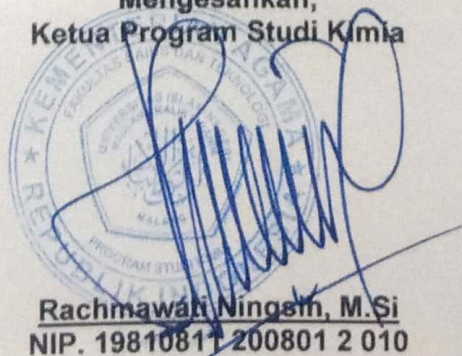
Anggota Penguji II : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 201903 2 008

(.....)


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 : Ramadhana Fatahillah Al Akbar
NIM : 200603110116
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle* L.) Dengan Variasi Suhu Presipitasi

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

Malang, 5 Desember 2024
Yang membuat pernyataan,



Ramadhana Fatahillah Al Akbar
NIM. 200603110116

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. Atas segala Rahmat dan karunia-Nya. Sehingga saya dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Dengan segala kerendahan hati dan rasa syukur, saya mempersembahkan karya ini kepada:

1. Orang tua saya, yang selalu memberikan doa, support, dan nasihat dalam setiap waktu.
2. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si dan Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku pembimbing yang telah memberikan arahan, ilmu, dan nasihatnya. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen penguji atas ilmu, kritik dan sarannya. Semoga Allah SWT membalas segala kebaikan Bapak/ibu.
3. Teman-teman kimia aurum 2020 dan tim riset hematit, Anjar, Nada, Almirah yang telah bekerjasama dengan baik.
4. Seluruh dosen jurusan kimia dan laboran kimia yang telah memberikan banyak ilmu dan pengalamannya selama ini.
5. Almamater yang telah menjadi tempat bertumbuh, belajar, dan mengembangkan diri.

MOTTO

Lakukan Sesuatu Yang Menurutmu Benar Dengan Mempertimbangkan Banyak Hal Tanpa Penyesalan.

-Ramadhana Fatahillah-

فَإِذَا عَزَمْتَ فَتَوَكَّلْ عَلَى اللَّهِ

"...Maka apabila engkau telah membulatkan tekad, maka bertawakallah kepada Allah..."

(Al-Imran:159)

Enjoy Your Life

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji Syukur kehadiran Allah Swt. yang telah melimpahkan rahmat, nikmat, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul **“Sintesis Pigmen Hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Menggunakan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle L.*) dengan Variasi Suhu Presipitasi**” dengan baik. Selawat serta salam juga tidak lupa selalu tercurahkan kepada baginda Nabi Muhammad saw. Penulis menyadari bahwa baik dalam perjalanan menempuh studi maupun penyusunan skripsi ini, penulis memperoleh bantuan, dukungan, bimbingan, dan doa dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan banyak ucapan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H.M. Zainuddin, M.A, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini. M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku Ketua Prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, selaku dosen pembimbing dan dosen wali yang senantiasa menuntun penulis sehingga skripsi ini selesai dengan baik.
5. Ibu Lulu’atul Hamidatu Ulya, M. Sc, selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan kepada penulis.
6. Seluruh dosen dan laboran Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Seluruh pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Sebagai manusia yang tidak sempurna, penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih sangat jauh dari sempurna sehingga membutuhkan saran dan kritik yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini. Akhir kata penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat khususnya bagi penulis sendiri maupun pembaca. Terima kasih.

Wassalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Malang, 5 Desember 2024

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	ix
MOTTO.....	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR TABEL	xxi
ABSTRAK	xxiii
ABSTRACT	xxv
مستخلص البحث.....	xxvii
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah Penelitian	4
1.5 Manfaat	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 5
2.1 Hematit sebagai Pigmen.....	5
2.2 Peran Ekstrak Daun Sirih Hijau sebagai Agen Pengendap	6
2.3 Sintesis Pigmen Hematit Menggunakan Metode Presipitasi-Kalsinasi	10
2.4 Pengaruh Variasi Suhu Sintesis pada Pigmen Hematit.....	12
2.5 Pigmen Hematit dalam Perspektif Islam	15
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	 17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat.....	17
3.2.2 Bahan.....	17
3.3 Rancangan Penelitian.....	17
3.4 Tahapan Penelitian.....	17
3.5 Prosedur Penelitian	18
3.5.1 Pembuatan Larutan FeCl ₃	18
3.5.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau	18
3.5.3 Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe ₂ O ₃) dengan Variasi Suhu Presipitasi	18
3.5.4 Karakterisasi Pigmen Hasil Sintesis dengan XRD	18
3.5.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR.....	19
3.5.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan UV-Vis	19
3.5.7 Analisis Data Hasil XRD	19
3.5.8 Analisis Data Hasil FTIR.....	19
3.5.9 Analisis Data Hasil UV-Vis	20
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	 21
4.1 Ekstraksi Daun Sirih Hijau	21
4.2 Sintesis Pigmen Hematit (α -Fe ₂ O ₃) dengan Variasi Suhu Sintesis.....	24
4.3 Karakterisasi Pigmen Hasil Sintesis dengan XRD	25
4.4 Karakterisasi Pigmen Hasil Sintesis dengan FTIR	28
4.5 Karakterisasi Pigmen Hasil Sintesis dengan UV-Vis	31
4.6 Kajian Pigmen Hematit dalam Perspektif Islam.....	32

BAB 5 PENUTUP	35
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran.....	35
DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN.....	43

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	43
Lampiran 2. Diagram Alir	44
Lampiran 3. Perhitungan.....	46
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi FTIR.....	48
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRD	51
Lampiran 6. Hasil Refinement Produk Sintesis	55
Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis	56
Lampiran 8. Dokumentasi	58

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur hematit.....	6
Gambar 2.2	Daun sirih hijau	7
Gambar 2.3	Struktur senyawa tanin (a) tanin terhidrolisis (b) tanin terkondensasi	8
Gambar 2.4	Spektrum IR daun sirih.....	8
Gambar 2.5	Mekanisme kompleksasi dan reduksi pembentukan Fe_2O_3 oleh gugus galoil senyawa tannin	9
Gambar 2.6	(a) Hasil XRD dan (b) FTIR pada sintesis hematit.....	10
Gambar 2.7	(a) Hasil XRD dan (b) FTIR sintesis hematit.....	11
Gambar 2.8	(a) Hasil XRD dan (b) FTIR sintesis pigmen hematit	12
Gambar 2.9	(a) Hasil XRD dan (b) FTIR hematit dengan suhu sintesis 50°C	12
Gambar 2.10	(a) Hasil XRD dan (b) FTIR hematit dengan suhu 70°C	13
Gambar 2.11	(a) Hasil XRD dan (b) FTIR hematit dengan suhu sintesis 90°C	14
Gambar 4.1	Ekstrak daun sirih hijau	21
Gambar 4.2	Hasil uji fitokimia ekstrak daun sirih hijau	21
Gambar 4.3	Reaksi antara tanin dengan FeCl_3	22
Gambar 4.4	Spektrum IR ekstrak daun sirih hijau	23
Gambar 4.5	Mekanisme reaksi pembentukan $\nu\text{-FeOOH}$	24
Gambar 4.6	Hasil sintesis hematit (a) sebelum kalsinasi (b) setelah kalsinasi	25
Gambar 4.7	Difraktogram hasil sintesis sebelum kalsinasi.....	25
Gambar 4.8	Difraktogram hasil sintesis setelah kalsinasi.....	26
Gambar 4.9	Perbesaran pola difraksi sinar-X hasil sintesis setelah kalsinasi.....	28
Gambar 4.10	Hasil spektra IR sintesis hematit sebelum kalsinasi.....	29
Gambar 4.11	Hasil spektra IR sintesis hematit setelah kalsinasi	30
Gambar 4.12	Hasil uji Spektrofotometer UV-Vis pada suhu (a) 50°C , (b) 70°C , dan (c) 90°C	31

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Data kristalografi hematit α -Fe ₂ O ₃	5
Tabel 2.2	Klasifikasi daun sirih hijau.....	7
Tabel 2.3	Interpretasi gugus fungsi daun sirih hijau.....	8
Tabel 2.4	Hasil Spektra IR sintesis hematit dengan suhu 70°C	13
Tabel 2.5	Hasil Spektra IR hematit dengan suhu 90°C.....	13
Tabel 3.1	Data absorpsi senyawa hematit.....	19
Tabel 4.1	Interpretasi hasil Spektra IR pada ekstrak daun sirih hijau.....	23
Tabel 4.2	Hasil analisis dengan Rietica.....	27
Tabel 4.3	Ukuran kristal hasil sintesis.....	27
Tabel 4.4	Interpretasi Spektra IR hasil sintesis hematit sebelum dan sesudah kalsinasi ...	31

ABSTRAK

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

Kata kunci: hematit, panjang gelombang maksimum, rhombhohedral, ukuran kristal

Pigmen hematit berhasil disintesis dengan reduktor ekstrak daun sirih hijau. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh suhu terhadap struktur, ukuran kristal, gugus fungsi dan panjang gelombang maksimum. Metode penelitian ini menggunakan metode presipitasi kalsinasi dengan variasi suhu sintesis saat presipitasi diantaranya 50, 70, dan 90°C. Produk sintesis dikarakteriasi dengan XRD, FTIR, dan UV-Vis. Pola difraktogram XRD menunjukkan bahwa hematit hasil sintesis sebelum kalsinasi berstruktur fasa amorf dan berubah fasa menjadi hematit berstruktur rhombhohedral dengan kristalinitas tinggi setelah dilakukan kalsinasi. Hasil spektrum FTIR menunjukkan bahwa hasil sintesis sebelum kalsinasi berupa gugus fungsi O-H, C-H, C=C, C=O, C-O, dan Fe-O-OH *bending* pada bilangan gelombang 1048-1045 cm⁻¹. Setelah kalsinasi gugus khas hematit Fe-O teridentifikasi pada bilangan gelombang 432 dan 526 cm⁻¹ namun masih terdapat gugus Fe-O-OH *bending* pada bilangan gelombang 1076-1056 cm⁻¹ yang menunjukkan bahwa transformasi dari v-geothit menjadi hematit belum sempurna. Hasil spektrum UV-Vis menunjukkan serapan pada panjang gelombang maksimum 337 nm.

ABSTRACT

Akbar, Ramadhana Fatahillah Al. 2024. **Synthesis of Hematite Pigment (α -Fe₂O₃) Using Green Betel Leaf Extract (*Piper Betle L.*) with Variation Precipitation of Temperature**. Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si; Supervisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M. Sc.

Keywords: crystal size, hematite, maximum wavelength, rhombhohedral,

Hematite pigment was successfully synthesized with green betel leaf extract reductant. The purpose of this study was to determine the effect of temperature on structure, crystal size, functional groups and maximum wavelength. This research method uses the calcination precipitation method with variations in synthesis temperature during precipitation including 50, 70, and 90°C. The synthesis products were characterized by XRD, FTIR, and UV-Vis. The XRD diffractogram pattern showed that the hematite synthesized before calcination had an amorphous phase structure and changed its phase to rhombhohedral hematite with high crystallinity after calcination. The results of the FTIR spectrum show that the synthesized hematite before calcination is in the form of O-H, C-H, C=C, C=O, C-O, and Fe-O-OH *bending* functional groups at wave numbers 1048-1045 cm⁻¹. After calcination, typical hematite Fe-O groups were identified at wave numbers 432 and 526 cm⁻¹ but there were still Fe-O-OH *bending* groups at wave numbers 1076-1056 cm⁻¹ which indicated that the transformation from γ -geothite to hematite was not complete. The UV-Vis spectrum results showed absorption at a maximum wavelength of 337 nm.

أكبر، رمضان فتاحلة الله. ٢٠٢٤. تخليق صبغة الهيماتيت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) باستخدام مستخلص أوراق التنبول الأخضر (*Piper Betle L.*) مع تباين درجة حرارة هطول الأمطار. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: ليليك مفتاح الخير، الماجستير؛ المشرفة الثانية: لولوعة الحميدة عليا، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: الهيماتيت، الحد الأقصى للطول الموجي، المعين، الحجم البلوري

تم تصنيع صبغة الهيماتيت بنجاح مع مختزل من مستخلص أوراق التنبول الأخضر. الغرض من هذه الدراسة هو تحديد تأثير درجة الحرارة على الهيكل وحجم البلورة والمجموعة الوظيفية والحد الأقصى للطول الموجي. تستخدم طريقة البحث هذه طريقة ترسيب التكليل مع تغيرات في درجة حرارة التوليف يظهر نمط حيود UV-Vis و FTIR و XRD أثناء هطول الأمطار بما في ذلك ٥٠ و ٧٠ و ٩٠ درجة مئوية. تتميز المنتجات الاصطناعية ب أن الهيماتيت الذي تم تصنيعه قبل التكليل له بنية طور غير متبلورة ويتغير المرحلة إلى الهيماتيت الهيكلي المعيني مع بلورة عالية بعد التكليل. XRD Fe-O- و C-O، C=O، C=C، C-H، O-H أن نتائج التوليف قبل التكليل كانت على شكل انحناء FTIR أظهرت نتائج طيف بأرقام الموجات ٤٣٢ و ٥٢٦ سم⁻¹، Fe-O عند رقم الموجة ١٠٤٨-١٠٤٥ سم⁻¹. بعد التكليل، تم تحديد مجموعة الهيماتيت النموذجية OH إلى الهيماتيت $\gamma\text{-Geothite}$ عند أرقام الموجة ١٠٧٦-١٠٥٦ سم⁻¹، مما يشير إلى أن التحول من Fe-O-OH ولكن لا تزال هناك مجموعة ثني. لم يكتمل. تظهر النتائج الطيفية للأشعة فوق البنفسجية المرئية امتصاصا بطول موجي أقصى يبلغ ٣٣٧ نانومتر.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pigmen adalah komponen dasar dalam pembuatan cat yang berfungsi sebagai daya penutup dan pewarna pada cat. Dalam beberapa tahun terakhir, penggunaan pigmen semakin meningkat seiring dengan perkembangan industri seperti cat, keramik, tekstil. Salah satu pigmen besi oksida yaitu pigmen hematit merupakan material oksida besi yang paling stabil dan banyak digunakan oleh industri (Pan, dkk., 2009). Pigmen hematit memiliki kelebihan diantaranya lebih ramah lingkungan, tidak beracun, stabilitas kimia, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, daya penutup dan memiliki daya tahan yang baik (Septityana, dkk., 2013). Namun, kebanyakan industri masih menggunakan metode konvensional untuk mensintesis hematit sehingga melibatkan penggunaan bahan kimia yang berpotensi berbahaya terhadap lingkungan dan kesehatan manusia. Oleh karena itu, saat ini terus dikembangkan metode sintesis material yang lebih ramah lingkungan dan berkelanjutan. Salah satunya ialah menggunakan bahan alami seperti daun sirih hijau. Daun sirih masih sering hanya dimanfaatkan sebagai obat herbal. Padahal daun sirih memiliki kemampuan sebagai antioksidan dan antibakteri. Daun sirih hijau juga mengandung berbagai senyawa metabolit sekunder, seperti flavonoid, tiroid, alkaloid, terpenoid, steroid, saponin, tannin, sehingga dapat dijadikan agen reduksi dalam sintesis hematit (Carolia & Noventi., 2016). Penelitian yang dilakukan oleh Bilalodin, dkk. (2015) memanfaatkan hasil sintesis sebagai pigmen yang memiliki sifat anti korosi.

Dari penjelasan di atas, daun sirih hijau memiliki banyak manfaat bagi semua orang. Hal ini sesuai dengan firman Allah yang menjelaskan manfaat tumbuhan dalam surah Abasa' ayat 27-32 sebagai berikut:

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

Artinya: "(27) lalu di sana Kami tumbuhkan biji-bijian (28) dan anggur dan sayur-sayuran (29) dan zaitun dan pohon kurma (30) dan kebun-kebun (yang) rindang (31) dan buah-buahan serta rerumputan (32) (Semua itu) untuk kesenanganmu dan untuk hewan-hewan ternakmu"

Menurut Quraish Shihab bahwa manusia diberi kenikmatan berupa pangan dari tumbuhan agar selalu bersyukur dan merenungkan bagaimana proses terbentuknya tumbuhan tersebut. Ketika air dalam bentuk hujan turun ke bumi, maka bumi yang memiliki suhu panas, dapat ditumbuhi tumbuhan dalam tanah. Ayat ini menyebut aneka tumbuhan dan buah-buahan (Shihab., 2002). Salah satu tumbuhan yang sering dijumpai disekitar kita adalah daun sirih hijau. Dalam penelitian ini daun sirih hijau dimanfaatkan sebagai reduktor dan agen

presipitator dalam mereduksi senyawa besi dan membentuk kompleks dengan ion-ion logam (Capangpangan, dkk., 2018). Senyawa tanin memiliki kandungan gugus OH^- yang ketika bereaksi dengan ion Fe^{3+} akan membentuk larutan kompleks tanin besi berwarna biru-hitam (Wahyuni & Syamsul., 2014). Ayat diatas menjelaskan bahwa seluruh tumbuhan ciptaan Allah Swt. memiliki banyak manfaat dan khasiat bagi manusia.

Pada penelitian ini digunakan pendekatan *green chemistry* yaitu menggunakan bahan alam sehingga ramah lingkungan, biaya murah dan membutuhkan energi yang tidak terlalu tinggi berpotensi untuk mensintesis nano partikel besi oksida (Bouafia & Louini., 2020). Kandungan senyawa metabolit sekunder seperti flavonoid dan tanin dalam ekstrak tanaman berpotensi sebagai agen presipitator dalam sintesis nanopartikel. Bahan alami yang berpotensi sebagai agen presipitator adalah daun sirih. Daun sirih memiliki kandungan tanin sebesar 0,1 – 1,3% (Madhumita, dkk., 2020). Tanin dapat dimanfaatkan sebagai ligan penstabil dalam pembuatan hematit (Capangpangan., 2018). Menurut Primadiamanti, dkk. (2020) ekstrak tanaman dapat berasal dari tanaman yang memiliki kandungan antioksidan tinggi. Daun sirih hijau memiliki kandungan antioksidan aktif dengan nilai IC_{50} sebesar 36.02 $\mu\text{g/mL}$. Hal ini menunjukkan bahwa daun sirih hijau memiliki potensi lebih tinggi daripada daun sirih merah sebagai agen reduktor dalam sintesis hematit. Üstün, dkk. (2022) mensintesis hematit menggunakan ekstrak daun ficus carica dan menghasilkan kristal dengan ukuran 43-57 nm, gugus fungsi Fe-O pada bilangan gelombang 470 dan 555 cm^{-1} , serta panjang gelombang maksimum 291 nm. Noukelag, dkk. (2021) melakukan sintesis hematit menggunakan ekstrak daun rosmanirus officinalis menghasilkan kristal dengan ukuran 30 nm, gugus fungsi Fe-O pada bilangan gelombang 465 dan 558 cm^{-1} , serta panjang gelombang maksimum 494 nm. Khoirotn, dkk. (2023) mensintesis maghemit menggunakan ekstrak daun sirih hijau dan didapatkan ukuran kristal sebesar 6,93 nm, gugus fungsi Fe-O pada bilangan gelombang 482 dan 567 cm^{-1} , serta panjang gelombang maksimum 300 nm.

Mensintesis hematit dapat dilakukan dengan berbagai metode. Beberapa di antaranya adalah presipitasi, kalsinasi, sol-gel, hidrotermal, dan teknik transformasi termal (Khoiroh, dkk., 2019). Salah satu metode yang paling sering digunakan untuk sintesis hematit adalah metode presipitasi-kalsinasi karena metode ini mudah, murah, dan efisien (Zanur., 2017). Selain itu, proses yang sederhana dapat menghasilkan produk dengan kristanilitas, kemurnian, dan homogenitas yang tinggi serta partikel dengan ukuran nanometer (Lassoued., 2017). Abdullah, dkk. (2023) mensintesis hematit dengan metode presipitasi dan kalsinasi mendapatkan kristal berukuran 5,8-26 nm, gugus fungsi Fe-O pada bilangan gelombang 448 dan 699 cm^{-1} . Lassoued, dkk. (2017) juga mensintesis hematit dengan metode presipitasi dan menghasilkan hematit dengan kristalinitas tinggi dengan ukuran kristal sebesar 21-82 nm, gugus fungsi Fe-O pada bilangan gelombang 434 dan 527 cm^{-1} , serta panjang gelombang maksimum 500-700 nm. Husain, dkk. (2024) telah mensintesis hematit menggunakan metode kalsinasi dengan suhu 500, 650, dan 800°C didapatkan ukuran kristal 28 dan 29 nm. Penelitian

lain tentang sintesis pigmen hematit telah banyak dilakukan, salah satunya oleh Yoonus, dkk. (2021) yang menggunakan daun sirih hijau dengan metode presipitasi-sonikasi. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa pigmen hematit yang dihasilkan memiliki kristalinitas tinggi. Namun, salah satu tantangan yang masih dihadapi adalah keberadaan pengotor dalam produk sintesis yang dapat mengurangi kualitas produk. Oleh karena itu, dalam penelitian ini dilakukan sintesis pigmen hematit menggunakan daun sirih hijau dengan metode presipitasi-kalsinasi dan variasi suhu sintesis. Metode ini dipilih dengan harapan dapat mengurangi atau menghilangkan pengotor yang muncul dalam produk sintesis, sambil tetap mempertahankan atau bahkan meningkatkan kristalinitas hematit. Dengan demikian, diharapkan pigmen hematit yang dihasilkan memiliki kemurnian yang lebih tinggi dan dapat digunakan secara lebih efektif dalam berbagai aplikasi.

Terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi hasil sintesis hematit. Salah satunya ialah suhu. Suhu sintesis sangat berpengaruh terhadap struktur kristal, bentuk, dan warna. Menurut beberapa penelitian, semakin tinggi suhu sintesis maka peningkatan laju pertumbuhan juga semakin meningkat sehingga ukuran nanopartikel yang dihasilkan juga akan semakin besar. Sintesis hematit dilakukan pada suhu 50°C oleh Börsig, dkk. (2017) menghasilkan pola XRD dengan kemurnian hematit yang tinggi. Penelitian oleh Rath, dkk. (2020) mensintesis hematit pada suhu 70°C menghasilkan pola hematit murni tanpa adanya pengotor dan bentuk partikel *spheric* dengan ukuran sebesar 11-25 nm, gugus fungsi Fe-O pada bilangan gelombang 522 cm⁻¹, serta panjang gelombang maksimum 300 nm. Penelitian lain oleh Fouad, dkk. (2019) telah mensintesis hematit pada suhu 90°C dan mendapatkan kristal rhombohedral dengan ukuran 14-22 nm, gugus fungsi Fe-O pada bilangan gelombang 481 dan 592 cm⁻¹, serta panjang gelombang maksimum 500 nm.

Pada penelitian kali ini akan mensintesis pigmen hematit menggunakan ekstrak daun sirih hijau. Metode yang digunakan ialah presipitasi dengan variasi suhu sintesis sebesar 50, 70, dan 90°C yang dilanjutkan kalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam. Hasil sintesis yang berupa serbuk akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), dan *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini antara lain:

- a. Bagaimana pengaruh variasi suhu sintesis terhadap struktur, ukuran kristal, dan panjang gelombang maksimum hasil sintesis?
- b. Bagaimana hasil karakterisasi FTIR terbaik dari produk sebelum dan sesudah kalsinasi?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini antara lain:

- a. Untuk mengetahui pengaruh variasi suhu sintesis terhadap struktur, ukuran kristal, warna, bentuk, dan ukuran partikel hasil sintesis.
- b. Untuk mengetahui hasil karakterisasi FTIR terbaik dari produk sebelum dan sesudah kalsinasi.

1.4 Batasan Masalah Penelitian

Batasan masalah dari penelitian ini antara lain:

- a. Daun sirih hijau didapatkan dari Kota Malang.
- b. Metode sintesis yang digunakan adalah presipitasi dengan variasi suhu 50, 70, dan 90°C selama 1 jam dilanjutkan kalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam.
- c. Karakterisasi produk meliputi, XRD, FTIR, dan UV-Vis.
- d. Kecepatan pengadukan sebesar 750 rpm.
- e. Konsentrasi FeCl_3 1 M.

1.5 Manfaat

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini yaitu dapat mengkaji metode yang digunakan dalam sintesis hematit sehingga dapat diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari seperti pigmen. Dan juga berguna untuk meningkatkan nilai tambah yang mendorong pertumbuhan industri pigmen dalam negeri sehingga tidak bergantung pada suplai pigmen yang masih impor.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

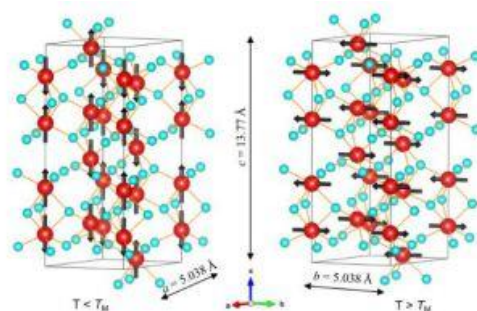
2.1 Hematit sebagai Pigmen

Besi merupakan salah satu unsur kimia yang banyak ditemukan di alam dalam bentuk besi oksida. Oksida besi dikelompokkan menjadi 16 senyawa yang tersusun atas Fe yang terikat dengan O atau OH (Cornell & Schwertmann., 2003). Pada umumnya, terdapat beberapa bentuk besi oksida yang umum ditemukan di alam yaitu goethit (α -FeOOH), hematit (α -Fe₂O₃), maghemit (γ -Fe₂O₃), magnetit (Fe₃O₄), dan sebagainya (Fahmi., 2011).

Mineral hematit adalah salah satu mineral besi oksida yang sering ditemukan pada sedimen, metamorf, dan batuan beku. Hematit tersusun atas campuran besi sebanyak 70% dan oksigen sebanyak 30% yang tersusun dalam susunan *hexagonal close packed* atau hcp (Afdal dan Niarti., 2013). Hematit memiliki beberapa kelebihan dibandingkan bentuk oksida besi yang lain, diantaranya non-toksik, daya tahan yang baik terhadap suhu tinggi, stabilitas kimia tinggi, kekuatan tinggi dalam pewarnaan, dan daya penutup yang baik (Khamaludilah, dkk., 2017). Hematit memiliki banyak manfaat, diantaranya sebagai katalis, aplikasi biomedis, pemisahan fotoelektron air, dan terutama dalam aplikasi pigmen hematit memiliki luas permukaan yang besar dan reaktivitas yang tinggi (Fouda, dkk., 2021). Hematit (α -Fe₂O₃) memiliki sifat sukar terkorosi sehingga cocok untuk aplikasi seperti sensor gas, katalis, baterai lithium ion, fotoelektroda, dan pigmen (Khoiroh, dkk., 2019). Data kristalografi hematit α -Fe₂O₃ di rangkum dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Data kristalografi hematit α -Fe₂O₃ (Ashraf., 2020)

Karakteristik	Hematit
Sistem Kristal	Rombohedral, heksagonal
Grup ruang	R-3c
Parameter kisi (nm)	$a=b=0,5034$, $c=1,375$ (heksagonal) $a_{Rh}=0,5427$, $\alpha=55,3^\circ$ (rombohedral)
Struktur Kristal	Corundum
Densitas (g/cm ³)	5,26
Warna	Merah
Titik leleh (°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 2.1 Struktur hematit (Jiang, dkk., 2022)

Berdasarkan Gambar 2.1 struktur hematit tersusun atas ion oksigen yang dikemas rapat secara heksagonal. Ion Fe^{3+} memenuhi dua pertiga celah kisi oktahedral, yang disusun secara sistematis dengan dua ruang terisi diikuti oleh satu ruang kosong sepanjang sumbu [001] untuk membentuk cincin enam kali lipat pada bidang (001). Pasangan $\text{Fe}(\text{O})_6$ oktahedra berdekatan dihasilkan melalui susunan kation. Setiap oktahedra berbagi satu sisi dengan oktahedron di dekatnya dan tiga oktahedra lain di bidang yang sama (Jiang, dkk., 2022).

Pigmen merupakan salah satu komponen dasar pembuatan cat yang berfungsi sebagai pewarna dan daya penutup pada cat. Pigmen juga sering digunakan pada industri tekstil sebagai pewarna pada tekstil sehingga dapat mengurangi limbah yang dihasilkan. Pigmen hematit memiliki kelebihan diantaranya, kekuatan menyerap sinar uv, kemampuan pelapisan yang baik, stabilitas kimia yang baik, stabil daya tahan pada suhu tinggi, kuat dalam pewarnaan, non-toksik, dan harganya yang murah. Pigmen hematit umum digunakan sebagai pewarna kertas, karet, plastik semen, pernis dan enamel (Septiyana, dkk., 2013). Pada penelitian oleh Rahmawati, dkk. (2020) mensintesis pigmen hematit sebagai anti swelling pada kayu. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa jumlah pigmen yang lebih tinggi mengakibatkan volume kayu yang lebih rendah, hal ini menandakan bahwa pigmen hematit memiliki sifat anti pembengkakan pada kayu. Partikel hematit harus memenuhi ukuran standar yang berkisar antara 0,1-0,5 μm untuk dapat diaplikasikan sebagai pigmen. Hal ini disebabkan distribusi ukuran partikel yang mempengaruhi warna pigmen yang dihasilkan. Semakin kecil ukuran partikel hematit, maka warna yang dihasilkan akan semakin terang (Lanxess., 2015).

2.2 Peran Ekstrak Daun Sirih Hijau sebagai Agen Pengendap

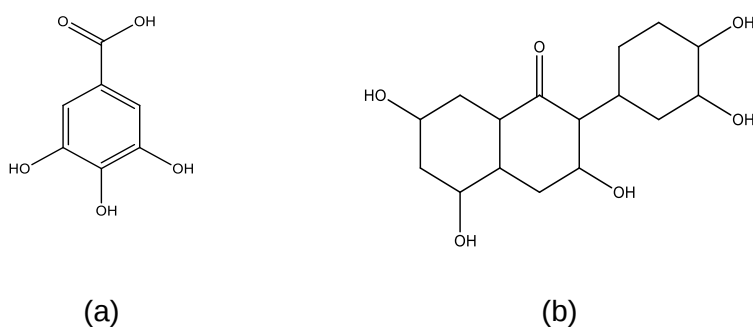
Sebagai sumber pembentukan besi oksida, sejumlah besar organisme hidup seperti cyanobakteria, bakteri, jamur, dan tumbuhan telah banyak dipelajari dan digunakan dalam penelitian (Sharma, dkk., 2018). Salah satu tumbuhan yang bisa digunakan untuk pembentukan besi oksida hematit berasal dari daun sirih hijau. Daun sirih hijau tunggal berbentuk jantung, berujung runcing, tepi rata, tulang daun melengkung, lebar daun 2,5-10 cm, panjang daun 5-18 cm, tumbuh 8 berselang-seling, bertangkai, dan mengeluarkan bau yang sedap bila diremas (Putri, dkk., 2019). Klasifikasi daun sirih hijau di rangkum pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Klasifikasi daun sirih hijau (Tjitsosoepomo., 1993)

Kingdom	: Plantae
Subkingdom	: Viridiplantae
Superdivisi	: Embryophyta
Divisi	: Tracheophyta
Subdivisi	: Spermatophyta
Kelas	: Magnoliopsida
Ordo	: Myrtales
Famili	: Myrtaceae
Genus	: Psidium L
Spesies	: Psidium guajava L

**Gambar 2.2** Daun sirih hijau (Widiyastuti, dkk., 2016)

Berdasarkan Gambar 2.2 daun sirih hijau mengandung berbagai senyawa kimia seperti fenol, flavonoid, alkaloid, dan senyawa terpenoid. Senyawa Flavonoid dalam daun sirih hijau memiliki sifat antioksidan sehingga mampu mereduksi radikal bebas. Selain itu daun sirih hijau juga mengandung minyak atsiri sebesar 0,8–1,8% yang terdiri dari kavikol, kavibetol (betel fenol), dan alilpirokatekol (hidroksikavikol). Senyawa lain seperti karvakrol, eugenol, eugenol metileter, p-simen, sineol, kariofilen, kadinen, estragol, terpen, seskuiterpen, fenilpropan, tanin, karoten, tiamin, riboflavin, asam nikotianat, vitamin C, gula, pati, dan asam amino juga terkandung didalam daun sirih hijau (Widiyastuti, dkk., 2016). Senyawa fenolik memiliki tanin sebagai salah satu metabolit sekundernya. Tanin memiliki sifat fisik seperti serpihan mengkilat berwarna kekuningan sampai coklat muda atau serbuk amorf, sedikit berbau khas, mudah larut dalam air, alkohol, aseton, dan gliserol hangat (Simbolon, dkk., 2021). Berdasarkan Gambar 2.3 tanin diklasifikasikan menjadi dua jenis, yakni tanin terhidrolisis dan tanin terkondensasi (Ghosh., 2015). Tanin dapat mengendapkan alkaloid, gelatin, dan protein lainnya melalui uji fitokimia dengan menciptakan warna coklat kehijauan atau biru kehitaman saat ditambahkan beberapa tetes FeCl_3 1% (Aprilia & Safitri., 2020). Adapun untuk mengetahui adanya tanin dalam daun sirih hijau juga dapat diidentifikasi melalui gugus fungsi hasil karakterisasi dengan FTIR.

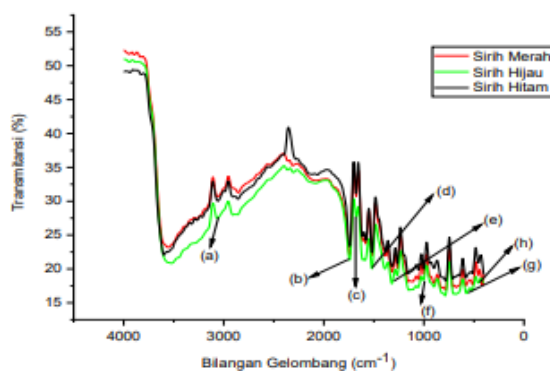


Gambar 2.3 Struktur senyawa tanin (a) tanin terhidrolisis (b) tanin terkondensasi (Ghosh., 2015)

Berdasarkan Gambar 2.4 didapatkan hasil FTIR daun sirih hijau yang menghasilkan pola spektrum yang identik ditinjau dari posisi bilangan gelombang, intensitas, dan jumlah puncak. Adapun untuk mengidentifikasi adanya tanin dalam daun sirih hijau menggunakan spektrum FTIR. Gugus-gugus fenolik yang terdapat dalam tanin diantaranya gugus O-H, C=O, C=C, C-H, dan C-O (Damayanti, dkk., 2020). Interpretasi hasil spektra FTIR ekstrak daun sirih hijau dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Interpretasi gugus fungsi daun sirih hijau (Damayanti, dkk., 2020)

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})
O-H <i>stretching</i>	3064
C-O <i>stretching</i>	1741
C=C <i>stretching</i>	1678
C-C aromatic	1519
C-OH <i>bending</i>	1321
C=O <i>stretching</i>	1265
C-O <i>stretching</i>	1002
C-H <i>bending</i>	580

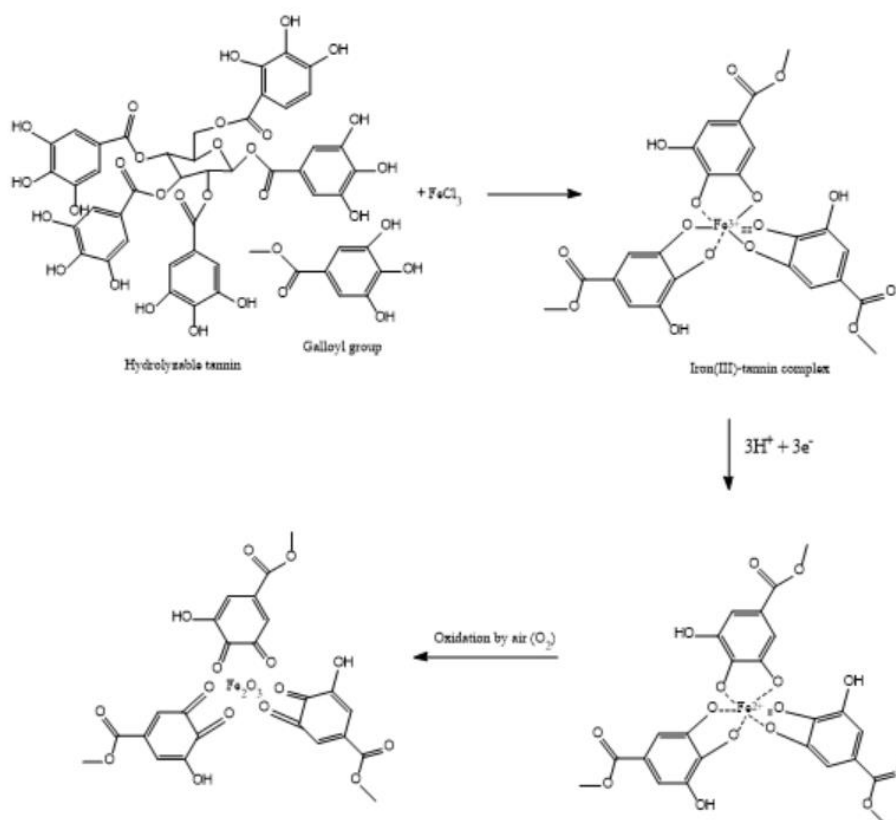


Gambar 2.4 Spektrum IR daun sirih (Damayanti, dkk., 2020)

Tanin merupakan senyawa polifenol yang paling sering berinteraksi dengan makromolekul dalam berbagai struktur kimia. Tanin dihidrolisis dari asam fenolat sederhana, seperti asam galat (juga dikenal sebagai galotanin) atau asam heksahidroksifenat (elagitanin)

yang diesterifikasi menjadi poliol yang mirip dengan glukosa (Bourvellec & Renard., 2012). Tanin dapat digunakan sebagai agen reduktor dalam sintesis hematit karena memiliki gugus galoil yang banyak mengandung OH^- dalam posisi orto pada anion aromatic, sehingga dapat membentuk kompleks dengan ion Fe^{3+} (Wahyuni, dkk., 2014).

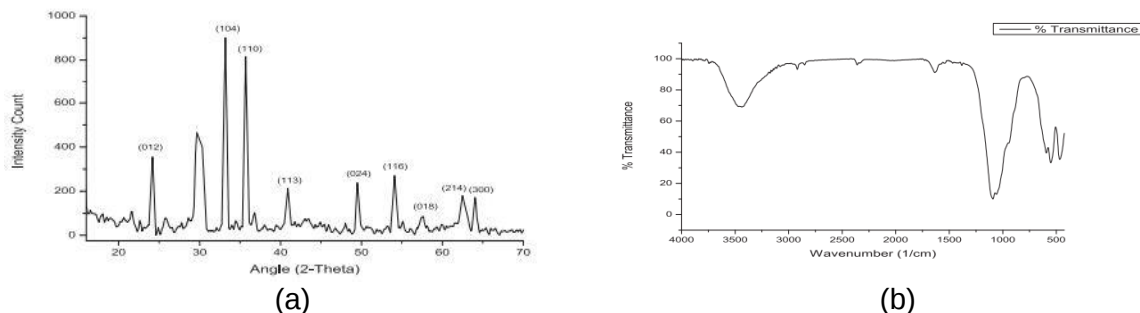
Berdasarkan Gambar 2.5 Tanin mengandung gugus galoil yang memiliki banyak OH^- . Ketika larutan FeCl_3 yang memiliki ion Fe^{3+} berinteraksi dengan OH^- membentuk ion kompleks Fe^{3+} . Kemudian gugus hidroksil dari senyawa polifenol dalam tanin yang terdeprotonasi mereduksi ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} (Bolobajev., 2016). Lalu pada saat pemanasan, Ion Fe^{3+} mengoksidasi gugus hidroksil menjadi gugus karbonil dalam reaksi oksidasi yakni dari Fe^{2+} kembali menjadi Fe^{3+} karena teroksidasi oleh air atau oksigen di udara. Kemudian, dikalsinasi dengan pemanasan pada suhu tinggi sehingga tanin dan senyawa organik lainnya hilang dan menghasilkan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Shtewi, dkk., 2021).



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

Yoonus, dkk. (2021) dalam penelitiannya telah mensintesis hematit dengan memanfaatkan ekstrak daun sirih hijau sebagai agen reduksi. Sintesis berhasil dilakukan dengan metode presipitasi menggunakan prekursor FeCl_3 . Analisis menggunakan XRD mengindikasikan adanya pengotor dilihat dari pola difraksi yang menunjukkan puncak yang agak lebar dan terdapat fasa amorf. Berdasarkan Gambar 2.6 hasil yang diperoleh yaitu hasil XRD senyawa hematit dengan struktur rhombohedral dan ukuran kristal sebesar 25,17 nm.

Hasil FTIR menunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang 3437 cm^{-1} yang merupakan gugus OH, lalu pada puncak 1635 dan 1091 cm^{-1} terdapat gugus C=C dan C-N dan juga terdapat serapan khas gugus Fe-O pada bilangan gelombang 560 cm^{-1} . Sedangkan hasil UV-Vis menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang 400 nm .



Gambar 2.6 (a) Hasil XRD dan (b) FTIR pada sintesis hematit (Yoonus, dkk., 2021)

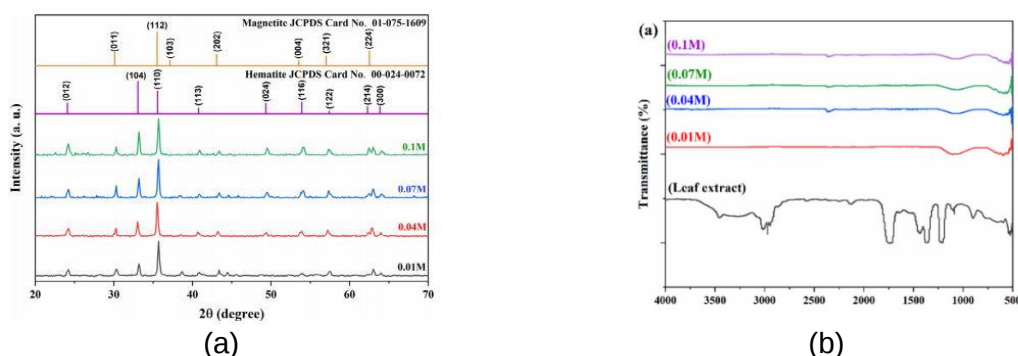
2.3 Sintesis Pigmen Hematit Menggunakan Metode Presipitasi-Kalsinasi

Sintesis hematit telah banyak dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya metode hidrotermal, sol-gel, solvothermal, presipitasi, kalsinasi, sonikasi, elektrodposisi (Muhajir, dkk., 2019). Berdasarkan penelitian sebelumnya menggunakan metode sol gel diperoleh diameter hematit antara $30\text{-}40\text{ nm}$ (Bagheri, dkk., 2013), metode sonikasi dengan ukuran antara $41,6\text{-}58,7\text{ nm}$ (Delmifiana., 2013), metode presipitasi dengan ukuran kristalnya antara $2,1\text{-}58,5\text{ nm}$ (Sahoo, dkk., 2010), metode presipitasi-kalsinasi diperoleh ukuran $16\text{-}44\text{ nm}$ (Fouad, dkk., 2019), dan metode hidrotermal dengan ukuran kristal $20\text{-}60\text{ nm}$ (Colombo, dkk., 2015). Metode presipitasi merupakan salah satu metode yang sering digunakan dalam sintesis besi oksida hematit. Metode ini didasarkan pada proses pengendapan suatu material dengan bantuan reaktan (Abdulkadir, dkk., 2013). Selanjutnya, hasil pengendapan digabungkan untuk membentuk senyawa yang diharapkan secara stoikiometris (Purwamargapratala., 2009). Metode presipitasi dilakukan dengan mencampurkan zat aktif ke dalam pelarut sebelum ditambahkan larutan lain yang bukan pelarut. Hal ini menghasilkan larutan jenuh dan nukleasi yang cepat, sehingga menghasilkan pembentukan nanopartikel (Sukirman, dkk., 2009). Metode presipitasi memiliki banyak kelebihan dibandingkan metode lain, diantaranya sederhana, mudah, biaya yang lebih murah, produk kristalinitas yang tinggi, waktu persiapan yang singkat, homogenitas yang tinggi, dan suhu reaksi yang relatif rendah (Zanur, dkk., 2017).

Metode presipitasi berprinsip pada perbedaan besarnya harga hasil kali kelarutan (K_{sp}) untuk memisahkan unsur-unsur dengan pengendapan (Suyanti, dkk., 2008). Zat yang diinginkan dapat mengendap dalam bentuk persenyawaan, di mana nilai hasil kali konsentrasi ion-ionnya lebih besar daripada harga K_{sp} senyawa (Wasito dan Biyanto., 2009). Terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi proses pengendapan diantaranya suhu dan konsentrasi pengendapan, pH larutan, dan kecepatan pengadukan (Kristyaka., 2018). Dalam

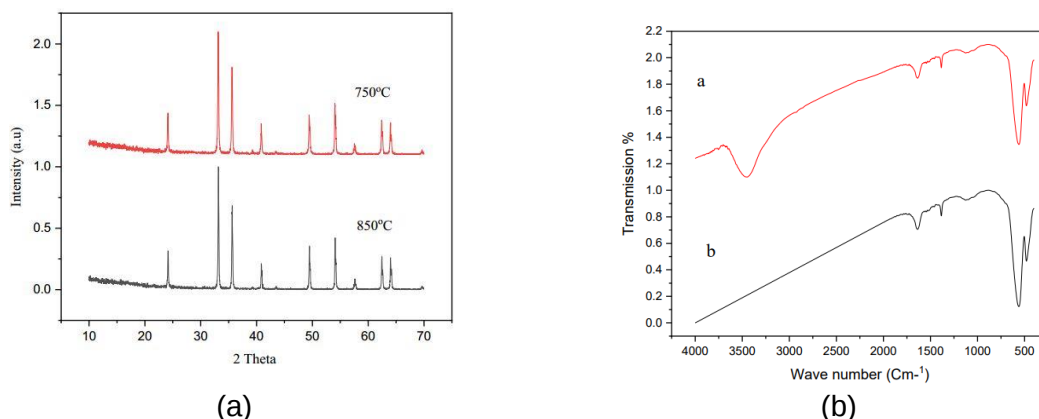
sintesis hematit terdapat proses kalsinasi. Kalsinasi adalah tahap pembakaran awal yang terdiri dari reaksi dekomposisi secara endotermik. Kalsinasi berfungsi untuk melepaskan gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida dan juga menghilangkan zat-zat yang tidak diperlukan, seperti H_2O , air kristal, dan CO_2 (Pinna., 1998). Suhu kalsinasi sangat berpengaruh terhadap fasa transisi yang terjadi pada besi oksida. Pada suhu kalsinasi 750°C terjadi transisi fasa yang mengakibatkan berubahnya maghemite menjadi hematit (Darezereshki, dkk., 2012). Sahoo, dkk. (2010) menyatakan bahwa kalsinasi pada suhu tinggi dapat menurunkan aglomerasi. Selain itu, aglomerasi dapat dikurangi menggunakan ekstrak tumbuhan karena dapat meningkatkan konsentrasi dan berfungsi sebagai pengikat yang memiliki kemampuan untuk menstabilkan nanopartikel dan mencegah aglomerasi (Yunita, dkk., 2020).

Bouafia, dkk. (2020) telah mensintesis hematit dengan memanfaatkan ekstrak daun penny royal sebagai agen reduksi. Sintesis berhasil dilakukan menggunakan metode presipitasi dengan variasi konsentrasi 0,01; 0,04; 0,07; dan 0,1 M. Berdasarkan Gambar 2.7 hasil analisis menggunakan XRD didapatkan senyawa hematit dengan struktur *orthorombic* dan ukuran kristal sebesar 24,5-28,83 nm. Hasil FTIR menunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang 3455 cm^{-1} yang merupakan gugus OH, lalu pada puncak 1218 dan 1088 cm^{-1} terdapat gugus C-H dan C-O dan juga terdapat serapan khas gugus Fe-O pada bilangan gelombang 510 dan 594 cm^{-1} . Sedangkan hasil UV-Vis menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang 275-301 nm.



Gambar 2.7 (a) Hasil XRD dan (b) FTIR sintesis hematit (Bouafia, dkk., 2020)

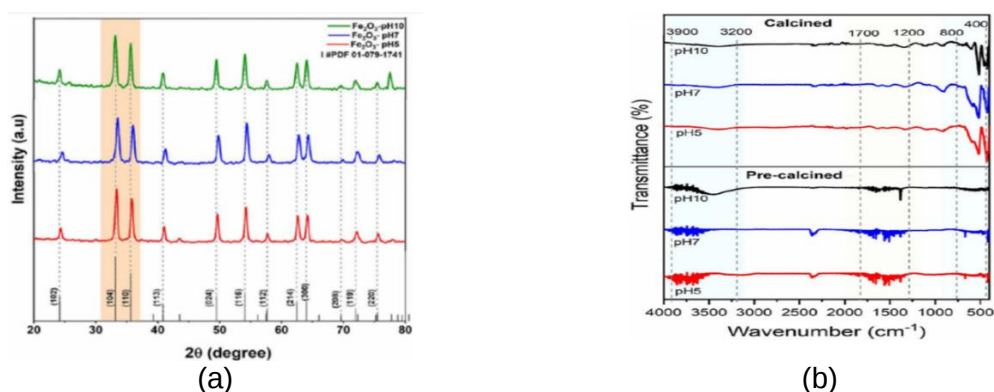
Khoiroh (2021) juga telah mensintesis hematit dengan menggunakan metode presipitasi-kalsinasi. Proses presipitasi dilakukan pada suhu 70°C , dan kalsinasi dilakukan pada suhu 750 dan 850°C . Berdasarkan Gambar 2.8 pola XRD menunjukkan kristalinitas tinggi dengan intensitas tinggi pada suhu kalsinasi 750°C . Hematit yang dihasilkan memiliki kemurnian yang tinggi tanpa pengotor. Hasil FTIR menunjukkan bahwa setelah kalsinasi (b) tidak terdapat puncak pada bilangan gelombang 3448 cm^{-1} milik gugus OH yang terdapat pada hasil FTIR setelah presipitasi (a). Namun, pada kedua hasil FTIR terdapat senyawa serapan khas gugus Fe-O yakni pada bilangan gelombang 499 cm^{-1} (a) dan 485 cm^{-1} (b).



Gambar 2.8 (a) Hasil XRD dan (b) FTIR sintesis pigmen hematit (Khoiroh., 2021)

2.4 Pengaruh Variasi Suhu Sintesis pada Pigmen Hematit

Dalam sintesis hematit terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi ukuran dan struktur partikelnya, diantaranya kecepatan pengadukan, pH larutan, dan suhu (Muhajir, dkk., 2019). Berdasarkan Gambar 2.9 Borges, dkk. (2024) melakukan sintesis hematit menggunakan ekstrak daun euterpe oleracea pada suhu 50°C dengan variasi pH. Pola XRD yang dihasilkan menunjukkan bahwa hematit murni terbentuk tanpa pengotor kristal oksida besi lainnya dengan ukuran kristal sebesar 21-42 nm. Hasil FTIR menunjukkan adanya serapan gugus Fe-O pada bilangan gelombang 480-500 nm setelah kalsinasi. Sedangkan hasil UV-Vis menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang 254 nm.

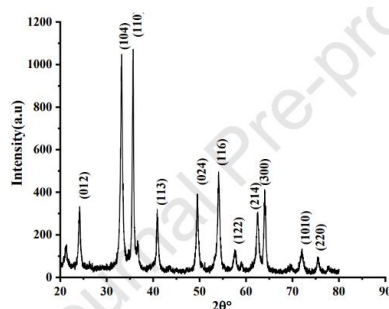


Gambar 2.9 (a) Hasil XRD dan (b) FTIR hematit dengan suhu sintesis 50°C (Borges, dkk., 2024)

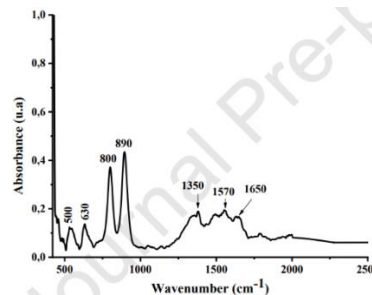
Dehbi, dkk. (2020) telah mensintesis hematit pada suhu 70°C menggunakan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebagai prekursor dari limbah bubut besi yang dirusak dengan ammonium hidroksida. Berdasarkan Gambar 2.10 hasil XRD menunjukkan ukuran kristal sebesar 18,86 nm. Sedangkan pada hasil FTIR didapatkan senyawa khas gugus Fe-O pada bilangan gelombang 500 cm^{-1} . Hasil XRD menunjukkan bahwa hematit ini terbentuk dengan kemurnian tinggi dan kristalinitas tinggi, dan struktur kristalnya adalah rhombohedral. Interpretasi hasil spektra FTIR dengan suhu 70°C dapat dilihat pada Tabel 2.4. Sedangkan hasil UV-Vis menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang 618 nm.

Tabel 2.4 Hasil Spektra IR sintesis hematit dengan suhu 70°C (Dehbi, dkk., 2020)

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
C=C stretching	1650
C-C aromatic	1570
C-OH bending	1350
C=O stretching	1265
C-O stretching	1002
C-H aromatic	890 & 800
C-H bending	630
Fe-O	500



(a)



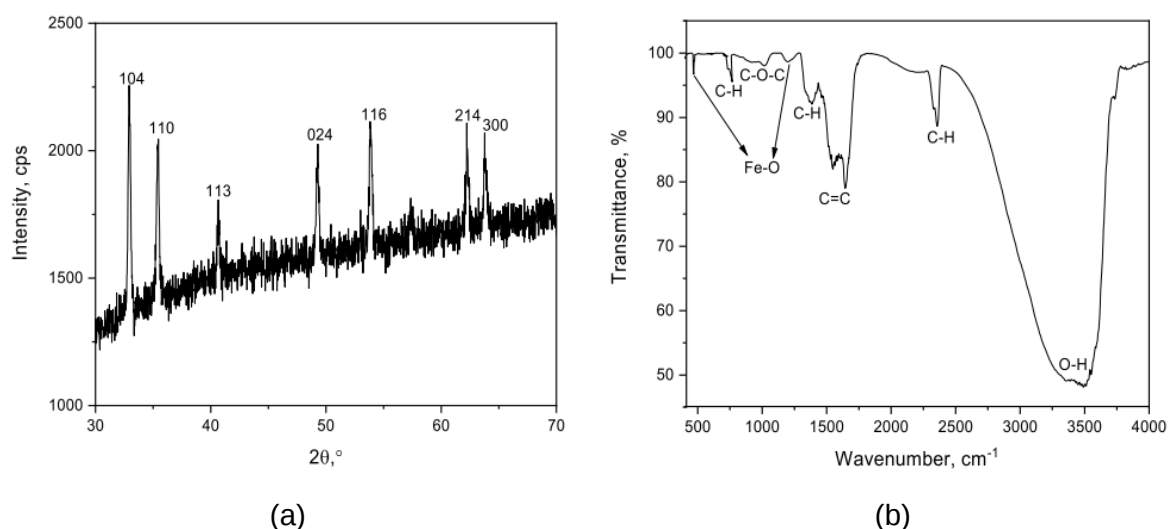
(b)

Gambar 2.10 (a) Hasil XRD dan (b) FTIR hematit dengan suhu 70°C (Dehbi, dkk., 2020)

Penelitian lain oleh Selvaraj, dkk. (2021) memperoleh kristal hematit dengan puncak kemurnian tinggi menggunakan ekstrak daun *bridelia retusa* pada suhu sintesis 90°C. Berdasarkan Gambar 2.11 hasil XRD menunjukkan ukuran kristal sebesar 24,27 nm dan memiliki struktur rombohedral. Sedangkan pada hasil FTIR didapatkan gugus fungsi khas Fe-O pada bilangan gelombang 469 cm⁻¹. Interpretasi hasil spektra FTIR dengan suhu 90°C telah dirangkum pada Tabel 2.5. Sedangkan hasil UV-Vis menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang 270 nm.

Tabel 2.5 Hasil Spektra IR hematit dengan suhu 90°C (Selvaraj, dkk., 2021)

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
O-H stretching	3509
C-H stretching	2400
C=C stretching	1643 & 1549
C-H bending	1350
C-C aromatic	1018
C-H bending	768
Fe-O	469



Gambar 2.11 (a) Hasil XRD dan (b) FTIR hematit dengan suhu sintesis 90°C (Selvaraj, dkk., 2021)

Semakin tinggi suhu sintesis yang digunakan maka semakin besar ukuran kristal yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena suhu yang tinggi dapat meningkatkan kecepatan reaksi dan meningkatkan laju tumbukan. Namun, jika suhu terlalu tinggi dapat menyebabkan kristal-kristal kecil bergabung secara berlebihan dan menghasilkan kristal yang lebih besar dan kurang homogen. Hal ini juga mempengaruhi struktur kristal yang dihasilkan. (Alipour, dkk., 2014). Muller, dkk. (2015) menjelaskan bahwa peningkatan suhu juga mengakibatkan warna pigmen yang dihasilkan menjadi semakin cerah karena terjadi degradasi warna pigmen alami, yang berarti struktur kimia pigmen menjadi rusak.

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan oleh Nuraini (2017) telah mensintesis pigmen geothit dengan metode presipitasi dan variasi suhu sintesis didapatkan hasil XRD yang menunjukkan ukuran kristal sebesar 11-16 nm. Dan juga penelitian oleh Maharani (2023) yang telah mensintesis pigmen hematit menggunakan ekstrak daun jambu dan variasi suhu sintesis didapatkan hasil XRD yang menunjukkan struktur kristal rhombohedral dengan ukuran kristal sebesar 37-46 nm. Sedangkan hasil FTIR menunjukkan adanya serapan khas gugus hematit yaitu Fe-O pada bilangan gelombang 432 dan 519 cm^{-1} . Maka diperlukan kontrol suhu yang tepat agar didapatkan hasil yang sesuai standar. Adapun dalam penelitian ini digunakan suhu 50, 70, dan 90°C pada proses presipitasi hal ini dikarenakan suhu tersebut relatif stabil dan mudah dikontrol selama proses sintesis. Suhu yang terlalu rendah memerlukan waktu reaksi yang lebih lama, sementara suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan dekomposisi senyawa yang terdapat dalam ekstrak daun sirih hijau. Selain itu, dengan perbedaan suhu yang memiliki rentang interval 20°C dapat memungkinkan observasi perubahan yang signifikan dalam morfologi, struktur, dan ukuran partikel dari pigmen hematit yang disintesis.

Adapun tanin yang hilang dapat diidentifikasi melalui menghilangnya beberapa gugus dalam hasil FTIR sampe setelah kalsinasi yang sebelumnya terdeteksi pada hasil FTIR sampel sebelum kalsinasi. Gugus tersebut diantaranya gugus O-H, C-H, C=C, C=O, dan C-O. Hal ini

kemungkinan disebabkan kalsinasi yang dapat menyebabkan senyawa organik hilang dan hanya tersisa senyawa hematit. Serapan senyawa hematit yaitu Fe-O terdapat pada bilangan gelombang 520 dan 437 cm^{-1} dengan intensitas tajam dan kuat.

2.5 Pigmen Hematit dalam Perspektif Islam

Besi merupakan salah satu unsur kimia yang jumlahnya melimpah di alam sehingga banyak dimanfaatkan bagi manusia. Besi disebutkan dalam beberapa surah dan ayat dalam Al-Qur'an. Salah satu surah dan ayat yang membahas besi yaitu surah Al-Hadid ayat 25 yang berbunyi:

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

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

Menurut Quraish Shihab bahwa besi memiliki banyak manfaat bagi manusia di antaranya: sebagai bahan pembuatan tembok dan baju perang, serta alat untuk menghukum orang-orang yang melanggar syari'at yang telah ditetapkan di dunia dan di neraka (Shihab., 2002). Besi di alam sering dijumpai dalam bentuk oksida besi seperti magnetit, maghemit, dan hematit. Hematit memiliki sifat sukar terkorosi sehingga sering dimanfaatkan sebagai sensor gas, katalis, baterai lithium ion, dan pigmen. Kelebihan pigmen hematit diantaranya memiliki stabilitas kimia, kemampuan pewarnaan tinggi, rendah polusi, daya penutup yang baik, dan tahan pada suhu tinggi (Lestari., 2023). Selain itu, pemanfaatan hematit dalam bentuk pigmen dapat mengurangi ketergantungan impor dan dapat memiliki nilai ekonomis yang tinggi.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari-Juni 2024 di Laboratorium Riset Kimia Fisik Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi Uv-Vis dilakukan di Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Analisa dan Pengukuran Universitas Brawijaya (UB). Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Material Institut Teknologi Sepuluh November (ITS).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain: seperangkat alat gelas, corong buchner, tanur, *hot plate*, lemari asam, erlenmeyer vakum, *magnetic stirrer*, neraca analitik, XRD, FTIR, dan UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain: $\text{FeCl}_3 p.a$, aquademin, ekstrak daun sirih hijau.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan yaitu mensintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan metode presipitasi-kalsinasi, dengan variasi suhu 50, 70, 90 °C. Penelitian ini menggunakan reduktor green synthesis ekstrak daun sirih hijau. Sintesis FeCl_3 menggunakan ekstrak daun sirih hijau. Kemudian di presipitasi dan dikalsinasi. Selanjutnya produk hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan UV-Vis.

3.4 Tahapan Penelitian

Berikut tahapan-tahapan dalam penelitian ini:

- a. Pembuatan ekstrak daun sirih hijau.
- b. Sintesis senyawa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan variasi suhu sintesis.
- c. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD.
- d. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR.
- e. Karakterisasi Hasil Sintesis dengan UV-Vis.
- f. Analisis Data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Pembuatan Larutan FeCl_3

Sebanyak 32,44 gr FeCl_3 dilarutkan dengan aquademineral 200 mL dalam gelas beaker 1000 ml untuk membuat larutan FeCl_3 1M (Pindiga, dkk., 2022).

3.5.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau

Ekstraksi daun sirih hijau menggunakan pelarut air. Mula-mula daun sirih hijau dipetik lalu dibersihkan dengan air mengalir dan dibilas dengan aquades untuk menghilangkan kotoran atau kontaminan lainnya. Kemudian daun sirih hijau yang sudah bersih, dipotong halus dan dikeringkan, setelah kering dihaluskan hingga menjadi bubuk menggunakan blender. Ditimbang serbuk daun sirih sebanyak 140 gr dan dilarutkan dengan aquademineral 600 ml dalam beaker glass 1000 mL lalu diaduk hingga homogen. Lalu beaker glass ditutup dengan aluminium foil dan dipanaskan diatas hot plate selama 30 menit dengan suhu 80°C (Pindiga, dkk., 2022). Selanjutnya, ekstrak didiamkan sampai larutan mengendap kemudian didekantasi dan didapatkan filtrat yang digunakan sebagai reduktor. Kemudian, filtrat tersebut difreeze drying untuk menghilangkan kadar air yang masih tersisa. Lalu, filtrat dikarakterisasi menggunakan FTIR dan dilakukan uji fitokimia. Uji fitokimia tanin dilakukan dengan cara diambil sedikit filtrat dan ditambahkan 2-3 tetes FeCl_3 1% pada filtrat. Sampel yang mengandung tanin akan ditandai dengan terbentuknya warna hijau kehitaman karena tanin ini termasuk jenis tanin terhidrolisis (Dewi, dkk., 2021).

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

Larutan FeCl_3 ditambahkan dengan ekstrak sintesis daun hijau dengan perbandingan 1:3 (200 ml larutan FeCl_3 :600 ml ekstrak) (Bouafia & Louini., 2020). Selanjutnya campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 850 rpm sambil dipanaskan dengan variasi suhu 50, 70 dan 90°C selama 1 jam. Lalu didiamkan dan dibiarkan selama 24 jam pada suhu ruang. Larutan tersebut didekantasi dan endapan dicuci dengan aquademineral hingga pH netral lalu disaring menggunakan corong Buchner. Hasilnya dikalsinasi dalam tanur pada suhu 750°C selama 3 jam (Archana, dkk., 2021). Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan UV-Vis.

3.5.4 Karakterisasi Pigmen Hasil Sintesis dengan XRD

Karakterisasi XRD berfungsi untuk mengetahui ukuran, struktur, dan parameter kisi kristal hematit berdasarkan derajat kristanilitas suatu material. Hasil sintesis berupa serbuk dipress lalu diletakkan pada *sample holder*. Kemudian, disinari dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) pada rentang $2\theta(^{\circ})$ sebesar 10-80 dengan daya sebesar 30 kV dan arus listrik 10 mA.

3.5.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan FTIR

Karakterisasi FTIR berfungsi untuk mengidentifikasi kandungan senyawa yang terkandung didalam pigmen dalam bentuk gugus fungsi dan juga jenis vibrasi molekul yang ditandai dengan adanya pita penyerapan pada frekuensi tertentu. Sinar inframerah memiliki rentang panjang gelombang dari 2.5 μm sampai 25 μm . Adapun frekuensi sinar infrared memiliki rentang dari 400-4000 cm^{-1} .

3.5.6 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan UV-Vis

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

3.5.7 Analisis Data Hasil XRD

Analisis XRD bertujuan untuk mengidentifikasi struktur kristal, perubahan fasa dan derajat kristalinitas. Hasil sintesis hematit ditampilkan sebagai difraktogram yang dihasilkan dari perbandingan antara nilai $2\theta(^{\circ})$ dan β , yang merupakan lebar setengah puncak. Nilai ini digunakan untuk menentukan ukuran kristal (D) menggunakan persamaan Debye-Scherrer sesuai persamaan 3.1. (Lassoued., 2017).

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

Dengan D : ukuran kristal (nm), k : nilai konstanta faktor (0,9-1), λ : panjang gelombang sinar-X (1,54059 Å), β : nilai FWHM dalam radian, θ : sudut Bragg.

3.5.8 Analisis Data Hasil FTIR

Analisis FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Grafik intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa, sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel. Spektrum absorbansi yang dihasilkan dari analisis FTIR digunakan untuk menentukan apakah ada ikatan logam oksigen pada sampel. Spektrum ini merupakan perbandingan antara nilai bilangan gelombang pada sumbu x yang berkisar antara 4000-400 cm^{-1} dan nilai absorbansi pada sumbu y. Selanjutnya, data pita absorpsi yang diperoleh untuk senyawa hematit ditemukan pada stretching Fe-O dan dibandingkan dengan standar FTIR hematit di *Spectral Database for Organic Compounds* (SDBS). Data absorpsi senyawa hematit terdapat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Data absorpsi senyawa hematit (Darezereshki, dkk., 2012)

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Jenis Vibrasi
481 dan 546	Fe-O stretching

3.5.9 Analisis Data Hasil UV-Vis

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

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Ekstraksi Daun Sirih Hijau

Dalam penelitian ini daun sirih hijau yang digunakan diambil dari kota Malang. Daun sirih hijau yang sudah bersih dihaluskan menggunakan blender untuk memperluas luas kontak antara daun sirih hijau dengan pelarut aquademin serta mendapatkan kandungan senyawa metabolit sekunder diantaranya tanin. Hasil ekstraksi adalah filtrat berwarna coklat bening dengan pH 5 sesuai pada Gambar 4.1.

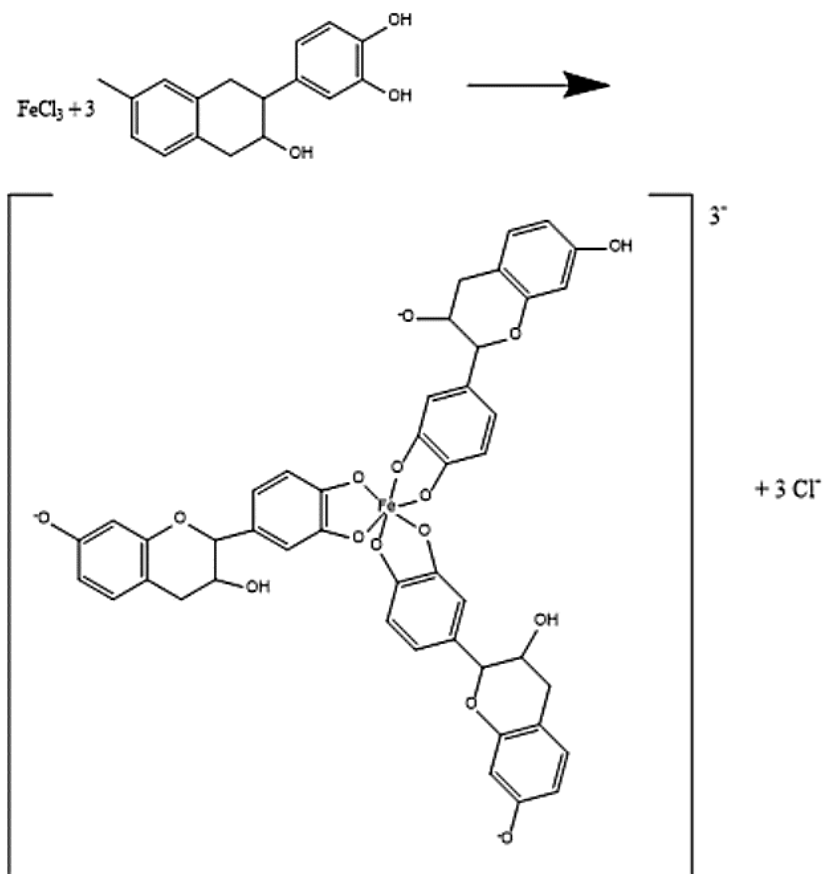


Gambar 4. 1 Ekstrak daun sirih hijau

Indikator adanya tanin dalam daun sirih hijau diperkuat melalui uji fitokimia dengan meneteskan FeCl_3 sebanyak 1% pada ekstrak daun sirih hijau. Adanya gugus fenol yang terdapat dalam tanin ditunjukkan dengan perubahan warna ekstrak dari coklat bening menjadi warna hijau kehitaman sesuai Gambar 4.2. Hal ini mengakibatkan terjadinya reaksi antara gugus hidroksil pada tanin dengan ion Fe^{3+} yang membentuk senyawa kompleks (Manongko, dkk., 2020). Adapun reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.3.



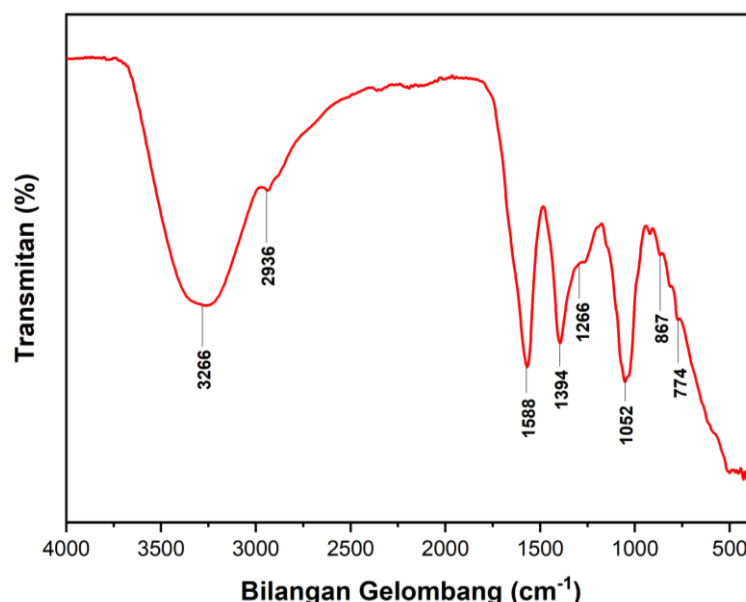
Gambar 4.2 Hasil uji fitokimia ekstrak daun sirih hijau



Gambar 4.3 Reaksi antara tanin dengan FeCl_3 (Ergina, dkk., 2014)

Ion Fe^{3+} berfungsi sebagai atom pusat dan tanin memiliki atom O dengan dua pasangan elektron bebas berkoordinasi ke atom pusat sebagai ligan yang menciptakan senyawa kompleks antara tanin dan FeCl_3 . Tiga tanin yang memiliki dua atom donor yaitu atom O pada posisi 4' dan 5' dihidroksi oleh ion Fe^{3+} sehingga memiliki enam pasangan elektron bebas yang dapat dikoordinasikan ke atom pusat. Atom O dihidroksi pada posisi 4' dan 5' memiliki energi paling rendah saat membentuk senyawa kompleks, yang membuatnya menjadi ligan (Ergina, dkk., 2014).

Kandungan senyawa metabolit sekunder dalam daun sirih hijau juga diperkuat melalui karakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi senyawa yang terkandung dalam daun sirih hijau. Gambar 4.4 menunjukkan hasil spektra IR ekstrak daun sirih hijau. Interpretasi hasil spektra FTIR ekstrak daun sirih hijau dirangkum pada Tabel 4.1.



Gambar 4.4 Spektrum IR ekstrak daun sirih hijau

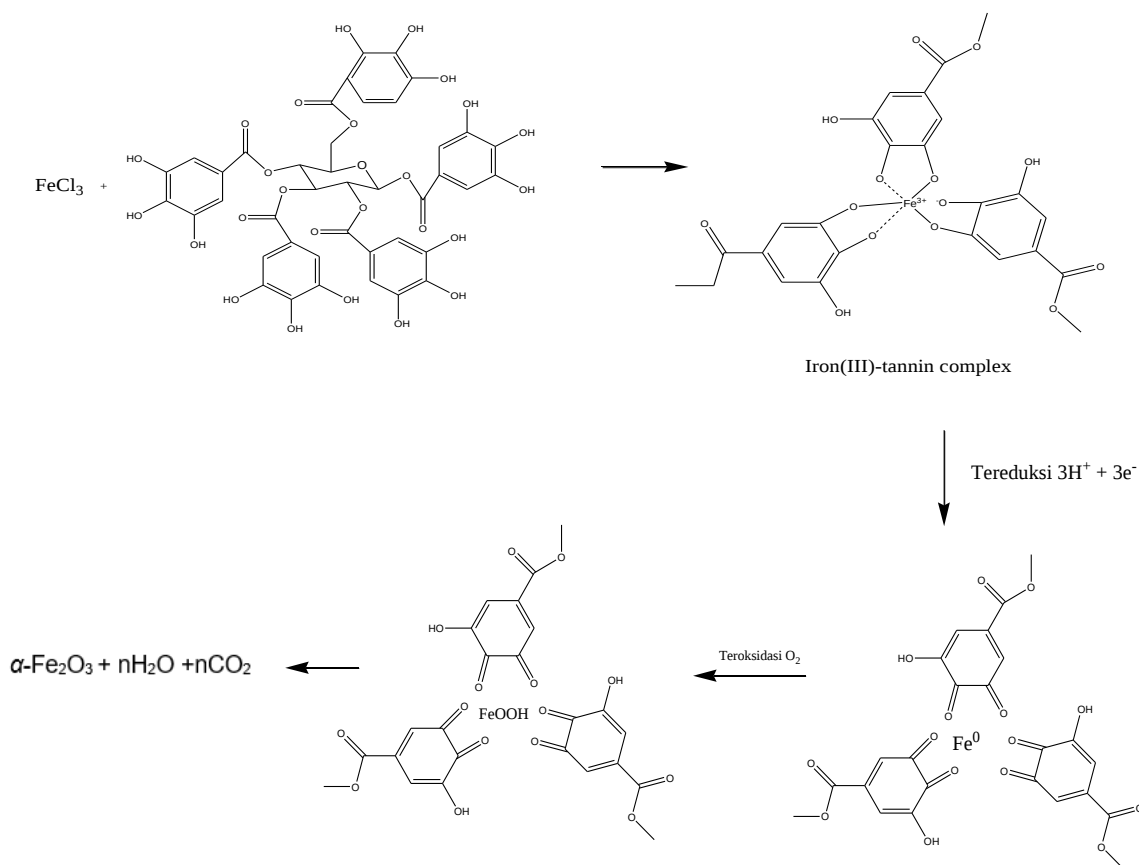
Tabel 4.1 Interpretasi hasil Spektra IR pada ekstrak daun sirih hijau

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Literatur
O-H <i>stretching</i>	3266	3700-3100 cm ⁻¹ (Ricci, dkk., 2015)
C-H <i>stretching</i>	2936	2924 cm ⁻¹ (Somchaidee & Tedsree., 2018)
C-C aromatik	1568	1500-1600 cm ⁻¹ (Rufus, dkk., 2019)
C-OH <i>bending</i>	1394	1390-1250 cm ⁻¹ (Pandhi, dkk., 2022)
C=O <i>stretching</i>	1266	1265-1200 cm ⁻¹ (Damayanti, dkk., 2020)
C-O <i>stretching</i>	1052	1059 cm ⁻¹ (Adu, dkk., 2022)
C-H aromatik	867	900-800 cm ⁻¹ (Wahyinto, dkk., 2022)
C-H <i>bending</i>	774	

Berdasarkan Gambar 4.4 Spektrum IR dan hasil interpretasi spektra IR pada Tabel 4.1 analisis lebih lanjut menunjukkan adanya puncak-puncak serapan yang mengandung gugus fungsi O-H (3266 cm⁻¹), C-H (2936 cm⁻¹), C-C (1588 cm⁻¹), dan C-O (1052 cm⁻¹). Gugus-gugus ini merupakan serapan dari senyawa golongan fenolik seperti tanin dalam ekstrak daun sirih hijau. Tanin dapat berfungsi sebagai agen reduktor dalam proses sintesis hematit (Shtewi, dkk., 2021). Selain itu, terdapat gugus fungsi yang tidak terdeteksi lagi, seperti gugus karbonil (C=O), yang biasanya menyerap pada daerah bilangan gelombang 1700–1750 cm⁻¹. Tidak munculnya puncak karbonil ini kemungkinan disebabkan oleh adanya ikatan hidrogen antara gugus karbonil dan hidroksil dalam tanin, yang mengurangi intensitas serapan karbonil pada ekstrak daun sirih hijau. Sejalan dengan penelitian oleh Damayanti, dkk. (2020), tanin tetap menjadi senyawa fenolik utama dalam ekstrak daun sirih hijau, yang berkontribusi besar dalam mereduksi ion ferri menjadi hematit.

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

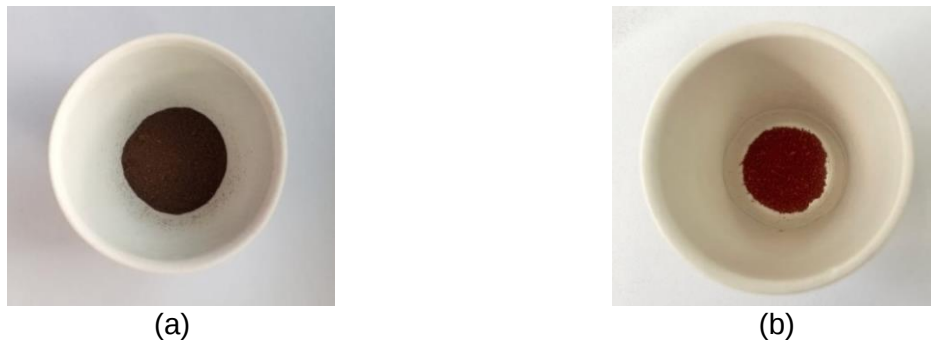
Sintesis pigmen hematit menggunakan metode presipitasi-kalsinasi. Pada metode presipitasi, larutan FeCl_3 yang bersifat asam dengan pH sekitar 1-2 ditambahkan ekstrak daun sirih hijau dengan pH 5 mengakibatkan terjadinya kompleksasi antara ion Fe^{3+} dengan gugus hidroksil ($-\text{OH}$) dalam senyawa tanin, yang ditandai dengan perubahan warna dari coklat kuning menjadi hijau gelap. Selanjutnya, gugus hidroksil mereduksi ion Fe^{3+} menjadi Fe^0 yang ditandai dengan perubahan warna dari hijau gelap menjadi hitam gelap. Gugus hidroksil kemudian dioksidasi oleh ion Fe^{3+} menjadi gugus karbonil. Selama proses ini, terjadi peningkatan pH menjadi 4 karena interaksi antara ion Fe dalam larutan dengan senyawa hidroksida dalam endapan yang terbentuk. Adapun mekanisme reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Mekanisme reaksi pembentukan v-FeOOH (dimodifikasi dari Shtewi, dkk., 2021)

Tahap selanjutnya adalah pemanasan pada suhu 50, 70, dan 90°C selama 1 jam untuk mengetahui suhu optimal pembentukan fasa hematit. Adapun setelah proses sintesis campuran disaring menggunakan vacum buchner untuk menghilangkan pelarut dan menyisakan endapan. Endapan dicuci dengan aquademineral karena memiliki sedikit kandungan mineral sehingga dapat memperkecil hadirnya pengotor hingga pH 6. Adapun pengukuran pH berfungsi untuk memantau kondisi larutan yang memengaruhi pembentukan fasa dan stabilitas senyawa hematit yang diinginkan. Terutama penetralan pH dari 4 menjadi

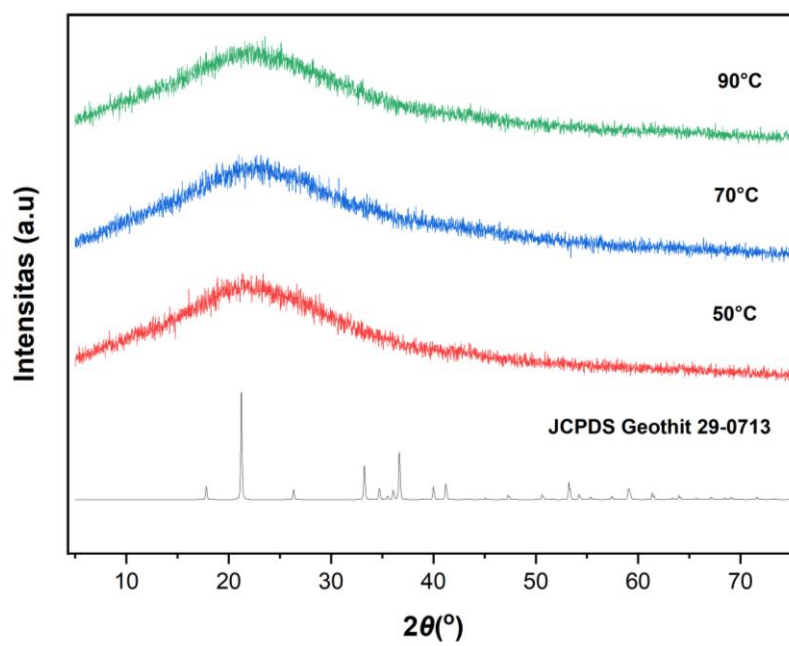
6 bertujuan untuk mencegah pembentukan fasa yang tidak diinginkan, seperti maghemit atau fasa besi oksida lainnya dan membantu pengendapan senyawa $v\text{-FeOOH}$ yang lebih stabil. Endapan berwarna coklat gelap yang terbentuk kemudian dikalsinasi selama 3 jam menggunakan tanur dengan suhu 750°C yang bertujuan untuk menghilangkan air dan bahan organik, serta mengubah fasa dari $v\text{-FeOOH}$ menjadi $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang berwarna merah kecoklatan. Hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil sintesis hematit (a) sebelum kalsinasi (b) setelah kalsinasi

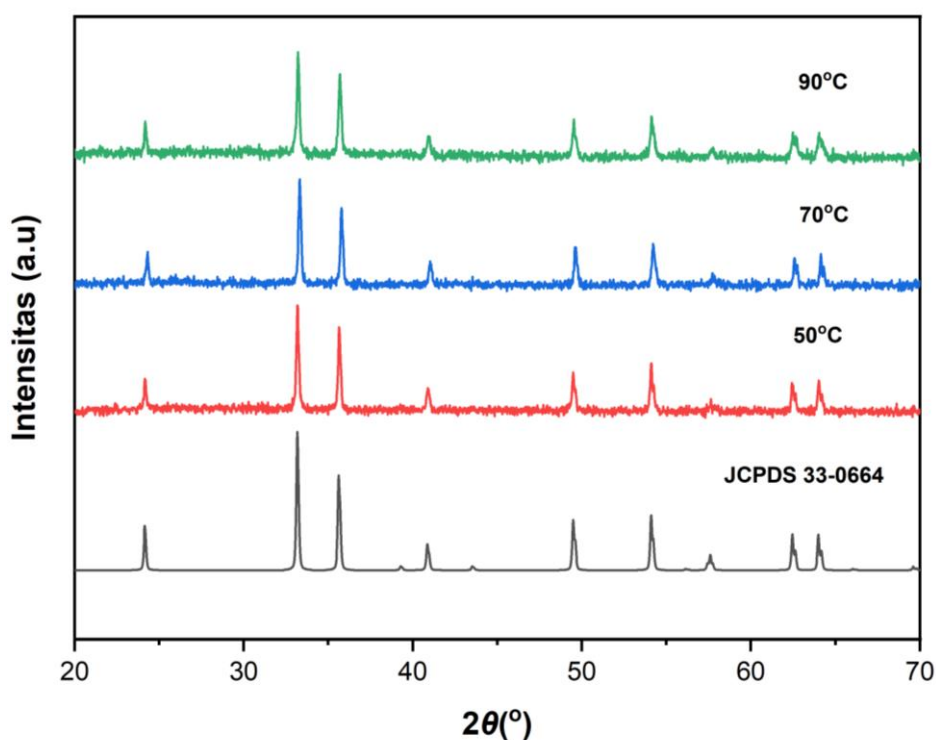
4.3 Karakterisasi Pigmen Hasil Sintesis dengan XRD

Tujuan karakterisasi XRD adalah untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Sintesis dilakukan menggunakan metode presipitasi dan menghasilkan sampel berwarna coklat kehitaman yang menyerupai $v\text{-Geothit}$ untuk sampel sebelum kalsinasi (Cornell, dkk., 2003). Difraktogram sampel sebelum kalsinasi dengan variasi suhu presipitasi ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Difraktogram hasil sintesis sebelum kalsinasi

Sesuai Gambar 4.7 menunjukkan pola difraksi sesuai standar V-Geothit (*JCPDS No. 29-0713*). Pada variasi 50, 70, dan 90°C yang dihasilkan memiliki 1 puncak yang identik dengan puncak standar geothit pada $2\theta(^{\circ}) : 23$ yakni pada $2\theta(^{\circ}) : 23$ dengan intensitas yang rendah dan lebar yang menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk berupa amorf. Fasa geothit dapat terbentuk pada suhu rendah atau hidrotermal yang menyebabkan terputusnya reaksi antara fasa transisi sebelum terbentuknya hematit. Hal ini juga disebabkan pada suhu rendah, energi kinetik yang diberikan masih belum cukup untuk mengatasi energi aktivasi yang diperlukan untuk menyusun atom Fe dan O dalam struktur hematit yang lebih stabil. Hal ini sesuai dengan serapan pada spektra IR sebelum kalsinasi yang mengindikasikan pembentukan v-geothit sebagai fasa antara sebelum terbentuknya hematit pada suhu yang lebih tinggi. Adapun difraktogram sampel setelah kalsinasi dengan variasi suhu presipitasi ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Difraktogram hasil sintesis setelah kalsinasi

Berdasarkan Gambar 4.8 pola difraktogram pada variasi suhu presipitasi dibandingkan dengan data standar JCPDS 33-0664. Berdasarkan pola difraktogram pada Gambar 4.5 yang dihasilkan, ketiga puncak produk sintesis yang dihasilkan memiliki bentuk yang tajam dan sempit serta memiliki kesesuaian tinggi dengan standar senyawa hematit pada posisi $2\theta(^{\circ}) : 33$ dan 35. Hal ini mengindikasikan bahwa dalam tiap variasi suhu sintesis masih dalam fasa hematit tanpa adanya puncak tambahan (pengotor) yang ditemukan melalui standar serta struktur kisi kristal rombohedral.

Tabel 4.2 Hasil analisis dengan Rietica

Parameter	Standar Hematit	50°C	70°C	90°C
Grup Ruang	R-3c	R-3c	R-3c	R-3c
Kisi Kristal	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral	Rhombohedral
Unit	6	6	6	6
a (Å)	5,0356	5,032866	5,037628	5,037287
b (Å)	5,0356	5,032866	5,037628	5,037287
c (Å)	13,7489	13,747337	13,755612	13,752065
R_p		4,70	5,12	4,58
R_{wp}		6,35	6,40	6,28
GoF		0,2732	0,3075	0,2917

Hasil analisis kisi dan struktur kristal menggunakan *refinement* dengan metode *Le Bail* ditunjukkan dalam Tabel 4.2. Analisa dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi dengan standar hematit JCPDS 33-0664. Nilai R_p , R_{wp} , dan GoF menunjukkan kecocokan sampel, dengan nilai R_p dan R_{wp} yang dapat diterima untuk proses refinement sebesar <10%. Hasil analisis menunjukkan bahwa hematit yang dihasilkan dari sintesis memiliki struktur kristal rhombohedral dengan space group R-3c. Hematit dengan suhu sintesis 90°C memiliki kecocokan paling tinggi dengan standar karena nilai konstanta kisi kristalnya lebih dekat dengan konstanta kisi standar JCPDS.

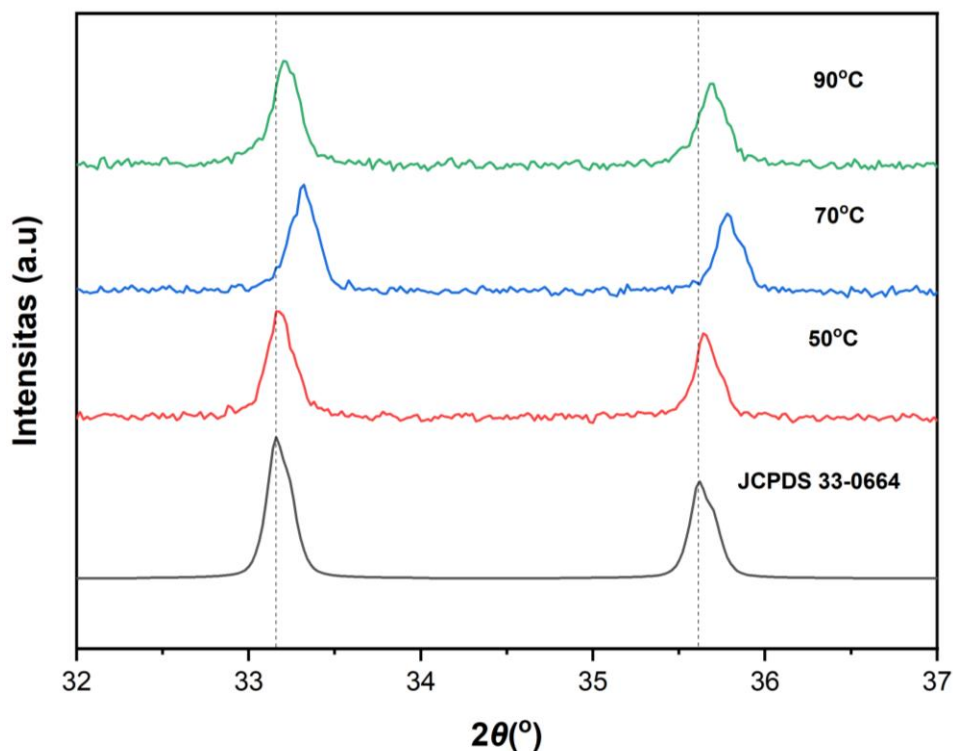
Tabel 4.3 Ukuran kristal hasil sintesis

Sampel	2θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)	Kristalinitas (%)
50°C	33,18	0,143	55,34	72,87
70°C	33,32	0,151	50,5	78,70
90°C	33,22	0,130	58,87	82,15

Ukuran kristal dapat dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Berdasarkan Tabel 4.3 ukuran kristal senyawa hematit yang dihasilkan berkisar antara 32,87-33,71 nm yang menandakan bahwa kristal sudah termasuk nanokristal. Secara umum, peningkatan suhu menyebabkan peningkatan energi kinetik yang menghasilkan lebih banyak tumbukan efektif sehingga menghasilkan kristal yang lebih besar dan teratur serta memiliki sedikit cacat (Begum, dkk., 2012). Semakin tinggi suhu juga meningkatkan kecepatan reaksi yang menyebabkan intensitas puncak semakin tinggi dan meningkatkan derajat kristalinitas sampel. (Herdianita, dkk., 1999). Semakin besar nilai FWHM, semakin kecil ukuran kristal yang dihasilkan (Astuti, dkk., 2018).

Menurut hasil penelitian, sampel dengan variasi suhu sintesis 90°C memiliki ukuran kristal terbesar dan kristalinitas tertinggi, sedangkan pada suhu 50 dan 70°C menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil dengan kristalinitas yang sedikit lebih rendah. Perbedaan ini terjadi karena variasi suhu mempengaruhi energi untuk menyusun atom dalam kisi kristal. Suhu terlalu tinggi memungkinkan pertumbuhan kristal lebih besar yang dapat menyebabkan

kristalinitas menurun atau memiliki ukuran yang tidak seragam. Adapun pada suhu 70°C terjadi penurunan ukuran kristal yang disebabkan oleh ketidakseimbangan dalam proses pertumbuhan kristal. Kondisi reaksi pada suhu ini kemungkinan tidak cukup stabil untuk mendukung pertumbuhan kristal secara konsisten, sehingga menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil. Data menunjukkan bahwa suhu sintesis memiliki pengaruh yang signifikan terhadap ukuran kristal.

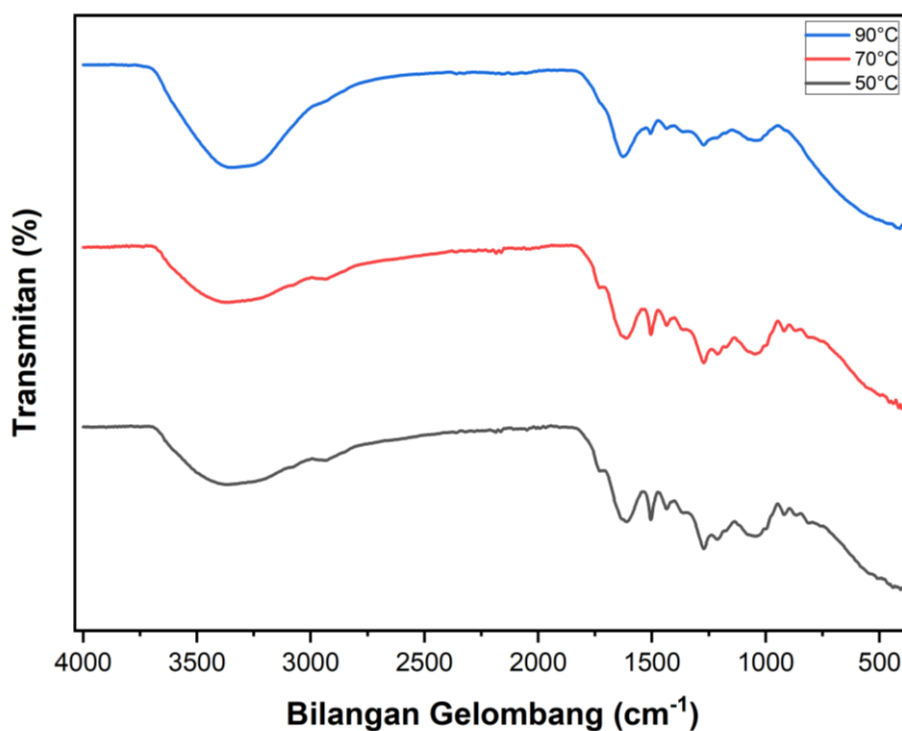


Gambar 4.9 Perbesaran pola difraksi sinar-X hasil sintesis setelah kalsinasi

Setiap sampel hematit memiliki puncak yang berbeda, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.9. Pada suhu sintesis 70°C, puncak hematit bergeser ke kanan. Namun, puncak hanya berubah sedikit pada suhu sintesis 50 dan 90°C. Pergeseran puncak ini berkaitan dengan perubahan parameter kisi kristal yang disebabkan oleh perbedaan suhu sintesis. Ketika puncak mengalami pergeseran pada posisi $2\theta(^{\circ})$ lebih besar maka hal tersebut menunjukkan bahwa nilai parameter kisi kristal semakin kecil (Prasetya, dkk., 2020).

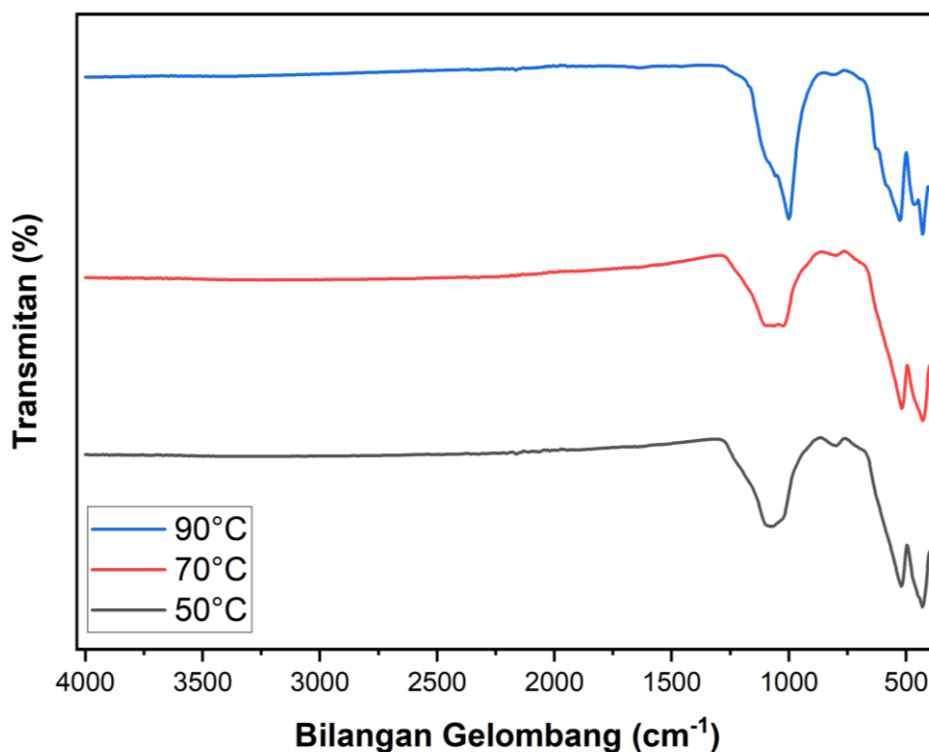
4.4 Karakterisasi Pigmen Hasil Sintesis dengan FTIR

Karakterisasi FTIR sebelum dan sesudah kalsinasi menggunakan metode presipitasi-kalsinasi dengan variasi suhu presipitasi 50, 70, dan 90°C. Adapun hasil FTIR sebelum dan sesudah kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.6. Interpretasi Spektra IR hasil sintesis hematit sebelum kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 4.4.



Gambar 4.10 Hasil spektra IR sintesis hematit sebelum kalsinasi

Berdasarkan hasil spektra IR pada Gambar 4.10 dapat diketahui bahwa pada hasil sintesis sebelum kalsinasi masih terdapat serapan yang sama dengan gugus senyawa pada ekstrak daun sirih hijau. Hal ini dibuktikan dengan adanya serapan gugus O-H *stretching* yang tumpul dan melebar pada bilangan gelombang 3384-3333 cm^{-1} . Serapan ini berasal dari gugus hidroksil yang masih tertinggal di permukaan sampel. Spektra pada bilangan gelombang 2936 cm^{-1} dengan intensitas rendah mengindikasikan adanya serapan C-H *stretching*. Gugus C-O *stretching* dengan intensitas tajam muncul pada bilangan gelombang 1728-1727 cm^{-1} . Gugus C=C *stretching* dengan intensitas rendah muncul pada bilangan gelombang 1627-1610 cm^{-1} . Serapan pada bilangan gelombang 1506-504 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-C aromatik. Serapan pada bilangan gelombang 1434 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=H alkena. Terdapat gugus C-OH *bending* dengan intensitas rendah pada bilangan gelombang 1364-1360 cm^{-1} yang berasal dari tanin dalam daun sirih hijau. Pada serapan 1272 cm^{-1} muncul gugus C=O *stretching*. Pada bilangan gelombang 1048-1045 cm^{-1} terdapat serapan gugus Fe-O-OH *bending* sebagai fasa transisi sebelum terbentuknya hematit dengan intensitas rendah pada ketiga variasi suhu. Hal ini sesuai dengan hasil difraktogram sebelum kalsinasi yaitu adanya fasa v-geothit yang belum sepenuhnya terbentuk menjadi hematit dengan intensitas rendah pada ketiga variasi suhu, sehingga pada rentang ini tidak dapat ditentukan dengan jelas telah terbentuknya antara fasa hematit atau v-geothit (Ghosh, dkk., 2012). Peningkatan suhu menyebabkan serapan pada daerah ini meningkat karena semakin banyak hematit yang terbentuk, meskipun pada suhu 50°C, serapan masih rendah akibat dominasi fasa transisi. Adapun spektra IR sampel setelah kalsinasi ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Hasil spektra IR sintesis hematit setelah kalsinasi

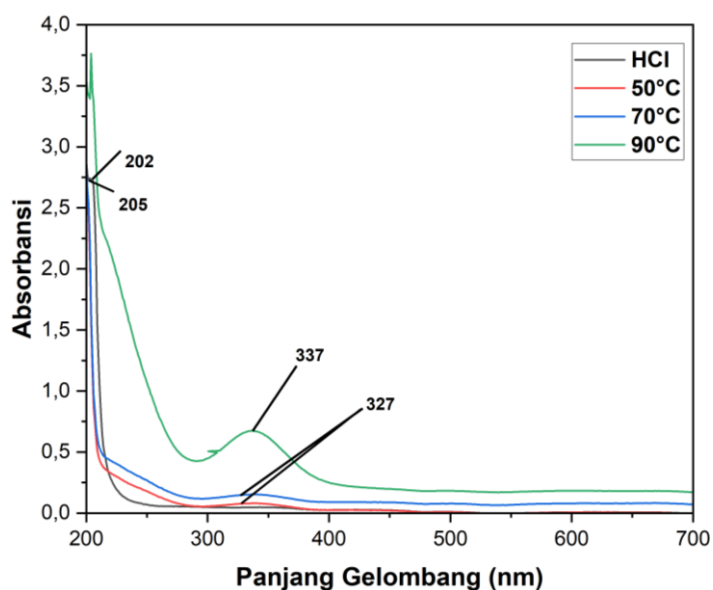
Pada Gambar 4.11 hasil sintesis setelah kalsinasi dengan FTIR menunjukkan bahwa dibandingkan dengan sebelum kalsinasi, terdapat sejumlah serapan yang hilang. Gugus O-H, C=C, C=O, C-O, dan C-H yang ditemukan dalam spektra FTIR hasil sintesis hematit sebelum kalsinasi kemungkinan telah berinteraksi dengan besi untuk membentuk gugus Fe-O. Hal ini juga dapat disebabkan karena pemanasan pada suhu tinggi yaitu 750°C yang dapat mendekomposisi senyawa organik pada sampel hasil sintesis. Senyawa khas hematit Fe-O *bending* muncul dengan intensitas yang tajam dan kuat pada bilangan gelombang 526-517 cm⁻¹ dan 432-427 cm⁻¹ yang mengindikasikan terbentuknya senyawa hematit yang semakin banyak (Wijaya, dkk., 2005). Terdapat serapan pada bilangan gelombang 1076-1056 cm⁻¹, yang berasal dari gugus Fe-O-OH *bending* yang masih tersisa. Peningkatan suhu menyebabkan serapan pada daerah ini mengalami peningkatan karena semakin banyak hematit yang terbentuk, meskipun pada suhu rendah, serapan masih rendah akibat dominasi fasa transisi seperti v-geothit. Adapun intensitas serapan pada daerah ini menurun seiring peningkatan suhu, yang mengindikasikan semakin sedikitnya fasa transisi yang ada terdapat dalam sampel (Ghosh, dkk., 2012).

Tabel 4.4 Interpretasi Spektra IR hasil sintesis hematit sebelum dan sesudah kalsinasi

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)						Intensitas	Literatur
	Sebelum kalsinasi			Sesudah kalsinasi				
	50°C	70°C	90°C	50°C	70°C	90°C		
O-H <i>stretching</i>	3384	3334	3333				Sedang	3400 - 3300 (Cui, dkk., 2013)
C-H <i>stretching</i>	2936	2936	2936				Lemah	2360 (Durga, dkk., 2016)
C-O <i>stretching</i>	1727	1728					Lemah	1743 (Palupi, dkk., 2016)
C=C <i>stretching</i>	1613	1610	1627				Kuat	1660-1610 (Silverstein, dkk., 2005)
C-C aromatic	1504	1504	1506				Sedang	1537-1554 (Pari., 2011)
C=H alkene	1434	1434	1434				Lemah	1420-1330 (Shriner., 2004)
C-OH <i>bending</i>	1360	1360	1364				Lemah	1319 (Hardini., 2009)
C=O <i>stretching</i>	1272	1272	1272				Sedang	1280 (Pari., 2011)
Fe-O-OH <i>bending</i>				1076	1065	1056	Kuat	1080-1050 (Ghosh, dkk., 2012)
	1045	1046	1048				Lemah	
Fe-O <i>stretching</i>				430 & 520	427 & 517	429 & 526	Kuat	481 & 546 (Wijaya, dkk., 2005)

4.5 Karakterisasi Pigmen Hasil Sintesis dengan UV-Vis

Sampel hasil sintesis diidentifikasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-800 nm. Hasil spektrofotometer UV-Vis dengan variasi suhu sintesis 50, 70, dan 90°C ditampilkan pada Gambar 4.12.

**Gambar 4.12** Hasil uji Spektrofotometer UV-Vis pada suhu (a) 50, (b) 70, dan (c) 90°C

Pada Gambar 4.12, dapat dilihat bahwa pada suhu 50 dan 70°C terdapat serapan maksimum pada panjang gelombang 327 nm. Sedangkan pada suhu 90°C memiliki serapan pada panjang gelombang 337 nm. Terdapat pula panjang gelombang maksimum disekitar 202 dan 205 nm yang dimiliki oleh HCl. Adapun HCl digunakan sebagai pelarut bertujuan untuk melarutkan dan membersihkan senyawa-senyawa yang mungkin belum terurai sempurna serta menstabilkan kembali pembentukan hematit. Berdasarkan penelitian oleh Pal, dkk. (2014) hasil karakterisasi hematit menggunakan spektrofotometer UV-Vis memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang 320 nm. Pigmen hematit menyerap cahaya pada panjang gelombang 200-400 nm (Ali, dkk., 2017). Spektrum dari ketiga variasi suhu ini menunjukkan bahwa terdapat panjang gelombang maksimum antara 300-600 nm yang menyerap cahaya di daerah biru dan hijau. Serapan ini mengakibatkan terjadinya transisi elektron dari $t_{2g} \rightarrow e_g$ sehingga menghasilkan warna merah kecoklatan. Hal ini sesuai dengan penelitian oleh Cornell dan Schwertmann (2003) yang menjelaskan bahwa spektrum UV-Vis pada oksida besi menggambarkan transisi elektronik dari tingkat energi rendah ke tinggi.

Perbedaan hasil karakterisasi UV-Vis antara variasi suhu 50, 70, dan 90°C dapat dilihat dari posisi panjang gelombang serapan maksimum serta intensitas serapan yang dihasilkan. Serapan maksimum yang lebih tinggi pada suhu 90°C menunjukkan bahwa pigmen hematit yang dihasilkan lebih stabil dan berkualitas. Pada suhu 90°C, energi panas yang diberikan membantu proses pembentukan struktur hematit yang lebih rapi dan teratur. Suhu ini memungkinkan atom besi dan oksigen untuk tersusun lebih baik, sehingga menghasilkan bentuk kristal hematit yang lebih stabil. Struktur yang lebih baik ini cenderung menyerap cahaya dengan lebih teratur, menghasilkan serapan maksimum pada panjang gelombang tertentu yang menunjukkan kestabilan. Sebaliknya, pada suhu 50 dan 70°C, energi panas yang diberikan belum cukup untuk membentuk struktur yang sepenuhnya rapi, sehingga hasilnya lebih bervariasi dan kurang stabil dibandingkan dengan hasil pada suhu 90°C.

Adapun untuk mengidentifikasi hasil variasi suhu yang terbaik, hasil analisis FTIR dan UV-Vis juga dapat dijadikan acuan. Pada Spektrum FTIR, terdapat perubahan gugus Fe-O-OH *bending* pada suhu yang lebih tinggi menandakan bahwa fasa transisi sudah mulai berubah menuju fasa hematit yang lebih stabil dengan pembentukan struktur Fe-O yang lebih kuat. Sementara itu, serapan maksimum yang lebih tinggi dan lebih teratur pada suhu 90°C di UV-Vis menunjukkan bahwa pigmen yang dihasilkan memiliki kualitas yang lebih baik.

4.6 Kajian Pigmen Hematit dalam Perspektif Islam

Penelitian ini berfokus pada sintesis pigmen hematit dari ekstrak daun sirih hijau dengan variasi suhu sintesis. Karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengidentifikasi ukuran kristal, gugus fungsi, spektrum warna, dan panjang gelombang. Pigmen yang dihasilkan menunjukkan warna merah kuat yang cocok

untuk diaplikasikan sebagai pewarna dalam industri cat. Sebagaimana firman Allah dalam surat Fatir ayat 27-28:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيضٌ وَحُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ (٢٧)
وَمِنَ النَّاسِ وَالدَّوَابِّ الْأَنْعَامِ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهُ كَذَلِكَ إِنَّمَا يَخْشَى اللَّهَ مِنْ عِبَادِهِ الْعُلَمَاءُ إِنَّ اللَّهَ عَزِيزٌ غَفُورٌ (٢٨)

Artinya: "Tidakkah engkau melihat bahwa Allah menurunkan air dari langit, lalu Kami hasilkan dengan air itu buah-buahan yang beraneka macam warnanya. Dan di antara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada yang hitam pekat (27) Dan demikian pula di antara manusia, hewan-hewan melata, dan binatang-binatang ternak ada yang bermacam-macam warnanya (dan jenisnya). Hanya yang takut kepada Allah di antara hamba-hamba-Nya hanyalah para ulama. Sesungguhnya Allah Maha perkasa lagi Maha pengampun (28)."

Dalam tafsir Al-Misbah menjelaskan bahwa warna-warna yang disebutkan dalam ayat ini menggambarkan keberagaman ciptaan Allah di bumi. Warna pada buah-buahan, gunung-gunung, dan makhluk hidup lainnya adalah manifestasi dari kebesaran dan keindahan Allah yang menciptakan segala sesuatu dengan variasi yang sangat kaya (Shihab, 2002). Penelitian ini menunjukkan bahwa variasi suhu sintesis menghasilkan variasi warna merah dan merah kehitaman pada pigmen hematit. Hasil analisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis menunjukkan penyerapan cahaya pada rentang panjang gelombang 327-337 nm daerah *ultraviolet* yang menyerap cahaya di daerah biru dan hijau sehingga menghasilkan warna merah pada pigmen hematit. Kemampuan hematit untuk menyerap cahaya pada rentang ini menunjukkan intensitas tinggi dan memberikan warna yang kuat pada pigmen. Dengan demikian penelitian ini juga menunjukkan bahwa perkembangan ilmu pengetahuan juga merupakan tanda kebesaran Allah melalui warna.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh melalui penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa:

- a. Hasil XRD menunjukkan bahwa pada produk sintesis setelah kalsinasi memiliki kemurnian tinggi dan struktur kristal rhombohedral dengan ukuran kristal sebesar 55,34; 50,5; dan 58,87 nm dengan variasi suhu sintesis 50, 70, dan 90°C. Dapat diketahui pula bahwa semakin tinggi suhu sintesis cenderung menyebabkan ukuran kristal semakin besar, tetapi pada suhu 70°C ukuran kristal menurun kemungkinan disebabkan oleh suhu yang tidak cukup stabil untuk mendukung pertumbuhan kristal lebih besar. Hasil karakterisasi UV-Vis diperoleh panjang gelombang maksimum 337 nm pada suhu sintesis 90°C.
- b. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa suhu 90°C menghasilkan karakterisasi terbaik baik sebelum maupun sesudah kalsinasi. Sebelum kalsinasi, produk menunjukkan keberadaan gugus fungsi O-H, C-H, C=C, C=O, C-O serta gugus Fe-O-OH *bending* pada bilangan gelombang 1048-1045 cm^{-1} . Setelah proses kalsinasi, terjadi perubahan yang signifikan, dimana gugus fungsi Fe-O yang khas dari struktur hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) muncul pada bilangan gelombang 432 cm^{-1} dan 526 cm^{-1} namun masih terdapat gugus Fe-O-OH pada bilangan gelombang 1076-1056 cm^{-1} yang mengindikasikan bahwa transformasi dari fasa $v\text{-geothit}$ menjadi hematit belum sempurna. Meskipun demikian, perubahan ini menunjukkan bahwa kalsinasi pada suhu 90°C berhasil terjadi transformasi fasa transisi $v\text{-geothit}$ menjadi struktur hematit yang stabil, sesuai dengan tujuan sintesis pigmen hematit yang diharapkan.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu menggunakan teknik sentrifugasi dengan kecepatan tinggi saat penyaringan untuk memastikan partikel lebih halus sehingga dapat terpisahkan secara optimal dan diharapkan mendapatkan hasil sintesis dengan kristalinitas yang tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdulkadir, I., & Aliyu, A. B. (2013). Some Wet Routes for Synthesis of Hematite Nanostructures. *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, 7(4), 115-120.
- Abdullah, J. A. A., Díaz-García, Á., Law, J. Y., Romero, A., Franco, V., & Guerrero, A. (2023). Quantifying The Structure and Properties of Nanomagnetic Iron Oxide Particles for Enhanced Functionality Through Chemical Synthesis. *Nanomaterials*, 13(15), 2242.
- Afdal dan Niarti, L. (2013). Karakterisasi Sifat Magnet dan Kandungan Mineral Pasir Besi Sungai Batang Kuranji Padang Sumatera Barat. *Jurnal Ilmu Fisika*. 5(1).24–30.
- Ali, H. R., Nassar, H. N., & El-Gendy, N. S. (2017). Green Synthesis of α -Fe₂O₃ Using Citrus Reticulum Peels Extract and Water Decontamination from Different Organic Pollutants. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, And Environmental Effects*, 39(13), 1425-1434.
- Alipour, S. M., Halladj, R., & Askari, S. (2014). Effects of the Different Synthetic Parameters on The Crystallinity and Crystal Size of Nanosized ZSM-5 Zeolite. *Reviews in Chemical Engineering*, 30(3), 289-322.
- Aprillia, P., & Safitri, C. I. N. H. (2020). Uji Aktivitas Antidiabetes Kombinasi Ekstrak Herba Sambiloto dan Daun Sirih Hijau Pada Mencit. in *Prosiding SNPBS (Seminar Nasional Pendidikan Biologi dan Saintek)* (pp. 553-561).
- Archana, V., Joseph Prince, J., & Kalainathan, S. (2021). Simple One-Step Leaf Extract-Assisted Preparation of α -Fe₂O₃ Nanoparticles, Physicochemical Properties, and Its Sunlight-Driven Photocatalytic Activity on Methylene Blue Dye Degradation. *Journal of Nanomaterials*, 2021, 1-25.
- Ashraf, M., Khan, I., Usman, M., Khan, A., Shah, S. S., Khan, A. Z., Saeed, K., Yaseen, M., Ehsan, M. F., Tahir, M. N., & Ullah, N. (2020). Hematite and Magnetite Nanostructures for Green and Sustainable Energy Harnessing and Environmental Pollution Control: A Review. *Chemical Research in Toxicology*, 33(6), 1292–1311.
- Astuti, A., Kurniaan, R. A., Mairoza, A., & Yanti, W. R. O. (2018). Analisis Pengaruh Asam Laurat Terhadap Struktur dan Ukuran Kristal Nanopartikel Fe₃O₄. *Jurnal Ilmu Fisika, Universitas Andalas*, 10(2), 89-93.
- Bagheri, S., Chandrappa K.G., Hamid, S.B.A. (2013). Generation of Hematite Nanoparticles via Sol-Gel Method. *Research Journal of Chemical Sciences*, 3(7): 62–68.
- Begum, A., Hussain A., & Rahman A. (2012). Effect of Deposition Temperature on The Structural and Optical Properties of Chemically Prepared Nanocrystalline Lead Selenide Thin Films. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 3(1), 438- 443.
- Bilalodin, B., Irayani, Z., Sehah, S., & Sugito, S. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Warna Hitam, Merah dan Kuning Berbahan Dasar Pasir Besi. *Molekul*, 10(2), 135-144.
- 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
- Borges, S. F., Andrade, K. S., Vaz, E. C., Morais Neto, M. D., Cabral, A. A., V Sobrinho, E., & Figueredo, G. P. D. (2024). Green Synthesis of Fe_xO_y Structures Using Euterpe Oleracea Mart Extract from The Legal Amazon, Brazil. *Química Nova*, 47, E-20240034.

- 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.
- Bouafia, A., & Laouini, S. E. (2020). Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles by Aqueous Leaves Extract of *Mentha Pulegium* L.: Effect of Ferric Chloride Concentration on The Type of Product. *Materials Letters*, 265, 127364.
- Bourvellec, C. L., & Renard, C. M. G. C. (2012). Interactions between Polyphenols and Macromolecules: Quantification Methods and Mechanisms. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 52(3), 213–248.
- Capangpangan, R. Y., Corpuz, M. J. B., & Alguno, A. C. (2018). Remediation of Ni^{2+} in a Nickel-Contaminated Water Sample Using Magnetic Nanoprobes Prepared Via Green Process by *Psidium Guajava* Leaves Extract. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 277, No. 1, P. 012033). IOP Publishing.
- Carolia, N., & Noventi, W. (2016). Potensi Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle* L.) Sebagai Alternatif Terapi Acne Vulgaris. *Jurnal Majority*, 5(1), 140-145.
- Colombo, C., Palumbo, G., Di Iorio, E., Song, X., Jiang, Z., Liu, Q., dan Angelico, R. (2015). Influence of Hydrothermal Synthesis Conditions on Size, Morphology and Colloidal Properties of Hematite Nanoparticles. *NanoStructures and Nano-Objects*, 2(July): 19–27.
- Cornell, R. M., & Schwertmann, U. (2003). *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences, And Uses* (Vol. 664). Weinheim: Wiley-Vch.
- Cornell, R.M., dan Schwertmann, U. (2003). *The Iron Oxides*. WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA.
- Damayanti, A. A., Trisnawati, N. L. P., & Suyanto, H. (2020). Identifikasi Bilangan Gelombang Daun Sirih (Piper sp.) Menggunakan Metode Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR) dan Principal Component Analysis (PCA). *Buletin Fisika*, 22(2), 60-66.
- Darezereshki, E., Bakhtiari, F., Alizadeh, M., & Ranjbar, M. (2012). Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 15(1), 91-97.
- Darezereshki, E., Bakhtiari, F., Alizadeh, M., & Ranjbar, M. (2012). Direct Thermal Decomposition Synthesis and Characterization of Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 15(1), 91-97.
- Dehbi, A., Dehmani, Y., Omari, H., Lammini, A., Elazhari, K., & Abdallaoui, A. (2020). Hematite Iron Oxide Nanoparticles ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$): Synthesis and Modelling Adsorption of Malachite Green. *Journal Of Environmental Chemical Engineering*, 8(1), 103394.
- Delmifiana, B. (2013). Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik Yang Disintesis Dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 2(3).
- Dewi, L. K., Sarosa, A. H., Kartikowati, C. W., Hayati, N., Parasu, R., & Amalia, E. (2021). Pengaruh Jenis Pelarut Terhadap Daya Antibakteri Hasil Ekstraksi Daun Sirih Hijau (*Piper Betle* L.) Pada Aktivitas *Staphylococcus Epidermidis*. *Journal of Innovation and Applied Technology*, 7(1), 1161-1165.
- Ergina, E., Nuryanti, S., & Pursitasari, I. D. (2014). Uji Kualitatif Senyawa Metabolit Sekunder Pada Daun Palado (*Agave Angustifolia*) yang Diekstraksi dengan Pelarut Air dan Etanol. *Jurnal Akademika Kimia*, 3(3), 165-172.

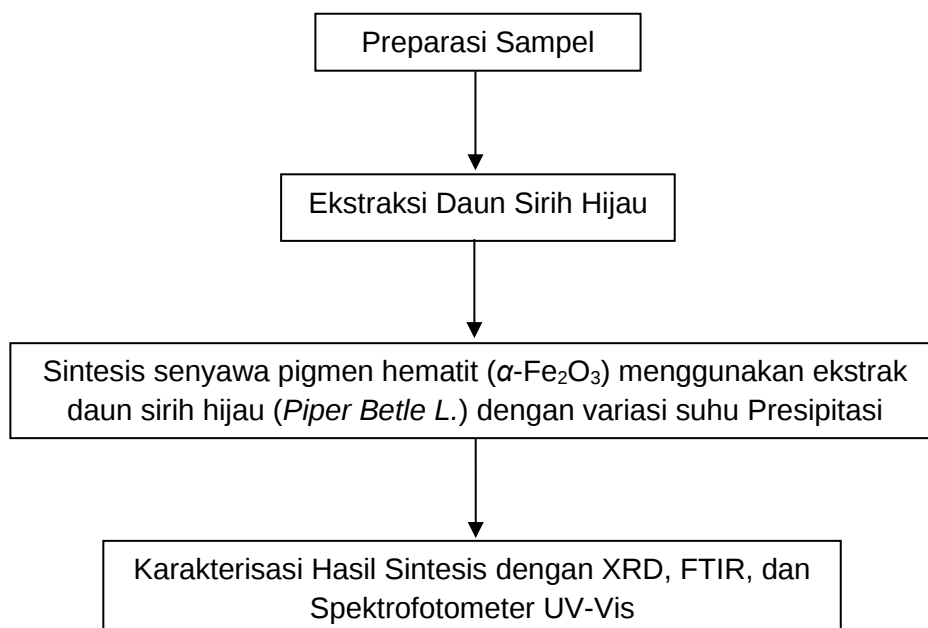
- Fahmi, A. (2011). Dinamika Jerapan Permukaan Kompleks Fe Oksida-Senyawa Humat. *Jurnal Sumberdaya Lahan*, 5(2), 75–82.
- Fouad, D. E., Zhang, C., El-Didamony, H., Yingnan, L., Mekuria, T. D., & Shah, A. H. (2019). Improved Size, Morphology and Crystallinity of Hematite (α -Fe₂O₃) Nanoparticles Synthesized via The Precipitation Route using Ferric Sulfate Precursor. *Results in Physics*, 12, 1253–1261.
- Fouda, A., Hassan, S. E. D., Abdel-Rahman, M. A., Farag, M. M., Shehal-Deen, A., Mohamed, A. A., & Azab, M. S. (2021). Catalytic Degradation of Wastewater from The Textile and Tannery Industries by Green Synthesized Hematite (α -Fe₂O₃) and Magnesium Oxide (Mgo) Nanoparticles. *Current Research in Biotechnology*, 3, 29-41.
- Ghosh, D. (2015). Tannins from Foods to Combat Diseases. *International Journal of Pharma Research & Review*, 4(5), 40–44.
- Ghosh, M. K., Poinern, G. E. J., Issa, T. B., & Singh, P. (2012). Arsenic Adsorption on Goethite Nanoparticles Produced Through Hydrazine Sulfate Assisted Synthesis Method. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 29, 95-102.
- Herdianita, N.R., Ong H.L., Subroto, dan Priadi, B. (1999). Pengukuran Kristalinitas Silika Berdasarkan Metode Difraktometer Sinar-X. *PROC.ITB*, Vol.31, No.1.
- Husain, H., Adi, W. A., Subaer, S., Taryana, Y., Setiawan, A., Putri, S. E., & Wannapaiboon, S. (2024). Effect of Calcination Temperature on Structure Evolution of Hematite Nanoparticles. *Physica Scripta*, 99(6), 065974.
- Jiang, Z., Liu, Q., Roberts, A. P., Dekkers, M. J., Barrón, V., Torrent, J., & Li, S. (2022). The Magnetic and Color Reflectance Properties of Hematite: From Earth to Mars. *Reviews Of Geophysics*, 60(1), E2020rg000698.
- Khoiroh, L. M. (2021, April). Synthesis and Application of Hematite from Lathe Waste as Anti-Swelling on Wood. In *International Conference on Engineering, Technology and Social Science (ICONETOS 2020)* (pp. 357-362). Atlantis Press.
- Khoiroh, L. M., Al-Chabib, M. N., & Prasetyo, A. (2019). Synthesis and Characterization of Hematite (α -Fe₂O₃) from Lathe Waste Using Co-Precipitation - Calcination Method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 578, 012004.
- Khoiroh, L. M., Faaizatunnisa, N., & Munasir. (2023). Green Synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles Using Green Betel Leaf Extract for Methylene Blue Adsorption.
- Kristyaka, H. S. R. (2018). Optimasi Kondisi Proses Pengendapan Hidroksida Logam-Logam Berat Kromium dan Nikel Secara Bertingkat Dalam Limbah Cair Elektroplating. *Jurnal Ilmiah Kanderang Tingang*, 9(2), 150-165.
- Lassoued, A., Lassoued, M. S., Dkhil, B., Gadri, A., & Ammar, S. (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.
- Madhumita, M., Guha, P., & Nag, A. (2020). Bio-Actives of Betel Leaf (Piper Betle L.): A Comprehensive Review on Extraction, Isolation, Characterization, And Biological Activity. *Phytotherapy Research*, 34(10), 2609-2627.
- Maharani, F. D. (2023). Green Synthesis Hematit Dari Limbah Bubut Besi Menggunakan Ekstrak Daun Jambu Biji dengan Variasi Suhu (Doctoral Dissertation, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim).

- Manongko, Sientje, M., Irma, L., & Kimia, P. (2020). Uji Senyawa Fitokimia dan Aktivitas Antioksidan Tanaman Patah Tulang (*Euphorbia tirucalli* L). *Jurnal MIPA*, 9(2), 64–69.
- Muhajir, M., Puspitasari, P., & Razak, J. A. (2019). Synthesis and Applications of Hematite α -Fe₂O₃: A Review. *Journal of Mechanical Engineering Science and Technology*, 3(2), 51–58.
- Noukelag, S. K., Arendse, C. J., & Maaza, M. (2021). Biosynthesis Of Hematite Phase α -Fe₂O₃ Nanoparticles Using an Aqueous Extract of Rosmarinus Officinalis Leaves. *Materials Today: Proceedings*, 43, 3679-3683.
- Nuraini, E. D. (2017). Sintesis Pigmen Geothit (α -FeOOH) Dari Limbah Bubut Besi Dengan Variasi Suhu Sintesis (Doctoral Dissertation, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim).
- Pal, M., Rakshit, R., & Mandal, K. (2014). Facile Functionalization of Fe₂O₃ Nanoparticles to Induce Inherent Photoluminescence and Excellent Photocatalytic Activity. *Applied Physics Letters*, 104(23).
- Pan, Z., Sanjayan, J. G., & Rangan, B. V. (2009). An Investigation of The Mechanisms for Strength Gain or Loss of Geopolymer Mortar After Exposure to Elevated Temperature. *Journal of Materials Science*, 44, 1873-1880.
- Pindiga, N. Y., Abubakar, A., Danbature, W. L., & Yakubu, U. (2022). Green Synthesis and Characterization of Iron Nanoparticles from the Leaf Extract of Khaya Senegalensis (Mahogany) and its Antimicrobial Activity.
- Pinna, F. (1998). Supported Metal Catalysts Preparation. *Catalysis Today*, 41, 129–137.
- Prasetya, A. D., Rifai, M., Mujamilah, & Miyamoto, H. (2020). X-ray Diffraction (XRD) Profile Analysis of Pure ECAP-annealing Nickel Samples. *Journal of Physics: Conference Series*, 1436(1), 012113.
- Primadiamanti, A., Amura, L., & Ulfa, A. M. (2020). Analisis Senyawa Fenolik Pada Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper betle* L.). *Jurnal Farmasi Malahayati*, 3(1), 23-31.
- Putri, A. K. (2019). Studi Morfologi *Piper Betle* L. dan Pemanfaatannya dalam Kehidupan Sehari–Hari.
- Rahmawati, D.E., Khoiroh, L.M., Ningsih, R., Yusniyanti, F., Solawati, W., dan Puspasari. (2020). Synthesis of Hematite Pigment (α -Fe₂O₃) from Iron Lathe Waste using Precipitation-Sonication Method as Anti-Swelling on Wood. *International Journal of Mechanical Engineering Technologies and Application*. 1(5). 69–76
- Rath, K., Ranganathan, P., Vasappa, R. K., & Balasundaram, S. T. (2020). Superparamagnetic Hematite Nanoparticle: Cytogenetic Impact on Onion Roots and Seed Germination Response of Major Crop Plants. *IET Nanobiotechnology*, 14(2), 133-141.
- Sahoo, S. K., Agarwal, K., Singh, A. K., Polke, B. G., & Raha, K. C. (2010). Characterization of γ - and α -Fe₂O₃ Nano Powders Synthesized by Emulsion Precipitation-Calcination Route and Rheological Behaviour of α -Fe₂O₃. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(8), 118–126.
- Selvaraj, R., Pai, S., Murugesan, G., Pandey, S., Bhole, R., Gonsalves, D., & Vinayagam, R. (2021). Green Synthesis of Magnetic α -Fe₂O₃ Nanospheres Using *Bridelia Retusa* Leaf Extract for Fenton-Like Degradation of Crystal Violet Dye. *Applied Nanoscience*, 11(8), 2227-2234.
- Septityana, K. D. (2013). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) Dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Prosiding SEMIRATA 2013*, 1(1).

- Sharma, G., Pandey, S., Ghatak, S., Watal, G., & Rai, P. K. (2018). Potential of Spectroscopic Techniques in the Characterization of "Green Nanomaterials. *Nanomaterials in Plants, Algae, and Microorganisms*, 1, 59–77.
- Shihab, M. Quraish. (2002). Tafsir Al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an, (Jakarta: Lentera Hati). Cet. 11, Vol. 15.
- Shtewi, F. A., Barag, W. M., & Tarroush, A. A. (2021). Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using *Mentha Piperita* Leaves Extract. *International Science and Technology Journal*, 24, 1–18.
- Simbolon, R. A., Halimatussakdiah, H., & Amna, U. (2021). Uji Kandungan Senyawa Metabolit Sekunder pada Ekstrak Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L var. *Pomifera*) dari Kota Langsa, Aceh. *QUIMICA: Jurnal Kimia Sains dan Terapan*, 3(1), 12-18.
- Sukirman, E., Adi, W.A., Purwamargapratala, Y., dan Mulyaningsih, T.R. (2009). Sintesis dan Karakterisasi YBCO Skala Nano.
- Suyanti, P., & Muhadi, A. W. (2008). Peningkatan Kadar Neodimium Secara Proses Pengendapan Bertingkat Memakai Amonia. *Semnas IV SDM Teknologi Nuklir*, ISSN, 176.
- Tjitrosoepomo, Gembong. (1993). Taksonomi Tumbuhan. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Üstün, E., Önbaşı, S. C., Çelik, S. K., Ayvaz, M. Ç., & Şahin, N. (2022). Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles by Using *Ficus Carica* Leaf Extract and Its Antioxidant Activity. *Biointerface Res. Appl. Chem*, 12(2), 2108-2116.
- Wahyinto, I. R., Aritonang, A. B., & Zaharah, T. A. (2022). Extraction and Characterization of Fe₂O₃ from Red Mud PT. Indonesia Chemical Alumina West Kalimantan. *Berkala Sainstek*, 10(3), 155-161.
- Wahyuni, T., & Ab, S. (2014). Pemanfaatan Tanin Ekstrak Daun Jambu Biji Terhadap Laju Korosi Besi dalam Larutan NaCl 3%^(w/v). *Jurnal Konversi*, 3(1).
- Wasito, B., & Biyantoro, D. (2009). Optimasi Proses Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Pasir Senotim dan Analisis Produk dengan Spektrometer Pendar Sinar-X. In *Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir* (Vol. 5, Pp. 677-686).
- Widiyastuti, Y., Haryanti, S., & Subositi, D. (2016). Karakterisasi Morfologi dan Kandungan Minyak Atsiri Beberapa Jenis Sirih (*Piper* Sp.). In *Proceeding of Mulawarman Pharmaceuticals Conferences* (Vol. 3, Pp. 474-481).
- Wijaya, Karna., Tahir, Iqmal., Haryanti, Nanik. (2005). Synthesis of Fe₂O₃-Montmorillonite and its Application as a Photocatalyst for Degradation of Congo Red Dye. *Indo. J. Chem.*, 5 (1): 41 – 47
- Yoonus, J., Resmi, R., & Beena, B. (2021). Evaluation of Antibacterial and Anticancer Activity of Green Synthesized Iron Oxide (α -Fe₂O₃) Nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, 46, 2969-2974.
- Yunita, Y., Nurlina, N., & Syahbanu, I. (2020). Sintesis Nanopartikel Zink Oksida (ZnO) dengan Penambahan Ekstrak Klorofil sebagai Capping Agent. *Positron*, 10(2), 123-130.
- Zanur, H.P., Ardian, A. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Bijih Besi di Jorong Kepalo Bukik Kabupaten Solok Selatan Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 6(2): 149–155.

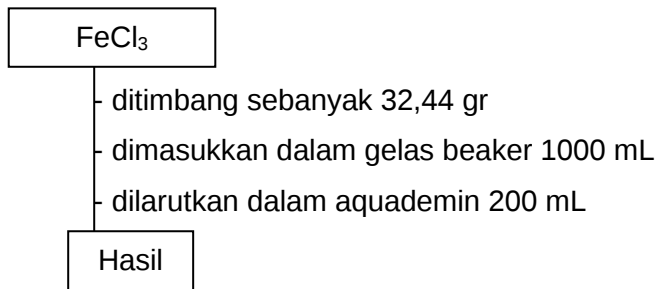
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

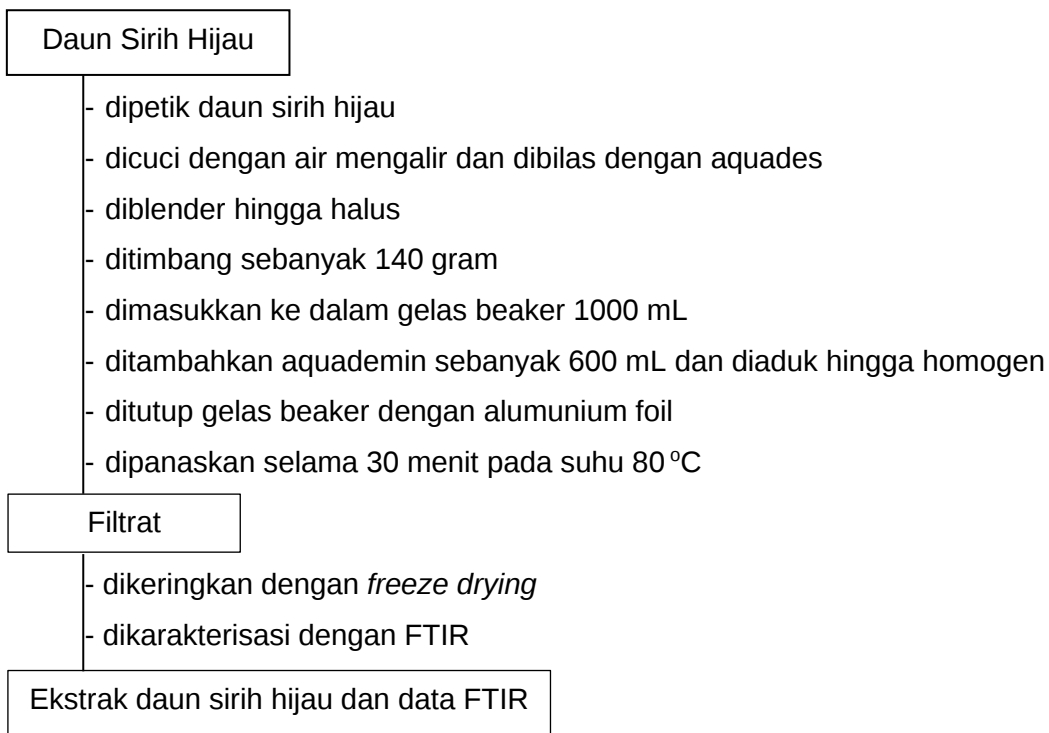


Lampiran 2. Diagram Alir

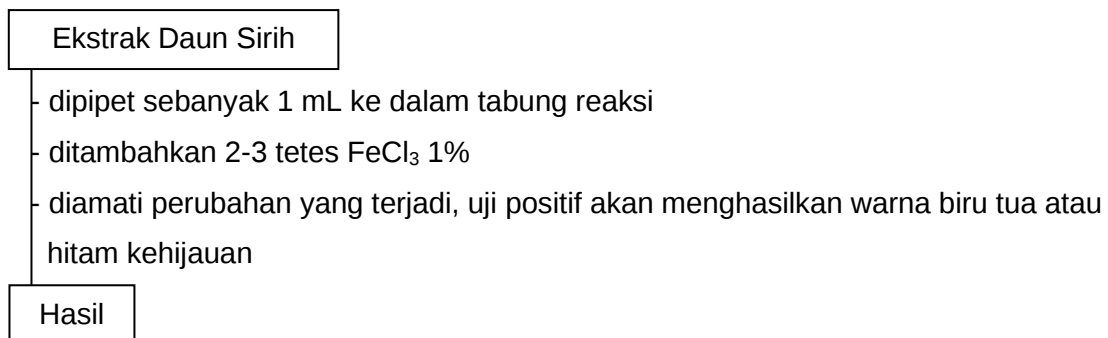
L.2.1 Pembuatan Larutan FeCl_3



L.2.2 Ekstraksi Daun Sirih Hijau



L.2.3 Uji Kualitatif Ekstrak Daun Sirih Hijau



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

Larutan FeCl₃ 1 M 200 mL

- ditambah 600 mL ekstrak daun sirih hijau sedikit demi sedikit
- diaduk menggunakan magnetic stirrer hingga homogen
- dipanaskan pada variasi suhu 50°C, 70°C, dan 90°C selama 1 jam
- didiamkan pada suhu ruang hingga mengendap selama 24 jam
- didekantasi campuran
- dicuci endapan dengan aquademin sampai pH netral
- disaring menggunakan corong buchner

Serbuk

- dihaluskan menggunakan blender
- dikalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam
- dihaluskan kembali menggunakan mortar agate
- dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan Spektrofotometer UV-Vis

Data Karakterisasi

Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Pembuatan Larutan FeCl₃ 1 M dalam 200 mL

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

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

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

$$= 5 \text{ mol}$$

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

$$5 \text{ mol} = \frac{\text{Mol}}{162,2 \text{ g/mol}}$$

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

L.3.2 Perhitungan Ukuran Kristal Hematit

L.3.2.1 Perhitungan Ukuran Kristal Suhu 50°C

Untuk menghitung ukuran kristal pada hasil sintesis suhu 50°C digunakan data hasil analisis XRD pada persamaan Deybe-Scherrer sebagai berikut:

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

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,143 \quad \frac{\text{FWHM} \times \pi}{180} = \frac{0,143 \times 3,14}{180} = 0,00249$$

$$2\theta = 33,18$$

$$\theta = 16,59$$

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

Sehingga ukuran kristal hematit sebesar:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00249 \times 0,958} = 533,4 \text{ \AA} = 55,34 \text{ nm}$$

L.3.2.2 Perhitungan Ukuran Kristal Suhu 70°C

Untuk menghitung ukuran kristal pada hasil sintesis suhu 70°C digunakan data hasil analisis XRD pada persamaan Deybe-Scherrer sebagai berikut:

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

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,151 \quad \frac{\text{FWHM} \times \pi}{180} = \frac{0,151 \times 3,14}{180} = 0,00263$$

$$2\theta = 33,32$$

$$\theta = 16,66$$

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

Sehingga ukuran kristal hematit sebesar:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00263 \times 0,958} = 505,0 \text{ \AA} = 50,5 \text{ nm}$$

L.3.2.3 Perhitungan Ukuran Kristal Suhu 90°C

Untuk menghitung ukuran kristal pada hasil sintesis suhu 70°C digunakan data hasil analisis XRD pada persamaan Deybe-Scherrer sebagai berikut:

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

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,130 \quad \frac{\text{FWHM} \times \pi}{180} = \frac{0,130 \times 3,14}{180} = 0,00226$$

$$2\theta = 33,22$$

$$\theta = 16,61$$

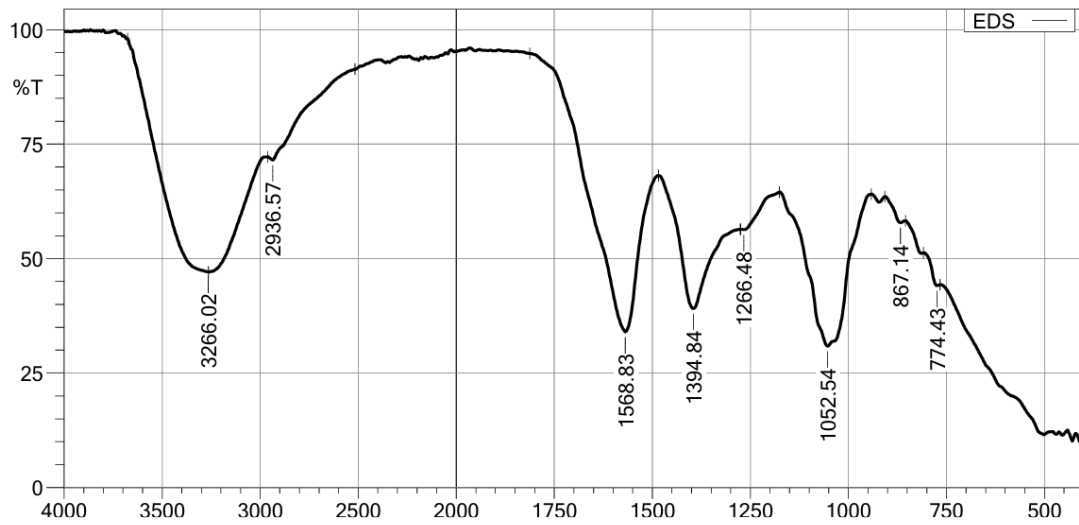
$$\cos \theta = 0,958$$

Sehingga ukuran kristal hematit sebesar:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00226 \times 0,958} = 587,7 \text{ \AA} = 58,87 \text{ nm}$$

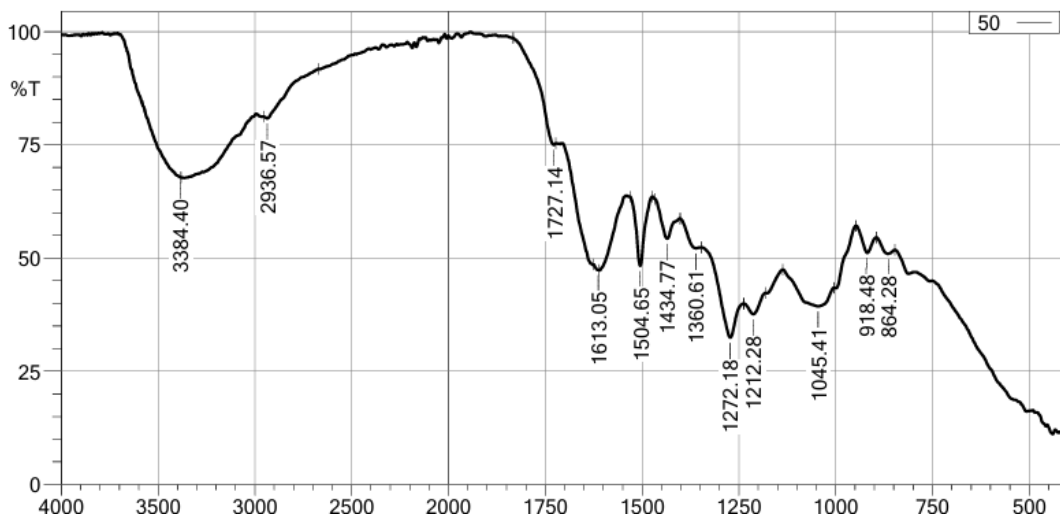
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi FTIR

L.4.1 Hasil Karakterisasi FTIR Ekstrak Daun Sirih Hijau

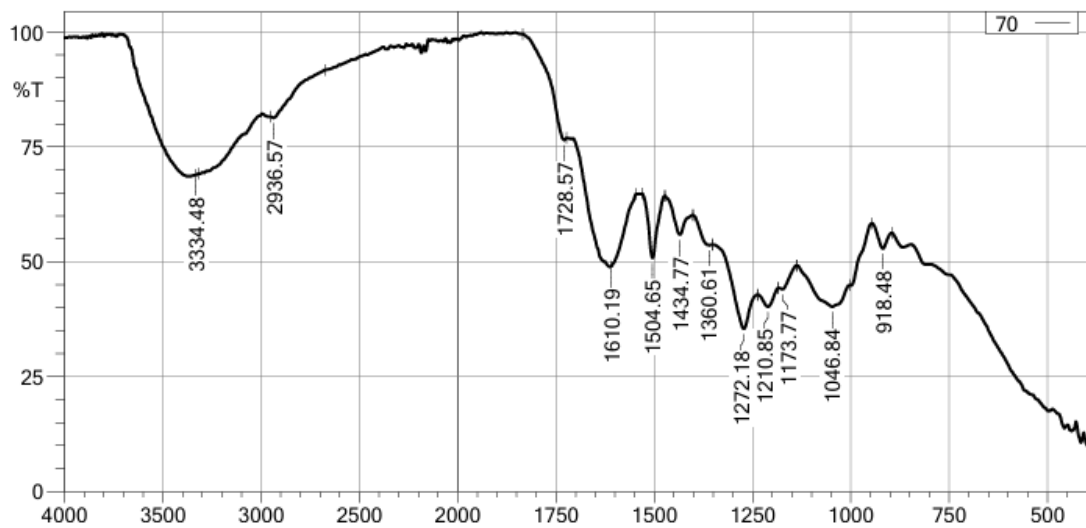


L.4.2 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi

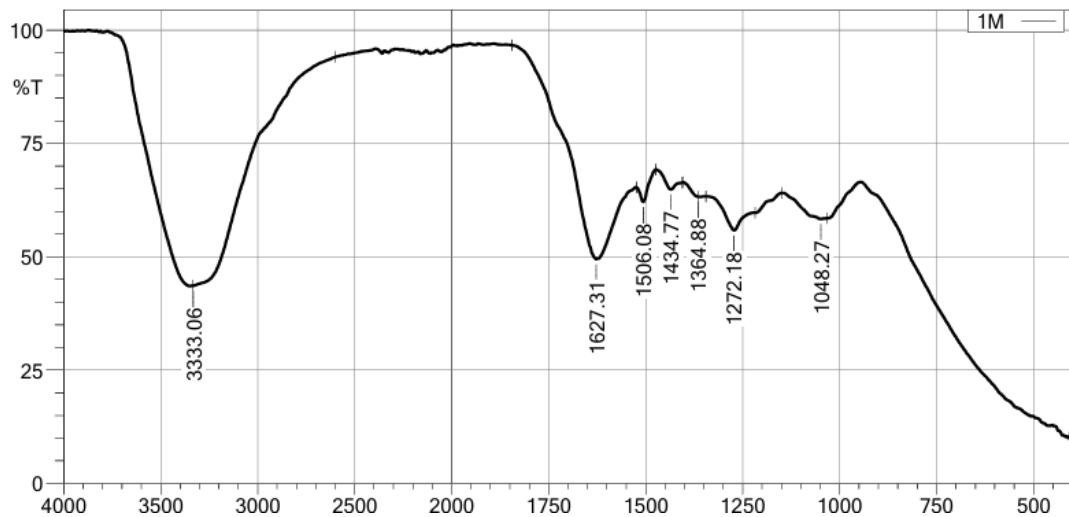
L.4.2.1 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 50°C



L.4.2.2 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 70°C

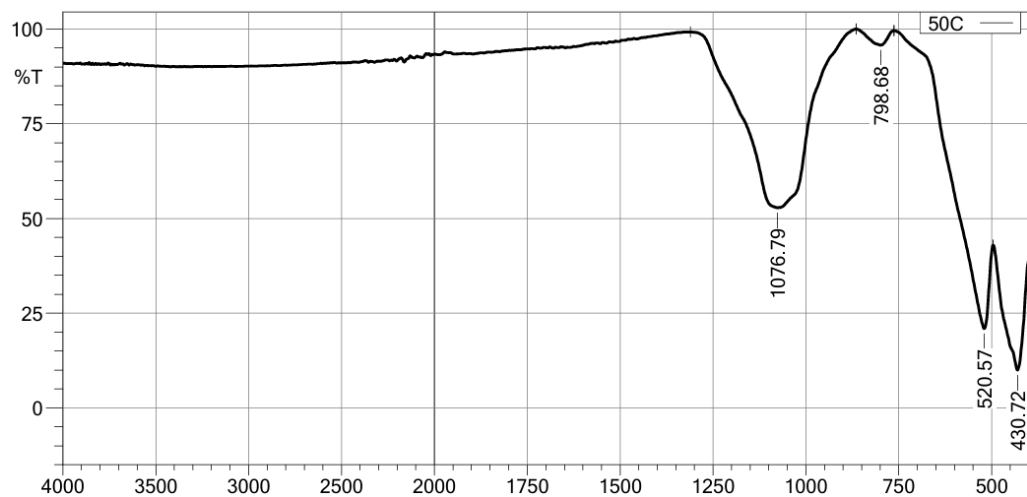


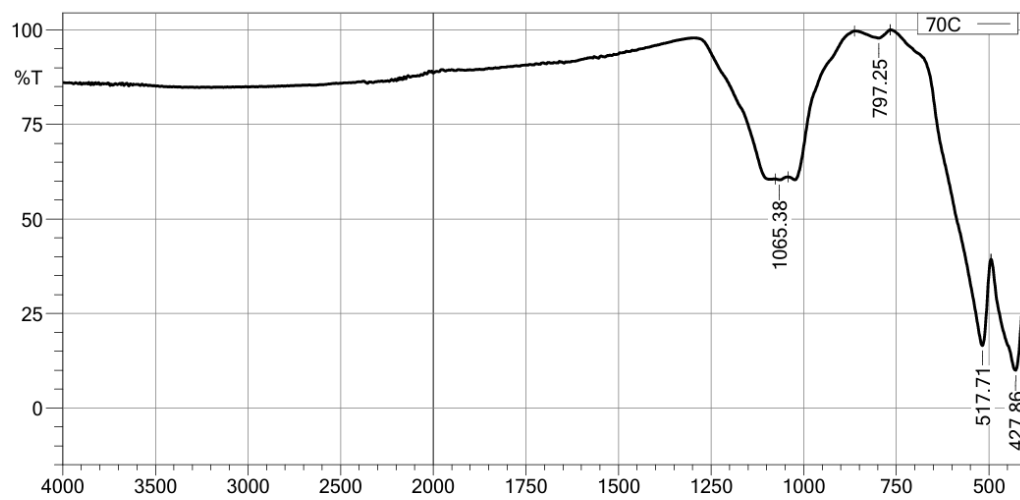
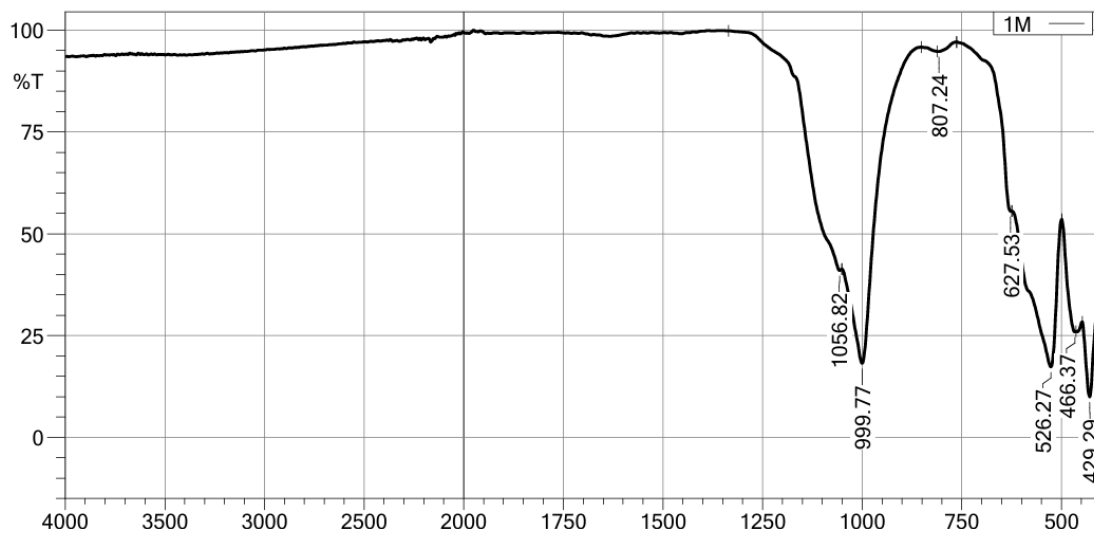
L.4.2.3 Hasil Karakterisasi FTIR Sebelum Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 90°C



L.4.3 Hasil Karakterisasi FTIR Setelah Kalsinasi

L.4.3.1 Hasil Karakterisasi FTIR Setelah Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 50°C

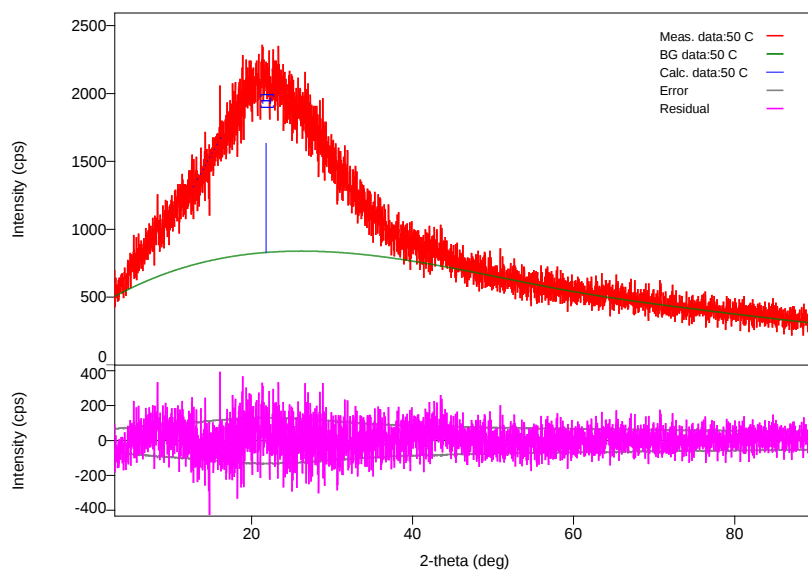


L.4.3.2 Hasil Karakterisasi FTIR Setelah Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 70°C**L.4.3.3 Hasil Karakterisasi FTIR Setelah Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 90°C**

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRD

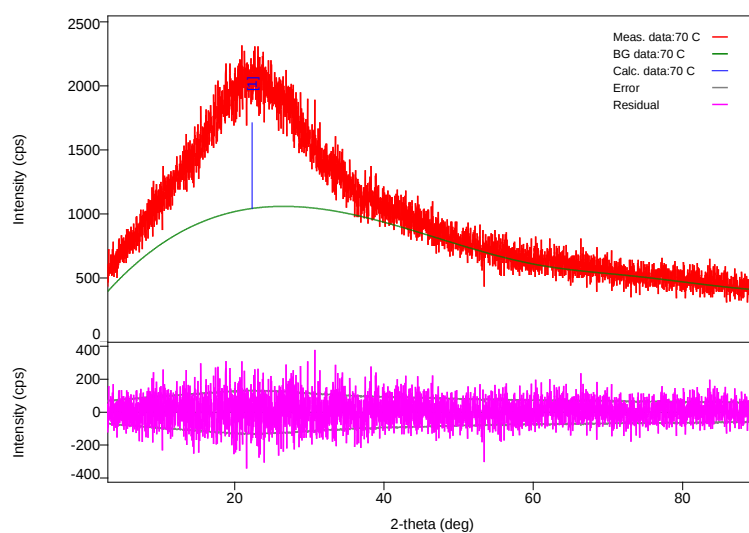
L.5.1 Hasil Karakterisasi XRD Sebelum Kalsinasi

L.5.1.1 Hasil Karakterisasi XRD Sebelum Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 50°C



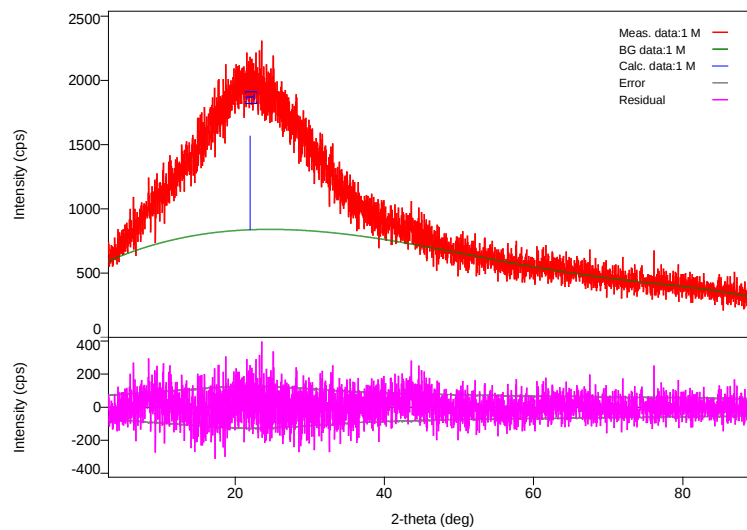
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W(deg)	Asym. Factor
1	21.81(13)	4.07(2)	805(82)	18.05(12)	16985(142)	21(2)	0.95(3)

L.5.1.2 Hasil Karakterisasi XRD Sebelum Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 70°C



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	22.35(16)	3.97(3)	671(75)	16.5(3)	16105(676)	24(4)	1.09(5)

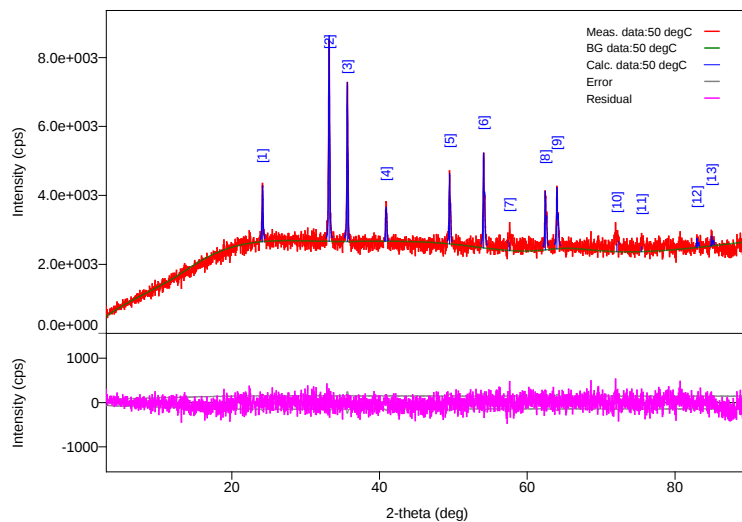
L.5.1.3 Hasil Karakterisasi XRD Sebelum Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 90°C



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.5.2 Hasil Karakterisasi XRD Setelah Kalsinasi

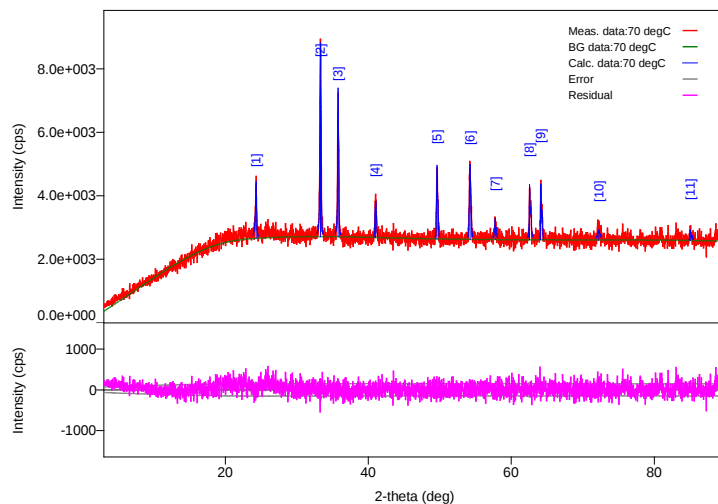
L.5.2.1 Hasil Karakterisasi XRD Setelah Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 50°C



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W(deg)	Asym. Factor
1	24.145(12)	3.6829(1)	1371(107)	0.10(2)	252(15)	0.18(3)	0.7(4)
2	33.177(7)	2.6981(5)	4692(198)	0.143(7)	884(20)	0.188(12)	1.6(4)
3	35.648(5)	2.5165(4)	3971(182)	0.118(7)	623(18)	0.157(12)	1.4(3)
4	40.87(3)	2.2064(1)	860(85)	0.16(2)	146(18)	0.17(4)	0.9(5)
5	49.484(10)	1.8405(3)	1884(125)	0.127(11)	324(17)	0.17(2)	1.3(5)
6	54.103(9)	1.6937(3)	2527(145)	0.125(10)	488(18)	0.193(18)	1.5(6)
7	57.56(6)	1.5999(1)	232(44)	1.4(3)	691(55)	3.0(8)	0.5(3)
8	62.454(13)	1.4858(3)	1580(115)	0.140(13)	319(18)	0.20(3)	1.1(6)

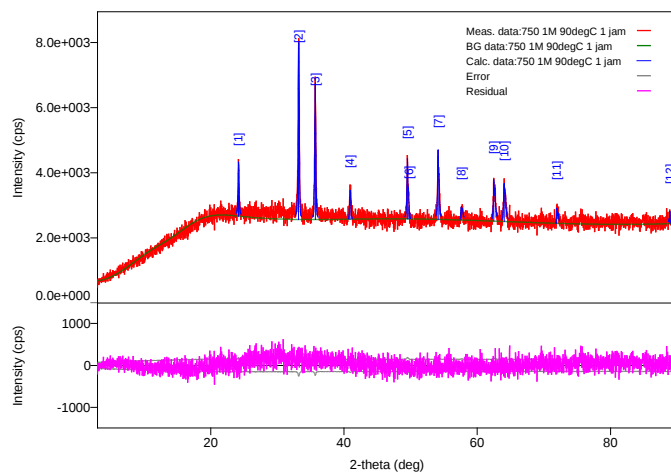
9	64.023(14)	1.4531(3)	1644(117)	0.136(14)	342(18)	0.21(3)	1.2(6)
10	72.11(18)	1.309(3)	221(43)	1.2(3)	536(92)	2.4(9)	2(3)
11	75.5(3)	1.258(4)	154(36)	1.9(5)	612(105)	4.0(16)	0.5(5)
12	82.977(14)	1.16277(	262(47)	0.08(5)	29(13)	0.11(7)	3(11)
13	84.948(17)	1.14075(	281(48)	0.13(5)	40(16)	0.14(8)	0.5(9)

L.5.2.1 Hasil Karakterisasi XRD Setelah Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 70°C



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.316(14)	3.658(2)	1297(104)	0.15(3)	331(18)	0.26(3)	2.8(16)
2	33.316(7)	2.6871(5)	4704(198)	0.151(7)	923(21)	0.196(13)	1.8(4)
3	35.777(6)	2.5078(4)	3972(182)	0.118(8)	653(18)	0.164(12)	1.4(3)
4	40.99(3)	2.2000(15)	956(89)	0.18(2)	192(21)	0.20(4)	0.7(5)
5	49.619(10)	1.8358(3)	2041(130)	0.146(11)	360(19)	0.18(2)	1.8(5)
6	54.219(12)	1.6904(3)	2028(130)	0.187(14)	466(21)	0.23(3)	1.5(4)
7	57.751(13)	1.5951(3)	586(70)	0.13(4)	142(18)	0.24(6)	1.5(11)
8	62.559(13)	1.4836(3)	1671(118)	0.124(15)	317(18)	0.19(2)	0.6(3)
9	64.117(3)	1.45125(7)	1751(121)	0.127(7)	236(10)	0.135(15)	0.5
10	72.25(3)	1.3065(4)	258(46)	0.29(13)	101(22)	0.39(16)	4(7)
11	85.013(17)	1.14004(1)	333(53)	0.16(5)	59(19)	0.18(9)	0.6(9)

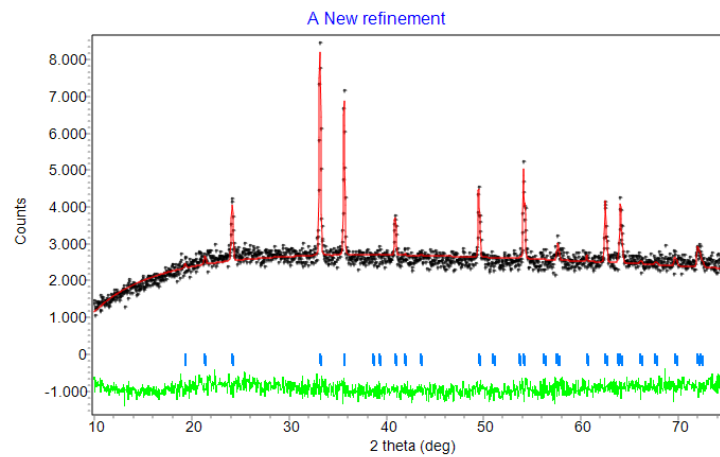
L.5.2.1 Hasil Karakterisasi XRD Setelah Kalsinasi Variasi Suhu Sintesis 90°C



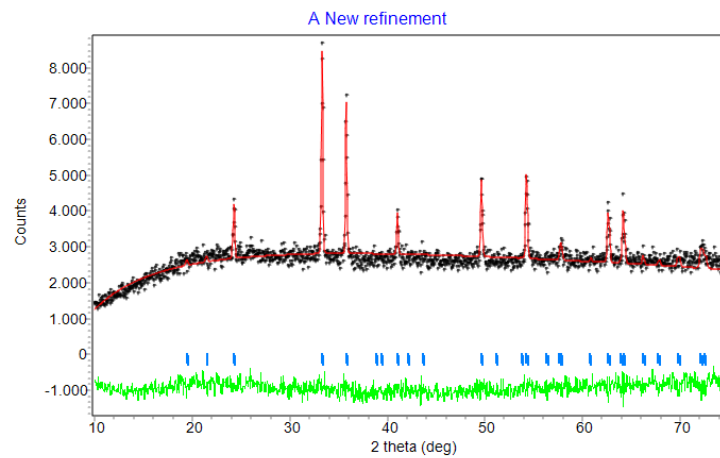
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.169(16)	3.679(2)	1304(104)	0.13(3)	282(16)	0.22(3)	1.0(7)
2	33.194(6)	2.6968(4)	4556(195)	0.130(8)	879(19)	0.193(12)	0.91(18)
3	35.692(8)	2.5135(5)	3247(164)	0.154(9)	646(19)	0.199(16)	2.1(5)
4	40.91(4)	2.204(2)	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()	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()	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()	466(62)	0.16(4)	103(17)	0.22(7)	0.5(6)
12	88.908(7)	1.09989()	364(55)	0.07(4)	51(13)	0.14(6)	5(35)

Lampiran 6. Hasil Refinement Produk Sintesis

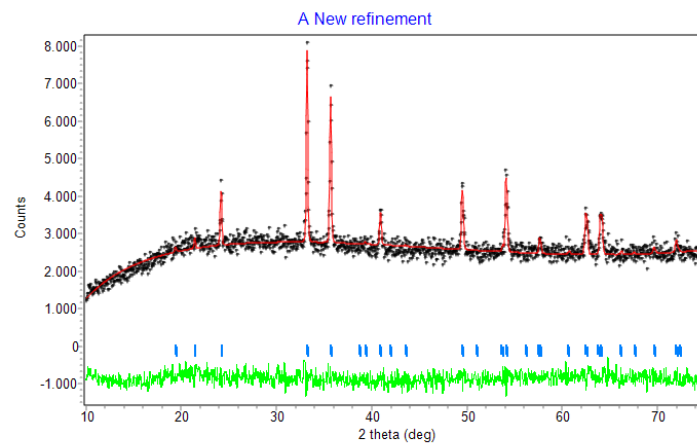
L.6.1 Hasil refinement variasi 50°C

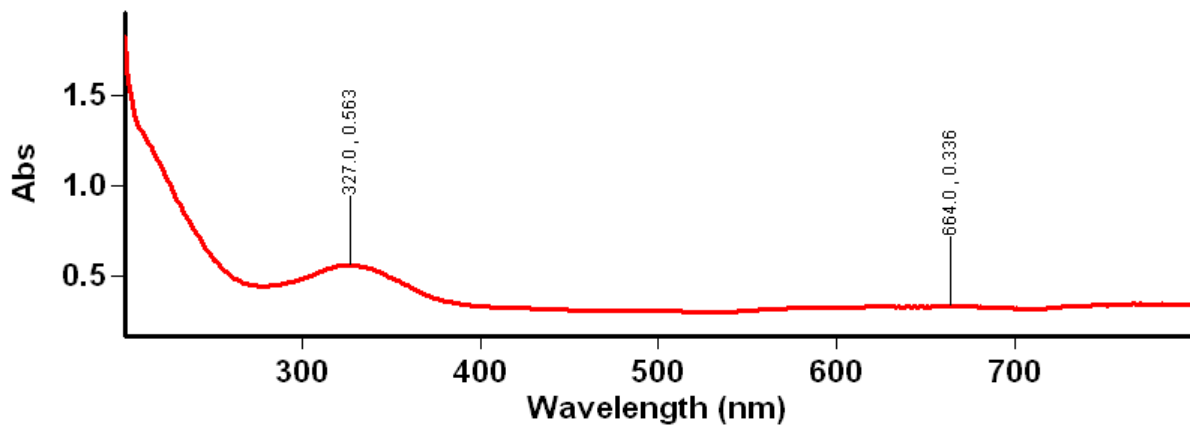
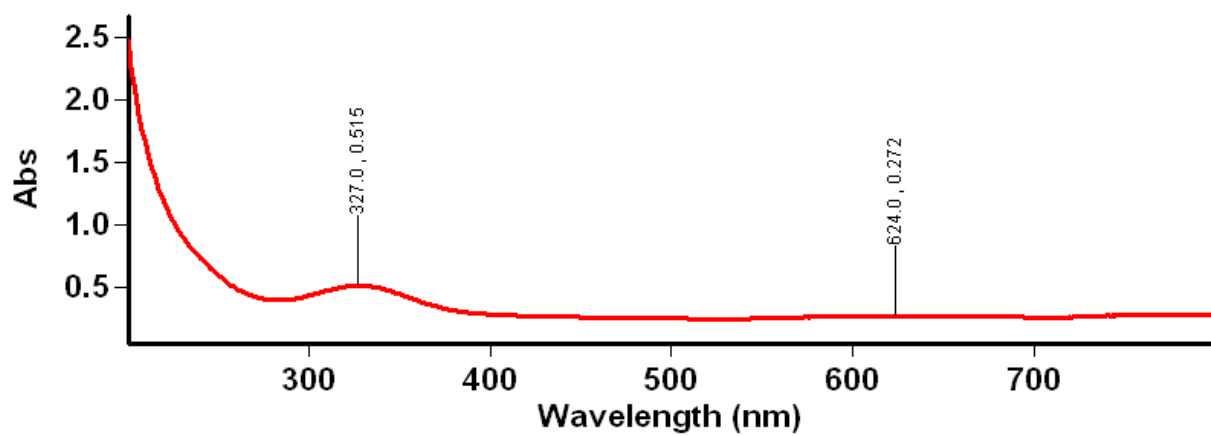
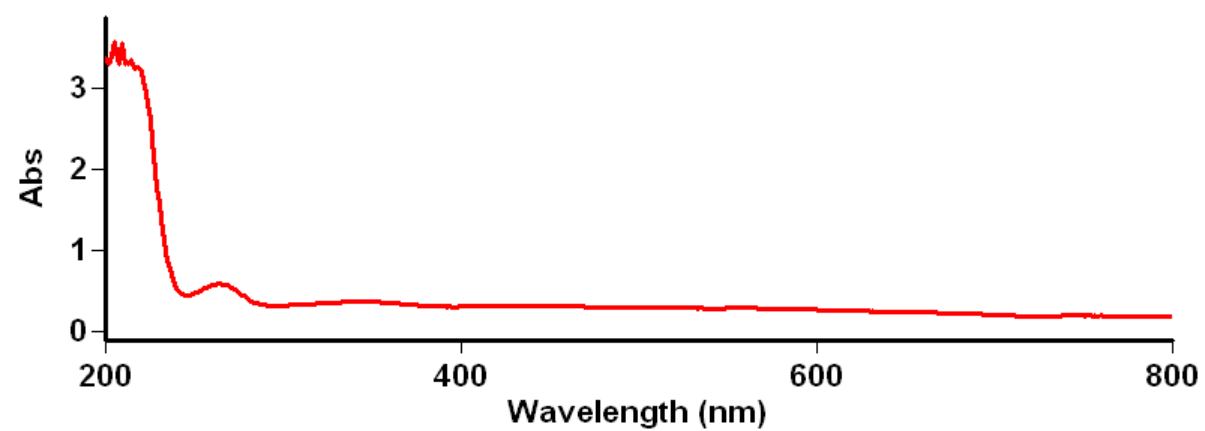


L.6.2 Hasil refinement variasi 70°C

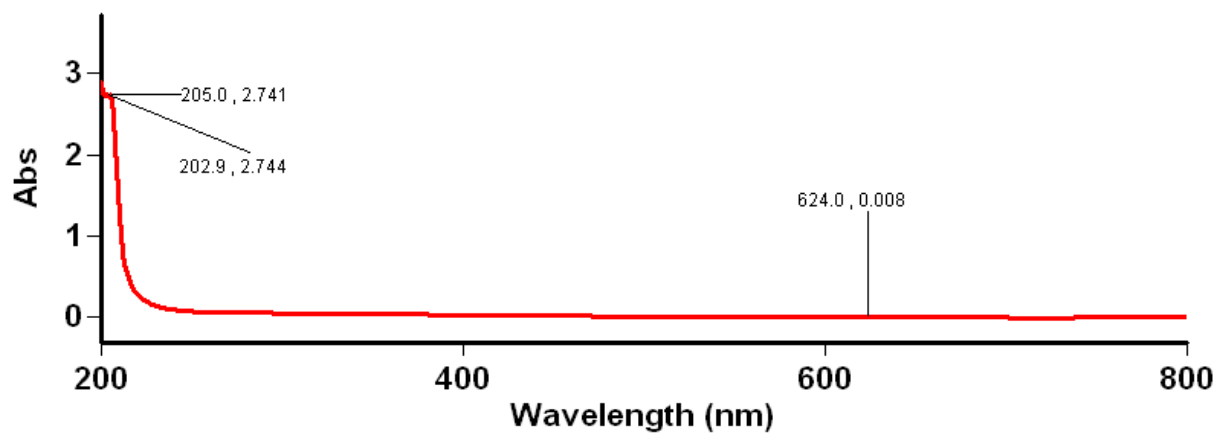


L.6.3 Hasil refinement variasi 90°C



Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis**L.7.1 Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis Variasi Suhu Sintesis 50°C****L.7.2 Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis Variasi Suhu Sintesis 70°C****L.7.3 Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis Variasi Suhu Sintesis 90°C**

L.7.4 Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis Larutan HCl



Lampiran 8. Dokumentasi**L.8.1 Ekstraksi Daun Sirih Hijau**

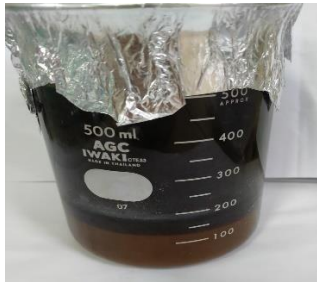
Ekstraksi daun sirih hijau



Penyaringan ekstrak daun sirih hijau



Ekstrak daun sirih hijau

L.8.2 Sintesis Pigmen Hematit dengan Variasi Suhu SintesisCampuran larutan FeCl_3 dan ekstrak daun sirih hijau

Pemanasan variasi suhu sintesis



Penambahan aquades sambil disaring hingga pH 6



Hasil sampel setelah presipitasi

Kalsinasi menggunakan tanur pada suhu 750°C 

Hasil sampel setelah kalsinasi