### SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK BESI OKSIDA (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) METODE *GREEN CHEMISTRY* DENGAN EKSTRAK DAUN SIRIH MERAH (*Piper Crocatum*)

### **SKRIPSI**

Diajukan sebagai Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)



Oleh:

RAFIQA KHAIRA 18036162/ 2018

# PROGRAM STUDI KIMIA JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2020

# PERSETUJUAN SKRIPSI

# SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK BESI OKSIDA (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) METODE GREEN CHEMISTRY DENGAN EKSTRAK DAUN SIRIH MERAH (Piper Crocatum)

Nama

: Rafiga Khaira

NIM

18036162

Program Studi Kimin

Junisan

Kimia

Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Mengetahui

Ketua Jurusan Kumia

Fitti Amatia, S.St.M.St. Ph.D. NIP 19800819 200912 2 002 Padang, November 2020

Discrupii oleh Dosen Pembimbing

Alizar, S.Pd. M Sc. Ph.D NIP 19700902 1998011 002

# PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Nama

Rafiqa Khaira

TM/NIM

: 2018/18036162

Program Studi: Kimia

Junisan

Kimia

Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

# SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK BESI OKSIDA (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) METODE GREEN CHEMISTRY DENGAN EKSTRAK DAUN SIRIH MERAH (Piper Crocatum).

Dinyatakan lufus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang

			Padang, November 2020
No.	Jabatan	Tim Penguji Nama	Tanda Tangan
1	Ketun	: Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D	1 fr
2	Auggota	: Prof. Dr. Minda Azhar, M.Si	, Ão
3	Auggota	; Dr. Mawardi, M.Si	Many.

### SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama Rafiqa Khaira

NEM/BP 18036162/2018

Tempet/Tanggal Luhir Padang/27 Oktober 1996

Program Studi Kimia Jurusan Kimia

Fakuitas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Alamat Kuranji Kecamutan Guguak Kabupaten 50 Kota

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul "Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Metode Green Chemistry dengan Ekstrak Daun Sirih Merah (Piper Crocanum)" adalah berur merupakan hasil karya saya sendiri Sepanjang pengetahuan saya, tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau dipublikasikan orang lain kecaali sebagai acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang lazim. Apabila suatu saat nanti saya terbahti melakukan plagiat maka saya bersedia diproses dan menerima sanka akademis, maupun hukum sesuai dengan hukum nepara yang berlaku, baik di Universitas Negeri Padang maupun masyarakat dan negara. Demikiantah Pernyataan ini saya buat dengan penuh kesadaran dan rasa tanggung jawah sebagai anggota masyarakai ilmiah.

Padang, November 2020 Sava yang menyatakan

Rome

Rafiga Khaira Nim.18036162

# Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Metode *Green Chemistry* dengan Ekstrak Daun Sirih Merah (*Piper Crocatum*)

### Rafiqa Khaira

### ABSTRAK

Nanopartikel magnetik menjadi salah satu topik yang menarik dalam beberapa tahun terakhir ini, dikarenakan nanopartikel magnetik memiliki tingkat kemagnetan yang lebih besar, magnetisasi saturasi yang tinggi, dan kemudahan memodifikasi. Salah satunya nanopartikel magnetit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat digunakan dalam biomedis, dimana nanopartikel magnetit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berperan sebagai antibakteri, hipertermia, antikanker, dan lain-lain. Penelitian bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi nanopartikel magnetik besi oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dilindungi dengan senyawa kimia yang terkandung dalam ekstrak daun sirih merah. Sintesis nanopartikel dilakukan dengan metode green chemistry yang menggunakan senyawa fenolik dari ekstrak daun sirih merah sebagai agen pelindung (capping agent). Nanopartikel yang terbentuk diukur kekuatan magnetnya dengan Gaussmeter dan dikarakterisai gugus fungsi, ukuran partikel dan morfologi permukaan partikelnya dengan menggunakan FTIR, XRD dan SEM. Data yang diperoleh meunjukkan komposisi optimum pada pebandingan FeCl<sub>2</sub>: FeCl<sub>3</sub> (0,01 mol: 0,02 mol) dengan volume ekstrak daun sirih merah 5 mL yang Karakterisasi dengan FTIR menghasilkan kekuatan magnet 0,16 mT. menunjukkan gugus O-H dari senyawa fenolik, C=O karboksilat, dan C-H aromatik yang menandakan adanya senyawa organik yang terkandung dalam ekstrak daun sirih merah yaitu senyawa fenolik (asam galat) yang berfungsi sebagai agen pelindung (capping agent). Hasil uji XRD didapatkan informasi mengenai ukuran diameter rata-rata nanopartikel yang terbentuk berdasarkan nilai FWHM (full width at halfmaximum) dengan menggunakan persamaan scherer adalah sebesar 26,66 nm. Data SEM menunjukkan bentuk atau morfologi dari nanopartikel magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan menggunakan ekstrak daun sirih merah sebagai agen pelindung (capping agent) adalah berbentuk jarum.

*Kata kunci*: Nanopartikel, besi oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, *green chemistry*, ekstrak daun sirih merah (*Piper Crocatum*)

# Synthesis of Fe3O4 Iron Oxide Magnetic Nanoparticles Green Chemistry Method with Red Betel Leaf Extract (Piper Crocatum)

### Rafiqa Khaira

### **ABSTRACT**

Magnetic nanoparticles have become an interesting topic in recent years, because magnetic nanoparticles have a greater degree of magnetism, high saturation magnetization, and ease of modification. One of them is magnetite Fe3O4 nanoparticles which can be used in biomedicine, where the magnetite Fe3O4 nanoparticles act as antibacterial, hyperthermia, anticancer, and others. The research aims to synthesize and characterize iron oxide Fe3O4 magnetic nanoparticles which are protected by chemical compounds contained in red betel leaf extract. The synthesis of nanoparticles was carried out by the green chemistry method using phenolic compounds from red betel leaf extract as a capping agent. The formed nanoparticles were measured for their magnetic strength with a Gaussmeter and characterized by functional groups, particle size and particle surface morphology using FTIR, XRD and SEM. The data obtained shows the optimum composition in the comparison of FeCl2: FeCl3 (0.01 mol: 0.02 mol) with a volume of 5 mL of red betel leaf extract which produces a magnetic strength of 0.16 mT. Characterization by FTIR showed the O-H groups of phenolic compounds, C = O carboxylates, and aromatic C-H which indicated the presence of organic compounds contained in red betel leaf extract, namely phenolic compounds (gallic acid) which functioned as capping agents. The XRD test results obtained information about the average diameter size of the nanoparticles formed based on the FWHM (full width at half maximum) value using the Scherer's equation, which is 26.66 nm. SEM data shows that the shape or morphology of Fe3O4 magnetic nanoparticles using red betel leaf extract as a capping agent is needle-shaped.

*Keywords*: Nanoparticles, iron oxide Fe3O4, green chemistry, red betel leaf extract (Piper Crocatum)

### KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT, atas segala rahmat dan karunia-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul "Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Metode *Green Chemistry* dengan Ekstrak Daun Sirih Merah (*Piper Crocatum*) ". Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan dalam rangka memperoleh gelar sarjana S-1 pada program studi Kimia, Fakultaas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, pentunjuk, arahan dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada:

- 1. Bapak Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D selaku pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya skripsi ini.
- Ibu Fitri Amelia, S.Si, M.Si, Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang dan Sekaligus sebagai Dosen Pemabahas.
- 3. Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D selaku Ketua Program Studi Kimia Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang .
- 4. Ibu Prof. Dr. Minda Azhar, M.Si dan Bapak Dr. Mawardi, M.Si selaku dosen pembahas skripsi.
- 5. Teman-teman kimia angkatan 2016 dan 2018 yang telah membantu dalam pembuatan proposal ini.
- 6. Semua pihak yang terkait yang telah ikut berkonstribusi dalam proposal ini.

Penulis menyadari bahwan dalam penulisan proposal penelitian ini, masih banyak terdapat kekurangan dan kelemahan yang dimiliki penulis baik itu sistematik penulisan maupun penggunaan bahasa. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran dari berbagai pihak yang bersifat membangun demi penyempurnaan proposal penelitian ini kedepannya. Atas kritik dan saran yang diberikan penulis mengucapkan terimakasih.

Padang, Oktober 2020

Penulis

# **DAFTAR ISI**

ABSTRAK	
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	5
C. Batasan Masalah	5
D. Rumusan Masalah	6
E. Tujuan Penelitian	6
F. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
A. Daun Sirih Merah (Piper Crocatum)	7
1. Manfaat Daun Sirh Merah (Piper crocatum)	8
2. Kandungan Kimia Daun Sirih Merah (Piper Crocatum)	8
3. Senyawa fenolik	8
B. Kimia Hijau (Green Chemistry)	12
C. Nanopartikel	12
1. Nanopartikel Besi-Oksida Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (Magnetit)	13
2. Struktur Besi Oksida Fe3O4	14
3. Sifat Nanopartikel Magnetik Besi Oksida Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	15
4. Aplikasi Nanopartikel Besi-Oksida Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (Magnetit)	16
D. Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Besi Oksida	17
1. Fourier Transform Infra Red (FT-IR)	17
2. X-Ray Diffraction (XRD)	18
3. Scanning Electron Microscope (SEM)	20

BAB	III METODE PENELITIAN	23
A.	Waktu dan Tempat Penelitian	23
B.	Objek Penelitian	23
C.	Variabel Penelitian	23
D.	D. Alat dan Bahan	23
1	1. Alat	23
2	2. Bahan	24
E.	Prosedur Kerja	24
1	1. Preparasi daun sirih merah (Piper Crocatum)	24
2	2. Persiapan Ekstrak Daun Sirih Merah (Piper Crocatum)	24
3	3. Sintesis Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	25
۷	4. Optimasi Pembuatan Magnetik nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	25
4	5. Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Magnetit / Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> )	26
F.	Desain Penelitian	27
BAB	IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
A.		
	Sintesis Nanopartikel Magnetik $Fe_3O_4$ + Ekstrak Daun Sirih Merah	28
B.	Sintesis Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> + Ekstrak Daun Sirih Merah Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR	
В. С.		28
C.	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR	28 31
C.	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR	28 31 31
<b>C</b> .	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR  Penentuan Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> optimum  1. Variasi Volume Ekstrak Daun Sirih Merah  Variasi Perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub>	28 31 31 32
C. 2. D.	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR  Penentuan Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> optimum  1. Variasi Volume Ekstrak Daun Sirih Merah  Variasi Perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub>	28 31 31 32 34
C. 2. D.	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR  Penentuan Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> optimum  1. Variasi Volume Ekstrak Daun Sirih Merah  Variasi Perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub> Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	28 31 31 32 34 34
C. 2. D. 2.	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR  Penentuan Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> optimum  1. Variasi Volume Ekstrak Daun Sirih Merah  Variasi Perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub> Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 1. Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)	28 31 31 32 34 34 36
C. 2. D. 2.	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR  Penentuan Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> optimum  1. Variasi Volume Ekstrak Daun Sirih Merah  Variasi Perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub> Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 1. Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)  2. Karakterisasi Scanning Electron Microscope (SEM)	28 31 31 32 34 34 36 38
C. 2. D. 2. BAB	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR  Penentuan Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> optimum  1. Variasi Volume Ekstrak Daun Sirih Merah  Variasi Perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub> Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 1. Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)  2. Karakterisasi <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)  8. V KESIMPULAN DAN SARAN  Kesimpulan	28 31 32 34 34 36 38 38
C. 2. D. 2. BAB A. B.	Analisis Kandungan Senyawa Kimia dengan FTIR  Penentuan Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> optimum  1. Variasi Volume Ekstrak Daun Sirih Merah  Variasi Perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub> Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 1. Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)  2. Karakterisasi Scanning Electron Microscope (SEM)  8. V KESIMPULAN DAN SARAN  Kesimpulan	28 31 31 32 34 36 38 38 39

# DAFTAR GAMBAR

Nomor	halaman
1. Tanaman Sirih merah ( <i>Piper crocatum</i> )	7
2. Struktur Asam Galat	9
3. Mekanisme pembentukan nanopartikel $Fe_3O_4$ menggunakan ekstrak o	laun
Zanthoxylum aramatum DC sebagai agen pelindung (capping agent)	11
4. Struktur Besi-Oksida Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (Magnetit)	14
5. Konfigurasi elektron dari Fe, Fe <sup>+3</sup> , dan Fe <sup>+2</sup>	16
6. Skema kerja instrumen FTIR	18
7. Skema bagian-bagian Tabung Pesawat Sinar-X	20
8. Skema alat spektroskopi SEM (Seaman, 2000).	21
9. Spektra FTIR (a) nanopartikel magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> + estrak (b) nanopartil	kel
magnetik Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	28
10. (a) bubuk nanopartikel + ekstrak (b) tanpa ekstrak	30
11. Grafik kekuatan magnet berbagai variasi volume ekstrak daun sirih	merah 32
12. Grafik kekuatan magnet dari Perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub>	33
13. Pola difaktogram nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	34
14. Hasil uji SEM nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	36

# **DAFTAR TABEL**

Nomor	nalaman
1. penentuan volume optimum ekstrak daun sirih merah	26
2. Penentuan FeCl <sub>2</sub> optimum dalam ekstrak daun sirih merah optimum	26
3. kekuatan magnet dari nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan variasi volume ekstral	k daun
sirih merah:	32
4. kekuatan magnet nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dari perbandingan FeCl <sub>2</sub> dan FeCl	3 : 32
5. Hasil Interpretasi Data XRD Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	34
6. Kartu Interpretasi Data XRD Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	34
7. Perbandingan mol FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub>	43
8. Perbandingan berat FeCl <sub>2</sub> dan FeCl <sub>3</sub> yang dipakai	43

# DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	halaman
1. Perhitungan	43
2 Preparasi Ekstrak Daun Sirih Merah	43
3 Sintesis nanopartikel Magnetik Besi Oksida Fe3O4 variasi volume eks	trak daun
sirih merah	45
4. Penentuan FeCl2 optimum dalam ekstrak daun sirih merah optimum	46
5. Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida Fe3O4 Tanpa Menggunal	kan
Ekstrak Daun Sirih Merah (Piper Crocatum)	47
6. Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Magnetit / Fe3O4)	47
7. Spektra FTIR nanopartikel magnetik Fe3O4	49
8. Data Hasil Pengukuran XRD dan Perhitungan Ukuran Kristal Nanopar	tikel
Magnetik Fe3O4	50
9. Ukuran diameter rata-rata dari nanopartikel magnetik Fe3O4 berdasark	can nilai
FWHM dari puncak karakteristik masing-masing:	51
10. Perhitungan penentuan besar jarum dari nanopartikel Fe3O4	52
11. Dokumentasi	53

### **BABI**

### **PENDAHULUAN**

### A. Latar Belakang

Seiring dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi yang demikian pesat. Nanoteknologi menjadi salah satu bidang ilmu fisika, kimia, biologi serta rekayasa yang penting dan menarik dalam beberapa tahun terakhir ini. Salah satu penelitian nanoteknologi yang sedang berkembang yaitu nanopartikel, karena material ini dapat diaplikasikan secara luas seperti dalam bidang lingkungan, elektronik, optis dan biomedis (Prasetiowati., *et al*, 2018).

Salah satu tema penelitian di bidang nanoteknologi adalah nanopartikel. Nanopartikel telah menarik perhatian para ilmuan karena ukuran, sifat fisik, kimia, optik, mekanik dan magnetiknya yang unik. Biasanya nanopartikel berukuran 100 nm atau kurang di dalam 3 dimensi. Nanopartikel magnetik merupakan partikel yang paling sering digunakan dalam ilmu pengetahuan modern. (Fatimah, 2017).

Salah satunya yaitu nanopartikel magnetic magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), dimana dapat digunakan dalam berbagai aplikasi seperti katalis, penyerapan logam berbahaya dilingkungan, dan dibidang biomedis. Ini dikarenakan nanopartikel magnetik memiliki suseptibilitas magnetik yang lebih besar, magnetisasi saturasi yang tinggi, kemudahan memodifikasi dan memanipulasi, dan perilaku magnetik yang kuat. Nanopartikel logam, seperti emas, perak, besi ,zink, dan logam oksida memiliki peluang besar

dalam aplikasi biomedis karena luas permukaan yang besar dan rasio volumenya (Prasad et al., 2013).

Dalam bidang biomedis nanopartikel magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) berperan sebagai antibakteri, antijamur, hipertermia, antikanker, dan lain-lain. Salah satu aplikasi nanopartikel magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang saat ini sedang dikembangkan adalah sebagai sebagai system penghantar obat (drug delivery system) untuk membunuh sel kanker. Aplikasi biomedis secara invivo, nanopartikel magnetit harus bersifat non-toksik dan non-imunogenik, dengan ukuran partikel yang cukup kecil untuk bertahan dalam sirkulasi darah setelah injeksi. Nanopartikel magnetik juga harus mempunyai magnetisasi saturasi tinggi sehingga pergerakan mereka dalam darah dapat dikontrol dengan medan magnet dari luar agar mereka bisa diimmobilisasi mendekati jaringan. Agar nanopartikel dapat diaplikasikan secara in vivo di bidang medis, terlebih dahulu harus dilapisi dengan polimer yang biokompatibel baik selama atau setelah proses sintesis untuk mencegah pembentukan agregat berukuran besar, mengubah dari struktur asal dan bisa terbiodegradasi bila dipaparkan ke sistem biologi. Polimer juga bisa berikatan secara kovalen dengan obat-obatan, terserap atau terjebak pada partikel (Ebrahiminezhad., et al, 2018).

Sebelumnya telah dilakukan sintesis nanopartikel magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dengan ekstrak daun *Zanthoxylum armatum DC* dilakukan oleh A.V. Ramesh *et al.*, (2018), dengan ekstrak daun carob dilakukan oleh Akl M. Awwad *et al.*, (2012), dengan ekstrak daun A. adianthifolia dilakukan oleh Ghassan M. Sulaiman *et al.*, (2017) dalam sintesis nanopartikel

magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Senyawa fenolik, tanin, alkaloid, flavonoid, terpenoid, lignin yang berperan sebagai agen pelindung dalam sintesis nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Metode yang dapat dilakukan untuk memperoleh nanopartikel telah banyak dilakukan, namun disini akan dibahas mengenai sintesis nanopartikel magnetik besi oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) menggunakan ekstrak daun sirih merah (*Piper Crocatum*) sebagai agen pelindung (*capping agent*) dengan prinsip *green chemistry*.

Tanaman sirih merah ini merupakan tanaman merambat, yang tumbuh hingga mencapai ketinggian 10 kaki atau lebih, mudah tumbuh di daerah tropis (khususnya daerah lembab), dan perkembangbiakannya menggunakan stek. Sirih merah memiliki kandungan senyawa aktif seperti flavonoid, alkaloid, tanin, senyawa polifenolat dan minyak atsiri (Lestari ABS, 2014; Safithri et al., 2012). Senyawa fenolik adalah bahan pelindung dalam sintesis nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Senyawa aktif yang terkandung oleh tanaman sirih merah menyebabkan tanaman ini memiliki banyak potensi untuk mengobati berbagai penyakit, diantaranya berpotensi sebagai antioksidan, antihiperglikemia, antikanker dengan meningkatkan proliferasi sel kanker dan juga dapat sebagai antidiabetes (Antibakteri, Daun, & Merah, 2018).

Alasan menggunakan ekstrak daun sirih merah (*Piper Crocatum*) adalah karena daun sirih merah merupakan salah satu tanaman yang memiliki banyak kandungan senyawa fitokimia, diantaranya flavonoid, alkanoid, steroid, tanin, polifenol dan lain sebagainya. Kedua karena ketersediaan dialam sangat banyak dan belum termanfaatkan untuk sintesis

nanopartikel  $Fe_3O_4$ . Senyawa fitokimia itu sendiri adalah senyawa kimia yang terdapat secara alami dalam tanamant tersebut, seperti flavonoid, karotenoid, antosianin, dan asam fenolik (Sari, Saridewi, & Shofwatunnisa, 2017).

Metode *green chemistry* adalah teknik ramah lingkungan untuk membuat partikel nano, dimana tidak berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan manusia. *Green chemistry* termasuk ke dalam metode pendekatan *bottom-up*, metode ini mencakup semua metode pembuatan nanopartikel melalui atom dan molekul yang berkumpul dan membesar (aglomerasi). Kuncinya adalah menghentikan proses pembesaran / aglomerasi sehingga ukuran partikel hanya sampai skala nanometer. Untuk menghambat terjadinya proses aglomerasi ini dibuatkan suatu lapisan pelindung pada permukaan nanopartikel. Lapisan pelindung ini biasanya terbuat dari polimer atau senyawa-senyawa kimia, namun disini lapisan pelindungan yang digunakan berasal dari senyawa kimia yang terkandung dalam ekstrak daun sirih merah. Pembuatan nanopartikel dengan metode ini juga memberikan keuntungan dimana pengumpulan nanopartikel akan lebih mudah dan nanopartikel di dalam bahan ini akan lebih stabil (Yew et al., 2018).

Berdasarkan uraian diatas, peneliti tertarik melakukan penelitian dengan judul "Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Metoda Green Chemistry dengan Ekstrak Daun Sirih Merah (Piper Crocatum)"

### B. Identifikasi Masalah

Adapun identifikasi masalah pada penelitian ini adalah :

- 1. Ekstrak daun sirih merah (*Piper Crocatum*) digunakan sebagai agen pelindung (*caaping agent*) dalam sintesis nanopartikel magnetik besi oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dengan metode *green chemistry*.
- 2. Nanopartikel magnetik besi oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang disintesis dikarakterisasi dengan FTIR, XRD dan SEM.

### C. Batasan Masalah

Agar penelitian ini lebih terfokus, maka perlu dilakukan beberapa batasan masalah sebagai berikut :

- Sintesis nanopartikel magnetik besi oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dilakukan dengan metode green chemistry menggunakan ekstrak daun sirih merah sebagai agen pelindung (capping agent).
- Variasi volume ekstrak daun sirih merah 1 mL, 3 mL, 5 mL, 7 mL, dan 9 mL.
- 3. Variasi perbandingan antara  $FeCl_2$  dan  $FeCl_3$  (0,01 mol : 0,02 mol), (0,02 mol : 0,02 mol), (0,03 mol : 0,02 mol), (0,04 mol : 0,02 mol), dan (0,05 mol : 0,02 mol).
- 4. Pengkarakterisasi nanopartikel magnetik besi oksida ( $Fe_3O_4$ ) yang dihasilkan menggunakan FTIR, XRD dan SEM.

### D. Rumusan Masalah

Berdasarkan dari uraian diatas, maka penulis merumuskan suatu masalah yaitu:

- 1. Apakah sintesis nanopartikel magnetik besi oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dapat dilakukan menggunakan metode *green chemistry* menggunakan bahan alam daun sirih merah sebagai agen pelindung (*capping agent*)?
- 2. Bagaimana pengaruh variasi volume ekstrak daun sirih merah dan variasi perbandingan FeCl<sub>2</sub> dan FeCl<sub>3</sub> dalam sintesis nanopartikel magnetik besi oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) terhadap hasil nilai kekuatan magnet dan karakterisasi dengan FTIR, XRD dan SEM ?

### E. Tujuan Penelitian

Tujuan diadakan penelitian ini adalah:

Mensintesis dan mengkarakterisasi nanopartikel magnetik besi oksida (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) menggunakan metode *green chemistry* dengan ekstrak daun sirih merah sebagai agen pelindung *(capping agent)*.

### F. Manfaat Penelitian

- 1. Memberikan informasi dan pengetahuan tentang ekstrak daun sirih merah (*Piper Crocatum*) sebagai agen pelindung (*capping agent*) pada sintesis nanopartikel magnetik besi okisda (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>).
- 2. Memberikan informasi tentang karakterisasi dari nanopartikel magnetik besi oksida ( $Fe_3O_4$ ) dari hasil sintesis menggunakan FTIR, XRD dan SEM.

# BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### A. Daun Sirih Merah (*Piper Crocatum*)

Daun sirih merah (*Piper crocatum*) merupakan salah satu tanaman obat potensial yang khasiat untuk menyembuhkan berbagai jenis penyakit.



Gambar 1. Tanaman Sirih merah (*Piper crocatum*) (Beon & Batista, 2005).

# Klasifikasi tanaman ini adalah sebagai berikut :

Divisi : Magnoliophyta

Kelas : Magnoliopsida

Anak kelas : Magnoliidae

Bangsa : Piperales

Suku : Piperaceae (sirih-sirihan)

Marga : Piper

Jenis : *Piper crocatum* (Windono, 2016).

### 1. Manfaat Daun Sirh Merah (*Piper crocatum*)

Salah satu manfaat daun sirih adalah sebagai antioksidan pada makanan, terutama pada makanan yang mengandung minyak dan lemak. Khasiat sirih merah itu disebabkan oleh adanya sejumlah senyawa aktif yang dikandungnya, Secara empiris zat aktif itu memiliki efek mencegah antikejang, membasmi kuman, penghilang rasa nyeri dan menghilangkan bengkak. Disamping itu bisa juga untuk mengatasi radang paru, radang tenggorokan, gusi bengkak, radang payudara, hidung mimisan, kencing manis, ambeien, jantung koroner, darah tinggi, asam urat dan batuk berdarah (Prayitno., et al, 2018). Senyawa aktif yang terkandung dalam tanaman sirih merah menyebabkan tanaman ini memiliki banyak potensi untuk mengobati berbagai penyakit, diantaranya berpotensi sebagai antioksidan, antihiperglikemia, antikanker dengan meningkatkan proliferasi sel kanker dan juga dapat sebagai antidiabetes (Antibakteri et al., 2018).

### 2. Kandungan Kimia Daun Sirih Merah (*Piper Crocatum*)

Daun sirih merah mengandung flavanoid, polifenol, tanin, dan minyak atsiri. Senyawa flavonoid dan polifenol bersifat antioksidan, antidiabetik, antikanker, antiseptik, dan antiinflamasi. Sedangkan senyawa alkaloid mempunyai sifat antineoplastik yang juga ampuh menghambat pertumbuhan sel-sel kanker (Windono, 2016).

### 3. Senyawa fenolik

Senyawa fenolik adalah senyawa yang memiliki satu atau lebih gugus hidroksil yang menempel di gugus aromatik. Kandungan senyawa fenolik memiliki sifat antioksidan dan dapat menyembuhkan jantung koroner dan kanker. Antioksidan merupakan senyawa yang dapat memperlambat, menghambat, atau mencegah oksidasi dari bahan yang mudah teroksidasi dengan cara mengikat radikal bebas (Salim, Saputri, Saptarini, & Levita, 2020). Asam fenolat termasuk kedalam golongan senyawa fenolik. Istilah asam fenolat menggambarkan cincin fenol yang memiliki setidaknya satu asam karboksilat. Asam fenolat adalah asam karboksilat aromatik yang secara alami terdapat pada tumbuhan seperti asam galat. (Saibabu, Fatima, Khan, & Hameed, 2015).

Gambar 2 Struktur Asam Galat (Badhani, Sharma, & Kakkar, 2015).

Asam fenolat biasanya berada dalam bentuk ester, glikosida, atau amida, dan jarang dalam bentuk bebasnya. Variasi pada asam fenolat terdapat dalam nomor dan lokasi dari gugus hidroksil pada cincin aromatik. Asam fenolat umumnya berada dalam bentuk asam hidroksibenzoat (C6-C1) dan asam hidroksisinamat (C6-C3) yang mungkin terdapat dalam bentuk bebas atau terkonjugasinya (Salim *et al.*, 2020). Berdasarkan penelitian Piluzza dan Bullitta (2011) terhadap 24 spesies tanaman, ditemukan adanya korelasi yang signifikan bahwa senyawa fenolat berkontribusi signifikan terhadap total kapasitas antioksidan dari beberapa spesies tanaman yang diteliti. Turunan dari asam

benzoat adalah asam galat, protokatekuat, dan asam p-hidroksibenzoat, sedangkan turunan dari asam sinamat adalah kafeat, p-kumarat, dan asam ferulat (Wang, Liu, Zheng, Fan, & Cao, 2011).

Asam galat (3, 4, 5-trihydroxybenzoic acid) adalah asam alami yang termasuk kedalam senyawa polifenol (Manish Pal, Avneet, & Siddhraj, 2018), diantara berbagai polifenol, asam galat (3,4,5-trihydroxybenzoic acid), merupakan senyawa tripenol dengan berat molekul rendah, memiliki aktivitas antioksidan yang kuat yang terjadi secara alami. Asam galat telah dibuktikan sebagai komponen antioksidan utama yang bertanggung jawab atas sifat antiradikal dan antikanker yang berasal dari sejumlah ekstrak tumbuhan (Perron & Brumaghim, 2009). Asam galat yang terkandung dalam ekstrak daun sirih merah dapat berfungsi sebagai agen pelindung dalam sintesis nanopartikel besi oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, seperti mekanisme reaksi berikut:

Gambar 3 Mekanisme pembentukan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menggunakan ekstrak daun *Zanthoxylum aramatum DC* sebagai agen pelindung (*capping agent*) (Ramesh, Rama Devi, Mohan Botsa, & Basavaiah, 2018).

Berdasarkan mekanisme diatas dilaporkan bahwa asam galat merupakan fitokimia utama yang terdapat dalam ekstrak daun *Zanthoxylum aramatum D*. C=O dari gugus karboksilat (asam galat) dari ekstrak daun *Zanthoxylum aramatum D* membentuk kompleks dengan Fe<sup>+3</sup> dan Fe<sup>+2</sup>. Reaksi ini dilakukan pada suhu 80 °C, maka OH dari NaOH akan terlibat dalam reaksi dan demikian persaingan ikatan antara COO<sup>-</sup>... Fe<sup>+3</sup> dan COO<sup>-</sup>... Fe<sup>+2</sup> dan pembentukan Fe<sup>+3</sup>...OH dan Fe<sup>+2</sup>...OH akan terjadi, dengan demikian menghasilkan pembentukan besi hidroksida Fe(OH)<sub>3</sub> dan besi hidroksida Fe(OH)<sub>2</sub>. Akhirnya nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dibentuk oleh dehidrasi (-H<sub>2</sub>O) dari besi hidroksida Fe(OH)<sub>3</sub> dan besi hidroksida Fe(OH)<sub>2</sub> dalam campuran (Ramesh *et al.*, 2018).

### B. Kimia Hijau (Green Chemistry)

Istilah 'Kimia Hijau' diciptakan pada 1991 oleh Anastas dari Lembaga Perlindungan Lingkungan (EPA) Amerika Serikat. Tetapi ini tidak berarti bahwa gerakan kimia hijau tidak ada sebelum awal 1990-an tersebut. Beberapa negara telah mulai menjalankan prinsip-prinsip kimia hijau di tahun-tahun sebelumnya dipicu oleh kekhawatiran mulai terganggunya keseimbangan alam dan lingkungan, ancaman terhadap ketersediaan air bersih, dan menipisnya cadangan energi. Kimia hijau menerapkan prinsip baru dalam proses sintesis,pengolahan, dan aplikasi bahan-bahan kimia sedemikian rupa sehingga dapat menurunkan ancaman terhadap keselamatan lingkungan dan manusia (Yew et al., 2018).

Pengembangan nanopartikel logam dan oksida logam dari garamnya dapat dilakukan dengan mengaplikasikan prinsip-prinsip kimia hijau. Penggunaan senyawa-senyawa metabolit yang terkandung dalam ekstrak tanaman darat dan tanaman laut, serta penggunaan enzim dan bakteri sebagai bioreduktor merupakan salah satu upaya ramah lingkungan dalam pengembangan nanopartikel. Biomolekul dapat juga bertindak sebagai *template* yang mengarahkan pertumbuhan partikel dalam orientasi tertentu, atau bertindak sebagai agen pelindung/penstabil (pelapis) yang mencegah aglomerasi nanopartikel (Asghar et al., 2018).

### C. Nanopartikel

Nanopartikel merupakan partikel dalam ukuran nanometer yaitu sekitar 1-100 nm (Fajaroh, 2018). Nanopartikel menjadi kajian yang sangat menarik, karena material yang berada dalam ukuran nano biasanya memiliki partikel dengan sifat

kimia atau fisika yang lebih unggul dari material yang berukuran besar (*bulk*). Perbedaan nanopartikel dengan material sejenis dalam ukuran besar (*bulk*) yaitu:

- a) Karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain;
- b) Ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Yew et al., 2018).

Sifat-sifat yang berubah pada nanopartikel biasanya berkaitan dengan fenomena-fenomena berikut ini. Pertama adalah fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisiasi (Fajaroh, 2018).

### 1. Nanopartikel Besi-Oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Magnetit)

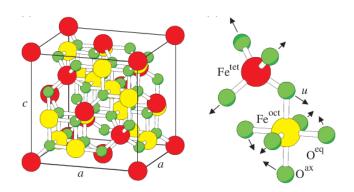
Magnetit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> adalah mineral ferrimagnetik berwarna hitam yang mengandung Fe(II) dan Fe(III). Magnetit banyak disintesis di laboratorium karena memiliki kisi yang beragam dan keadaan valensi dari besi memberikan kontribusi terhadap sifat magnetik magnetit yang membuatnya sangat mudah diaplikasikan dibidang biomedis (*drug delivery*, pemisahan, sensor) dan material elektromagnetik (Basu, 2013). Oksida besi merupakan material fungsional yang

dapat diterapkan di berbagai bidang, seperti sebagai fluida dan gel magnetik, katalis, pigmen pewarna, diagnosa medik, dan adsorben logam berat (Rajiv., *et al*, 2017).

Oksida besi adalah senyawa umum yang tersebar luas di alam dan dapat dengan mudah disintesis di laboratorium. Oksida besi terdiri atas 16 bentuk Senyawa (Parsons., *et al*, 2007). Salah satu senyawa oksida besi yang banyak disintesis adalah magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>).

### 2. Struktur Besi Oksida Fe3O4

Magnetit memiliki struktur spinel terbalik dan memiliki unit sel kubus berpusat muka dengan delapan unit formula per unit sel.



Gambar 4 Struktur Besi-Oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Magnetit) (Friák, Schindlmayr, & Scheffler, 2007)

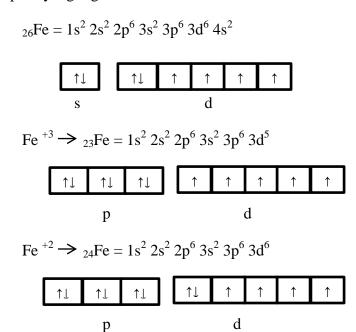
Struktur spinel kubus berpusat dari magnetit. Pembesaran satu tetrahedron dan satu oktahedron yang berdekatan berbagi atom oksigen. Bola-bola besar yang diberi label oleh Fe tet dan Fe oct mewakili atom-atom besi pada sub-kisi yang terkoordinasi secara tetrahedral dan oktahedral. Atom oksigen ditampilkan sebagai bola kecil. Besi-oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (magnetit) memiliki struktur spinel kubus terbalik, dimana yang terdiri dari susunan ion oksida yang sangat padat, dimana

semua ion Fe<sup>2+</sup> menempati setengah dari situs oktahedral dan Fe<sup>3+</sup> dipecah secara merata di seluruh situs oktahedral yang tersisa dan situs tetrahedral (Wu, Su, Liu, Saha, & Wang, 2019).

### 3. Sifat Nanopartikel Magnetik Besi Oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Besi oksida ini merupakan bahan atau material yang termasuk ke dalam kelompok ferrimgnetik (kelompok yang sangat berpengaruh menarik gaya medan magnet). Namun, jika pada skala nanometer, bahan ini akan memiliki sifat superparamagnetik, superparamagnetik ini merupakan sifat material yang memiliki magnetisasi (fenomena dimana material mengeluarkan gaya menarik atau menolak pada material lainnya) yang tinggi ketika diberi dengan medan magnet eksternal, jika tidak ada medan magnet eksternal nilai magnetisasinya adalah nol. Fe (besi) merupakan unsur yang bersifat paramagnetik, kenapa begitu, karena Fe (besi) memiliki nomor atom yaitu 26.

Apabila dibuatkan konfigurasi elektronnya akan berakhir dikulit 3d<sup>6</sup> dan 4s<sup>2</sup>. Saat pengisian elektron pada sub kulit s elektron akan terisi penuh (ada sepasang elektron), sedangkan pada sub kulit d pengisian elektronnya tidak penuh, dimana akan terdapat 4 buah elektron yang tidak berpasangan, begitu juga ketika besi (Fe) bermuatan +2 dan +3, dimana pada saat pengisian elektron akan terjadi pada sub kulit p dan sub kulit d. Pengisian pada sub kulit p elektron akan terisi penuh (terdapat sepasang sepasang elektron dimasing-masing kotak), sedangkan pada sub kulit d pengisian elektronyya tidak penuh, dimana terdapat 4 buah elektron yang tidak berpasangan pada pada Fe<sup>+2</sup> dan 5 buah elektron yang tidak berpasang



Seperti yang digambarkan dibawah ini:

Gambar 5 Konfigurasi elektron dari Fe, Fe<sup>+3</sup>, dan Fe<sup>+2</sup>

Elektron yang tidak berpasangan ini lah yang yang mengakibatkan besi bersifat paramagnetik, akan tetapi jika ukurannya dalam bentuk nano akan menjadi superparamagnetik (Sholihah, 2010).

### 4. Aplikasi Nanopartikel Besi-Oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Magnetit)

Nanopartikel magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) berperan sebagai antibakteri, antijamur, hipertermia, antikanker, dan lain-lain. Salah satu aplikasi nanopartikel magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang saat ini sedang dikembangkan adalah sebagai sebagai system penghantar obat (*drug delivery system*) untuk membunuh sel kanker. Aplikasi biomedis secara *in-vivo*, nanopartikel magnetit harus bersifat non-toksik dan non-imunogenik, dengan ukuran partikel yang cukup kecil untuk bertahan dalam sirkulasi darah setelah injeksi. Nanopartikel magnetik juga harus mempunyai magnetisasi saturasi tinggi sehingga pergerakan mereka dalam darah dapat dikontrol dengan medan magnet dari luar agar mereka bisa diimmobilisasi

mendekati jaringan target. Nanopartikel dapat diaplikasikan secara *in vivo* di bidang medis, terlebih dahulu harus dilapisi dengan polimer yang biokompatibel baik selama atau setelah proses sintesis untuk mencegah pembentukan agregat berukuran besar, mengubah dari struktur asal dan bisa terbiodegradasi bila dipaparkan ke sistem biologi. Polimer juga bisa berikatan secara kovalen dengan obat-obatan, terserap atau terjebak pada partikel (Ebrahiminezhad., *et al*, 2018).

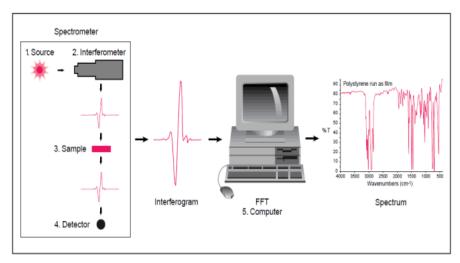
### D. Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Besi Oksida

### 1. Fourier Transform Infra Red (FT-IR)

Spektroskopi FTIR yaitu metode spektroskopi inframerah modern yang dilengkapi dengan teknik transformasi *fourier* untuk mendeteksi dan menganalisa hasil spektrumnya. Metode spektroskopi FTIR dapat digunakan untuk identifikasi senyawa, khususnya senyawa organik dengan melihat puncak-puncak spesifik pada spektrum yang menunjukkan jenis gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa. Analisa FT-IR dapat dilakukan pada bahan dalam wujud cairan, padatan, lapis tipis, serbuk, serat dan lainnya (Lewin, 1963).

Prinsip kerja dari instrumen FTIR ini yakni berdasarkan jumlah penyerapan sinar oleh suatu sampel, apabila suatu sampel dilewati oleh radiasi inframerah, maka molekul-molekulnya akan mengabsorpsi energi dan terjadi transisi antara tingkat vibrasi dasar (ground state) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*exite state*). Pada FTIR spektra yang terbentuk akan memberikan informasi mengenai gugus fungsional suatu molekul. Analisa yang digunakan dengan menentukan konsentrasi senyawa menggunakan prinsip hukum Lambeer-Beer dimana konsentrasi sebanding dengan serapan :  $A = \varepsilon$ . b. C

Pengukuran dengan FT-IR bergantung pada kemurnian sampel karena jika sampel mengandung pengotor (senyawa lain) maka puncak spektrum yang dihasilkan akan melebar yang disebabkan oleh gugus fungsi-gugus fungsi lain yang masih terkandung dalam beberapa senyawa tersebut (King, et al, 2012).



Gambar 6 Skema kerja instrumen FTIR (King, et al, 2012)

### 2. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan salah satu cara karakterisasi material yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi struktur dari material mikropori, mesopori dan makropori. Alat yang digunakan disebut *X-Ray Diffractometer* (XRD). Melalui analisis XRD dapat diketahui dimensi kisi (d = jarak antar kisi) dalam struktur mineral, sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak (Ma et al., 2015).

Prinsip kerja difraksi sinar-X adalah sinar-X dihasilkan dari tabung sinarX yang terjadi akibat adanya tumbukan elektron-elektron yang bergerak sangat cepat dan mengenai logam sasaran, elektron ini membawa energi foton yang cukup untuk mengionisasi sebagian elektron di kulit K (1s), sehingga elektron yang berada pada orbital kulit luar akan berpindah dan mengisi orbital 1s dengan

memancarkan sejumlah energi berupa sinar-X. Radiasi yang dihasilkan orbital K ke orbital lain disebut sinar-X deret K, dimana K1 adalah eksitasi elektron ke kulit L. K2 adalah eksitasi elektron ke kulit M. Demikian juga untuk K3 dan seterusnya (Ma et al., 2015).

Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki sejumlah besar kristal kecil dengan diameter butiran kristalnya sekitar  $10^{-7}-10^{-4}$  m ditempatkan pada suatu plat kaca dalam difraktometer. Sinar-X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi, dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam. Sinar-X tersebut menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg: n  $\lambda = 2$  d sin  $\theta$  dengan;

n adalah orde difraksi (1,2,3,...)

λ adalah panjang sinar-X,

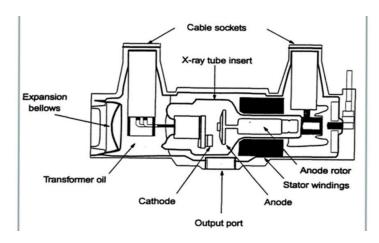
d adalah jarak antara dua bidang kisi

 $\theta$  adalah sudut difraksi.

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per menit sinkron, dengan detektor dalam sudut  $2\theta$  per menit, sehingga sumbu-x setara dengan sudut

20. Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik (Wardani, 2010).

Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalamsel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda (Wardani, 2010).



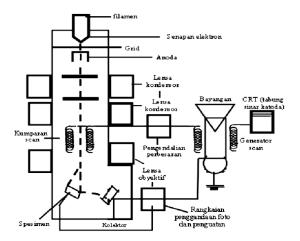
Gambar 7 Skema bagian-bagian Tabung Pesawat Sinar-X (Wardani, 2010).

### 3. Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Detektor di dalam SEM

mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan (Review, 1997).

Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron di-scan ke seluruh area daerah pengamatan, dengan membatasi lokasi pengamatan dengan melakukan zoom-in atau zoom-out. Berdasarkan arah pantulan berkas pada berbagai titik pengamatan maka profil permukaan benda dapat dibangun menggunakan program pengolahan gambar yang ada dalam komputer (Seaman, 2000).



Gambar 8 Skema alat spektroskopi SEM (Seaman, 2000).

Sebagai pengganti sumber cahaya digunakan suatu sumber elektron yang dapat menembakkan elektron berenergi tinggi. SEM dapat menampilkan hasil gambar dari suatu permukaan yang dianalisis dengan pembesaran yang cukup tinggi serta kedalaman medan yang baik. Hasil ditampilkan secara tiga dimensi dengan detail. SEM merupakan alat yang dapat digunakan untuk mempelajari atau

mengamati rincian bentuk maupun struktur mikro permukaan suatu objek yang tidak dapat dilihat dengan mata atau dengan mikroskop optik (Seaman, 2000).

### **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

### A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian mengenai sintesis nanopartikel magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan metode green chemistry menggunakan ekstrak daun sirih merah sebagai agen pelindung *(capping agent)* dapat disimpulkan :

- Kekuatan magnet optimum dari nanopartikel yang disintesis adalah pada komposisi FeCl<sub>2</sub> dan FeCl<sub>3</sub> (3:2) dengan volume ekstrak daun sirih merah 5 ml yaitu sebesar 0,16 mT.
- 2. Karakterisasi menggunakan spektrum FTIR menunjukkan gugus fungsi yang berperan sebagai agen pelindung (capping agent) dalam sintesis nanopartikel magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yaitu senyawa fenolik (asam galat).
- 3. Data uji XRD menunjukkan bahwa diameter rata-rata nanopartikel yang terbentuk berdasarkan nilai FWHM (full width at halfmaximum) dengan menggunakan persamaan scherer adalah sebesar 26,66 nm.
- 4. Hasil uji SEM didapatkan bentuk partikel  $Fe_3O_4$  seperti jarum, hal ini disebabkan pengaruh dari perbandingan rasio  $Fe^{+2}$  dan  $Fe^{+3}$ , serta ekstrak tanaman yang digunakan dalam sintesis nanopartikel magnetik  $Fe_3O_4$ .

# B. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diharapkan adanya penelitian lebih lanjut mengenai sintesis nanopartikel magnetik menggunakan bahan alam lainnya sebagai agen pelindung (capping agent) dan pengaplikasiannya.

### **DAFTAR PUSTAKA**

- Antibakteri, A., Daun, E., & Merah, S. (2018). *Antibacterial Activities of Sirih Merah* ( *Piper crocatum* ) *Leaf Extracts*. 5(3), 1–10. https://doi.org/10.29244/1-10
- Asghar, M. A., Zahir, E., Shahid, S. M., Khan, M. N., Asghar, M. A., Iqbal, J., & Walker, G. (2018). Iron, copper and silver nanoparticles: Green synthesis using green and black tea leaves extracts and evaluation of antibacterial, antifungal and aflatoxin B1 adsorption activity. *LWT Food Science and Technology*, 90(December 2017), 98–107. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.12.009
- Badhani, B., Sharma, N., & Kakkar, R. (2015). RSC Advances. *Royal Society of Chemistry Advances*, (35).
- Basu, P. (2013). 済無No Title No Title. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 53(9), 1689–1699. https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004
- Beon, A. S., & Batista, G. (2005). *Identifikasi Komponen Fitokimia dalam Ekstrak Daun Sirih Merah (Piper crocatum)*.
- Ebrahiminezhad, A., Zare-Hoseinabadi, A., Sarmah, A. K., Taghizadeh, S., Ghasemi, Y., & Berenjian, A. (2018). Plant-Mediated Synthesis and Applications of Iron Nanoparticles. *Molecular Biotechnology*, 60(2), 154–168. https://doi.org/10.1007/s12033-017-0053-4
- Fajaroh, F. (2018). Sintesis Nanopartikel dengan Prinsip Kimia Hijau. *Seminar Nasional Kimia Dan Pembelajarannya (SNKP) 2018, 03* (November), 24–32.
- Fatimah, I. (2017). Synthesis of Metal and Metal Oxide Nanoparticles Using Plant Extract: a Review. *Jurnal Eksakta*, 17(1), 66–85. https://doi.org/10.20885/eksakta.vol17.iss1.art7
- Friák, M., Schindlmayr, A., & Scheffler, M. (2007). Ab initio study of the halfmetal to metal transition in strained magnetite. *New Journal of Physics*, *9*(1), 5–5. https://doi.org/10.1088/1367-2630/9/1/005
- King, D., Fernandez, J., & Nalliah, R. (2012). Writing instrument profiles for mastery of instrumental analysis. *Journal of Chemical Education*, 89(6), 728–731. https://doi.org/10.1021/ed200645t
- Lewin, S. Z. (1963). Chemical instrumentation. *Journal of Chemical Education*, 40(3), 167–184. https://doi.org/10.1021/cen-v056n004.p031
- Li, J. L., Li, D. C., Zhang, S. L., Cui, H. C., & Wang, C. (2011). Analysis of the