

Sintesis dan Karakterisasi Modifikasi Mikropartikel Magnetit (Fe_3O_4) Dalam Pemanfaatan Karat dengan Ekstrak Daun Ilalang (*Imperata cylindrica L*)

*Synthesis and Characterization of Modified Magnetite Microparticles (Fe_3O_4) in Rust Utilization with Leaf Extract of Grass (*Imperata cylindrica L*)*

Annisaa Siti Zulaicha^{1*}, Iwan Syahjoko Saputra¹, Indah Puspita Sari¹, Dicky Annas²

¹Teknologi Kosmetik, Institut Teknologi Sumatera, Lampung Selatan, 35365, Indonesia

²Analisis Kimia, Akademi Kimia Analisis Caraka Nusantara, Depok, 16951, Indonesia

*Alamat e-mail: annisaa.zulaicha@km.itera.ac.id

Abstrak-Sintesis mikropartikel magnetit (Fe_3O_4) telah berhasil dilakukan dengan memanfaatkan karat dan ekstrak daun ilalang (*Imperata cylindrica L*). Tujuan penelitian ini adalah sintesis dan karakterisasi mikropartikel Fe_3O_4 menggunakan metode Green Synthesis. Hasil UV-Vis menunjukkan puncak serapan pada panjang gelombang 273 nm dengan nilai absorbansi 0,75. Analisis FTIR menunjukkan pergeseran puncak pada bilangan gelombang 3356 cm^{-1} menjadi 3290 cm^{-1} dan munculnya puncak baru pada bilangan gelombang 500 cm^{-1} yang merupakan ciri khas gugus fungsi Fe-O-Fe dan mengindikasikan terbentuknya mikropartikel Fe_3O_4 . Hasil XRD menunjukkan enam puncak spesifik yang merupakan kristalinitas mikropartikel Fe_3O_4 pada posisi 2 teta 30.40° , 35.70° , 43.30° , 53.80° , 57.40° , dan 63.00° . Analisis PSA menunjukkan rata-rata ukuran partikel $>100\text{ nm}$ dan hasil PZC menunjukkan zeta potensial 20 mV. Hasil SEM menunjukkan morfologi mikropartikel Fe_3O_4 dengan pembesaran 1000x dan hasil analisis EDS menunjukkan adanya komposisi unsur Fe dan O.

Kata kunci : *imperata cylindrica l*, karat, magnetit (Fe_3O_4), mikropartikel

Abstract-The synthesis of magnetite (Fe_3O_4) microparticles has been successfully carried out using rust and leaf extract of grass (*Imperata cylindrica L*). The purpose of this research is the synthesis and characterization of Fe_3O_4 microparticles using the Green Synthesis method. The UV-Vis results showed that the absorption peak was at a wavelength of 273 nm with an absorbance value of 0.75. FTIR analysis shows the shift of the peak at wave number 3356 cm^{-1} to 3290 cm^{-1} and the appearance of a new peak at wave number 500 cm^{-1} which is characteristic of the Fe-O-Fe functional group and indicates the formation of Fe_3O_4 microparticles. XRD results showed six specific peaks, which were crystallinity of Fe_3O_4 microparticles at position 2 theta 30.40° , 35.70° , 43.30° , 53.80° , 57.40° , and 63.00° . PSA analysis showed that the mean particle size was $>100\text{ nm}$, and the PZC results showed a zeta potential of 20 mV. SEM results showed the morphology of Fe_3O_4 microparticles with 1000x magnification, and EDS analysis results showed Fe and O's elemental composition.

Keywords: *imperata cylindrica l*, rust, magnetite (Fe_3O_4), microparticles

© 2020 Jurnal Jejaring Matematika dan Sains. This work is licensed under a [CC BY-NC 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)

PENDAHULUAN

Korosi atau pengkaratan dikenal sebagai peristiwa kerusakan logam akibat reaksi kimia dengan lingkungannya. Korosi menyebabkan terjadinya penurunan mutu dan kualitas suatu logam [1]. Produk karat umumnya tidak bermanfaat dan dapat merusak lingkungan. Serbuk karat hasil proses korosi mengandung senyawa kimia Fe_2O_3 (Hematit). Karat biasanya berbentuk serbuk dan berwarna hitam kecokelatan. Senyawa Fe_2O_3 dapat direduksi menjadi materi yang bisa bermanfaat seperti Fe_3O_4 (Magnetit). Magnetit (Fe_3O_4) adalah salah satu oksida besi yang banyak dimanfaatkan di berbagai bidang seperti optoelektronik dan metalurgi. Fe_3O_4 juga dapat diaplikasikan sebagai penjerap logam berat, biosensor, *localizer* dalam terapi hyperthermia, *magnetic*

targeted drug dan pelindung korosi pada pembuatan baja [2].

Sintesis partikel Fe_3O_4 melibatkan bahan yang bisa bertindak sebagai reduktor dan oksidator. Selama ini para peneliti menggunakan reduktor dan oksidator seperti $NaBH_4$, asam sitrat dan $NaOH$. Reduktor ini sangat berbahaya bila tercemar di lingkungan. Untuk mengurangi pemakaian bahan-bahan kimia yang berbahaya, maka pada penelitian ini akan mensintesis mikropartikel Fe_3O_4 menggunakan reduktor dan oksidator dari bahan yang ramah lingkungan yaitu menggunakan ekstrak daun ilalang (*Imperata cylindrica L*).

Tumbuhan ilalang (*Imperata cylindrica L*) hampir dikenal oleh semua masyarakat sebagai tanaman pengganggu. Masyarakat menganggap tumbuhan ini

sebagai gulma dan sukar di basmi. Tumbuhan ilalang tersebar di daerah tropik dan subtropik yang hidup pada daerah terbuka. Kegunaan tumbuhan ilalang sebagai obat herbal oleh masyarakat yaitu dapat mengobati diare, disentri, kencing nanah, rematik dan tumor [3]. Penelitian sebelumnya menyebutkan daun ilalang mengandung manitol, glukosa, sukrosa, asam malat, asam sitrat, coixol, arundoin, silindrin, fernenol, simiarenol, anemonin, asam kersik, damar, dan senyawa alkali. Ekstrak daun ilalang juga mengandung senyawa alkaloid sebesar 1,07% dan flavonoid sebesar 4,8% [4]. Senyawa alkaloid dan flavonoid ini dapat digunakan sebagai reduktor dan oksidator alami dalam sintesis Fe₃O₄.

Proses sintesis Fe₃O₄ dapat dilakukan dengan berbagai metode, seperti metode ko-presipitasi, elektrokimia [5], sonokimia [6], teknik mikroemulsi [7], dan proses hidrotermal [8]. Selain itu, metode yang ramah lingkungan dan murah juga telah dikembangkan yaitu menggunakan metode *green chemistry* yang melibatkan senyawa alami dari ekstrak tanaman dalam sintesis Fe₃O₄ [9]. Penelitian sebelumnya melaporkan bahwa nanopartikel Fe₃O₄ dapat disintesis menggunakan bahan-bahan yang ramah lingkungan, seperti ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) [10]. Sintesis nanopartikel Fe₃O₄ juga dapat menggunakan karat dan minyak menggunakan metode dekomposisi panas [2]. Berdasarkan literatur dan referensi yang ada, belum pernah dilakukan sintesis mikropartikel Fe₃O₄ menggunakan karat dan ekstrak daun ilalang. Adapun tujuan pada penelitian ini adalah mensintesis mikropartikel Fe₃O₄ dengan memanfaatkan karat (Fe₂O₃) sebagai sumber Fe dan ekstrak daun ilalang (Fe₃O₄-ICL) sebagai sumber reduktor dan oksidator alami. Serbuk Fe₃O₄ yang dihasilkan dapat digunakan salah satunya sebagai penjepit logam berat di lingkungan Industri maupun skala laboratorium.

BAHAN

Bahan-bahan yang digunakan yaitu sampel daun ilalang, etanol, aquades, dan karat (serbuk Fe₂O₃).

METODE

Metode pada penelitian ini dibagi menjadi dua bagian. Tahap pertama yaitu preparasi ekstrak daun ilalang. Sebanyak 2 kg daun ilalang segar dibersihkan dan dipotong kecil-kecil. Hasil potongan kemudian dikeringkan dengan sinar matahari selama 7 hari untuk mengurangi kadar air. Selama proses pengeringan ditambahkan etanol dengan botol semprot agar tidak terjadi pembusukan pada daun. Daun kering yang dihasilkan kemudian dihaluskan menggunakan blender. Sebanyak 100 g serbuk halus dari daun ilalang yang dihasilkan ditambahkan akuades 1000 mL dan dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit menggunakan *hotplate magnetic stirrer*. Ekstrak pekat yang dihasilkan dikarakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu 2600) dan FTIR (Shimadzu Prestige 2) kemudian digunakan dalam sintesis Fe₃O₄.

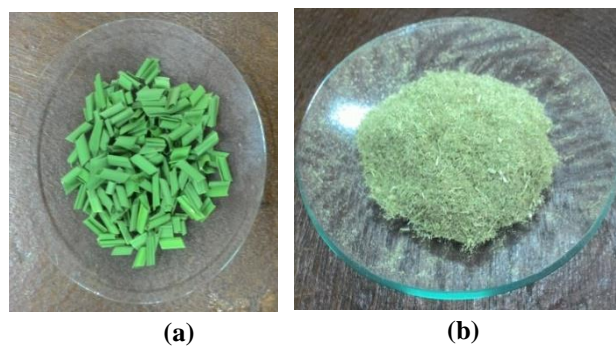
Tahapan selanjutnya adalah sintesis mikropartikel Fe₃O₄. Sintesis mikropartikel Fe₃O₄ menggunakan metode dekomposisi panas [2] dan dilakukan modifikasi yaitu zat reduktor dan oksidator berasal dari bahan alami yaitu

ekstrak daun *Imperata cylindrica L* (ICL). Sebanyak 2 g karat (Fe₂O₃) dicampurkan dalam 50 mL ekstrak pekat daun ICL. Campuran dipanaskan selama 1 jam menggunakan *hotplate* dengan suhu 200 °C. Serbuk magnetit (Fe₃O₄) yang dihasilkan dipanaskan dalam furnace selama 1 jam pada suhu 315°C dan dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX (AMETEK), FTIR (Shimadzu Prestige 2), XRD (Shimadzu 610 dengan sumber elektron Cu), PSA dan PZC (Malvern ZEN 1600).

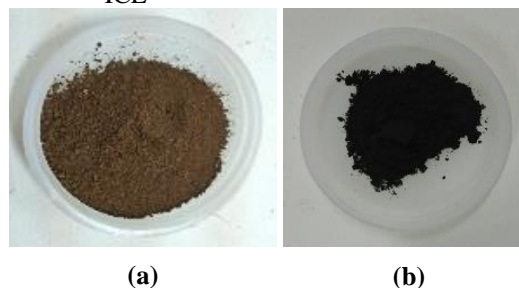
HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses preparasi daun ICL melibatkan sampel segar daun ilalang yang dikeringkan selama tujuh hari. Proses pengeringan berfungsi untuk mengurangi kadar air yang terkandung di dalam daun ICL. Pemberian pelarut etanol berfungsi agar mencegah timbulnya jamur yang mengakibatkan proses pembusukan pada daun ilalang. Gambar 1 merupakan daun ilalang segar dan serbuk hasil blender.

Ekstraksi daun ICL menggunakan pemanasan berfungsi untuk menghasilkan ekstrak pekat. Hasil ekstraksi menghasilkan larutan pekat berwarna cokelat sebanyak 50 mL. Ekstrak pekat daun ICL berfungsi sebagai media dalam pembentukan mikropartikel Fe₃O₄. Hasil pendahuluan uji fitokimia ekstrak daun ICL didapatkan hasil yang positif untuk senyawa alkaloid dan flavonoid. Senyawa alkaloid dan flavonoid yang terkandung di dalam ekstrak daun ilalang berfungsi sebagai reduktor dan oksidator alami dalam sintesis mikropartikel Fe₃O₄-ICL. Gambar 2 merupakan perbedaan warna pada serbuk karat (Fe₂O₃) dan serbuk magnetit (Fe₃O₄) hasil sintesis.



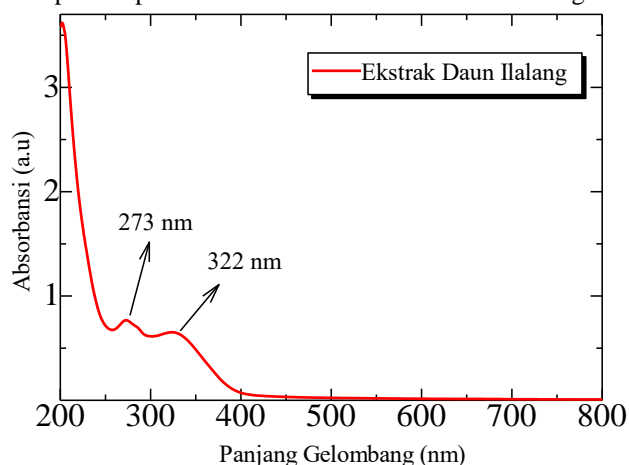
Gambar 1. (a) Potongan segar dan (b) Serbuk halus daun ICL



Gambar 2. Serbuk (a) Karat (Fe₂O₃) dan (b) Magnetit (Fe₃O₄)

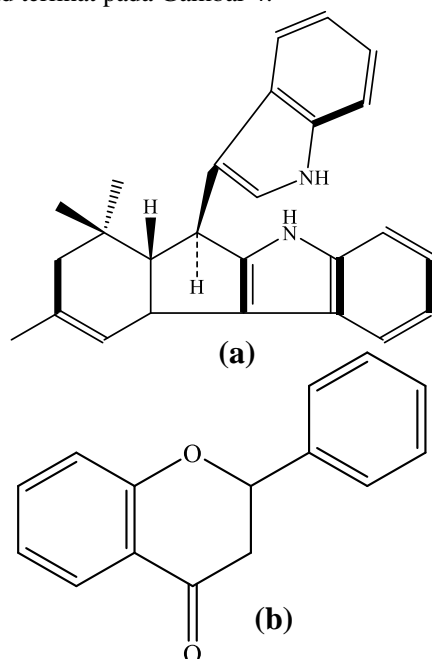
Proses sintesis mikropartikel Fe₃O₄ menggunakan ekstrak daun ilalang menghasilkan serbuk berwarna hitam yang menandakan adanya sifat magnet Fe₃O₄ berhasil

terbentuk [11]. Untuk memperkuat keberhasilan magnetit Fe₃O₄ yang terbentuk maka dianalisis menggunakan Instrumentasi. Hasil analisis UV-Vis dari ekstrak daun ilalang menunjukkan bahwa adanya metabolit sekunder yang terdapat pada ekstrak daun ilalang. Gambar 3 merupakan spektrum UV-Vis dari ekstrak daun ilalang.



Gambar 3. Spektrum UV-Vis Ekstrak Daun Ilalang

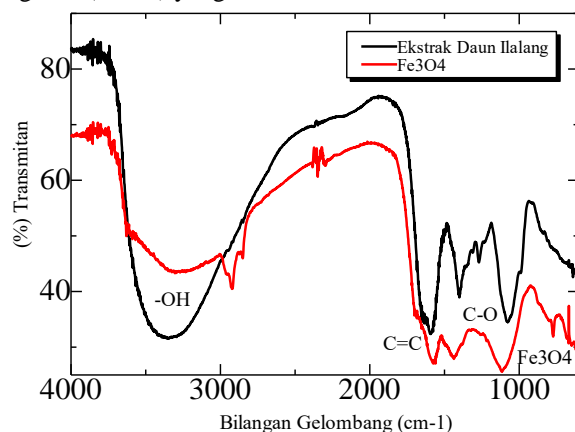
Terlihat dua puncak yang khas pada spektrum UV-Vis ekstrak daun ilalang. Hasil pengukuran UV-Vis ekstrak daun ilalang didapatkan nilai absorbansi 0,59 pada panjang gelombang 273 nm untuk puncak (a) dan 0,76 pada panjang gelombang 322 nm untuk puncak (b). Hal ini mengindikasikan bahwa ekstrak daun ilalang mengandung senyawa metabolit sekunder berupa alkaloid dan flavonoid. Adapun struktur dasar senyawa alkaloid dan flavonoid terlihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur Dasar Senyawa (a) Alkaloid dan (b) Flavonoid

Sampel ekstrak daun ilalang dan serbuk Fe₃O₄ hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR. Analisis FTIR berfungsi untuk mengetahui gugus fungsi senyawa metabolit sekunder pada ekstrak daun ilalang dan mengetahui interaksi yang terjadi antara gugus fungsi dengan material Fe₂O₃ hingga terbentuknya senyawa baru

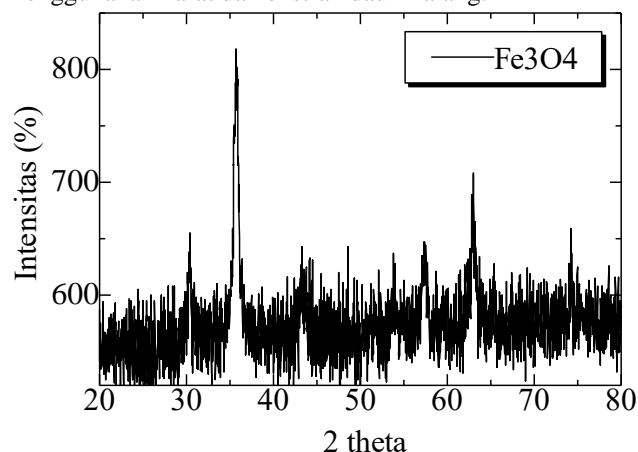
magnetit (Fe₃O₄). Gambar 5 menunjukkan hasil karakterisasi FTIR ekstrak daun ilalang dan serbuk magnetit (Fe₃O₄) yang terbentuk.



Gambar 5. Spektrum FTIR Ekstrak Daun Ilalang dan Serbuk Fe₃O₄

Terlihat puncak serapan untuk ekstrak daun ilalang pada bilangan gelombang 3356 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus -OH, puncak serapan 1601 cm⁻¹ adanya gugus C=C alkena, 1398-1080 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus fungsi C-O pada senyawa. Spektrum FTIR dari Fe₃O₄ hasil sintesis menggunakan ekstrak daun ilalang menunjukkan adanya pergeseran puncak serapan pada bilangan gelombang 3356 cm⁻¹ menjadi 3290 cm⁻¹. Adanya penurunan intensitas pita serapan pada bilangan gelombang 1601 cm⁻¹, 1398 cm⁻¹ dan terdapat puncak baru pada daerah 500 cm⁻¹ yang mengindikasikan Fe₃O₄-ICL berhasil disintesis menggunakan ekstrak daun ICL.

Karakterisasi menggunakan XRD berfungsi untuk melihat kristalinitas senyawa Fe₃O₄ dan karakterisasi SEM digunakan untuk melihat morfologi Fe₃O₄ yang terbentuk. Gambar 6 merupakan kristalinitas Fe₃O₄ hasil sintesis menggunakan karat dan ekstrak daun ilalang.



Gambar 6. Spektrum XRD Senyawa Fe₃O₄

Pola difraksi yang didapatkan dari pengukuran menggunakan XRD sudah sesuai dengan data standar JCPDS Nomor 85-1436. Terdapat enam puncak khas Fe₃O₄ yaitu pada sudut 2 theta: 30,40°; 35,70°; 43,30°; 53,80°; 57,40°; dan 63,00° dengan nilai indeks miller: (220), (311), (400), (422), (511), dan (440) [12]. Kesesuaian data hasil sintesis dengan JCPDS Nomor 85-1436 mengindikasikan senyawa Fe₃O₄ berhasil disintesis

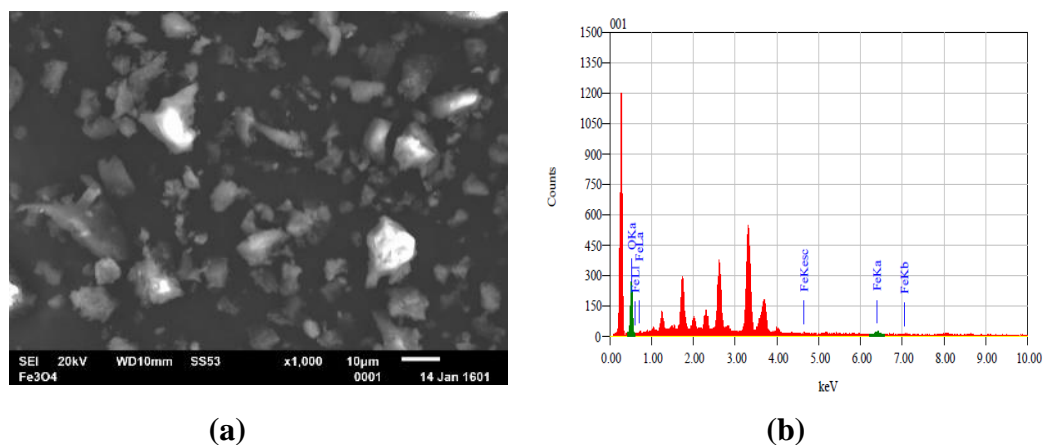
dengan menggunakan karat dan ekstrak daun ilalang. Perbandingan hasil XRD pada penelitian ini sesuai dengan hasil sintesis Fe₃O₄ yang dilakukan oleh peneliti lain [13].

Gambar 7 merupakan (a) morfologi dan (b) komposisi senyawa Fe₃O₄. Hasil karakterisasi menggunakan SEM pada perbesaran 1000x menunjukkan morfologi Fe₃O₄ belum begitu homogen dan ukuran partikel rata-rata 20 mikro meter. Hal ini diperkirakan karena masih terdapat pengotor lain seperti kandungan metabolit sekunder dari ekstrak daun ilalang yang tidak diinginkan, sehingga bentuk morfologi Fe₃O₄ tidak homogen. Hasil EDX menunjukkan komposisi senyawa magnetit Fe₃O₄ yaitu adanya unsur Fe dan O dengan kadar massa (%)14,09:85,91.

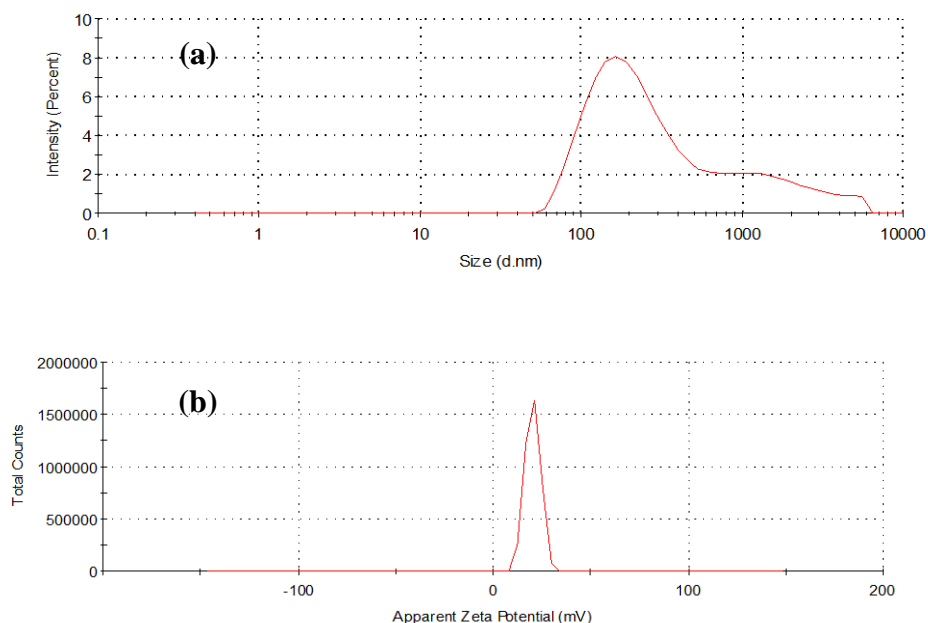
Hasil karakterisasi menggunakan PSA berfungsi sebagai penentu ukuran partikel Fe₃O₄ yang terbentuk dan

analisis menggunakan PZC berfungsi untuk melihat muatan dan kekuatan tolak-menolak antar partikel Fe₃O₄. Gambar 8 menunjukkan hasil karakterisasi menggunakan PSA dan PZC.

Distribusi ukuran rata-rata partikel senyawa Fe₃O₄ yaitu > 100 nm (Gambar 8a). Hal ini dikarenakan pada analisis menggunakan PSA, sampel yang terukur merupakan jumlah keseluruhan antara partikel Fe₃O₄ dan *capping agent* dari ekstrak daun ilalang sehingga ukuran rata-rata partikel menjadi besar. Gaya tolak menolak antar partikel Fe₃O₄ memiliki muatan positif (+) dengan nilai 20 mV (Gambar 8b). Semakin besar gaya tolak atau nilai muatan pada sampel akan mengurangi terjadinya aglomerasi (penggumpalan) antar partikel sehingga ukuran partikel menjadi lebih stabil.



Gambar 7. Hasil (a) SEM dan (b) EDX Senyawa Fe₃O₄.



Gambar 8. Hasil (a) PSA dan (b) PZC Senyawa Fe₃O₄

KESIMPULAN

Mikropartikel Fe₃O₄-ICL berhasil disintesis dengan memanfaatkan karat sebagai sumber Fe dan ekstrak daun Ilalang (*Imperata cylindrica L*) sebagai sumber reduktor

dan oksidator. Terlihat dari hasil karakterisasi menggunakan FTIR adanya gugus fungsi pada ekstrak yang berperan sebagai media dalam pembentukan Fe₃O₄ dan XRD menunjukkan puncak kristalinitas Fe₃O₄ yang

sesuai dengan nilai JCPDS nomor: 85-1436. Ukuran rata-rata partikel Fe₃O₄ yaitu 20 mikro meter dengan gaya tolak sebesar 20 mV. Komposisi yang terkandung pada senyawa Fe₃O₄ yaitu Fe dan O dengan % massa 14,09:85,91.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih kepada Laboratorium Akademi Kimia Analisa Caraka Nusantara dalam memfasilitasi Laboratorium selama penelitian berlangsung.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Nathan CC. 1977. Corrosion Inhibitors. Houston: National Association of Corrosion Engineers.
- [2] Yavuz CT, Mayo JT, Suchecki C, Wang J, Ellsworth AZ, D' Couto H, Quevedo E, Prakash A, Gonzalez L, Nguyen C, Kelty C, Colvin VL. 2010. Pollution magnet: Nano-magnetite for arsenic removal from drinking water. *Environ. Geochem. Health.* 32(4):327–334.
- [3] Astuti V, Kusumowati T, Munawaroh R. 2014. Aktivitas Antibakteri Ekstrak Air Dan Ekstrak Etanol Daun Ilalang (*Imperata cylindrica* L.) Terhadap *Escherichia coli* dan *Pseudomonas aeruginosa* Multiresisten.
- [4] Seniwaty, Rihanah, Nugraheni IK, Umaningrum D. 2009. Skrining Fitokimia dari Alang-Alang (*Imperata cylindrica* L.Beauv) dan Lidah Ular (*Hedyotis Corymbosa* L.Lamk). *J. ilm. berk. sains terap. kim.* 3(2):124-133.
- [5] Franger S., Berthet P., Berthon J. 2004. Electrochemical synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles in alkaline aqueous solutions containing complexing agents. *J. Solid State Electr.* 8:218–223
- [6] Islam MN, Phong LV, Jeong J, Kim C. 2011. A facile route to sonochemical synthesis of magnetic iron oxide (Fe₃O₄) nanoparticles. *Thin Solid Films.* 519:8277–8279.
- [7] Deng Y, Wang L, Yang W, Fu S, Elaissari A. 2003. Preparation of magnetic polymeric particles via inverse microemulsion polymerization process. *J. Magn. Magn. Mater.* 257:69–78.
- [8] Hua J dan HeQing Y. 2008. Controlled synthesis and magnetic properties of Fe₃O₄ walnut spherical particles and octahedral microcrystals. *Sci. China. Ser. E.* 51(11):1911–1920.
- [9] Herlekar M, Barve S, Kumar R. 2014. Plant-Mediated Green Synthesis of Iron Nanoparticles. *Journal of Nanoparticles.*
- [10] Hardian A, Ramadhiany A, Syarif D, Budiman S. 2017. Sintesis dan karakterisasi nanopartikel Fe₂O₃ dengan Memanfaatkan biomaterial belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) Sebagai Agen Pengkelat Untuk Aplikasi Nanofluida. *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia.* 13(2):133-146.
- [11] Liu Z., Yang S., Lia Z., Xieb X., Lia Y., Sunc Z., Luod S., and Xua Z. 2019. Three-Layer Core-Shell Magnetic Fe₃O₄@C@Fe₂O₃ Microparticles As a Highperformance Sorbent for the Capture of

- Gaseous Arsenic From SO₂-Containing Flue Gas. *Chem. Eng. J.* 378:1-10.
- [12] Mahmoudian Y., Alias W.J. Woi B., Jamali-Sheini S. F., 2015. Synthesis and Characterization of Fe₃O₄ Rose Like and Spherical/Reduced Graphene Oxide Nanosheet Composites For Lead (II) Sensor. *Electrochim. Acta.* 1-31
- [13] Suryani T, Edi S. 2015. Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄) dengan Template Silika (SiO₂) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Indonesian Journal of Applied Physics.* 5(1):23