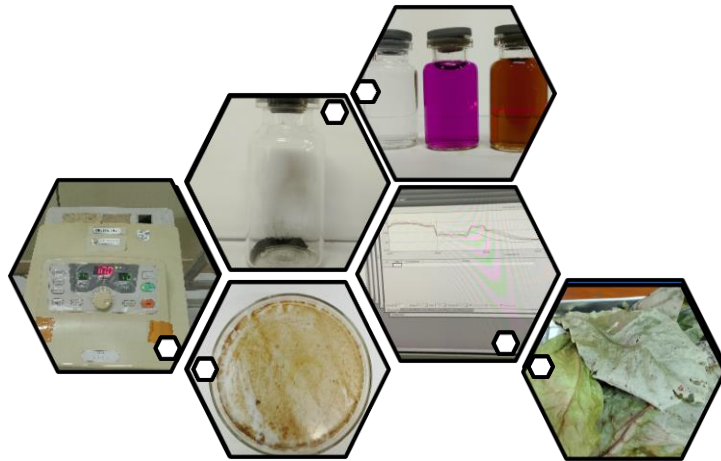


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MnO_2 MELALUI
BIOREDUKSI KMnO_4 DENGAN EKSTRAK DAUN KETAPANG
(*Terminalia catappa*)**



HANIFA FUADA

H031201023



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MnO_2 MELALUI
BIOREDUKSI KMnO_4 DENGAN EKSTRAK DAUN KETAPANG
(*Terminalia catappa*)**

HANIFA FUADA

H031201023



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MnO_2 MELALUI
BIOREDUKSI KMnO_4 DENGAN EKSTRAK DAUN KETAPANG
(*Terminalia catappa*)**

Disusun dan diajukan oleh

HANIFA FUADA

H031201023

Skripsi

Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar sarjana

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

SKRIPSI

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MnO_2 MELALUI
BIOREDUKSI KMnO_4 DENGAN EKSTRAK DAUN KETAPANG
(*Terminalia catappa*)**

HANIFA FUADA

H031201023

Skripsi,

telah dipertahankan di depan Panitia Ujian Sarjana Sains pada 15 Oktober 2024
dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan
pada

Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Hasanuddin
Makassar

Mengesahkan:
Pembimbing Utama


Dr. Sc. Muhammad Zakir, M.Si
NIP 19701103 199903 1 001

Mengetahui:
Ketua Program Studi


Dr. S. Fauziah, M.Si
NIP 19720202 199903 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI DAN KELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan baha, skripsi berjudul "Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel MnO_2 melalui Bioreduksi KMnO_4 dengan Ekstrak Daun Ketapang (*Terminalia catappa*)" adalah benar karya saya dengan arahan dari pembimbing Dr. Sci. Muhammad Zakir, M.Si. Karya ilmiah ini belum diajukan dan tidak sedang diajukan dalam bentuk apapun kepada perguruan tinggi manapun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka skripsi ini apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa sebagian atau keseluruhan skripsi ini adalah karya orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut berdasarkan aturan yang berlaku.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta (hak ekonomis) dan karya tulis saya berupa skripsi ini kepada Universitas Hasanuddin.

Makassar, 15 Oktober 2024



UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian yang saya lakukan dapat terlaksana dengan sukses dan dapat terampungkan atas bimbingan, diskusi, dan arahan Bapak Dr. Sci. Muhammad Zakir, M.Si sebagai pembimbing yang senantiasa meluangkan waktunya dalam membimbing dan mengarahkan penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Ibu Prof. Dr. Paulina Taba, M.Phil., Ph.D, Bapak Dr. Fredryk Welliam Mandey, M.Sc, Bapak Dr. Syahrudin Kasim, S.Si., M.Si, dan Ibu Dr. Rugaiyah A. Arfah, M.Si selaku dosen penguji, terima kasih atas saran dan masukan yang diberikan kepada penulis dalam penyusunan skripsi ini. Penulis mengucapkan terima kasih banyak kepada seluruh Dosen Kimia yang telah memberikan ilmunya kepada penulis dan seluruh Staf Departemen yang telah banyak membantu penulis. Kepada seluruh analis Laboratorium Departemen Kimia, utamanya Analis Laboratorium Kimia Fisika, Pak Ikkal yang banyak memberikan saran, fasilitas dan kemudahan semasa penelitian.

Kepada kedua orang tua penulis yang telah banyak berkorban tenaga, waktu, dan biaya dalam mendukung keseharian penulis. Terima kasih telah menjadi tempat berkeluh kesah penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Tussa dan Fadhil selaku saudara penulis yang telah banyak membantu dalam menaikkan *mood* penulis selama pengerjaan skripsi.

Teman-teman HIMACI Ute, Yurni, Mude, Diaz, Yasmin, Tesya, Hikmah, Gio, Firman, Ahul, Awini, Iky, dan Iskar yang menjadi tempat berkeluh kesah dan selalu siap sedia hingga penulis menyelesaikan studi. Teman-teman BANGSAT Adist, Ghina, Morah, Niris, dan Salwa yang masih setia dalam menemani perjalanan penulis hingga saat ini. Penulis mengucapkan terima kasih kepada Aliah selaku teman penulis yang selalu *support* sehingga penulisan skripsi ini dapat diselesaikan. Teman-teman ISOMER 2020 yang masih selalu ada hingga akhir dalam menemani masa studi penulis. Akhirnya, kepada diri sendiri Hanifa Fuada yang sangat hebat ini, yang tetap bertahan meski selalu *overthinking* dan tetap meyakini diri sendiri untuk tetap kuat sampai di kemudian hari.

Penulis menyadari bahwa tulisan ini masih jauh dari kesempurnaan. Namun, diharapkan semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan para pembaca, Aamiin.

Makassar, 8 Agustus 2024

Penulis

ABSTRAK

HANIFA FUADA. **Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel MnO_2 melalui Bioreduksi KMnO_4 dengan Ekstrak Daun Ketapang (*Terimanica catappa*)** (dibimbing oleh Muhammad Zakir).

Latar Belakang. Indonesia merupakan Negara dengan sumber daya alam dan keanekaragaman hayati yang melimpah, salah satunya adalah tumbuhan ketapang. Daun ketapang banyak sekali mengandung senyawa metabolit sekunder utamanya tanin yang berfungsi sebagai bioreduktor pada sintesis nanopartikel. **Tujuan.** Untuk mengetahui potensi ekstrak daun ketapang sebagai bioreduktor dan membuktikan adanya pembentukan polimer selama proses reduksi KMnO_4 . **Metode.** Penelitian ini dilakukan dengan optimasi konsentrasi, komposisi, dan pH dari KMnO_4 menggunakan spektrofotometer UV-Vis, mengkarakterisasi hasil nanopartikel MnO_2 , dan mengidentifikasi polimer menggunakan spektrofotometer UV-Vis. **Hasil.** Nanopartikel MnO_2 berbentuk bulat tidak beraturan dengan ukuran lebih dari 100 nm. Selama proses reduksi KMnO_4 menjadi MnO_2 terjadi pembentukan polimer yang berada pada panjang gelombang 400 nm. **Kesimpulan.** Daun ketapang dapat digunakan sebagai bioreduktor untuk mensintesis nanopartikel MnO_2 .

Kata kunci: bioreduktor; daun ketapang; MnO_2 ; polimer; UV-Vis

ABSTRACT

HANIFA FUADA. **Synthesis and Characterization MnO₂ Nanoparticles through Bioreduction of KMnO₄ with Leaf Extract of Ketapang Leaves (*Terminalia catappa*)** (supervised Muhammad Zakir).

Background. Indonesia is a country with abundant natural resources and biodiversity, one of which is the Ketapang plant. Ketapang leaves contain many secondary metabolite compounds, especially tannins which function as bioreductors in nanoparticle synthesis. **Aims** To determine the potential of Ketapang leaf extract as a bioreductor and to prove the formation of polymers during the KMnO₄ reduction process. **Methods.** This research was conducted by optimizing the concentration, composition, and pH of KMnO₄ using a UV-Vis spectrophotometer, characterizing the results of MnO₂ nanoparticles, and identifying polymers using a UV-Vis spectrophotometer. **Results.** MnO₂ nanoparticles are irregularly spherical in shape with a size of more than 100 nm. During the reduction process of KMnO₄ to MnO₂, a polymer is formed at a wavelength of 400 nm. **Conclusion.** Ketapang leaves can be used as a bioreductor to synthesize MnO₂ nanoparticles.

Keywords: bioreductor; ketapang leaves; MnO₂; polymer; UV-Vis

DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
DAFTAR SIMBOL/SINGKATAN	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II METODE PERCOBAAN	5
2.1 Bahan Penelitian	5
2.2 Alat Penelitian	5
2.3 Waktu dan Tempat Penelitian	5
2.4 Prosedur Penelitian	5
2.4.1 Preparasi Sampel	5
2.4.2 Uji Fitokimia	5
2.4.3 Pembuatan Larutan NaOH 0,5 N	6
2.4.4 Pembuatan Larutan HCl 0,5 N	6
2.4.5 Pembuatan Larutan KMnO ₄	6
2.4.6 Optimasi Konsentrasi	6
2.4.7 Optimasi Komposisi	6
2.4.8 Optimasi pH	7
2.4.9 Sintesis Nanopartikel MnO ₂	7
BAB III HASIL DAN PEMBAHASAN	8
3.1 Preparasi Sampel Daun Ketapang	8
3.2 Uji Fitokimia	8
3.3 Sintesis nanopartikel MnO ₂	9
3.3.1 Pengaruh Konsentrasi Terhadap Pembentukan Nanopartikel MnO ₂ ...	11
3.3.2 Pengaruh Komposisi Terhadap Pembentukan Nanopartikel MnO ₂	12
3.3.3 Pengaruh pH Terhadap Pembentukan nanopartikel MnO ₂	14
3.4 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR	18
3.5 Karakterisasi dengan PSA	19
3.6 Karakterisasi dengan SEM-EDX	19
BAB IV KESIMPULAN	22
4.1 Kesimpulan	22
DAFTAR PUSTAKA	23
LAMPIRAN	27

DAFTAR TABEL

Nomor Urut	Halaman
1. Hasil uji fitokimia pada ekstrak daun ketapang	8
2. Data UV-Vis hasil reduksi larutan KMnO_4 oleh EADK pada variasi konsentrasi.....	12
3. Data UV-Vis hasil reduksi larutan KMnO_4 oleh EADK pada variasi komposisi	13
4. Data UV-Vis hasil reduksi larutan KMnO_4 oleh EADK pada variasi pH ..	15
5. Bilangan gelombang pita serapan daun ketapang dan nanopartikel MnO_2	18

DAFTAR GAMBAR

Nomor Urut	Halaman
1. 8Ekstrak air daun ketapang	8
2. Hasil uji fitokimia pada ekstrak air daun ketapang.....	9
3. Skema reduksi KMnO_4 menjadi MnO_2 oleh tanin	10
4. Spektrum UV-Vis dari larutan KMnO_4 dan nanopartikel MnO_2	10
5. Spektrum UV-Vis hasil reduksi KMnO_4 oleh EADK pada variasi konsentrasi.....	11
6. Spektrum UV-Vis hasil reduksi KMnO_4 oleh EADK pada variasi komposisi	13
7. Spektrum UV-Vis hasil reduksi KMnO_4 oleh EADK pada variasi pH	14
8. Spektrum UV-Vis hasil reduksi KMnO_4 oleh EADK pada pH 1,7.....	16
9. Stabilitas Mn sebagai fungsi potensial standar dan pH	16
10. Spektrum UV-Vis dari $\text{Mn}(\text{acac})_n$ pH 1,7	17
11. Spektrum UV-Vis dari $\text{Mn}(\text{acac})$ dan MnO_2 pH 2,5.....	17
12. Spektrum FTIR daun ketapang dan MnO_2	18
13. Grafik distribusi ukuran nanopartikel MnO_2	19
14. Morfologi nanopartikel MnO_2	20
15. Spektrum EDX nanopartikel MnO_2	20

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor Urut	Halaman
1. Diagram Alir Penelitian	27
2. Perhitungan Pembuatan Larutan.....	28
3. Hasil Karakterisasi FTIR Daun Ketapang dan MnO_2	30
4. Hasil Karakterisasi UV-Vis	32
5. Hasil Karakterisasi PSA	39
6. Hasil Karakterisasi SEM	42
7. Dokumentasi Penelitian.....	45

DAFTAR SIMBOL/SINGKATAN

Simbol/Singkatan	Arti
EADK	Ekstrak air daun ketapang
MnO ₂	Mangan dioksida
nm	nanometer
UV-Vis	Ultraviolet-visible
Hacac	asetilaseton
FTIR	Fourier transform infrared
SEM	Scanning electron microspcopy
PSA	Particle size analyzer

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi menjadi salah satu bidang ilmu Fisika, Kimia, Biologi dan Rekayasa yang penting serta menarik beberapa tahun terakhir ini. Nanoteknologi merupakan teknologi generasi baru dan mempengaruhi secara signifikan perkembangan berbagai bidang (Paramitha, 2018). Teknologi ini mengacu pada manipulasi atau perakitan diri dari atom, molekul atau kelompok molekul menjadi material atau alat dengan sifat-sifat baru. Nanoteknologi termasuk ilmu atau rekayasa dalam menciptakan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam ukuran nanometer sehingga memiliki sifat kimia dan sifat fisik yang lebih unggul dibandingkan dengan material yang berukuran besar. Material atau benda yang berukuran nanometer ini banyak digunakan pada berbagai aplikasi teknologi (Widjanarko, 2022). Jepang dan Amerika Serikat merupakan Negara terdepan dalam riset nanoteknologi. Nanoteknologi didefinisikan sebagai kemampuan untuk mengontrol dan merestrukturisasi suatu materi pada tingkat atom dan molekuler dalam kisaran 1-100 nm (Fahmi dan Wibrianto, 2021).

Aplikasi nanoteknologi sangat mudah dijumpai di berbagai bidang. Pada bidang kesehatan, medis, dan pengobatan molekul dalam skala nano bersifat multifungsi, yaitu dapat mendeteksi sel kanker serta membawa obat langsung ke sel target (*delivery drug*). Pada bidang industri tekstil, penggunaan nanopartikel perak pada pembuatan kaos kaki dapat mengurangi bau pada kaki. Nanoteknologi juga banyak digunakan dalam industri kosmetik. Nanopartikel TiO_2 dan ZnO digunakan pada *sunscreen* agar meningkatkan proteksi terhadap radiasi sinar UV (Widjanarko, 2022).

Nanopartikel mangan dioksida (MnO_2) merupakan salah satu nanopartikel yang telah menarik banyak minat peneliti dalam bidang nanoteknologi karena toksisitasnya yang rendah. Nanopartikel MnO_2 mudah untuk disintesis dan memiliki stabilitas yang baik sehingga telah diterapkan di berbagai bidang. $\alpha\text{-MnO}_2$ yang berbentuk *tunnel* telah digunakan sebagai elektrokatalis untuk reduksi oksigen. Lapisan $\delta\text{-MnO}_2$ dapat digunakan sebagai kapasitor, $\gamma\text{-MnO}_2$ digunakan untuk pengolahan air dan menunjukkan kualitas yang baik dalam menghilangkan polusi logam berat. Selain itu, bentuk lainnya telah digunakan sebagai katalis dan adsorben. Nanopartikel MnO_2 dan komposisinya telah digunakan di bidang kesehatan, yaitu sebagai antibakteri dan antijamur. Nanokomposisinya diketahui sangat efektif untuk melawan bakteri gram positif dan negatif (Widjanarko, 2022).

Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan dua metode, yaitu *top-down* dan *bottom-up*. Metode *bottom-up* memiliki kelebihan dibandingkan metode *top-down* karena pada metode *bottom-up* dapat dengan mudah untuk memanipulasi nanopartikel yang disintesis. Metode ini dapat dilakukan melalui reaksi reduksi, sehingga diperlukan agen pereduksi (Pulit et al., 2013). Berdasarkan komposisinya terdapat dua jenis reduktor, yaitu reduktor sintetik dan bioreduktor (reduktor yang berasal dari bahan alam). Kekurangan penggunaan reduktor sintetik pada proses

sintesis nanopartikel dapat menimbulkan limbah berbahaya yang bersifat racun dan tidak dapat diaplikasikan dalam bidang kesehatan. Penggunaan bioreduktor lebih ramah lingkungan, karena proses sintesis nanopartikel tidak menimbulkan limbah berbahaya. Bahan yang dapat digunakan sebagai bioreduktor, yaitu jamur, mikroorganisme, dan ekstrak tumbuhan karena kemudahannya dalam proses sintesis serta memiliki stabilitas nanopartikel lebih baik (Oktavia dan Sutoyo, 2021).

Teknik bioreduksi dalam preparasi nanopartikel yang menggunakan mikroorganisme memiliki kelemahan seperti pemeliharaan kultur yang sulit dan waktu sintesis yang lama sehingga tumbuhan menjadi alternatif sebagai bioreduktor dalam sintesis nanopartikel (Mohanpuria et al., 2008). Sintesis nanopartikel menggunakan ekstrak tanaman telah menarik minat yang cukup besar di bidang ilmu pengetahuan dan teknologi nano modern karena fleksibilitas, biokompatibilitas dan sifatnya yang ramah lingkungan. Ekstrak tumbuhan telah digunakan untuk sintesis berbagai jenis nanopartikel, seperti emas, perak, platinum, dan tembaga. Sebagian besar nanopartikel MnO_2 telah disintesis menggunakan metode fisika dan kimia, namun sintesis nanopartikel menggunakan ekstrak tumbuhan masih jarang diteliti (Moon et al., 2015).

Berbagai jenis tumbuhan mengandung senyawa kimia tertentu yang dapat berperan sebagai agen pereduksi. Manjula et al. (2020), telah mensintesis nanopartikel MnO_2 dari ekstrak air daun *Gardenia resinifera*. Lu et al. (2021), telah mensintesis nanopartikel MnO_2 dari ekstrak air daun *Viola betonicifolia*. Soury et al. (2019), telah mensintesis nanopartikel MnO_2 dari ekstrak daun *Yucca gloriosa*. Ekstrak yang digunakan mengandung senyawa antioksidan dan sejumlah metabolit sekunder sehingga ekstrak tersebut dapat berperan sebagai bioreduktor untuk menghasilkan nanopartikel MnO_2 .

Indonesia merupakan Negara dengan sumber daya alam dan keanekaragaman hayati yang melimpah dan memiliki potensi untuk penelitian yang terkait dengan eksplorasi pemanfaatan tumbuhan sebagai agen biosintesis nanopartikel. Pemanfaatan tumbuhan dalam biosintesis nanopartikel berkaitan dengan kandungan metabolit sekunder yang memiliki aktivitas antioksidan. Beberapa jenis tumbuhan mengandung senyawa kimia tertentu yang dapat berperan sebagai agen pereduksi. Antioksidan tersebut dapat menjadi alternatif produksi nanopartikel yang ramah lingkungan (*green synthesis*) karena mampu mengurangi penggunaan bahan-bahan kimia yang berbahaya (Handayani et al., 2010).

Salah satu tumbuhan tropis yang banyak dimanfaatkan adalah daun ketapang (*Terminalia catappa*). Jenis tanaman ini umumnya tumbuh di dataran rendah, dataran tinggi, hutan pantai, hutan rawa, dan sungai. Beberapa golongan senyawa kimia yang terkandung dalam daun ketapang adalah terpenoid, alkaloid, flavonoid, steroid, saponin, dan tanin (Mirsyah et al., 2022). Hasil penelitian yang dilakukan oleh Salimi et al. (2022) menyatakan bahwa golongan metabolit sekunder yang terdapat pada ekstrak air daun ketapang berupa flavonoid, saponin, tanin, dan steroid. Hal ini diperkuat dengan adanya penelitian yang dilakukan oleh Lembang et al. (2023) bahwa daun ketapang tua dan kering positif mengandung senyawa alkaloid, flavonoid, tanin, dan steroid). Payapo et al. (2023) dalam penelitiannya berhasil

mensintesis nanopartikel Ag dengan menggunakan ekstrak daun ketapang dengan ukuran partikel sebesar 96 nm.

Pada sintesis nanopartikel dapat terbentuk polimer yang berperan sebagai spesi antara. Penambahan ligan dalam sintesis dapat membentuk kompleks logam. Salah satu ligan yang dapat digunakan adalah asetilasetonat yang merupakan hasil deprotonasi dari asetilaseton. Kompleks paling sederhana memiliki formula $M(acac)_2$ dan $M(acac)_3$. Pada sintesis Mn(III) dari $KMnO_4$, penambahan asetilaseton diketahui berpotensi sebagai agen reduksi. Penambahan asetilaseton secara berlebih dapat membentuk kompleks logam. Pada saat transfer elektron antara ion logam dan asetilaseton ($Hacac$) telah berakhir, sejumlah asetilaseton yang masih ada akan berperan sebagai ligan membentuk kompleks Mangan-Asetilasetonat (Sodhi dan Paul, 2017). Penelitian yang dilakukan oleh Taniguchi (2004) menemukan koloid TcO_2 melalui reduksi TcO_4^- yang proses reduksinya terbentuk spesi antara. Penambahan asetilaseton untuk melihat pembentukan spesi antara sebelum pembentukan TcO_2 . Hasil yang ditemukan berupa kompleks Tc-acac yang berwarna merah.

Berdasarkan latar belakang ini, maka penelitian difokuskan untuk mensintesis nanopartikel MnO_2 dengan menggunakan ekstrak air daun ketapang. Beberapa hasil yang diharapkan yaitu, mengetahui potensi ekstrak sebagai bioreduktor dan mengidentifikasi pembentukan spesi antara pada sintesis nanopartikel MnO_2 . Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini menggunakan PSA, SEM, dan FTIR.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. bagaimana potensi ekstrak air daun ketapang (*Terminalia catappa*) sebagai bioreduktor dalam sintesis nanopartikel MnO_2 ?
2. bagaimana karakteristik nanopartikel MnO_2 hasil reduksi dari $KMnO_4$ dengan ekstrak daun ketapang (*Terminalia catappa*)?
3. apakah ada pembentukan spesi lain selama proses reduksi $KMnO_4$?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang akan dicapai pada penelitian ini sebagai berikut:

1. menentukan potensi ekstrak air daun ketapang (*Terminalia catappa*) sebagai bioreduktor dalam sintesis nanopartikel MnO_2 .
2. menghasilkan data karakterisasi nanopartikel MnO_2 hasil reduksi dari $KMnO_4$ dengan ekstrak air daun ketapang (*Terminalia catappa*).
3. membuktikan adanya pembentukan spesi lain selama proses reduksi $KMnO_4$.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai sintesis dan karakterisasi nanopartikel MnO_2 dan mengetahui potensi ekstrak air daun ketapang (*Terminalia catappa*) sebagai agen pereduksi dalam sintesis nanopartikel MnO_2 serta

diharapkan dapat menjadi alternatif produksi nanopartikel MnO_2 yang ramah lingkungan karena mampu meminimalisir bahan-bahan kimia yang berbahaya sekaligus limbahnya.

BAB II

METODE PENELITIAN

2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun ketapang, KMnO_4 (Merck), etanol teknis, NaOH (Merck), HCl (Merck), akuades, akuabides, FeCl_3 (Merck), reagen Dragendorff, reagen Lieberman-Burchard, asetilaseton (Merck), tissue, kertas label, dan kertas saring Whatman no. 42.

2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat gelas yang umum digunakan di laboratorium, blender, *hand* pH-meter, *magnetic bar*, *stirrer*, oven, tabung sentrifus, sentrifugasi, Spektrofotometer UV-Vis (T60), FTIR (*Fourier Transform Infrared*) (Shimadzu), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (Hitachi SU3500), dan *Particle Size Analyzer* (Horiba SZ-100).

2.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada Maret sampai Juli 2024. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin; Laboratorium Bioteknologi Terpadu, Fakultas Peternakan, Universitas Hasanuddin; dan Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi Institut Teknologi Bandung.

2.4 Prosedur Penelitian

2.4.1 Preparasi Sampel

Daun ketapang dicuci menggunakan akuades dan dikeringkan pada suhu ruang. Daun kering dipotong kecil-kecil dan dihaluskan menggunakan blender. Bubuk daun ketapang ditimbang sebanyak sebanyak 6 g ke dalam gelas kimia 250 mL, lalu dilarutkan dengan 200 mL akuabides dan distirer pada suhu 60 °C selama 1 jam. Setelah itu, ekstrak air daun ketapang yang diperoleh didinginkan pada suhu ruang dan disaring (Lu et al., 2021).

2.4.2 Uji Fitokimia

Tanin. Ekstrak air daun ketapang dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ekstrak tersebut ditambahkan beberapa tetes FeCl_3 10%. Uji positif tanin ditandai dengan terbentuknya warna hitam kehijauan atau biru kehitaman (Sulistyoningdyah dan Ramayani, 2017).

Flavonoid. Ekstrak air daun ketapang dipipet sebanyak 2 mL ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan beberapa tetes NaOH 10%. Uji positif ditandai dengan adanya perubahan warna menjadi kuning kecoklatan (Kurnianto et al., 2023).

Saponin. Ekstrak air daun ketapang dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ekstrak tersebut ditambahkan beberapa tetes akuades dan dikocok hingga terbentuk buih stabil (Sulistyoningdyah dan Ramayani, 2017).

Steroid. Ekstrak air daun letapang dipipet sebanyak 2 mL ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 0,1 mL reagen Lieberman-Burchard. Uji positif ditandai dengan perubahan warna menjadi hijau biru (Abriyani et al., 2021).

Terpenoid. Ekstrak air daun letapang dipipet sebanyak 2 mL ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 0,1 mL reagen Lieberman-Burchard. Uji positif ditandai dengan perubahan warna menjadi merah ungu (Abriyani et al., 2021).

Alkaloid. Ekstrak air daun ketapang dipipet sebanyak 2 mL ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 3 tetes reagen Dragendorff. Uji positif ditandai dengan pembentukan endapan merah kecoklatan (Erlidawati dan Zahrina, 2023).

2.4.3 Pembuatan Larutan NaOH 0,5 N

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 1 g ke dalam gelas kimia 50 mL, kemudian dilarutkan dengan sedikit akuades. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, lalu ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2.4.4 Pembuatan Larutan HCl 0,5 N

Larutan HCl 37% dipipet sebanyak 2,07 mL menggunakan mikropipet ke dalam labu ukur 50 mL yang telah diisi akuades. Larutan ditambahkan akaudes hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2.4.5 Pembuatan Larutan KMnO₄

Padatan KMnO₄ ditimbang sebanyak 0,0395 g ke dalam gelas kimia 50 mL, kemudian dilarutkan dengan sedikit akuabides. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL, lalu dihipitkan dan dihomogenkan untuk membuat larutan KMnO₄ 1 mM. Larutan dipipet sebanyak 12,5; 25; dan 37,5 mL dari larutan KMnO₄ 1 mM ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuabides hingga tanda batas untuk membuat larutan KMnO₄ dengan konsentrasi 0,25; 0,5; dan 0,75 mM.

2.4.6 Optimasi Konsentrasi

Larutan KMnO₄ 0,25; 0,5; 0,75 mM dan 1 mM masing-masing dipipet sebanyak 40 mL ke dalam empat Erlenmeyer, kemudian ditambahkan 1 mL ekstrak air daun ketapang. Campuran dihomogenkan lalu dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.4.7 Optimasi Komposisi

Larutan KMnO₄ (konsentrasi optimum) dimasukkan ke dalam empat Erlenmeyer yang berbeda sebanyak 10; 20; 30; dan 40 mL lalu ditambahkan dengan 1 mL ekstrak air daun ketapang. Campuran dihomogenkan lalu dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.4.8 Optimasi pH

Larutan KMnO_4 (konsentrasi dan komposisi optimum) dimasukkan ke dalam 4 Erlenmeyer yang berbeda dan diatur pada pH 8, 9, 10, dan 12 (dengan penambahan NaOH 0,5 N atau HCl 0,5 N) lalu ditambahkan dengan 1 mL ekstrak air daun ketapang. Campuran dihomogenkan lalu dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.4.9 Sintesis Nanopartikel MnO_2

Larutan KMnO_4 (konsentrasi, komposisi dan pH optimum) dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dan ditambahkan 1 mL ekstrak air daun ketapang. Campuran dihomogenkan lalu disentrifugasi pada kecepatan 10000 rpm selama 20 menit. Endapan yang dihasilkan dicuci menggunakan etanol dan akuabides Endapan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 90 °C selama 4 jam. Nanopartikel MnO_2 dikalsinasi selama 2 jam pada suhu 300 °C (Joshi et al., 2020). Endapan dikarakterisasi dengan FTIR, SEM, dan PSA.