

Analisis gugus fungsi nanopartikel magnetite Fe_3O_4 yang disintesis hijau menggunakan ekstrak *moringa oleifera*

Fazri Firdaus, Rizqi A'mal Hibatullah Tabrani, Asep Saefullah, Ganesha Antarnusa*

Departemen Pendidikan Fisika, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Jalan Raya Ciwaru No. 25 Serang Banten Indonesia

*email: ganesha.antarnusa@untirta.ac.id

Abstrak – Sintesis nanopartikel yang dimediasi oleh tanaman telah diakui sebagai metode yang efisien dan ramah lingkungan karena tidak beracun, berbiaya rendah dan prosesnya sederhana. Dalam penelitian, kami berhasil membuat nanopartikel Fe_3O_4 melalui sintesis hijau dengan menggunakan ekstrak *Moringa Oleifera* (MO). Analisis *Fourier Transforms Infra-Red* (FTIR) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) digunakan untuk menyelidiki karakteristik mikrostruktur dan ukuran butir dari Fe_3O_4 yang disintesis hijau. Spektra FTIR memverifikasi keberadaan mode vibrasi Fe-O dari Fe_3O_4 pada kisaran bilangan gelombang 447 – 686 cm^{-1} . dan keberadaan cincin aromatik C-C pada bilangan gelombang 1625 cm^{-1} yang mengindikasikan bahwa Fe_3O_4 yang disintesis hijau berhasil diperoleh. Setelah penambahan MO, citra TEM mengonfirmasi penurunan ukuran butir dan efek *capping* pada GS- Fe_3O_4 , ditandai dengan tidak adanya nanorods pada sampel. Selain itu, hasil ini membuktikan bahwa modifikasi metode konvensional pada Fe_3O_4 dapat mengontrol sifat mikrostruktur dan ukuran butir, yang mengindikasikan bahwa Fe_3O_4 yang disintesis secara hijau memiliki potensi untuk aplikasi di masa depan.

Kata kunci: Green synthesis, *Moringa Oleifera*, Fe_3O_4 .

Abstract – *Plant-mediated synthesis of nanoparticles has been recognized as an efficient and environmentally friendly method due to its non-toxicity, low cost and simple process. In the study, we successfully fabricated Fe_3O_4 nanoparticles via green synthesis using *Moringa Oleifera* (MO) extract. Fourier Transform Infra-Red (FTIR) analysis and Transmission Electron Microscopy (TEM) were used to investigate the microstructure and grain size characteristics of the green synthesized Fe_3O_4 . The FTIR spectra verified the presence of Fe-O vibrational mode of Fe_3O_4 in the wave number range of 447 - 686 cm^{-1} and the presence of C-C aromatic ring at wave number 1625 cm^{-1} indicating that green synthesized Fe_3O_4 was successfully obtained. After the addition of MO, the TEM image confirmed the decrease of grain size and capping effect in GS- Fe_3O_4 , characterized by the absence of nanorods in the sample. In addition, these results prove that the modification of conventional methods on Fe_3O_4 can control the microstructure and grain size properties, indicating that green-synthesized Fe_3O_4 has potential for future applications.*

Key words: Green synthesis, *Moringa Oleifera*, Fe_3O_4

PENDAHULUAN

Meningkatnya minat yang muncul untuk mensintesis nanopartikel magnetik Fe, Ni, Cu, Ti, dan Mg tidak lain karena sifat unggul yang dimilikinya dan aplikasinya di berbagai bidang seperti sensor, katalis, adsorpsi dan biomedis [1]. Akan tetapi terdapat kekurangan dalam proses sintesisnya karena memberikan efek toksisitas terhadap lingkungan dari produk samping yang dihasilkan.

Salah satu nanopartikel magnetik yang sering dipelajari yaitu besi oksida (Fe_3O_4 dan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), bahan yang paling banyak dipelajari untuk nanopartikel magnetik di bidang nanoteknologi karena ketergantungan ukuran, sifat magnetiknya [2] dan biokompatibilitasnya

yang tinggi. Keduanya bersifat ferrimagnetik dengan transisi magnetik di atas 800K. Magnetite Fe_3O_4 dan maghemite $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ memiliki magnetisasi saturasi (MS) tertinggi di antara oksida besi (masing-masing 92-100 dan 60-80 emu / g) [3].

Berbagai metode telah dilaporkan dalam literatur untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 superparamagnetik, seperti kopresipitasi ion besi (Fe^{2+}) dan besi (Fe^{3+}), dekomposisi termal larutan alkali khelat Fe^{3+} dengan adanya hidrazin, dekomposisi sonokimia garam Fe-(II) terhidrolisis, reduksi hematit oleh CO, dan dekomposisi fase larutan organik dari $\text{Fe}(\text{cup})_3$, $\text{Fe}(\text{acac})_3$, atau $\text{Fe}(\text{CO})_5$, dan lain-lain [4]. Mengembangkan metode yang mudah dan ramah lingkungan untuk mensintesis Fe_3O_4

superparamagnetik sangat penting dan masih menjadi tantangan bagi para ilmuwan material. Untuk mencapai tujuan ini, dari beberapa metode yang sudah disebutkan, tidak ada keraguan bahwa ko-presipitasi kimia adalah metode sintesis yang sangat menarik karena keserbagunaan dan kemudahan penggunaannya [5]. Metode ini memungkinkan untuk penyempurnaan struktur, morfologi partikel, dan sifat kimia dari nanopartikel yang akan diproduksi [6]. Dari metode ini banyak parameter reaksi yang dapat dikontrol, seperti seperti pH [7], temperatur [8], waktu reaksi [9], rasio molar reaktan [10], pemilihan *capping agent* [11] prekursor [12] dan sifat pelarut [13], keterlibatan agen pereduksi alami juga merupakan faktor terpenting dalam pengembangan metode yang ramah lingkungan.

Selama dua dekade terakhir, telah terjadi peningkatan penekanan pada topik kimia hijau dan proses kimia. Pemanfaatan bahan kimia tidak beracun, pelarut ramah lingkungan, dan bahan terbarukan adalah beberapa masalah utama yang patut dipertimbangkan dalam strategi sintesis hijau yang melibatkan agen pereduksi alami. Reduktor yang digunakan dalam literatur hingga saat ini adalah hidrazin, natrium borohidrida (NaBH_4), karbon monoksida (CO), dan dimetil formamida (DMF) [14]. Semua bahan kimia tersebut merupakan bahan kimia yang sangat reaktif dan berpotensi menimbulkan risiko lingkungan dan biologis.

Di sini, kami telah melaporkan, metode yang mudah dan ramah lingkungan atau *Green Synthesized* (GS) untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 superparamagnetik dengan melibatkan bahan alami yaitu ekstrak *Moringa Oleifera* (MO) sebagai reduktor, yang merupakan zat pereduksi yang ringan, dapat diperbaharui, murah, dan tidak beracun, serta tanpa penstabil dan dispersan tambahan. Sebagai perbandingan beberapa tanaman lain seperti *Garcinia mangostana* [15], *Aloe barbadensis* [16], *Myrtuscommunis L.* [17], dan *Salvia hispanica L.* [18], telah digunakan sebagai agen pereduksi untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 . kemudian, berdasarkan literatur, ekstrak daun MO mengandung hampir 20% fenolat dan flavonoid, yang berperan penting dalam mereduksi ion besi pada proses sintesisnya [19]. Selain itu, konstituen biokimiawi yang terkandung di dalam MO dapat berperan sebagai agen penstabil dan pengikat pada struktur nanopartikel Fe_3O_4 [20].

Penelitian ini melaporkan adanya ikatan atomik (gugus fungsi) pada nanopartikel Fe_3O_4 murni, nanopartikel Fe_3O_4 yang diberi penambahan ekstrak MO dengan rasio MO/ NH_4OH (1:7) dan pengaruhnya pada ukuran butir nanopartikel. Metode ini dapat memberikan konsep baru untuk sintesis nanomaterial lain karena kondisi reaksi yang mudah, kesederhanaan proses dan ramah lingkungan.

METODE PENELITIAN

Serbuk ekstrak daun kelor/MO sebanyak 5 g didispersikan dalam 60 ml air suling pada suhu 60°C dan diaduk selama 1 jam untuk mendapatkan larutan MO. Setelah didinginkan hingga suhu kamar, larutan disaring dan didinginkan.

Proses sintesis nanopartikel Fe_3O_4 yaitu mencampurkan reaksi $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan 2:1 kedalam 15 ml aquades. Selanjutnya larutan tersebut ditambahkan 5 ml larutan MO 8%, kemudian dititrasi dengan 35 ml larutan NH_4OH 10% dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* \pm 90 menit menggunakan suhu 60°C dengan kecepatan adukan 600 rpm.

Kemudian untuk menghilangkan aroma dari NH_4OH yaitu di cuci menggunakan aquades. Selanjutnya yaitu proses dekantansi (pengendapan) menggunakan medan magnet eksternal (magnet permanen), kemudian dicuci menggunakan aquades hingga beberapa kali agar memperoleh sampel Fe_3O_4 yang lebih murni. Kemudian keringkan sampel Fe_3O_4 yang telah dicuci menggunakan hot plate dengan mengatur suhu pengeringan 100 °C selama 120 menit. Endapan yang kering selanjutnya digerus dengan menggunakan alu dan mortar agar menghasilkan serbuk Fe_3O_4 .

Semua sampel dikarakterisasi menggunakan *Fourier transform Infrared Spectroscopy* (FTIR spectroscopy) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk menganalisis ikatan atomik atau gugus fungsi dan ukuran butir partikel. Alat-alat yang digunakan dalam sintesis nanopartikel Fe_3O_4 diantaranya yaitu gelas beker, gelas ukur, timbangan digital, spatula, labu ukur, *magnetic stirrer*, *furnace*, *hot plate*, magnet permanen, pipet, dan pinset.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bilangan gelombang tertentu, masing-masing gugus fungsional memiliki pita serapan inframerah yang identik jika dikenakan inframerah. Gelombang vibrasi setiap ikatan memberikan citra berupa puncak yang khas sehingga berguna untuk identifikasi gugus fungsi senyawa [21]. Untuk memastikan ada tidaknya perbedaan pada terbentuknya MNPs dari penggunaan MO, ikatan molekul diamati menggunakan spektra FTIR.

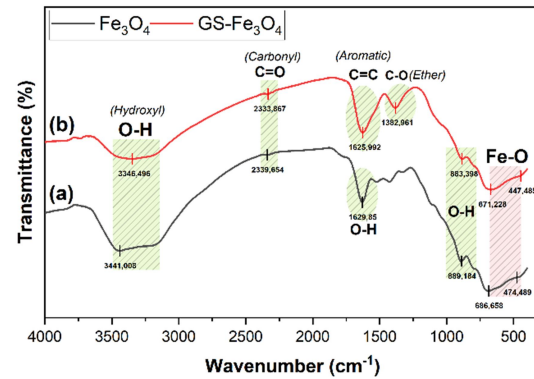
Melalui spektra inframerah, tabel 1 menunjukkan ikatan atomik (gugus fungsi) yang pada sampel nanopartikel Fe₃O₄ murni, nanopartikel Fe₃O₄ yang diberi penambahan ekstrak MO dengan rasio MO/NH₄OH 1:7.

Tabel 1. Ikatan atomik (gugus fungsi) nanopartikel Fe₃O₄ murni, nanopartikel GS-Fe₃O₄.

Ikatan atomik (gugus fungsi)	Fe ₃ O ₄ (/cm)	Fe ₃ O ₄ (GS) (/cm)
O-H	3441,01	3346,49
C=O	2339,65	2333,86
O-H	1629,85	-
C=C	-	1625,99
C-O	-	1382,96
O-H	889,18	883,39
Fe-O tetrahedral	686,65	671,23
Fe-O oktahedral	474,48	447,48

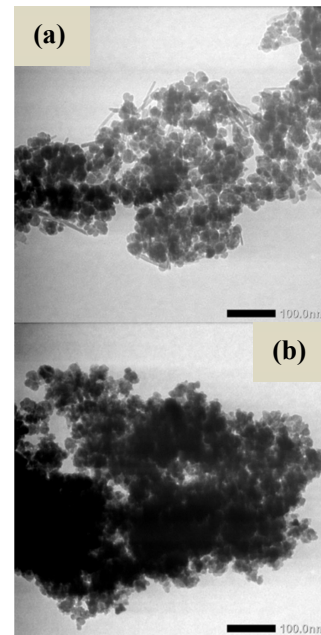
Analisis dilakukan dengan mengidentifikasi sampel Fe₃O₄ (Gambar 1 (a)) dengan basis data GS-Fe₃O₄ (Gambar 1 (b)). Pada gambar tersebut, puncak serapan nanopartikel magnetit menunjukkan dua pita vibrasi pada kisaran bilangan gelombang 447-686 cm⁻¹, yang sesuai dengan vibrasi peregangan ikatan M-O (logam-oksida), sesuai dengan laporan lain [22]. Secara khusus (Gambar 1 (b)), penambahan MO pada nanopartikel Fe₃O₄ tidak menghadirkan puncak serapan yang baru hanya saja terdapat sedikit pergeseran ke arah panjang gelombang. Hal ini menunjukkan nanopartikel Fe₃O₄ yang dihasilkan dari sintesis hijau menggunakan ekstrak daun MO tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan pada karakteristik gugus fungsi dibandingkan dengan karakteristik asli Fe₃O₄ [23]. Serapan di sekitar 447 – 686 cm⁻¹ berhubungan dengan vibrasi peregangan pada situs oktahedral logam (Fe_{octa}-O) dan tetrahedral

logam (Fe_{tetra}-O). Pembentukan GS-Fe₃O₄ sangat dikonfirmasi dengan adanya karakteristik yang serupa dengan Fe₃O₄ konvensional pada kisaran bilangan gelombang 1382, 1625 dan 2333 cm⁻¹, yang mewakili vibrasi peregangan ikatan kimia C-O, C=C, C=O, dan puncak serapan lain yaitu pada bilangan gelombang 3346 cm⁻¹ yang berkaitan dengan vibrasi gugus O-H (hidroksil). Munculnya puncak vibrasi ini menunjukkan adanya serapan molekul air pada permukaan nanopartikel Fe₃O₄ dan GS-Fe₃O₄ yang memungkinkan untuk dapat berikatan dengan unsur lain melalui ikatan kovalen.



Gambar 1. Spektrum FTIR (a) sampel nanopartikel Fe₃O₄ dan (b) sampel nanopartikel GS-Fe₃O₄

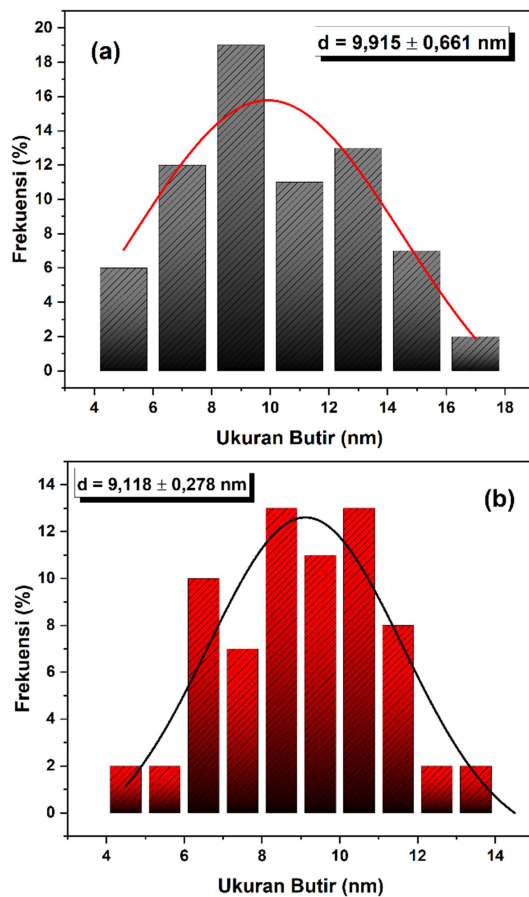
Struktur morfologi dan distribusi butir bahan nano dipelajari dengan analisis TEM. Citra morfologi dari Fe₃O₄ dan GS-Fe₃O₄ diberikan pada gambar 2.



Gambar 2. Citra morfologi nanopartikel (a) Fe₃O₄ (b) GS-Fe₃O₄

Tampilan citra TEM Fe_3O_4 menampilkan adanya nanopartikel dengan bentuk batas kristal (*nanorods*), terbentuknya *nanorods* terjadi karena interaksi dipol magnetik yang kuat antara nanopartikel yang teragregasi membentuk rantai nano [24]. Pada citra morfologi GS- Fe_3O_4 cenderung tidak banyak terbentuk *nanorods* dikarenakan efek *capping* dari molekul MO [25]. penambahan MO tidak mengubah bentuk partikel, tetapi membawa perubahan pada dispersibilitas yang meningkat dan lebih baik jika dibandingkan dengan laporan penelitian lain [26].

Hasil analisis pengukuran butir dari nanopartikel Fe_3O_4 dan GS- Fe_3O_4 diberikan pada gambar 3.



Gambar 3. Distribusi ukuran butir dari (a) Fe_3O_4 (b) GS- Fe_3O_4

Nilai rata-rata distribusi ukuran nanopartikel Fe_3O_4 ialah sebagai berikut:

Tabel 2. rata-rata distribusi ukuran butir.

Sampel	Ukuran butir (nm)
Fe_3O_4	9,915 ± 0,661
GS- Fe_3O_4	9,118 ± 0,278

KESIMPULAN

Secara ringkas, nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan dari sintesis hijau atau *Green Synthesis* menggunakan ekstrak daun MO tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan dalam karakteristik gugus fungsi dibandingkan dengan karakteristik asli Fe_3O_4 . Berdasarkan hasil ini, MNPs yang disintesis hijau dapat dianggap sebagai kandidat baru untuk berbagai aplikasi nanoteknologi yang ramah lingkungan. Selanjutnya, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang analisis struktur kristal, sifat optik dan sifat magnetik. Dengan demikian, Fe_3O_4 yang disintesis secara hijau dapat dikembangkan dan diaplikasikan untuk berbagai bidang, terutama bidang biomedis seperti sistem penghantaran obat dan aplikasi hipertermia magnetik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada seluruh dosen dan rekan-rekan laboratorium Fisika Universitas Sultan Ageng Tirtayasa yang telah membantu atau berkontribusi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Di, D. R., He, Z. Z., Sun, Z. Q., and Liu, J, A "new nano-cryosurgical modality for tumor treatment using biodegradable MgO nanoparticles," *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine*, vol. 8 no. 8, pp. 1233–1241, 2012.
- [2] Natarajan, S., Harini, K., Gajula, G. P., Sarmiento, B., Neves-Petersen, M. T., and Thiagarajan, V, "Multifunctional magnetic iron oxide nanoparticles: diverse synthetic approaches, surface modifications, cytotoxicity towards biomedical and industrial applications," *BMC Materials*, vol. 1, no.1, pp. 1–22, 2019.
- [3] Lu, J., Jiao, X., Chen, D., and Li, W "Solvothermal Synthesis and Characterization of Fe_3O_4 and gamma- Fe_2O_3 nanoplates". *Chinese Journal of Lasers*, vol. 113, no.1, pp. 4012–4017, 2019.
- [4] Lu, W., Shen, Y., Xie, A., and Zhang, W, "Green synthesis and characterization of superparamagnetic Fe_3O_4 nanoparticles," *Journal of Magnetism and Magnetic*

- Materials*, vol. 322, no. 13, pp. 1828–1833, 2010.
- [5] Antarnusa, G., Nene, A., Umam, R., and Swastika, P. E., "Controlling crystal habit and magnetik properties of Fe₃O₄ nanoparticles through the stirring velocity for bio-detection applications," *Nano-Structures and Nano-Objects*, vol. 38(March), no. 101123, 2024.
- [6] Ba-Abbad, M. M., Benamour, A., Ewis, D., Mohammad, A. W., and Mahmoudi, E., "Synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles with Different Shapes Through a Co-Precipitation Method and Their Application," *Jom*, vol. 74 no. 9, pp. 3531–3539, 2022.
- [7] Rani, S., and Varma, G. D., "Superparamagnetism and metamagnetic transition in Fe₃O₄ nanoparticles synthesized via co-precipitation method at different pH," *Physica B: Condensed Matter*, vol. 472, pp. 66–77, 2015.
- [8] Hu, P., Chang, T., Chen, W. J., Deng, J., Li, S. L., Zuo, Y. G., Kang, L., Yang, F., Hostetter, M., and Volinsky, A. A., "Temperature effects on magnetic properties of Fe₃O₄ nanoparticles synthesized by the sol-gel explosion-assisted method," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 773, pp. 605–611, 2019.
- [9] Yan, H., Zhang, J., You, C., Song, Z., Yu, B., and Shen, Y., "Influences of different synthesis conditions on properties of Fe₃O₄ nanoparticles," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 113, no. 1, pp. 46–52, 2009.
- [10] Zhang, Y., Chai, C. P., Luo, Y. J., Wang, L., and Li, G. P., "Synthesis, structure and elektromagnetik properties of mesoporous Fe₃O₄ aerogels by sol-gel method," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 188, pp. 13–19, 2014.
- [11] Rezanezhad, A., Hajalilou, A., Eslami, F., Parvini, E., Abouzari-Lotf, E., and Aslibeiki, B., "Superparamagnetic magnetite nanoparticles for cancer cells treatment via magnetik hyperthermia: effect of natural capping agent, particle size and concentratio," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 32, no.19, pp. 24026–24040, 2021
- [12] Hong, R. Y., Pan, T. T., Han, Y. P., Li, H. Z., Ding, J., and Han, S., "Magnetic field synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles used as a precursor of ferrofluids," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 310, no. 1, pp. 37–47, 2007.
- [13] Nabiyouni, G., Julaei, M., Ghanbari, D., Aliabadi, P. C., and Safaie, N., "Room temperature synthesis and magnetik property studies of Fe₃O₄ nanoparticles prepared by a simple precipitation method," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol 21, pp. 599–603, 2015.
- [14] Lu, W., Shen, Y., Xie, A., and Zhang, W "Green synthesis and characterization of superparamagnetic Fe₃O₄ nanoparticles," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 322, no. 13, pp. 1828–1833, 2010.
- [15] Yusefi, M., Shamel, K., Yee, O. S., Teow, S. Y., Hedayatnasab, Z., Jahangirian, H., Webster, T. J., and Kuča, K., "Green synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles stabilized by a garcinia mangostana fruit peel extract for hyperthermia and anticancer activities," *International Journal of Nanomedicine*, vol. 16, pp. 2515–2532, 2021.
- [16] Hermosa, G. C., Liao, C. S., Wu, H. S., Wang, S. F., Liu, T. Y., Jeng, K. S., Lin, S. S., Chang, C. F., and Sun, A. C. A., "Green Synthesis of Magnetic Ferrites (Fe₃O₄, CoFe₂O₄, and NiFe₂O₄) Stabilized by Aloe Vera Extract for Cancer Hyperthermia Activities," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 58 no. 8, pp. 1–7, 2022.
- [17] I. Saleh, H., "Green Synthesis of Magnetite Nanoparticles using MyrtuscommunisL. Grown in Egypt," *International Research Journal of Innovations in Engineering and Technology*, vol. 4 no. 9, pp. 06–13, 2020.
- [18] Farmanbar, N., Mohseni, S., and Darroudi, M., "Green synthesis of chitosan-coated magnetic nanoparticles for drug delivery of oxaliplatin and irinotecan against colorectal cancer cells," *Polymer Bulletin*, vol. 79, no.12, pp. 10595–10613, 2022.
- [19] Vongsak, B., Sithisarn, P., Mangmool, S., Thongpraditchote, S., Wongkrajang, Y., and Gritsanapan, W "Maximizing total phenolics, total flavonoids contents and antioxidant activity of Moringa oleifera leaf extract by the appropriate extraction

- method," *Industrial Crops and Products*, vol. 44, pp. 566–571, 2013.
- [20] Archana, V., Joseph Prince, J., and Kalainathan, S., "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*, vol. 2021, 2021.
- [21] Rampengan, A. M., "Analisis gugus fungsi pada polimer polyethylene glycol (PEG) coated-nanopartikel oksida besi hitam (Fe₃O₄) dan biomolekul," *Fullerene Journal of Chemistry*, vol. 2 no. 2, pp. 96, 2017.
- [22] Asri, N. S., Tetuko, A. P., Esmawan, A., Addin, M., Setiadi, E. A., Putri, W. B. K., Ginting, M., and Sebayang, P., "Syntheses of ferrofluids using polyethylene glycol (PEG) coated magnetite (Fe₃O₄), citric acid, and water as the working liquid in a cylindrical heat pipe," *Nano-Structures and Nano-Objects*, 25, 100654, 2021.
- [23] Mabarroh, N., Alfansuri, T., Aji Wibowo, N., Imani Istiqomah, N., Marsel Tumbelaka, R., and Suharyadi, E., Detection of green-synthesized magnetite nanoparticles using spin-valve GMR-based sensor and their potential as magnetik labels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 560(June), no. 169645, 2022.
- [24] Antarnusa, G., Nene, A., Umam, R., & Swastika, P. E., "Controlling crystal habit and magnetic properties of Fe₃O₄ nanoparticles through the stirring velocity for bio-detection applications," *Nano-Structures and Nano-Objects*, vol. 38(March), no. 101123, 2024.
- [25] Shafey, A. M. El, "Green synthesis of metal and metal oxide nanoparticles from plant leaf extracts and their applications: A review," pp. 304–339, 2020.
- [26] Abedini, A., Daud, A. R., Hamid, M. A. A., & Othman, N. K., "Radiolytic formation of Fe₃O₄ nanoparticles: Influence of radiation dose on structure and magnetic properties," *PLoS ONE*, vol. 9, no. 3, 2014.