

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL TITANIUM DIOKSIDA DENGAN BIOREDUKTOR EKSTRAK KAYU MANIS (*Cinnamomum sp.*)

Ridhawati¹, HR. Fajar²⁾

^{1,2)}Dosen Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

³⁾Mahasiswa Program Pascasarjana Universitas Hasanuddin

ABSTRACT

Biological synthesis of nanoparticles by plant extract is at present under exploitation for the reason that to develop environmentally benign nanoparticles synthesis to avoid adverse effects in removal pollutant applications. Many plant extracts employed are neem, lemon grass, aloe vera, Indian gooseberry and *Cinnamomum sp.* which focuses on the green chemistry principles. In this report we have developed a facile and eco-friendly method for the synthesis of titanium dioxide nanoparticles from titanium isopropoxide solution using *Cinnamomum sp.* extract. The synthesized nanoparticles were characterized using x-ray diffraction (XRD), spectrofotometer UV-vis and XRF. The sharp peaks by XRD pattern show the crystallinity and purity of titanium dioxide nanoparticles anatase and particle size are 12,08 nm

Keywords: *biosynthesis, nanoparticle TiO₂, plant extracts Cinnomomum sp.*

1. PENDAHULUAN

Perkembangan nanoteknologi hijau (*green nanotechnologies*) untuk meningkatkan kepekaan terhadap *green chemistry* dan proses biologi yang ramah lingkungan dan tidak beracun dengan menerapkan prinsip biosintesis. Proses biosintesis memanfaatkan senyawa tertentu dari tumbuhan dan mikroorganisme sebagai agen pereduksi (bioreduktor) yang memiliki beberapa keuntungan diantaranya adalah ramah lingkungan, hemat biaya, biokompatibel, bersifat berkelanjutan (*sustainable*) dan tidak beracun (Jalill et al., 2016). Senyawa yang dapat berperan dalam biosintesis nanopartikel adalah eugenol, terpenoid, polifenol, gula, alkaloid, asam phenolik dan protein (Makarov et al., 2014). Salah satu tanaman yang dapat dimanfaatkan sebagai bioreduktor adalah tanaman kayu manis (*Cinnamomum sp.*). Kandungan kimia kayu manis antara lain minyak atsiri, safrole, sinamaldehida, tannin, dammar, kalsium oksalat, flavonoid, triterpenoid, dan saponin (Utama and Puspaningtyas, 2013). Minyak atsiri banyak terdapat di bagian kulit kayu manis. Kandungan terbanyak dalam minyak atsiri kulit kayu manis adalah sinamaldehyd 60-70%, p-cimene 0,6-1,2 %, a-pinene 0,2-0,6%, eugenol 0,8%, sinamil asetat 5%, kariofilen 1,4-3,3%, benzil benzoate 0,7-1,0% (Balchin, 2006)

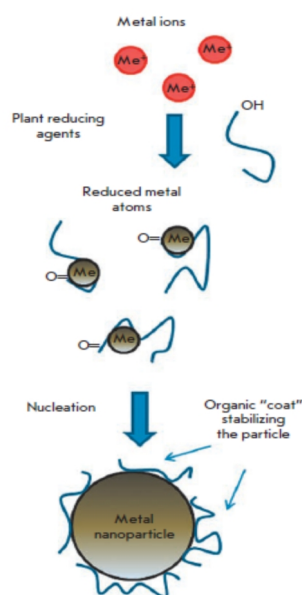
Kandungan flavanoid dan eugenol dari ekstrak kayu manis merupakan molekul aktif permukaan yang berperan dalam mereduksi pembentukan nanopartikel TiO₂ (Jalill et al., 2016). Nithya dkk, 2013 telah berhasil melakukan sintesis nanopartikel TiO₂ dengan menggunakan ekstrak lidah buaya (*Aloe vera*) dengan hasil karakterisasi UV-Vis Spektroskopi berada pada fase anatase dengan band gap 3,1 eV; analisis FTIR menunjukkan spektrum peak 3396 cm⁻¹ merupakan hasil vibrasi gugus hidroksil dan 1608 cm⁻¹ merupakan hasil vibrasi gugus amino, sedangkan vibrasi 1000 cm⁻¹ merupakan kehadiran metal oksida. Uji PSA menunjukkan ukuran partikel TiO₂ berada pada kisaran 80-90 nm (Nithya et al., 2013).

Penelitian yang telah dilakukan adalah sintesis nanopartikel TiO₂ dengan menggunakan ekstrak kayu manis sebagai agen pereduksi dan melakukan karakterisasi yang meliputi spektrum UV-Vis untuk menganalisis pembentukan nanopartikel TiO₂ berdasarkan absorbansi dan panjang gelombang maksimum, dan karakterisasi *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui pengaruh jumlah ekstrak kayu manis yang digunakan dalam sintesis nanopartikel TiO₂.

Aplikasi *green nanotechnologies* merupakan revolusi baru dalam dunia industri, dengan merekayasa material atau bahan berskala nanometer dan mengeksplorasi karakteristik nanopartikel TiO₂ menggunakan bioreduktor ekstrak kayu manis (*Cinnamomum sp.*) yang bersifat *green chemistry* dan *sustainable*. Titanium dioksida (TiO₂) merupakan suatu material yang memiliki berbagai keunggulan baik dari segi sifat fisika maupun sifat kimia. Keunggulan sifat yang dimiliki TiO₂ ini menjadikannya memiliki aplikasi yang sangat luas dalam berbagai bidang. Performa TiO₂ tergantung pada metode sintesis yang berpengaruh terhadap ukuran partikel, kristalinitas, dan komposisi fasa (anatase, brookite, dan rutile), sehingga perlu pendekatan lebih lanjut untuk mengetahui efektifitas berbagai metode yang digunakan para peneliti dalam melakukan sintesis nanopartikel TiO₂

¹ Koresponding : Ridhawati, Telp 081342708424, ridha331@poliupg.ac.id

Sintesis biologis memberikan kemajuan atas metode kimia dan fisika karena biaya yang murah, ramah lingkungan, dapat digunakan dalam sintesis skala besar dan dalam metode ini tidak perlu menggunakan tekanan tinggi, energi, suhu dan bahan kimia beracun (Elumalai *et al.*, 2011). Sintesis nanopartikel TiO₂ dilakukan dengan mereaksikan larutan TiCl₄ atau prekursor lain, misal titanium isopropoksida dengan zat pereduksi. Ketika berada dalam bentuk ionnya, Ti⁴⁺ akan saling tolak-menolak karena pengaruh muatan sejenis, namun setelah direduksi menjadi Ti⁰ maka muatan atom Ti menjadi netral sehingga memungkinkan antar atom Ti akan saling mendekat dan berinteraksi satu sama lain melalui ikatan antar logam membentuk suatu *cluster* yang berukuran nano. Pembentukan nanopartikel TiO₂ dapat dilihat dari perubahan warna endapan menjadi hijau muda. Endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 120°C selama 1 jam dan kalsinasi pada suhu 250°C selama 4 jam (Nithya *et al.*, 2013)



Gambar 1. Mekanisme pembentukan nanopartikel logam menggunakan ekstrak tanaman
Sumber: (Makarov *et al.*, 2014)

Nanopartikel yang disintesis menggunakan ekstrak tanaman mengandung ligan organik, protein, polisakarida dan alkohol poliatomik yang tidak terdapat dalam sintesis nanopartikel menggunakan metode fisika dan kimia. Adanya komponen biologi meningkatkan stabilitas partikel (Makarov *et al.*, 2014). Menurut (Kamyar Shameli *et al.*, 2012) ekstrak kayu manis mengandung senyawa flavonoid dan eugenol yang dapat berfungsi sebagai bioreduktor sintesis senyawa nanopartikel titanium dioksida.

Karakterisasi nanopartikel dilakukan untuk mengetahui sifat-sifat dan struktur dari materi yang terbentuk. Nanopartikel logam umumnya memiliki karakteristik unik, seperti spektrum absorpsi spesifik untuk jenis logam tertentu. Reaksi yang terjadi pada pembentukan nanopartikel TiO₂ secara biosintesis dianalisis berdasarkan hasil karakterisasi yang meliputi: spektroskopi UV-vis dan XRD. Spektroskopi adalah studi mengenai interaksi cahaya dengan atom dan molekul. Dasar Spektroskopi UV-Vis adalah serapan cahaya, radiasi cahaya atau elektromagnet dapat dianggap menyerupai gelombang. Bila cahaya jatuh pada senyawa, maka sebagian dari cahaya diserap oleh molekul-molekul sesuai dengan struktur dari molekul senyawa tersebut. Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum UV-Vis tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Spektroskopi UV-Vis merupakan teknik yang digunakan untuk menentukan cahaya yang terserap dan tersebar oleh sampel

2. METODE PENELITIAN

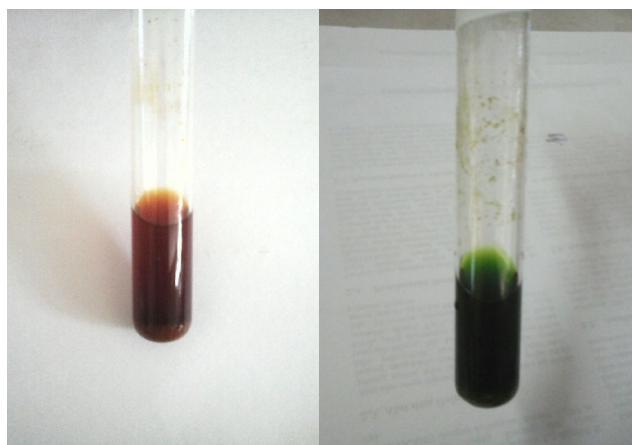
Bahan yang digunakan untuk mensintesis nanopartikel TiO₂ adalah Titanium isopropoxide (Ti-iP) (sigma aldrich), kayu manis, etanol, aquades, polivinil alkohol (PVA), pH indikator, dan kertas Whatman Nomor 4. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah timbangan analitik, peralatan gelas kimia, Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV-2600, *magnetic stirrer*, pipet tetes, pipet volum, erlenmeyer, gelas kimia, labu ukur, batang pengaduk, botol semprot, XRD, dan oven. Penelitian dilakukan selama kurang lebih 8 bulan (Maret-Oktober) di Laboratorium Teknologi Proses dan di Laboratorium Kimia Analitik/Instrument pada Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang.

Penelitian ini terbagi atas beberapa tahap, yaitu preparasi kayu manis, ekstraksi kayu manis, sintesis nanopartikel TiO₂ dan karakterisasi nanopartikel TiO₂. Proses sintesis nanopartikel TiO₂ merujuk pada modifikasi penelitian Nithya *et al.* (2013) dan Khadar, Abdul *et al.* (2015). Sebanyak 10 mL ekstrak kayu manis (variasi jumlah ekstrak kayu manis 10, 15, 20, 25 dan 30 mL) dimasukkan ke dalam botol kimia 100 mL dan ditambahkan 50 mL larutan Titanium isopropoxide (C₁₂H₂₈O₄Ti) 0,1 M. Kemudian diaduk selama 5 jam menggunakan *magnetic stirrer* (variasi sintesis nanopartikel pengadukan 5 jam dan sonikasi). Larutan dikarakterisasi dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Kemudian larutan disentrifuge dengan kecepatan 4000 rpm selama 30 menit dan dilakukan 3 kali pengulangan dengan pengulangan II selama 25 menit dan pengulangan III 15 menit dengan kecepatan yang sama. Endapan dikeringkan pada suhu 120 °C selama 1 jam dalam oven, kemudian dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam dalam tanur. Produk kalsinasi selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan spektrofotometer UV-vis

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan kandungan kimia pada ekstrak kayu manis dilakukan melalui analisis fitokimia secara kualitatif. Analisis fitokimia secara kualitatif ini merupakan suatu metode analisis awal untuk meneliti kandungan senyawa-senyawa kimia yang terdapat pada ekstrak kayu manis supaya hasilnya diharapkan dapat memberikan informasi dalam mencari senyawa dengan efek bioreduktor.

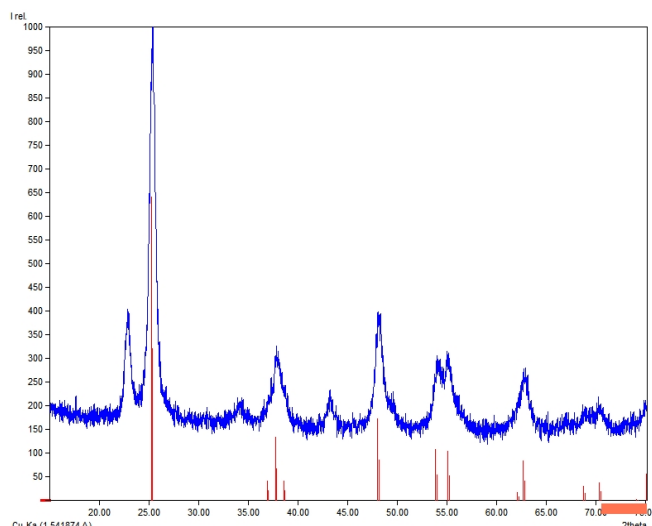
Uji fitokimia yang dilakukan meliputi analisis flavonoid dan analisis tanin. Dari hasil analisis kualitatif, ekstrak kayu manis positif mengandung senyawa flavonoid. Kayu manis yang digunakan dilarutkan dengan pelarut etanol, di mana 5 gram kayu manis hasil sokletasi dilarutkan ke dalam 150 ml etanol. Hasil yang diperoleh terbentuk warna merah tua setelah ditetesi HCl dan bubuk Mg. Menurut Robinson (1995), warna merah yang dihasilkan menandakan adanya flavonoid akibat dari reduksi oleh asam klorida pekat dan magnesium. Uji senyawa flavanoid terhadap ekstrak kayu manis ditunjukkan pada gambar 2



Gambar 2. Uji fitokimia

Untuk karakteristik nanopartikel TiO₂ dilakukan dengan 3 parameter, yaitu absorbansi dan panjang gelombang maksimum, band gap, struktur dan fasa partikel, serta ukuran partikel nanopartikel TiO₂. Produk nanopartikel TiO₂ dikarakterisasi menggunakan UV-vis, XRF dan XRD. Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui jenis fase TiO₂ dan mengetahui ukuran rata-rata kristalit yang dihasilkan. Analisis XRF menunjukkan komposisi TiO₂ sebesar 94,69%. Absorbansi dan panjang gelombang maksimum diukur menggunakan *Shimadzu UV-Vis Spectrophotometer UV-2600* dengan rentang 200-700 nm diukur setiap 0,5 nm. Panjang gelombang maksimum ditentukan dari nilai absorbansi yang tertinggi. Pengukuran panjang gelombang maksimum bertujuan untuk mendapatkan nilai band gap nanopartikel TiO₂

Struktur dan fasa nanopartikel TiO₂ dapat diidentifikasi dari pola difraksi X-ray (XRD) hasil pengujian dengan menggunakan pembanding 96-900-8215 (Horn M. *et al.*, 1972). Pola difraksi didapatkan dari pengukuran sampel menggunakan *Shimadzu XRD-7000 X-Ray Diffractometer* dengan Cu-K α crystal sebagai sumber radiasi ($\lambda=1,54 \text{ \AA}$), rentang sudut putar (2θ) 15-75° dan kecepatan *scanning* 2° per menit.



Gambar 3. Pola difraksi nanopartikel TiO₂

Pola difraksi dari hasil karakterisasi XRD pada gambar 3 di atas menunjukkan fasa anatase dengan struktur tetragonal. Ukuran partikel dapat dihitung dengan persamaan Scherrer. Data yang dibutuhkan untuk menghitung ukuran partikel diperoleh dari pengukuran sampel dengan XRD. Pola difraksi yang telah dibandingkan dengan pembanding dari database (Horn M. *et al.*, 1972) digunakan sebagai dasar untuk menentukan FWHM. Nanopartikel TiO₂ memiliki ukuran partikel dalam nm, dengan median ukuran partikel 12,08 nm

4. KESIMPULAN

1. Ekstrak kayu manis dapat digunakan sebagai bioreduktor nanopartikel TiO₂ karena terbukti mengandung senyawa flavonoid dan senyawa tannin.
2. Analisis XRF nanopartikel memiliki kandungan TiO₂ adalah 94,69%;
3. Analisis spektrofotometer UV-vis menunjukkan panjang gelombang optimum 272 nm dan band gap 4,25 eV
4. Analisis XRD menunjukkan fasa anatase dengan struktur tetragonal dengan ukuran partikel 12,08 nm

5. DAFTAR PUSTAKA

- Balchin, M.L., 2006. Aromatherapy Science: A Guide for Healthcare Professionals, 1st ed. Parmaceutical Press.
- Jalill, R.D.A., Nuaman, R.S., Abd, A.N., 2016. Biological synthesis of Titanium Dioxide nanoparticles by *Curcuma longa* plant extract and study its biological properties. *World Sci. News* 49, 204–222.
- Kamryar Shameli, Mansor Bin Ahmad, Ali Zamanian, Parvanh Sangpour, Parvaneh Shabanzadeh, Yadollah Abdollahi, Mohsen Zargar, 2012. Green biosynthesis of silver nanoparticles using *Curcuma longa* tuber powder. *Int. J. Nanomedicine* 7, 5603–5610.
- Landmann, M., Rauls, E., Schmidt, W.G., 2012. The electronic structure and optical response of rutile, anatase and brookite TiO₂. *J. Phys. Condens. Matter* 24, 195503. doi:10.1088/0953-8984/24/19/195503
- Makarov, V.V., Love, A.J., Sinitsyna, O.V., Makarova, S.S., Yaminsky, I.V., Taliansky, M.E., Kalina, N.O., 2014. “Green” Nanotechnologies: Synthesis of Metal Nanoparticles Using Plants. *Acta Naturae* 6 No. 1, 35–44.
- Naratip VITAYAKORN, Anucha RUANGPHANIT, Wisanu PECHARAPA, 2013. Titanium Dioxide Nanostructures Synthesized by Sonochemical – hydrothermal Process. *J. Met. Mater. Miner.* 23, 19–24.
- Nič, M., Jirát, J., Košata, B., Jenkins, A., McNaught, A. (Eds.), 2009. IUPAC Compendium of Chemical Terminology: Gold Book, 2.1.0. ed. IUPAC, Research Triangle Park, NC.
- Nithya, A., Rokesh, K., Jothivenkatachalam, K., 2013. Biosynthesis, Characterization and Application of Titanium Dioxide Nanoparticles. *NANO Vis.* 3, 169–174.
- Utama, P., Puspaningtyas, D.E., 2013. *The Miracle Of Herbs*. Agromedia Pustaka, Jakarta.

6. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada Politeknik Negeri Ujung Pandang atas biaya penelitian yang bersumber dari DIPA Politeknik Negeri Ujung Pandang sesuai dengan Surat Perjanjian Pelaksana Penelitian Nomor 021/PL.10.13/PL/2017 tanggal 12 April 2017.