

DESAIN REAKTOR *LIQUID-PHASE* UNTUK PRODUKSI SINTESIS NANOPARTIKEL Fe_3O_4 MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN SIRIH MERAH (*piper crocatum*) SEBAGAI CAPPING AGENT

Nyoman Ayu Kristinawati¹, Asep Bayu Dani Nandiyanto^{2*}, Risti Ragadhita³
^{1,2,3} Departemen Pendidikan Kimia, Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung, Indonesia

*Corresponding Author : nandiyanto@upi.edu

Abstract

*The aim of this study was to design a liquid-phase reactor for the production of synthesized Fe_3O_4 nanoparticles using red betel leaf extract (*Piper Crocatum*) as a capping agent. The reactor model is assumed to have a production capacity of 60,000 tonnes per year, 220 tonnes per day at 2.680 kg/hour. The ratio of the amount of red betel leaf extract, $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, and NaOH catalyst respectively is 20:8:4:1. Data analysis was obtained through manual calculations using the basic Microsoft Excel application. The selected reactor is a Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR). Reactor volume (80%) is 325 ft³ with a height of 38.6 in. The dimensions of the stirrer (stirrer) are also calculated, the results of several parameters are the impeller diameter (Da) of 19.76 in, impeller height from tank bottom (c) of 13.5 in, impeller length (l) of 4.45 in and stirring power (p) of 4.33 hp. These results have not been analyzed in terms of thermodynamics such as ΔH_f and ΔG_f calculations to see whether the reaction is exothermic or endothermic, so it needs further study. However, the results of this analysis can be used as learning media in the process of designing, operating mechanisms and analyzing the performance of CSTR reactors.*

Keywords : CSTR, Fe_3O_4 nanoparticles, Green synthesis, Liquid phase reactor, Synthesis.

1. PENDAHULUAN

Semakin maju ilmu perkembangan dan teknologi, nanopartikel menjadi salah satu nanoteknologi yang banyak dikembangkan, seperti dalam bidang medis, elektronik, lingkungan. Akhir-akhir ini nanopartikel yang sering digunakan dalam ilmu pengetahuan modern adalah nanopartikel magnetik, karena nanopartikel magnetik memiliki tingkat kemagnetan yang lebih besar, magnetisasi saturasi yang tinggi, kemudahan memodifikasi dan memanipulasi, dan perilaku magnetik yang kuat (Fatimah, 2017). Salah satu nanopartikel magnetit adalah Fe_3O_4 , merupakan mineral ferrimagnetik yang mengandung Fe(II) dan Fe (III).

Dalam bidang biomedis, nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) berperan sebagai antibakteri, antijamur, hipertermik, antikanker, dll. Salah satu aplikasi nanopartikel magnetit (Fe_3O_4)

yang saat ini sedang dikembangkan adalah sistem penghantaran obat untuk membunuh sel. Untuk aplikasi biomedis in vivo, nanopartikel bermagnet harus tidak beracun dan non-imunogenik, dengan ukuran partikel yang cukup kecil untuk bertahan di aliran darah setelah injeksi. Agar nanopartikel dapat digunakan dalam biomedis secara in vivo, baik selama atau setelah proses sintesis, pertama-tama harus dilapisi dengan polimer biokompatibel untuk mencegah pembentukan agregat besar dan perubahan struktur aslinya, dan dapat terurai secara hayati saat terpapar agen biologis. menjadi agen. sistem Polimer juga dapat terikat secara kovalen dengan obat, diserap atau melekat pada partikel (Ebrahiminezhad *et al.*, 2018).

Nanopartikel Fe_3O_4 dapat dilapisi dengan senyawa C=O seperti asam galat, senyawa ini dapat ditemukan pada ekstrak daun sirih merah. Metode ini lebih dikenal sebagai green

synthesis, yakni mesintesis nanopartikel dengan memanfaatkan tumbuhan. *Green synthesis* nanopartikel menjadi krusial dalam beberapa tahun terakhir karena memiliki beberapa kelebihan seperti sederhana, hemat biaya, nanopartikel yang terbentuk memiliki stabilitas yang baik, waktu yang sebentar, dan produk samping yang tidak beracun, ramah lingkungan dan dapat dengan mudah ditingkatkan untuk sintesis skala besar. Sementara apabila kita membandingkan dengan metode sintesis kimia ini menyebabkan adanya spesies kimia beracun yang teradsorpsi pada permukaan nanopartikel sehingga inilah yang membuat *green synthesis* lebih baik digunakan pada berbagai sintesis nanopartikel logam dan logam oksida (Malthora *et al.*, (2022).

Beberapa studi tentang perancangan reaktor liquid phase untuk sintesis nanopartikel telah dilakukan (Park *et al.*, 2009; Steitz *et al.*, 2007; Demirel *et al.*, 2005), maka tujuan dari studi ini adalah untuk mendesain reaktor liquid-phase untuk produksi sintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan ekstrak daun sirih merah (*Piper Crocatum*) sebagai agen pelindung. Kajian ini diharapkan dapat bermanfaat sebagai acuan dalam merancang PT dan sebagai metode belajar mengajar untuk proses perancangan, mekanisme kerja hingga kinerja.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Cara produksi

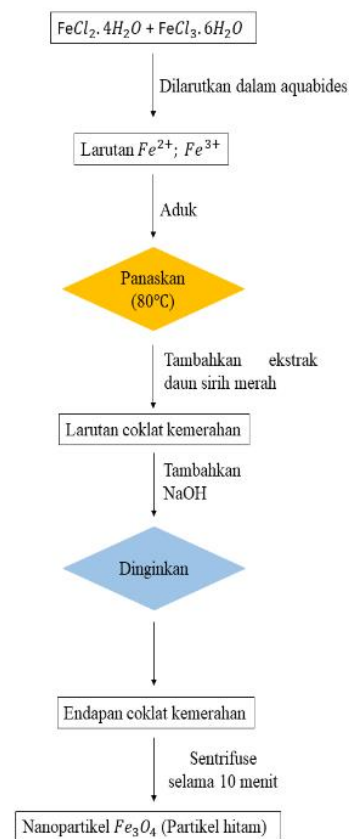
Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 mengikuti skema yang telah dilakukan oleh Sulaiman *et al* (2018) dan Khaira *et al* (2020), akan tetapi dengan sedikit modifikasi pada bagian bahan yang digunakan. Secara terstruktur skema sintesis nanopartikel Fe_3O_4 ditunjukkan oleh **Gambar 1**.

- **Preparasi Daun sirih merah**

Daun yang telah dikumpulkan dicuci dengan air mengalir untuk menghilangkan kotoran atau partikel debu yang menempel pada daun. Kemudian dikeringkan dengan cara mengangin-anginkan sampai benar-benar kering lebih kurang selama 10 hari.

- **Persiapan ekstrak daun sirih merah**

Daun yang sudah kering digiling atau dihaluskan dengan blender. Daun yang sudah berbentuk bubuk halus ditimbang dan dipanaskan dalam akuades. Proses pemanasan dilakukan selama 60 menit dengan suhu 80°C , kemudian didinginkan sampai suhu ruang, setelah itu ekstrak disaring. Filtrat yang didapat disimpan pada suhu 4°C .



Gambar 1. Skema sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 .

- **Sintesis Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4**

FeCl_2 dan FeCl_3 dicampurkan dengan perbandingan (1:2) mol dan dilarutkan dengan akuabides. Campuran dipanaskan pada suhu 80°C menggunakan magnetic stirrer selama 10 menit, kemudian ditambahkan ekstrak daun sirih merah sambil diaduk hingga warna larutan berubah menjadi coklat kemerahan. Larutan NaOH 1 M (3 mL per menit) ditambahkan kedalam campuran tersebut. Campuran ini didinginkan hingga suhu

ruang sampai terbentuk endapan pada gelas kimia. Endapan yang terbentuk disentrifuge selama 10 menit untuk mengumpulkan nanopartikel. Nanopartikel yang dihasilkan dibilas dengan aquabides

sebanyak tiga kali dan dikeringkan pada suhu ruang. Sifat reaktan, produk dan katalis yang digunakan tertulis dalam **Tabel 1**.

Tabel 1. Sifat reaktan, produk, dan katalis yang digunakan dalam sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ menggunakan reaktor *liquid phase*.

	Komponen	Jumlah (Ton per siklus)	Massa molekul relatif (gr/mol)	Densitas @ 20°C 1 atm
Reaktan	FeCl ₃ .6H ₂ O	70	270,5	1,82 gr/cm ³
	FeCl ₂ .4H ₂ O	35	198,81	1,93 gr/cm ³
	Ekstrak daun sirih merah	175	170.12	1,70 gr/cm ³
Produk	Fe ₃ O ₄ nanopartikel	-	232	5,18 gr/cm ³
	H ₂ O	-	18	1 gr/cm ³
	NaCl	-	58,5	2,16 gr/cm ³
Katalis	NaOH	24	40	1,38 gr/cm ³
Cooling inlet	H ₂ O	-	-	1,1606 g/mL

2.2 Model Matematika

Reaktan yang digunakan adalah FeCl₃.6H₂O, FeCl₂.4H₂O dan ekstrak daun sirih merah dengan katalis NaOH, jumlah (ton per siklus) yang digunakan secara berurutan adalah 70, 35, 175, dan 24 ton. Model reaktor yang digunakan adalah *Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR)*, model reaktor ini diasumsikan memiliki kapasitas produksi 60.000 ton per tahun, 220 ton per hari dengan 268 kg/jam.

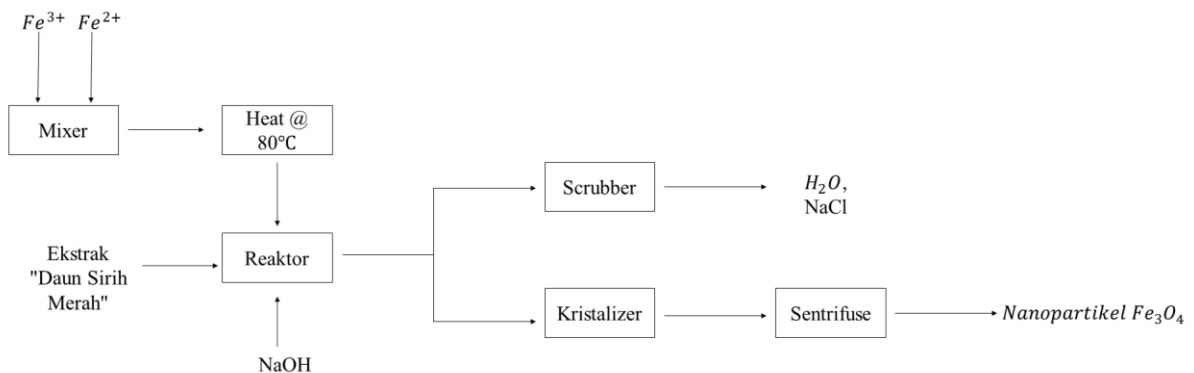
Gambar 2 menunjukkan skema reaktor untuk sintesis nanopartikel Fe₃O₄. Dalam proses pengumpulan data mengenai spesifikasi dilakukan analisis termal berupa perhitungan manual menggunakan aplikasi dasar *Microsoft Excel* berdasarkan persamaan 1-18 yang ditunjukkan pada **Tabel 2** mengenai parameter perancangan reaktor dan dimensi stirrer.

Tabel 2. Perhitungan parameter reaktor.

No	Bagian		Parameters	Persamaan	Pers.
1.	perencanaan reaktor	Volume Reaktor	<i>Reactor Volume (V_{total})</i>	$V_{total} = \frac{\text{Incoming material volume}}{0,8}$ Dimana, $V_{total} = \text{Volume reaktor (ft}^3\text{)}$	(1)
		<i>Vessel Dimensi ons</i>	<i>The volume of liquid in the cylinder (V_{ls})</i>	$V_{ls} = V_{\text{liquid}} - V_{\text{bottom cap}}$	(2)

			<i>Liquid height in cylinder (L_{ls})</i>	$L_{ls} = \frac{V_{ls}}{\left(\frac{\pi}{4}\right) \times d_i^2}$	(3)
			<i>Design Pressure (pi)</i>	$p_i = p_{hydrostatic} (psia) + p_{operation} (psia)$	(4)
			<i>Cylinder thickness (ts)</i>	$t_s = \frac{p_i \times d_i}{2(f \cdot E - 0.6 p_i)} + C$	(5)
			<i>Cylinder Height (Ls)</i>	$V_{total} = \frac{\pi d_i^3}{24 \tan 1/2\alpha} + \frac{\pi d_i^2}{4} \times L_s \times 0,0847 d_i^3$	(6)
		<i>Cover Dimensions</i>	<i>Top cover dimensions (tha)</i>	$t_{ha} = \frac{0.885 \times p_i \times d_i}{2(f \cdot E - 0,1 p_i)} + C$	(7)
			<i>Bottom cover dimensions (thb)</i>	$t_{hb} = \frac{p_i \times d_i}{2(f \cdot E - 0,6 p_i) \cos 1/2\alpha} + C$	(8)
			<i>bottom cover height (hb)</i>	$h_b = \frac{1/2d}{\tan 1/2\alpha}$	
		<i>Reactor height</i>	<i>Reactor height</i>	$\text{Tinggi reaktor} = \text{Tinggi (Top + cylinder + Bottom)} + sf$	(9)
2.	Pengaduk reaktor (Reactor stirrer)	<i>Impeller reactor</i>	<i>Impeller Diameter (Da)</i>	$D_a = D_t \times 0.5$ Dimana, D_a = diameter impeler D_t = diameter dalam silinder	(10)
			<i>Impeller Height from Tank Bottom (C)</i>	$C = \frac{1}{3} \times D_i$ Dimana, C = diameter dalam silinder D_i = diameter bejana	(11)
			<i>Impeller Length (L)</i>	$L = \frac{1}{4} \times D_i$ Dimana, L = panjang impeler D_a = diameter impeler	(12)
			<i>Impeller Width (W)</i>	$W = 0.20 \times D_a$ Dimana, W = lebar impeler D_a = diameter impeler	(13)
		<i>Stirring reactor</i>	<i>Reynold Number (N_{Re})</i>	$N_{Re} = \frac{L^2 \times n \times \rho}{\mu}$ Dimana, N_{Re} = bilangan Reynold L = panjang impeler n = putaran pengaduk, set = 100 rpm = 1,67 rps ρ = densitas (lb/ft ³)	(14)

			$n = \frac{H_{liquid}}{2 \times D \alpha^5}$ Dimana, n = jumlah pengaduk Da = diameter impeler	(15)
			$P = \frac{\phi \times \rho \times n^3 \times Di^5}{gc}$ P diperlukan = $(0,1 + 0,15)P + P$ Dimana, P = daya stirrer ρ = densitas (lb/ft ³) Di = diameter impeler $gc = 32,2 \text{ lb.ft/s}^2 \cdot \text{lbf}$	(16)
			$D = \frac{T}{\pi \times S}$ Dimana, D = diameter poros stirrer T = bilangan torsi (lb.in = $\frac{63025}{N}$) π = nilai 3,14 S = tegangan geser desain maksimum yang diijinkan	(17)
			$L = h + l - Zi$ Dimana, L = panjang poros (ft) h = tinggi silinder + tinggi penutup atas l = jarak impeler dari dasar tangki Zi = panjang poros di atas kapal tangki	(18)



Gambar 2. Skema reaktor untuk sintesis nanopartikel Fe₃O₄.

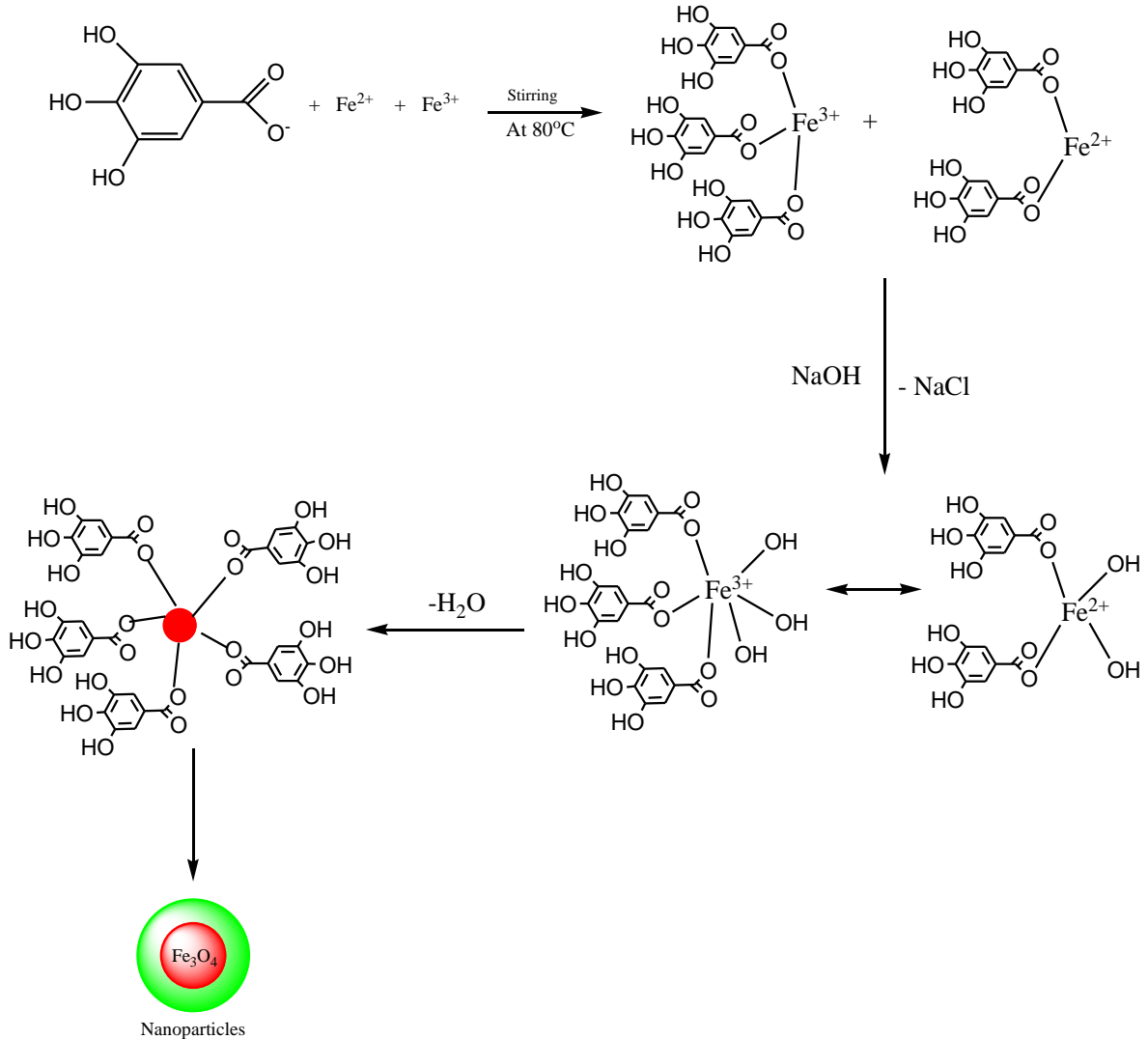
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstrak daun sirih merah mengandung senyawa utama asam galat (C₇H₆O₅) yang mana senyawa ini dapat menjadi agen pelindung Fe₃O₄ nanopartikel seperti yang dikemukakan oleh

Sulaiman *et al* (2018) dan Khaira *et al* (2020), senyawa kimia yang dapat berperan sebagai agen pelindung pada nanopartikel adalah senyawa yang terdapat gugus C=O karboksilat. Penggunaan daun sirih merah juga berfungsi

untuk meningkatkan aktivitas antibakteri pada nanopartikel Fe_3O_4 . Menurut Junaidi *et al* (2018), asam galat merupakan salah satu senyawa aktif yang banyak dimanfaatkan di bidang medis. Senyawa ini terdapat sebagai metabolit sekunder pada tanaman (Vazirian *et*

al., 2011). Asam galat memiliki aktivitas sebagai antibakteri, antivirus, analgesik dan antioksidan (Belur and Pallabhanvi., 2011). Persamaan reaksi ditunjukkan oleh **Gambar 3**.

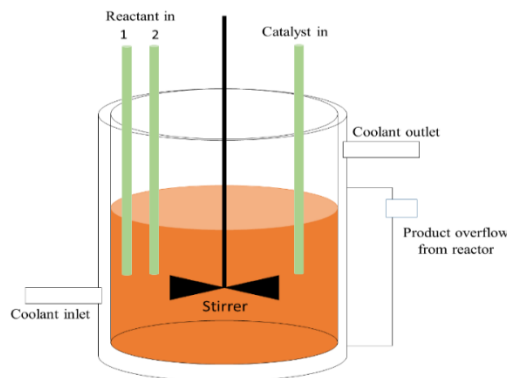


Gambar 3. Skema mekanisme pembentukan nanopartikel magnetik Fe_3O_4 (skema diadaptasi dari Ramesh *et al.*, 2018).

Metode yang dapat digunakan adalah kopresipitasi konvensional, metode ini baik digunakan karena metodenya yang mudah dan rendemen yang didapatkan tinggi. Metode ini bergantung pada pengendapan dan reduksi ion

besi dengan pengaruh kondisi dan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ yang digunakan. Kondisi yang digunakan dapat dilihat dalam tabel 1. Model reaktor diasumsikan memiliki kapasitas produksi 60.000 ton per tahun, 220

ton per hari dengan 2,680 kg/jam. Perbandingan jumlah ekstrak daun sirih merah, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, serta katalis NaOH secara berurutan adalah 20:8:4:1. Reaktor yang dipilih adalah *Continuous Stirred Tank Reactor* (CSTR) yang berfungsi sebagai tempat berlangsungnya reaksi antara $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ekstrak daun sirih merah menggunakan katalis natrium hidroksida (NaOH). Model reaktor ditunjukkan pada **Gambar 4**.



Gambar 4. Model reaktor CSTR untuk sintesis nanopartikel Fe_3O_4 .

Dasar pemilihan reaktor didasarkan pada 2 hal berikut: (1) Fasa reaktan cair-cair dan kontinyu; dan (2) pada reaktor alir tangga berpengaduk suhu dan komposisi campuran dalam reaktor selalu seragam, memungkinkan melakukan suatu proses isothermal dalam reaktor. Sedangkan perhitungan untuk perancangan dimensi reaktor ditunjukkan dalam **Tabel 3**.

Selain perhitungan untuk mendapatkan spesifikasi perancangan dimensi reaktor, diperlukan juga perhitungan untuk mendapatkan spesifikasi dimensi pengadukan untuk desain reaktor CSTR untuk produksi sintesis Fe_3O_4 menggunakan ekstrak daun sirih merah sebagai *capping agent*. Hasil keseluruhan perhitungan spesifikasi dimensi *stirrer* (pengaduk) menggunakan *Microsoft Excel* disajikan pada **Tabel 4**.

Tabel 3. Parameter spesifikasi dimensi reaktor yang dirancang berdasarkan perhitungan.

No	Parameter	Hasil
1.	Tipe reaktor	Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR)
2.	<i>Reactant in</i>	2,680 kg/h
3.	ρ_{mix}	338.3595 lb/ft ³
4.	<i>Volumetric rate</i>	57.44 ft ³ /h
5.	<i>Volume reactor (80%)</i>	325 ft ³
6.	<i>Diameter Vessel</i>	6.108 ft
7.	<i>Volume of liquid in the cylinder (V_l)</i>	241.65 ft ³
8.	<i>Liquid height in cylinder (L_l)</i>	8.25 ft
9.	<i>Design Pressure (p_i)</i>	34.08 psia
10.	<i>Cylinder thickness (t_s)</i>	0.109
11.	<i>Cylinder Height (L_s)</i>	68.22 ft
12.	<i>Top cover dimensions (t_{ha})</i>	0.104 in
13.	<i>Bottom cover dimensions (t_{hb})</i>	0.157 in
14.	<i>Bottom cover height (h_b)</i>	21.18 in
15.	<i>Reactor height</i>	38.6 in

Tabel 4. Hasil perhitungan spesifikasi dimensi *stirrer*

No.	Parameter	Hasil
1.	Impeller Diameter (Da)	19,76 in
2.	Impeller Height from Tank Bottom (C)	13,5 in
3.	Impeller Length (L)	4,45 in
4.	Impeller Width (W)	3.32 in
5.	Number of Stirrer (n)	1 buah
6.	Reynold Number (NRe)	95341,2
7.	Stirring Power (P)	4,33 Hp
8.	Stirrer Shaft Diameter (D)	1,2 in
9.	Shaft Length (L)	14,2 in

Akan tetapi hasil ini belum menganalisis pada aspek termodinamika nya seperti perhitungan ΔH_f and ΔG_f untuk melihat apakah reaksi berjalan secara exotermik atau endotermik, sehingga perlu dikaji lebih lanjut.

4. SIMPULAN

Model reaktor diasumsikan memiliki kapasitas produksi 60.000 ton per tahun, 220 ton per hari dengan 2,680 kg/jam. Perbandingan jumlah ekstrak daun sirih merah, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, serta katalis NaOH secara berurutan adalah 20:8:4:1. Reaktor yang dipilih adalah *Continuous Stirred Tank Reactor* (CSTR). Volume reaktor (80%) sebesar 325 ft³ dengan tinggi 38.6 in. Dimensi *stirrer* (pengaduk) juga dihitung didapatkan hasil dari beberapa parameter yakni *impeller diameter* (Da) sebesar 19,76 in, *impeller height from tank bottom* (c) sebesar 13,5 in, *impeller length* (l) sebesar 4,45 in dan *stirring power* (p) sebesar 4,33 hp. Hasil ini belum menganalisis pada aspek termodinamika nya seperti perhitungan ΔH_f and ΔG_f untuk melihat apakah reaksi berjalan secara exotermik atau endotermik, sehingga perlu dikaji lebih lanjut.

5. REFERENSI

Belur, P. D., & Pallabhanvi, B. (2011). Investigation on production of gallic acid from *Terminalia chebula* extract using cell associated tannase of *Bacillus massiliensis*. In *International conference*

of advances in biotechnology and pharmaceutical sciences (ICABPS): Bangkok.

Demirel-Gülen, S., Lucas, M., & Claus, P. (2005). Liquid phase oxidation of glycerol over carbon supported gold catalysts. *Catalysis Today*, 102, 166-172.

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.

Fatimah, I. (2017). Synthesis of metal and metal oxide nanoparticles using plant extract: a review. *EKSAKTA: Journal of Sciences and Data Analysis*, 66-85.

Junaidi, E., & Anwar, Y. A. S. (2018). Aktivitas Antibakteri dan Antioksidan asam galat dari kulit buah lokal yang diproduksi dengan Tanase. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 14(1), 131-142.

Khaira, R., Ulianas, A., Azhar, M., & Anwar, M. (2020). Sintesis Nanopartikel Magnetik Besi Oksida (Fe_3O_4) Metode Green Chemistry Dengan Ekstrak Daun Sirih Merah (*Piper Crocatum*). *Periodic*, 9(2), 42-46.

- Malhotra, S. P. K., & Alghuthaymi, M. A. (2022). Biomolecule-assisted biogenic synthesis of metallic nanoparticles. *Agri-Waste and Microbes for Production of Sustainable Nanomaterials*, 139-163.
- Park, J., Kwak, B. K., Bae, E., Lee, J., Kim, Y., Choi, K., & Yi, J. (2009). Characterization of exposure to silver nanoparticles in a manufacturing facility. *Journal of Nanoparticle Research*, 11(7), 1705-1712.
- Ramesh, A. V., Rama Devi, D., Mohan Botsa, S., & Basavaiah, K. (2018). Facile green synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles using aqueous leaf extract of *Zanthoxylum armatum* DC. for efficient adsorption of methylene blue. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 6(2), 145-155.
- Steitz, B., Salaklang, J., Finka, A., O'Neil, C., Hofmann, H., & Petri-Fink, A. (2007). Fixed bed reactor for solid-phase surface derivatization of superparamagnetic nanoparticles. *Bioconjugate chemistry*, 18(5), 1684-1690.
- Sulaiman, G. M., Tawfeeq, A. T., & Naji, A. S. (2018). Biosynthesis, characterization of magnetic iron oxide nanoparticles and evaluations of the cytotoxicity and DNA damage of human breast carcinoma cell lines. *Artificial cells, nanomedicine, and biotechnology*, 46(6), 1215-1229.
- Vazirian, M., Khanavi, M., Amanzadeh, Y., & Hajimehdipoor, H. (2011). Quantification of gallic acid in fruits of three medicinal plants. *Iranian journal of pharmaceutical research: IJPR*, 10(2), 233.