JURNAL KIMIA UNAND

ISSN No. 2303-3401

Volume 1 Nomor 1 November, 2012

> Media untuk mempublikasikan hasil-hasil penelitian seluruh dosen dan mahasiswa Kimia FMIPA Unand

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Andalas

Tim Editorial Jurnal Kimia Unand

Dr. Syukri Dr. Adlis Santoni Prof. Dr. Rahmiana Zein Prof. Dr. Syukri Arief Dr. Mai Efdi

Sekretariat

Sri Mulya

Alamat Sekretariat

Jurusan Kimia FMIPA Unand Kampus Unand Limau Manis, Padang-25163 PO. Box 143, Telp./Fax. : (0751) 71 681

Website Jurnal Kimia Unand
Corresponding e-mail

= www.jurnalsain-unand.com
= syukri@fmipa.unand.ac.id
srimulya@rektorat.unand.ac.id

DAFTAR ISI

JUD	UL ARTIKEL	Halaman
1.	PENGARUH PENAMBAHAN ABU TERBANG (FLY ASH) TERHADAP KUAT TEKAN MORTAR SEMEN TIPE PCC SERTA ANALISIS AIR LAUT YANG DIGUNAKAN UNTUK PERENDAMAN Gifyul Refnita, Zamzibar Zuki, dan Yulizar Yusuf	1-7
2.	PENGGUNAAN ELEKTRODA KARBON DALAM SEL FOTOVOLTAIK SEMI KONDUKTOR CuO DENGAN ELEKTROLIT Na ₂ SO ₄ Fitria Sari, Admin Alif, dan Olly Norita Tetra	8-12
3.	PENENTUAN KONDISI OPTIMUM AKTIFITAS KATALITIK Fe(II)-ASETONITRIL YANG DIAMOBILISASI PADA SILIKA MODIFIKASI DALAM REAKSI TRANSESTERIFIKASI Indah Delia, Admi, dan Syukri	13-20
4.	SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT YANG BERBAHAN DASAR KITOSAN, SILIKA, DAN CaCO ₃ Septya Rhozalya Nabilah, Syukri Arief, dan Zulhadjri	21-26
5.	EKSTRAK DAUN PEPAYA (<i>Carica papaya</i>) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA St.37 DALAM MEDIUM ASAM SULFAT, Yulia Risandi, Emriadi, dan Yeni Stiadi	R 27-33
6.	PEMBUATAN BIOETANOL DARI AMPAS SAGU DENGAN PROSES HIDROLISIS ASAM DAN MENGGUNAKAN Saccharomyces cerevisiae Daniel De Idral, Marniati Salim, dan Elida Mardiah	34-39
7.	MODIFIKASI KOMPOSISI KITOSAN PADA PROSES SINTESIS KOMPOSIT TiO ₂ -KITOSAN Restu Harly Pebriani, Yetria Rilda, dan Zulhadjri	40-47
8.	PENGARUH PEMBERIAN PROBIOTIK Pediococcus pentosaceus ISOLAT DADIH SEBAGAI ANTI DIARE PADA MENCIT PUTIH (Mus muscullus) Rina Handayani, Sumaryati Syukur, Endang Purwati	48-58
9.	OPTIMASI PROSES KALSINASI PADA SINTESIS KOMPOSIT TiO ₂ /KITOSAN Rina Yulita, Upita Septiani dan Yetria Rilda	59-66

10.	DEGRADASI SENYAWA KARBARIL DALAM INSEKTISIDA SEVIN® 85SP SECARA FOTOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TiO ₂ – ZEOLIT Rera Aga Salihat, Safni, dan Hamzar Suyani	67-75
11.	DEGRADASI SENYAWA SIPERMETRIN DALAM INSEKTISIDA RIPCORD 5 EC SECARA FOTOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TIO ₂ /ZEOLIT Lola Kumala Sari, Safni dan Zilfa	76-81
12.	STUDI ISOLASI Saccharomyces sp DARI LIMBAH CAIR PT.COCA COLA DAN APLIKASINYA SEBAGAI SEL BIOMASSA UNTUK PENYERAPAN ION LOGAM Pb (II) PADA LIMBAH CAIR RSUP Dr.M.DJAMIL PADANG Bastian Nova, Sumaryati Syukur, dan Rahmiana Zein	82-91
13.	DEGRADASI SENYAWA PROFENOFOS DALAM INSEKTISIDA CURACRON 500EC SECARA FOTOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TiO ₂ -ZEOLIT Riri Ramika, Safni, dan Umiati Lukman	92-98
14.	PENGGUNAAN ELEKTRODA KARBON DAN SEMIKONDUKTOR CuO dalam SEL FOTOVOLTAIK BERBENTUK PLAT YANG DIPASANG SECARA PARALEL DALAM LARUTAN ELEKTROLIT Na ₂ SO ₄ , Elfi Rahmi, Admin Alif, Imelda	99-105
15.	OPTIMASI AKTIFITAS KATALITIK Co(II)-ASETONITRIL YANG DIAMOBILISASI PADA SILIKA MODIFIKASI DALAM REAKSI TRANSESTERIFIKASI Rahmat Fauzan, Syukri dan Emdeniz	106-113
16.	PENGARUH PENAMBAHAN ABU SEKAM PADI TERHADAP KUAT TEKAN MORTAR SEMEN PCC DENGAN PERENDAMAN DALAM ASAM SULFAT DAN ANALISIS LARUTAN RENDAMAN MORTAR Ranti Yulia Kasih, Zamzibar Zuki, dan Yulizar Yusuf	114-124

PENGARUH PENAMBAHAN ABU TERBANG (FLY ASH) TERHADAP KUAT TEKAN MORTAR SEMEN TIPE PCC SERTA ANALISIS AIR LAUT YANG DIGUNAKAN UNTUK PERENDAMAN

Gifyul Refnita, Zamzibar Zuki, dan Yulizar Yusuf

Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

email: <u>zuki.zamzibar@yahoo.com</u>, Jurusan Kimia, FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Research about of influenced of the adding fly ash to compressive strength of mortar PCC and analysis of sea water used for immersing was done. This study aims to look at the influenced of adding fly ash on the quality of mortar PCC by measuring the compressive strength and analyze the sea water used for immersing by using multiple parameters. Data were collected for pH, TSS, TDS and total hardness in solution immersion mortar. The result showed mortar compressive strength increases with increasing duration of immersion time, and the value of compressive strength of mortar with the adding of fly ash percentage of 2, 4 and 6% at 28 days in sea water immersion respectively 284, 276 and 273 kg/cm² whereas in aquadest 323, 315 and 298 kg/cm². Decrease in compressive strength is proportional to the increase in pH, levels of TSS, TDS and total hardness in solution immersion mortar.

Keywords: PCC, fly ash, mortar, compressive strength, TSS, TDS

I. Pendahuluan

Semen merupakan senyawa/zat pengikat hidrolis yang terdiri dari senyawa C-S-H (kalsium silikat hidrat) yang apabila bereaksi dengan air akan dapat mengikat bahan-bahan padat lainnya, membentuk satu kesatuan massa yang kompak, padat dan keras.⁽¹⁾ Ada beberapa jenis semen yang terdapat di pasaran. Salah satunya semen Portland Composite Cement (PCC). Semen PCC merupakan bahan pengikat hidrolis hasil penggilingan bersama-sama klinker semen Portland dan gipsum dengan satu atau lebih bahan anorganik. Bahan anorganik tersebut antara lain terak tanur tinggi (blast furnace slag), pozolan, senyawa silikat, dengan kadar total bahan anorganik 6 % – 35 %.(2) Fly ash adalah bagian dari sisa pembakaran batubara pada boiler pembangkit listrik tenaga uap yang berbentuk partikel halus amorf dan bersifat pozzolan, berarti abu tersebut dapat

bereaksi dengan kapur pada suhu kamar dengan media air membentuk senyawa yang bersifat mengikat. Dengan adanya sifat pozzolan tersebut, abu terbang mempunyai prospek untuk digunakan dalam berbagai keperluan bangunan. Komponen yang terkandung dalam fly ash bergantung pada sumber bervariasi batubara yang dibakar, tetapi semua fly ash mengandung SiO2,CaO, MgO dan secara kimia abu terbang merupakan material oksida anorganik mengandung silika dan alumina aktif karena sudah melalui proses pembakaran pada suhu tinggi. Bersifat yaitu dapat bereaksi dengan komponen lain dalam kompositnya untuk membentuk material baru (mulite) yang tahan suhu tinggi.(3) Sifat pozzolan fly ash digunakan untuk menghemat penggunaan klinker sehingga biaya produksi semen bisa dikurangi serta fly ash yang merupakan sisa pembakaran batubara bisa dimanfaatkan.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah semen tipe *PCC* produksi PT Semen Padang, abu terbang (fly ash) dari limbah PT Bima Sepaja Abadi (BSA), air laut di dekat pelabuhan Teluk Bayur, air yang berasal dari jaringan air bersih PT Semen Padang, agregat halus (pasir ottawa) diimpor dari Kanada, larutan standar EDTA 0,02 M, buffer pH 10, larutan natrium hidroksida (NaOH) 1 N, indikator mureksid, indikator EBT, larutan perak nitrat (AgNO₃), dan akuades.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat uji kuat tekan (compresif strength), neraca analitik dan teknis, gelas ukur, batang pengaduk, alat cetakan mortar (kubus ukuran 5 cm³), cawan

tempat perendaman mortar, oven, cawan porselen, alat pengaduk mortar (mikser), pH meter, gelas piala, labu ukur, pipet gondok, corong kaca masir, pompa vacum, erlenmeyer, labu semprot, hot plate dan magnetik stirrer, buret, dan desikator.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1. Pembuatan semen uji

Semen uji dibuat dengan campuran klinker, pozzolan, *lime stone*, gipsum dan *fly ash* dengan perbandingan tertentu. Persentase campuran *fly ash* yang dibuat divariasikan yaitu 0, 2, 4, dan 6% yang dikurangi dari total klinker yang digunakan. Bahan-bahan yang telah dicampur tersebut digiling dalam *cement mill* sehingga menghasilkan semen uji. Komposisi pembuatan semen uji dapat dilihat pada Tabel 1 berikut ini:

Tabel 1 Komposisi bahan semen Uji

Sampel	Klinker (g)	Pozzolan (g)	Lime stone (g)	Gipsum (g)	Fly ash (g)	Total (g)
I	4050	250	500	200	0	5000
II	3950	250	500	200	100	5000
III	3850	250	500	200	200	5000
IV	3750	250	500	200	300	5000

2.2.2. Pembuatan Mortar

Mortar yang dibuat terdiri dari campuran semen uji, pasir ottawa dan air. Perbandingan komposisi masing-masing material dengan jumlah benda uji enam buah seperti pada Tabel 2 berikut:

Tabel 2 Komposisi Mortar⁽¹⁴⁾

Material	Komposisi
Semen uji	500 g
Pasir ottawa	1375 g
Air	242 mL

Setelah semua material penyusun mortar ditimbang, campuran diaduk dengan menggunakan mesin pengaduk mekanik selama kurang lebih lima menit. Adonan mortar yang telah homogen kemudian dicetak dengan alat pencetak yang telah disiapkan. Mortar bersama cetakannya disimpan dalam lemari penyimpanan selama 24 Kemudian direndam dalam air laut dan akuades selama 3, 7, dan 28 hari.

2.2.3. Pengukuran Kuat Tekan Mortar

Pengukuran kuat tekan mortar dilakukan pada saat perendaman mortar telah berumur 3, 7, dan 28 hari dengan menggunakan alat uji kuat tekan. Sebelum pengujian, bersihkan permukaan benda uji dengan lap sampai bersih dari butiran-butiran pasir yang menempel pada permukaannya. Dilakukan pengukuran terhadap rusuk-rusuk kubus dengan teliti dan dihitung luas bidang tekannya. Kubus uji diletakkan pada tengahtengah bidang landasan (pelat) baja penekan dalam mesin tekan, lalu atur agar permukaan bidang tekan kubus terjepit antara dudukan dan landasan penekanan dari mesin tekan. Lalu dicatat angka maksimal yang terbaca pada alat untuk setiap pengujian. Kuat tekan didapat dengan membagi beban maksimum (F) dengan luas bidang tekan benda uji (A).(14)

2.2.4. Pengukuran pH

Pengukuran pH larutan uji (larutan perendaman mortar) dilakukan dengan menggunakan alat pH meter.

2.2.5. Penentuan Total Suspended Solid (TSS)

Penentuan TSS dilakukan terhadap larutan rendaman mortar (air laut dan akuades) dengan menggunakan metoda gravimetri. Proses dimulai dengan memanaskan corong kaca masir kosong dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam, corong tersebut didinginkan di dalam desikator ditimbang. Setelah berat penimbangan dicatat (W₁), kemudian larutan uji dikocok dan dipipet 100 mL kemudian disaring dengan corong kaca masir memakai pompa vacum, filtrat saringan di ambil untuk pengujian TDS dan kesadahan total serta kesadahan kalsium (Ca). Sedangkan residu yang tertinggal di dalam corong dicuci dengan akuades panas. Corong dikeringkan kembali di dalam oven pada suhu 105°C seama 1 jam. Corong didinginkan kembali dalam desikator dan ditimbang kembali sampai berat konstan (W2). Untuk larutan uji dengan air rendaman pada air laut, untuk mengetahui tidak adanya lagi garam klorida, filtrat terakhir ditetesi dengan larutan AgNO3 sampai tidak terbentuk lagi endapan putih.

2.2.6. Penentuan Total Dissolve Solid (TDS)

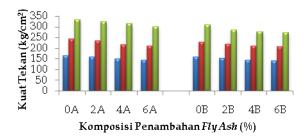
Penentuan TDS dilakukan terhadap larutan perendaman mortar (air laut dan akuades) dengan menggunakan metoda gravimetri. Proses dimulai dengan membersihkan cawan penguap dan dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam, kemudian cawan desikator didinginkan di dalam ditimbang (W1). Sebanyak 25 mL larutan perendaman mortar yang telah disaring dalam cawan ke dengan menggunakan pipet gondok. Cawan berisi sampel dipanaskan kembali di dalam oven pada suhu 105°C sampai semua air menguap. Cawan didinginkan kembali dalam desikator dan ditimbang kembali sampai berat konstan (W_2) .

2.2.7. Penentuan Kesadahan Total

Penentuan kesadahan total dilakukan terhadap larutan perendaman mortar (air laut akuades) menggunakan kompleksometri dengan larutan standar EDTA. Pertama dipipet 25 mL larutan uji (larutan rendaman mortar) uji secara duplo, dimasukkan kedalam kemudian erlenmeyer 250 mL, encerkan dengan akuades sampai volume 100 mL. Ditambahkan 1-2 mL larutan penyangga pH 10. Tambahkan 2 tetes indikator EBT. Dilakukan titrasi dengan larutan standar EDTA 0,02 M secara perlahan sampai terjadi perubahan warna merah keunguan menjadi biru. Dicatat volume larutan standar EDTA yang terpakai.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Pengukuran Kuat Tekan



Gambar 1. Hasil pengukuran kuat tekan (kg/cm²) dengan komposisi penambahan fly ash (%). Kondisi pengukuran: A (perendaman akuades), B (perendaman air laut), dengan umur perendaman 3 hari (**), 7 hari (**), dan 28 hari (**)).

Dari Gambar 1 diatas dapat dilihat bahwa kuat tekan mortar semakin naik dengan bertambahnya umur mortar tersebut dan tertinggi pada umur 28 hari. Karena ketika semen bercampur dengan air maka terjadilah reaksi antara komponen-komponen semen dengan air yang disebut reaksi kimia hidrasi.

Senyawa C₃S (trikalsium silikat) sangat cepat bereaksi dan berperan sebagai pembentukan kekuatan awal, sedangkan senyawa C2S (dikalsium silikat) reaksinya lambat dan berperan untuk kekuatan tekan pada umur yang lebih panjang. Senyawa C₃A (trikalsium aluminat) mempengaruhi kekuatan tekan sampai pada tingkat tertentu, pada umur 28 hari dan pengaruhnya akan semakin kecil hingga menuju nol pada umur setelah satu atau dua tahun. Sedangkan C₄AF tidak kekuatan mempengaruhi tekan terlalu banyak.

Kekuatan tekan mortar semakin menurun dengan ditingkatkannya persentase penambahan bahan aditif *fly ash*. Hasil penelitian ini bertentangan dengan pernyataan yang menyatakan bahwa abu terbang (fly ash) dinilai dapat meningkatkan kualitas beton dalam hal kekuatan, kekedapan air. ketahanan terhadap sulfat dan kemudahan dalam pengerjaan (workability) beton/mortar.(7) Pendapat lain yang juga bertentangan dengan hasil penelitian ini menyatakan bahwa penggunaan abu terbang (fly ash) sebagai bahan bangunan yang paling baik adalah 20%-30%.⁽⁹⁾ Sedangkan pada penelitian ini penambahan abu terbang (fly ash) paling besar hanya 6% dan itu telah menyebabkan kuat tekan mortar menurun. Kemungkinan lain yang menyebabkan turunnya kuat tekan mortar dengan penambahan fly ash adalah karena laju kenaikan kuat tekan dengan bahan ikat fly ash dan semen bersifat lambat sebab ia bersifat pozolan. Kapur sebagai bahan ikat hidrolik memiliki butiran yang terlalu besar sehingga tidak mampu bereaksi dengan abu terbang (fly ash), sedangkan yang mampu bereaksi dengan fly ash adalah kapur bebas yang merupakan hasil sampingan dari reaksi hidrasi semen. Kenaikan kuat tekan mortar kemungkinan akan bertambah seiring dengan umur mortar yang semakin bertambah setelah 28 hari keatas, sementara penelitian ini hanya sampai pada umur mortar 28 hari. Kemungkinan ini didukung oleh pernyataan yang menyatakan bahwa kuat tekan beton dengan bahan tambah fly ash mengalami peningkatan yang lambat dan baru mencapai kuat tekan optimal pada umur 90 hari.⁽⁶⁾ Hal ini terjadi karena kalsium silikat hidrat (C-S-H) yang dihasilkan melalui reaksi pozolanik akan bertambah keras dan kuat seiring berjalannya waktu. Menurunnya kuat tekan mortar dengan penambahan fly ash juga disebabkan oleh pengaruh perendaman dalam air laut, namun pengaruh ini tidak terlalu besar karena mortar direndam dalam akuades yang pun mengalami penurunan kuat tekan.

Hasil kuat tekan mortar yang direndam dalam air laut selalu lebih rendah dibandingkan dengan yang direndam dalam akuades. Hal ini disebabkan karena adanya pengaruh sulfat yang ada dalam air laut. Berbagai macam sulfat umumnya dapat menyerang beton ataupun mortar. Sulfat bereaksi dengan kalsium hidroksida (Ca(OH)₂) dan kalsium aluminat hidrat, reaksi yang terjadi dapat

menyebabkan pengembangan volume sehingga akan terjadi keretakan pada beton atau mortar. Terjadinya reaksi pozolanik oleh *fly ash* yang akan mengikat kapur bebas (Ca(OH)₂) membentuk permukaan mortar yang lebih padat dan kedap air, sehingga menyebabkan kuat tekan mortar yang direndam dalam air laut tidak mengalami penurunan yang begitu besar.

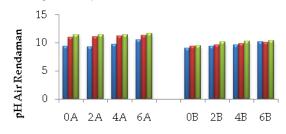
Pada penelitian ini memperlihatkan bahwa kuat tekan mortar yang ditambah fly ash sebesar 2% pada umur 28 hari yang direndam dalam air laut masih dalam batas yang ditetapkan SNI, sedangkan untuk persentase 4 dan 6 % tidak lagi memenuhi SNI. Hasil penelitian ini hampir sama dengan penelitian lain tentang penambahan bahan aditif untuk semen PCC yang menggunakan bahan tambah abu ampas tebu dan abu sekam padi yang perendaman mortarnya sama-sama dalam air laut. Masing-masing peneliti tersebut menyatakan kuat tekan mortar dengan penambahan abu ampas tebu yang direndam dalam air laut yang memenuhi SNI 15-7064-2004 hanya pada komposisi abu ampas tebu 2% pada umur 3, 7 dan 28 hari dengan nilai kuat tekan berturut-turut yaitu 171 kg/cm², 242 kg/cm², dan 305 kg/cm²)⁽¹⁶⁾ dan menyatakan kuat tekan mortar dengan penambahan abu sekam padi 2, 4, dan 6% pada umur 28 hari dalam perendaman air laut berturut-turut 282, 263, dan 236 kg/cm² sedangkan dalam akuades 307, 295, dan 284 kg/cm², jadi nilai kuat tekan mortar dengan penambahan abu sekam padi 2% yang direndam dalam air laut masih memenuhi 15-7064-2004 yaitu 280 kg/cm², sedangkan persentase 4 dan 6% tidak memenuhi SNI.(17) Penurunan kuat tekan mortar yang direndam dalam air laut disebabkan karena adanya pengaruh dari ion klorida yang terdapat dalam air laut. Ion klorida dapat masuk kedalam mortar melalui pori-pori mortar yang terbentuk akibat keluarnya senyawa kalsium hidroksida yang merupakan hasil reaksi hidrasi antara semen dengan air dari dalam mortar.

Adapun hasil penelitian lain yang juga berkaitan dengan penelitian ini yaitu penelitian yang menggunakan bahan aditif abu sekam padi dan *fly ash* untuk semen *PCC* yang perendaman mortarnya dalam asam

sulfat (H_2SO_4) . Masing-masing peneliti menyatakan bahwa kuat tekan mortar dengan penambahan abu sekam padi sampai 4% dalam larutan asam sulfat masih memenuhi SNI,(18) persvaratan dan menyatakan penambahan fly ash menyebabkan kuat tekan mortar mengalami sedikit penurunan bila dibandingkan dengan blanko, namun masih sesuai standar SNI sampai penambahan fly ash 6% untuk mortar yang direndam di dalam akuades dan sampai 4% untuk mortar yang direndam di dalam asam.(19)

Hal ini berarti penambahan *fly ash* sebesar 2% sebagai bahan campuran semen tipe *PCC* masih dibolehkan dan masih layak untuk pengganti klinker pada semen. Dan mortar semen *PCC* dengan penambahan *fly ash* yang dibuat masih layak dipakai untuk daerah di sekitar pantai.

2.3. Pengukuran pH



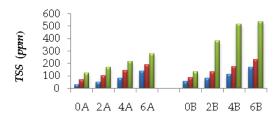
Komposisi Penambahan Fly Ash (%)

Gambar 2. Hasil pengukuran pH larutan perendam dengan komposisi penambahan *fly ash* (%). Kondisi pengukuran: A (perendaman akuades), B (perendaman air laut), dengan umur perendaman 3 hari (**), 7 hari (**), dan 28 hari (**).

Berdasarkan Gambar 2 diatas dapat dilihat pH larutan perendaman mortar yang direndam dalam akuades dan air laut mengalami peningkatan yang tampak jelas dari hari ke-3, ke-7 dan ke-28 hari. Ini menunjukkan larutan perendaman tersebut semakin bersifat basa. Hal tersebut disebabkan oleh adanya Ca(OH)₂ yang dihasilkan dari reaksi panas hidrasi antara air dan semen yang mengakibatkan naiknya pH larutan perendaman atau kebasaannya bertambah. Hal yang sama juga berlaku untuk nilai pH dengan variasi komposisi penambahan *fly ash* yang juga mengalami peningkatan dari komposisi 0, 2, 4

dan 6%, baik larutan perendaman akuades maupun air laut. Ini disebabkan karena selama reaksi hidrasi semen, material-material penyusun semen seperti C₃S, C₂S, C₃A, dan C₄AF bereaksi dengan air dan membentuk senyawa kalsium silikat hidrat dan kalsium hidroksida, dimana Ca(OH)₂ yang terbentuk akan memberikan sifat basa pada larutan perendaman.

2.4. Penentuan Total Suspended Solid (TSS)

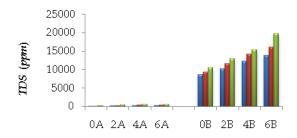


Komposisi Penambahan Fly Ash (%)

Gambar 3. Hasil penentuan nilai *TSS* larutan perendam dengan komposisi penambahan *fly ash* (%). Kondisi penentuan: A (perendaman akuades), B (perendaman air laut), dengan umur perendaman 3 hari (*), 7 hari (*), dan 28 hari (*).

Dari Gambar 3 diatas menunjukkan bahwa semakin besar persentase komposisi fly ash yang ditambahkan maka semakin meningkat nilai TSS larutan perendan mortar. Begitu juga dengan lama waktu perendamannya baik dengan akuades dan air laut, nilai TSS-nya semakin meningkat. Hal ini kemungkinan disebabkan karena semakin banyaknya partikel yang dari pasir ottawa yang tersuspensi dalam larutan perendaman yang mengakibatkan nilai TSS meningkat. Pasir yang digunakan sebagai bahan campuran mortar sebagian partikelnya yang tidak berikatan dengan semen tersuspensi oleh akuades dan air laut. Sedangkan penyebab kenaikan nilai TSS larutan perendaman air laut pada umur 28 hari yang sangat besar, kemungkinan karena adanya bagian dari penambahan fly ash yang tidak bereaksi dan tersuspensi oleh air laut. Kemungkinan lain juga disebabkan oleh pengotor air laut itu sendiri yang menempel pada garam-garam yang semakin banyak terbentuk pada umur 28 hari sehingga ketika penyaringan dan pencucian pada saat pengukuran nilai TSS dia tidak larut lagi dalam air. Jadi dengan semakin meningkatnya nilai TSS larutan perendaman mortar dalam air laut dan akuades sebanding dengan semakin menurunnya kuat tekan mortar.

2.5. Penentuan Total Dissolve Solid (TDS)

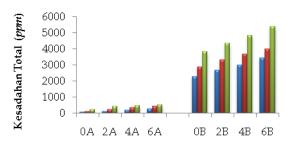


Komposisi Penambahan Fly Ash (%)

Gambar 4. Hasil penentuan nilai *TDS* larutan perendam dengan komposisi penambahan *fly ash* (%). Kondisi penentuan: A (perendaman akuades), B (perendaman air laut), dengan umur perendaman 3 hari (**), 7 hari (**), dan 28 hari (**).

Dari Gambar 4 diatas menunjukkan bahwa nilai TDS dari larutan perendaman semakin meningkat seiring dengan bertambahnya waktu perendaman mortar dan semakin besarnya persentase komposisi fly ash yang ditambahkan. Penyebabnya adalah karena terlarutnya komponen-komponen penyusun mortar kedalam larutan perendaman. Kemungkinan besar yang terlarut tersebut adalah berasal dari penambahan fly ash. Selain itu diperkirakan akibat dari reaksi hidrasi semen yang menghasilkan Ca(OH)2 yang akhirnya larut dalam larutan perendaman. Namun nilai TDS dari larutan perendaman dalam air laut jauh lebih besar dibandingkan dalam akuades. Hal ini disebabkan karena adanya pengaruh air laut yang lebih kuat melarutkan komponen penyusun mortar dibandingkan dengan akuades. Dan dipengaruhi juga oleh banyaknya senyawasenyawa kimia seperti garam-garam dan lainnya yang sebelumnya telah berada dalam air laut. Dengan semakin meningkatnya nilai *TDS* larutan perendaman sebanding dengan semakin menurunnya kuat tekan mortar.

2.6. Penentuan Kesadahan Total



Komposisi Penambahan Fly Ash (%)

Gambar 5. Hasil penentuan kadar kesadahan total larutan perendam dengan komposisi penambahan fly ash (%). Kondisi penentuan: A (perendaman akuades), B (perendaman air laut), dengan umur perendaman 3 hari (■), 7 hari (■) dan 28 hari (■).

Dari Gambar 5 diatas menunjukkan bahwa kadar kesadahan total (Ca & Mg) larutan perendaman mengalami peningkatan dengan semakin bertambahnya persentase komposisi yang ditambahkan dan dengan semakin lamanya waktu perendaman. Karena semakin banyaknya padatan terlarut yang lepas dari mortar ke lingkungan (larutan perendaman). Akuades yang sebelumnya tidak mengandung logam-logam terlarut atau lainnya akan menyebabkan unsur kesetimbangan, adanya kesetimbangan tersebut menyebabkan terjadinya penyerapan ion atau unsur mortar ke dalam akuades. Kadar kesadahan total (Ca & Mg) larutan perendaman dalam air laut jauh lebih besar dibandingkan dengan perendaman dalam akuades. Hal ini disebabkan karena air laut mengandung logam-logam dan matriks yang berbeda dengan akuades, dan air laut sendiri mengandung kesadahan total yang tinggi. Disamping itu air laut menyebabkan komponen-komponen dari fly ash yang juga mengandung komposisi kimia Ca dan Mg ikut terlarut pada larutan perendaman mortar sehingga menjadi penambah besarnya nilai kesadahan total pada larutan perendaman air

IV. Kesimpulan

Kuat tekan semen tipe PCC dengan penambahan fly ash semakin turun dengan meningkatnya persentase penambahan fly ash. Nilai kuat tekan mortar dengan persentase penambahan fly ash 2, 4, dan 6% pada umur 28 hari dalam perendaman air laut berturut-turut 284, 276, dan 273 kg/cm² sedangkan dalam akuades 323, 315, dan 298 kg/cm². Nilai kuat tekan mortar dengan persentase penambahan fly ash 2% yang direndam dalam air laut masih memenuhi SNI 15-7064-2004 yaitu 280 kg/cm², sedangkan persentase 4 dan 6% tidak memenuhi SNI. Nilai pengukuran pH, TSS, TDS dan kesadahan total semakin naik dengan bertambahnya komposisi fly ash yang digunakan.

V. Ucapan Terima Kasih

Terimakasih kepada Analis Laboratorium Kimia Lingkungan FMIPA Unand dan pihakpihak lain yang telah menyumbangkan pikiran dan tenaga demi selesainya penelitian ini.

Referensi

- 1. Hariawan, J. B., **1998**, Pengaruh Perbedaan Karakteristik Type Semen Ordinary Portland Cement (OPC) Dan Portland Composite Cement (PCC) Terhadap Kuat Tekan Mortar, *Team Pelayanan Teknis PT Semen Padang*, Teknologi Semen, PT Semen Padang, Padang.
- 3. Utama, A. P. **2011**, Pengaruh Perendaman Beton PC I PT Semen Padang dalam Air Laut dan Air Tawar terhadap Sifat Kuat Tekan, *Universitas Andalas*, Padang.
- 4. Partana, E., Purijatmiko, A., Mahfud P. Prihatini, Studi Pengaruh Penambahan Slag dan Fly Ash Sebagai Bahan Aditif di Finish Mill Pabrik Semen Komposi, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Surabaya.
- 5. Laintarawan, P. I., **2009**, Buku Ajar Konstruksi Beton **I**, *Universitas Hindu Indonesia*, Denpasar.
- 6. Tjokrodimulyo, K., **1996**, Teknologi Beton, *NAFIRI*, Yogyakarta.

- 7. Hadi, S., **2000**, Pengaruh Ukuran Butir dan Komposisi Abu Terbang PLTU sebagai Pengisi dan Pozolan, Surabaya.
- 8. Dunham, C. W., **1966**, The Theory and Practice of Reinforced Concrete, *McGraw-Hill Book Company*, New York.
- 9. Urip, R., 2003, Teknologi Semen dan Beton: Fly ash, Mengapa Seharusnya Dipakai pada Beton, *PT Semen Gresik Indonesia dan PT Varia Usaha Beton*, Gresik.
- 10. Khopkar, **2002**, Konsep Dasar Kimia Analitik, *UI Press*, Jakarta.
- 11. Vogel, A. I., **1994**, Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik Edisi **4**, *EGC*, Jakarta.
- 12. Day, R. A. dan Underwood, A. L, **1999**, Analisis Kimia Kuantitatif, *Erlangga*, Jakarta.
- 13. Harjadi, W., 1993, Ilmu Kimia Analitik Dasar, *Gramedia*, Jakarta.
- 14. Diktat SNI PT Semen Padang, **2004**, *SNI* 15-2049-2004 *Semen Portland*, Badan Standarisasi Nasional.
- 15. Munir, S., **1989**, Kuat Tekan dan Daya Serap beton, *Jurusan Teknik Sipil Fakultas Teknik UGM*, Yogyakarta, Hal 16-21.
- 16. Jaslia, P. R. S., **2012**, Skripsi Pengaruh Penambahan Abu Ampas Tebu Terhadap Sifat Kimia air Rendaman (pH, TDS dan Kesadahan Total) dan Sifat Kuat Tekan Mortar Semen PCC pada Perendaman air laut, *Jurusan Kimia*, *Fakultas MIPA*, Universitas Andalas, Padang, **2012**.
- 17. Jayurna, R., **2012**, Skripsi Pengaruh Penambahan Abu Sekam Padi Terhadap Kuat Tekan, Bagian Tak Larut dan Hilang Pijar Semen PCC sersta Analisis Air Laut yang Digunakan untuk Perendaman, *Jurusan Kimia, Fakultas MIPA*, Universitas Andalas, Padang, **2012**.
- 18. Kasih, R. Y., 2012, Skripsi Pengaruh Penambahan Abu Sekam Padi Terhadap Kuat Tekan Mortar Semen PCC dengan Perendaman dalam Larutan Asam Sulfat dan Analisis Larutan Rendaman, *Jurusan Kimia*, *Fakultas MIPA*, Universitas Andalas, Padang.
- 19. Maretisa, Y., **2012**, Skripsi Pengaruh Penambahan Fly Ash Terhadap Kuat Tekan Mortar Semen Tipe Portland Composite Cement (PCC), *Jurusan Kimia*, *Fakultas MIPA*, Universitas Andalas, Padang, **2012**.

PENGGUNAAN ELEKTRODA KARBON DALAM SEL FOTOVOLTAIK SEMI KONDUKTOR CuO DENGAN ELEKTROLIT Na₂SO₄

Fitria Sari, Admin Alif, dan Olly Norita Tetra

Laboratorium Fotokimia/Elektrokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

email: Fitria_sari2590@yahoo.co.id, Olly512@yahoo.com Jurusan Kimia, FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

In this experiment we have studied the use of carbon and CuO semiconductor as electrodes in photovoltaic cells using shaped tube with sodium sulfate (Na₂SO₄) as electrolyte . The objectives of this work are to obtain the optimal condition in producing current and voltage to be used as promising candidate for energy alternative source. The experiment was conducted to measure resulting current and voltage at 09.00 - 15.00 am sunlight illumination. The optimum concentration was reached when of 0.5 N Na₂SO₄ at 12.00 pm showing a single circuit with 8185 × 10⁻⁴ Watt/cm² of the power where averagely was 6675×10^{-4} Watt/cm². Based on observation, the current was influenced by light intensity, voltage and inversely which was proportional to the temperature. More hydrogen gas bubbles generated at the optimal condition (0.5 N Na₂SO₄) as for another concentration (1 N) the gas produced was lowered to certain amount which was difficult to analyze.

Keywords: semiconductors, photovoltaic cells, hydrogen gas, electrolyte solution, Na₂SO₄

I. Pendahuluan

Sel fotovoltaik secara langsung mengubah energi surya ke energi listrik. Fotovoltaik merupakan teknologi yang memanfaatkan matahari sebagai sumber energi. Sel fotovoltaik biasanya digunakan pada tempattempat yang tidak mungkin menggunakan beberapa sumber energi lain, misalnya pada satelit, pada rambu-rambu jalan, dan lain-lain Selain itu sel fotovoltaik digunakan untuk menjalankan peralatan-peralatan kecil seperti kalkulator saku.⁽²⁾

Penelitian tentang sel fotovoltaik cair dalam dengan menggunakan tabung, elektroda CuO/Cu dan Cuo/stanless steel telah dilaporkan Riana Marta (2011) dimana didapatkan bahwa pasangan elektroda CuO/Cu dan CuO/stainless steel hanya bisa digunakan selama tiga hari secara berturutturut, hal ini karena pasangan elektroda akan teroksidasi dan tidak dapat menghasilkan arus lagi. Dalam hal ini kestabilan Cu terhadap larutan elektrolit Na₂SO₄ sangat

mempengaruhi arus dan tegangan yang dihasilkan (5).

Mia Firahayu (2011) juga telah menggunakan larutan elektrolit NaCl dalam sel fotovoltaik dan diperoleh nilai efisiensi sebesar 2.09x10⁻³ watt/cm².⁽⁶⁾ Berdasarkan hasil tersebut maka dalam penelitian ini penggunaan elektroda Cu digantikan dengan C dengan menggunakan elektrolit Na₂SO₄.

Untuk itu dalam penelitian ini dipelajari sel fotovoltaik cair menggunakan elektroda CuO/C dalam elektrolit Na₂SO₄, dengan sel fotovoltaik dalam bentuk tabung dan juga diamati adanya gas hidrogen yang dihasilkan dari proses fotovoltaik tersebut.

II. Metodologi penelitian.

1.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi Bahan yang digunakan yaitu kabel merk *eterna* (sebagai anoda), lem *isarplast*, Na₂SO₄, pensil 2B merek *faber castle* (sebagai katoda), lilin, dan aquabides. Alat- alat yang digunakan: neraca analitis, alat-alat gelas, multitester, dan sel surya yang dirakit.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Penyiapan elektroda

Elektroda yang digunakan yaitu elektroda CuO/C tunggal. Elektroda CuO/C tunggal diperoleh dari kabel standar PLN dengan merk *Eterna*, dan karbon diperoleh dari isi pensil 2B.

Pembuatan elektroda C tunggal, yaitu dengan membuka kulit pensil 2B, sampai bagian karbonnya terbuka semua. Untuk CuO tunggal dibuat dengan cara mengoksidasi Cu melalui proses pembakaran kabel tembaga tersebut. Masing-masing elektroda C dan CuO tunggal dan kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang telah dilubangi bagian bawahnya, kemudian diberi lem pada bagian ujungnya dengan menggunakan lem merk *Isarplas* sampai tidak ada rongga lagi.

2.2.2 Pembuatan tabung sel fotovoltaik

Tabung sel fotovoltaik dibuat dengan menggunakan 2 buah tabung reaksi yang tipis, kemudian bagian ujung tabung tersebut dilubangi dan pada tabung pertama diisi dengan CuO dan yang kedua diisi dengan C kemudian dilem untuk selanjutnya pada bagian tabung juga dilubangi tempat memasukan slang kecil.

2.2.3 Penyiapan larutan elektrolit Na_2SO_4 Larutan Na_2SO_4 0,1 N (BM = 142 g/mol) disiapkan dengan menimbang sebanyak 17,75 gram Na_2SO_4 . Kemudian diencerkan dalam labu ukur 250 mL. Larutan ini kemudian dituangkan ke dalam gelas wadah unit sel. Untuk membuat larutan elektrolit 0,0625; 0,125; 0,25; 0,5 N dilakukan dengan pengenceran larutan induk.

2.2.4 Pengaruh konsentrasi larutan elektrolit Na₂SO₄ terhadap kuat arus dan voltase sel fotovoltaik pasangan elektroda CuO/C

Dituangkan larutan Na_2SO_4 masing – masing dengan konsentrasi 0,0625; 0,125; 0,25; 0,5 N N. Elektroda CuO/C diisi penuh dengan elektrolit Na_2SO_4 kemudian direndam kedalam wadah gelas yang juga berisi

elektrolit Na₂SO₄. Sistem fotovoltaik yang sudah dirangkai kemudian disinari dibawah cahaya matahari dan biarkan stabil ± 5 menit dan diukur besarnya arus dan voltase yang dihasilkan dengan menggunakan alat multitester.

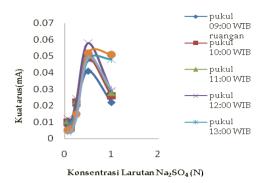
2.2.5 Pembentukan gas hidrogen pada sel fotovoltaik rangkaian tunggal dan paralel pada berbagai konsentrasi dalam waktu yang bersamaan Dituang larutan Na₂SO₄ dengan konsentrasi 0,0625; 0,125; 0,25; 0,5 N dan 0,1 N dalam gelas dan juga kedalam tabung untuk rangkaian tunggal dan konsentrasi 0,5 N untuk rangkaian paralel. Tabung yang berisi elektroda CuO/C kemudian rendam dalam wadah gelas yang berisi elektrolit Na₂SO₄. sinari dibawah cahaya matahari, ukur dan amati arus, voltase dan gelembung gas hidrogen.

2.2.6 Penentuan Daya Kuat Arus dan Voltase Sel Fotovoltaik Pasangan Elektroda CuO/C Tunggal Daya sel fotovoltaik pasangan elektroda CuO/C tunggal ditentukan dengan mencari terlebih dahulu luas permukaan masing – masing elektroda. Kemudian dihitung jumlah energi yang dihasilkan dan dibagi dengan luas permukaan elektroda maka akan didapatkan daya sel fotovoltaik.

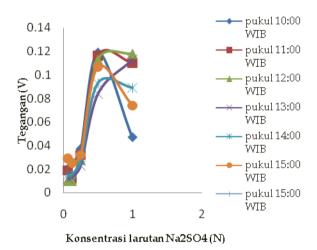
III. Hasil Dan Pembahasan

3.1 Konsentrasi Optimum Larutan Elektrolit Na₂SO₄ Terhadap Kuat Arus dan Tegangan yang Dihasilkan dari pasangan elektroda Cu/C dalam Sel Fotovoltaik

Pada Gambar 1 dan 2 dapat dilihat kuat arus dan tegangan terus meningkat dari konsentrasi yang paling kecil (0.0625N) sampai konsentrasi 0.5N, kemudian kuat arus dan tegangan menurun pada konsentrasi 01N. Hal ini menandakan bahwa konsentrasi larutan elektrolit Na₂SO₄ yang digunakan dalam sel fotovoltaik sangat mempengaruhi kuat arus dan tegangan yang dihasilkan.



Gambar 1. Pengaruh kosentrasi larutan elektrolit Na₂SO₄ terhadap arus

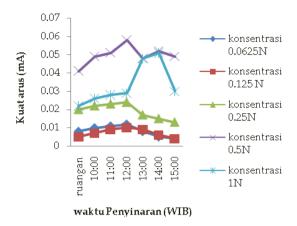


Gambar 2. Pengaruh kosentrasi larutan elektrolit Na₂SO₄ terhadap tegangan

Pada konsentrasi 1N larutan elektrolit Na₂SO₄ lebih pekat sehingga pergerakan elektrolit (ion-ionnya) menjadi lebih lambat sehingga dihasilkan arus dan tegangan pada 1N yang relatif rendah.

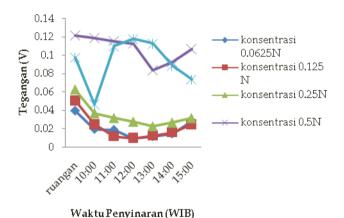
3.2 Pengaruh Variasi Waktu Pengukuran Terhadap Kuat Arus dan Voltase Sel Fotovoltaik Pasangan Elektroda CuO/C dalam larutan elektrolit Na₂SO₄

Grafik variasi waktu pengukuran terhadap kuat arus dan tegangan dapat dilihat seperti pada Gambar 3 dan 4 yang menunjukkan bahwa waktu (pengukuran) dapat mempengaruhi besarnya kuat arus yang dihasilkan oleh suatu sel fotovoltaik. Besarnya arus yang dihasilkan dipengaruhi dari besarnya intensitas cahaya matahari pada waktu itu dan juga umur dari sel surya.



Gambar 3. Pengaruh waktu larutan elektrolit Na₂SO₄ terhadap arus.

Arus juga dipengaruhi oleh panjang gelombang cahaya (energi cahaya), jika panjang gelombang cahaya pendek maka semakin besar energi fotonnya serta semakin besar terjadinya eksitasi elektron ke pita konduksi dan semakin besar arus yang dihasilkan (Elfi Rahmi, 2012).



Gambar 4. Pengaruh waktu larutan elektrolit Na₂SO₄ terhadap tegangan.

Gambar 4 menunjukkan bahwa waktu (pengukuran) dapat mempengaruhi besarnya tegangan yang dihasilkan oleh suatu sel fotovoltaik.

Tegangan dalam sel fotovoltaik ini dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya dipengaruhi oleh temperatur. Sel fotovoltaik dapat beroperasi secara maksimal saat temperatur sel fotovoltaik normal yaitu pada suhu 25°C. Kenaikan temperatur ke yang lebih

tinggi dari temperatur normal akan menurunkan tegangan. Terlihat dari Gambar 4 dimana nilai tegangan yang dihasilkan pada kondisi tanpa penyinaran (dalam ruangan) relatif lebih tinggi dari pada tegangan yang dihasilkan dengan adanya penyinaran, dengan semakin rendahnya temperatur di sore hari tegangan akan naik kembali, namun sebaliknya arus akan menurun.

3.3 Pembentukan gas hidrogen pada sel fotovoltaik rangkaian paralel dan rangkaian tunggal secara visual

Untuk melihat pengaruh rangkaian paralel dan rangkaian tunggal sel fotovoltaik terhadap pembentukan gas hidrogen maka terlebih dahulu akan dilihat pengaruh rangkaian terhadap arus dan voltase yang dihasilkan seperti yang terlihat pada gambar 5 dan 6.



Gambar 5. Hubungan kuat arus vs waktu penyinaran sel fotovoltaik rangkaian paralel

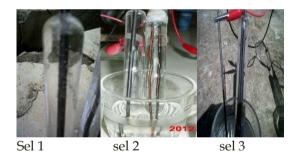
Pada Gambar 5 dan 6 menunjukan bahwa arus yang dihasilkan bertambah dua kali lebih besar sedangkan pada tegangan yang dihasilkan tetap. Berdasarkan teori yang ada semakin besar arus, maka gas hidrogen yang diperoleh semakin banyak, akan tetapi dari pengamatan terlihat gelembung gas hidrogen yang terbentuk relatif lebih sedikit, dan terdapat pada seluruh tabung sel fotovoltaik rangkain paralel (Gambar 7).



Gambar 6. Hubungan tegangan vs waktu penyinaran pada sel fotovoltaik rangkaian peralel



Gambar 7. Sel fotovoltaik rangkaian paralel untuk menghasilkan gas hidrogen



Gambar 8. Masing-masing sel sel fotovoltaik yang di rangkai secara paralel.

Sedangkan pada rangkaian tunggal terlihat gas hidrogen yang dihasilkan relatif lebih banyak dari rangkaian paralel sedangkan arusnya lebih kecil, hal ini di tunjukan pada Gambar 9.



Gambar 9. Pembentukan gelembung gas hidrogen selama penyinaran pada sel tunggal selama 6 jam

Menurut Kastono (2009) semakin besar voltase yang digunakan atau diterapkan semakin banyak pula gas hidrogen yang dihasilkan, semakin besar ukuran ion (menurunya jari-jari hidrat ion) elektrolit semakin besar pula gas hidrogen yang dihasilkan.











0,5 N

1N

Gambar 10. Pembentukan gas hidrogen selama penyinaran pada berbagai konsentrasi dari larutan elektrolit Na₂SO₄.

Pengamatan gas hidrogen secara visual juga dilakukan pada berbagai konsentrasi Na₂SO₄. Dari pengamatan terlihat bahwa gelembung gas hidrogen lebih banyak di hasilkan pada konsentrasi Na₅O₄ lebih kecil yaitu 0.0625N dan sebaliknya pada konsentrasi lebih besar

yaitu pada 1N dihasilkan gas hidrogen lebih rendah. Seperti pada Gambar 10.

3.4 Penentuan Daya Sel Fotovoltaik Pasangan Elektroda CuO/C

Daya sel fotovoltaik pasangan elektroda CuO/C ditentukan dengan mencari luas permukaan elektrodanya. Kemudian dihitung jumlah energi yang dihasilkan dan dibagi dengan luas permukaan (Tabel 1)

Tabel 1: Daya sel fotovoltaik (Na₂SO₄0.5N)

WAKTU	KUAT	TEGANGAN	DAYA
(WIB)	ARUS		
RUANGAN	0.041	0.122	6.247×10 ⁻⁴ watt/cm ²
10:00	0.049	0.119	7.282×10 ⁻⁴ watt/cm ²
11:00	0.051	0.116	7.388×10 ⁻⁴ watt/cm ²
12:00	0.058	0.113	8.185×10 ⁻⁴ watt/cm ²
13:00	0.048	0.084	5.035×10 ⁻⁴ watt/cm ²
14:00	0.052	0.093	6.039×10 ⁻⁴ watt/cm ²
15:00	0.049	0.107	6.548×10 ⁻⁴ watt/cm ²

Dari Tabel 1, Daya tertinggi didapatkan pada saat pukul 12.00 WIB. Nilai ini akan dipengaruhi oleh intensitas sinar matahari yang mengenai pasangan elektoda dan juga dipengaruhi elektroda itu sendiri.

Dari penelitian yang dilakukan didapatkan daya tertinggi waktu sel fotovoltaik sama dengan waktu optimum pada pukul 12.00 WIB dengan intensitas cahaya matahari yang lebih tinggi yaitu didapatkan daya nya sebesar 8.185×10^4 Watt/cm², sedangkan daya ratarata adalah sebesar 6.675×10^4 Watt/cm².

IV. Kesimpulan

Elektroda pasangan CuO/C dapat digunakan dalam sel fotovoltaik cair. Konsentrasi larutan elektrolit Na₂SO₄ berbanding lurus dengan kuat arus dan berbanding terbalik dengan tegangan dan mencapai optimum pada konsentrasi 0,5N. Variasi Waktu penyinaran sangat mempengaruhi kuat arus tegangan, (semakin baik keadaan cuaca) maka kuat arus semakin besar optimum adalah pada jam 12:00 WIB, sedangkan pengaruh waktu terhadap tegangan semakin siang tegangan semakin kecil.Pembentukan gas hidrogen pada sel fotovoltaik rangkaian paralel lebih sedikit dibandingkan dengan pembentukan gas hidrogen rangkaian tunggal akan tetapi pada sel fotovoltaik rangkaian paralel terlihat gelembung pada tiap-tiap sel. Daya tertinggi didapatkan pada saat pukul 12.00 WIB sebesar 8.185×10⁻⁴ Watt/cm², sedangkan daya rata-rata adalah sebesar 6.675×10⁻⁴ Watt/cm².

V. Ucapan terima kasih

Kami berterimakasih kepada analis Laboratorium Fotokimia dan Elektrokimia Jurusan Kimia FMIPA Unand.

Referensi

- 1. Safana, S., **2010**, Energi Panas Surya Dipanaskan, *ITB*, Bandung
- 2. McGehee, M. D., **2006**, Ordered Bulk Heterojunction Photovoltaic Cells, *Materials Science and Engineering*.
- 3. Riana, M., **2011**. Fotovoltaik Pasangan Cuo/Cu Dan Cuo/Stainless Steel Dalam Bentuk Tunggal Dan Serabut Melalui

- Metoda Pembakaran Dengan Elektrolit Na₂SO₄, *Universitas Andalas*. Padang
- Firahayu, M., 2011. Sel Fotovoltaik Pasangan Cuo/Cu Dan Cuo/Stainless Steel Dalam Bentuk Tunggal Dan Serabut Dengan Elektrolit NaCl, *Universitas Andalas*, Padang
- Richardson., H. W., 2007. Copper Compounds in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Wiley-VCH. Weinheim.
- Rahmi, E., 2012. Penggunaan Elektroda Karbon dan Semikonduktor CuO dalam Sel Fotovoltaik Berbentuk Plat yang Dipasang Secara Paralel dalam Larutan Elektrolit Na₂SO₄. Universitas Andalas. Padang
- 7. Kastono, **2009**, The Influence Of Electrolyte Ion Size To The Hydrogen Gas Production On The Electrolysis Of Salt Chloride Solution. *Chemistry Teaching*. Bandung.

PENENTUAN KONDISI OPTIMUM AKTIFITAS KATALITIK Fe(II)-ASETONITRIL YANG DIAMOBILISASI PADA SILIKA MODIFIKASI DALAM REAKSI TRANSESTERIFIKASI

Indah Delia, Admi, dan Syukri

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: syukri.darajat@yahoo.com
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Catalytic process, especially in heterogeneous phase, is a very important phenomenon in modern industries. The use of heterogen catalyst or solid catalyst has been widely used in chemical conversion, fuel, and pollutan removal. This work was carried out to determine the optimum condition for catalytic activity of Fe(II)-acetonitril catalyst immobilized on silica modification by several parameters including catalyst concentration, stirring rate, and reaction time in transesterification reaction of frying oil. Characterization of modified silica and immobilized catalyst have been examined by Fourier Transformation Infra Red (FTIR), Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS), and Nano Lazer Particle Size Analyzer (NL-PSA). To measure the formation of methyl ester (biodiesel), Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) was used. NL-PSA analysis showed that the size of grafted catalyst particles were smaller than that of modified and parent silica as well. The optimum condition of the grafted catalyst in such reaction were 0,5 weigth % of the catalyst, stirring rate 200 rpm and reaction time 120 minutes.

Keywords: immobilization, catalyst, transesterification reaction, methyl ester

1. Pendahuluan

Proses katalisis merupakan suatu fenomena yang sangat penting dalam perekonomian berbasis industri modern. Tanpa proses ini kehidupan sekarang akan berbeda dengan kenyataan yang terlihat disekitar kita. Katalis dapat menurunkan energi aktivasi reaksi dan meningkatkan laju reaksi melalui peningkatan konstanta laju. Oleh karena itu, katalis sangat penting dalam industri kimia, penanganan gas buang dan reaksi kimia lain. Walaupun esensi katalis secara kimia agak kabur, aspek praktis katalis telah berkembang berbasiskan akumulasi pengetahuan empiris.(1) Sintesis katalis baik organik maupun anorganik perlu dikembangkan dan dimodifikasi, sehingga kegunaannya dapat ditingkatkan dan efek terhadap lingkungan samping diminimalisir.(1)

Minyak bumi merupakan sumber energi yang tidak dapat diperbaharui, sehingga semakin lama persediaannya akan semakin berkurang. Oleh karena itu, usaha untuk mencari sumber energi alternatif yang dapat diperbaharui (renewable) sangat diperlukan untuk mendukung aktifitas manusia dan dunia industri. Salah satu sumber energi alternatif yang saat ini banyak dikembangkan adalah fatty acid methyl ester (FAME) yang lazim dikenal dengan nama biodisel. Menurut Hambali,et al.(2006), bila dibandingkan dengan bahan bakar solar, biodisel bersifat lebih ramah lingkungan karena menghasilkan emisi gas buang yang jauh lebih baik yaitu bebas sulfur dan angka setana (cetane number) lebih tinggi dari 60 sehingga efisiensi pembakaran lebih baik, dapat diperbaharui (renewable), dapat terurai (biodegradable), mampu mengeliminasi efek rumah kaca dan

kontinuitas ketersediaan bahan baku yang terjamin. (2)

Siti Miskah dkk, (2008) melakukan pembuatan metil ester dengan katalis basa NaOH. Dari hasil penelitian didapatkan metil ester sebanyak 66,67% sedangakan Suirta, dkk (2009) menggunakan katalis asam yaitu H2SO4 dan didapatkan perolehan metil ester 78,5% akan tetapi berat jenis dari metil ester (biodisel) yang dihasilkan cukup tinggi sehingga biodisel tersebut tidak baik digunakan untuk mesin disel karena akan meningkatkan kehausan mesin, emisi dan menyebabkan kerusakan pada mesin.

Saat ini penggunaan katalis heterogen untuk aplikasi lebih diminati dibandingkan katalis homogen karena sifat dari katalis heterogen mudah dipisahkan dari produknya, sehingga bisa dipakai berulang-ulang. Katalis ini lebih stabil dan lebih ramah terhadap lingkungan. (3) Penggunaan katalis heterogen atau katalis catalyst) padatan (solid telah banyak digunakan dalam konversi bahan kimia, fuels dan polutan. Banyak diantaranya berbentuk padatan baik dalam bentuk unsur ataupun senyawa.

Syukri dkk telah berhasil melakukan suatu modifikasi silika dengan basa Bronsted dimetil aniline dan asam Lewis organoboron.(4) Dalam penelitian ini, dimetil anilin diganti dengan anilin dan organoboron diganti dengan aluminium klorida. Gusliani Eka Putri telah berhasil melakukan proses amobilisasi kompleks besi(II) dengan ligan pelarut asetonitril dan air pada silika yang dimodifikasi dengan anilin (C₆H₅NH₂) dan aluminium klorida (AlCl₃) dengan metoda langsung. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan studi lanjutan yaitu akan penentuan kondisi optimum aktifitas katalitik besi (II)-asetonitril yang diamobilisasi pada silika modifikasi yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak menghasilkan biodisel (metil ester) sebagai sumber energi alternatif.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi Bahan yang digunakan adalah silika gel (SiO₂) (Merck), anilin ($C_6H_5NH_2$) (Merck), aluminium klorida heksahidrat (AlCl₃.6H₂O), besi(II) heptahidrat (FeSO₄.7H₂O) (Merck), asetonitril (CH₃CN) 95% (Merck), toluen ($C_6H_5CH_3$) 95% (Merck) , metanol destilasi (CH₃OH), minyak goreng "Tropical" , dan aquades.

Peralatan yang digunakan adalah erlenmeyer, gelas piala, corong buchner, corong pisah, gelas ukur, pipet tetes, corong, labu refluk. Instrument yang digunakan adalah AAS (Younglin AAS 8020 Atomic Absorption Spectrophotometer), Fourier Transformation Infra-Red (FT-IR) (Jascn FT IR 460 plus), Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS) (QP 2010 S Shimadzu), Nano Lazer Particle Size Analyzer (NL-PSA) (Fritszh Analysette 22 Wet Dispersion Unit, NanoTech Plus)

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1. Sintesis Katalis Teramobilisasi

Silika gel dipanaskan pada suhu 200 °C selama 1 jam untuk proses aktivasi. Kemudian silika gel teraktivasi tersebut dicampurkan dengan 2,2 mL larutan anilin (dalam 50 mL toluen) dengan rasio molar anilin : >Si-OH = 1,2 :1. Campuran distirer selama 24 jam sampai didapatkan suspensi. Lalu ditambahkan 3,2 g aluminium klorida (AlCl₃) anhidrat ke dalam suspensi dengan perbandingan molar AlCl₃:>Si-OH = 1,2:1, dan dilanjutkan dengan proses stirring selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk kemudian disaring dengan corong Buchner dengan bantuan pompa vakum, dicuci dengan toluen, dan disimpan dalam desikator. Support (media katalis yang akan diamobilisasi) ini diberi nama SiO-AlCl₃.

SiO-AlCl₃ direaksikan dengan 50 mL larutan asetonitril (CH₃CN) dan 3,6 g FeSO₄ anhidrat dengan perbandingan molar FeSO₄: >Si-OH = 1,2 :1. Campuran distirer selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk dicuci dengan asetonitril (CH₃CN) dan disimpan dalam desikator. Katalis yang terbentuk adalah SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆

2.2.2. Karakterisasi Katalis

2.2.2.1. Karakterisasi Katalis Teramobilisasi

Untuk menentukan kandungan logam (metal loading) Fe pada katalis yang teramobilisasi dikarakterisasi dengan AAS. Ikatan yang terjadi antara gugus silanol permukaan dari silika serta keberadaan kation kompleks diidentifikasi menggunakan FT-IR. Ukuran partikel dari katalis yang sudah diamobilisasi tersebut di karakterisasi dengan menggunakan alat Nano Lazer Particle Size Analyzer (NL-PSA) (Fritszh Analysette 22 Wet Dispersion Unit, NanoTech Plus).

2.2.2.2. Uji Leaching

Untuk menguji kestabilan katalis teramobilisasi, 0,5 SiO-AlCl₃maka g Fe(CH₃CN)₆ dilarutkan dalam 15 mL asetonitril dan distirer selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk disaring sehingga didapatkan filtrat dan endapan. Kadar Fe yang terdapat pada filtrat ditentukan dengan menggunakan AAS.

2.2.3. Optimalisasi Aktifitas Katalitik Katalis Teramobilisasi

Untuk menentukan kondisi optimum aktifitas katalitik dari katalis SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆ maka dilakukan dengan 3 parameter yaitu: konsentrasi katalis terhadap minyak, kecepatan pengadukan, dan lamanya pengadukan.

2.2.3.1. Pengaruh Konsentrasi Katalis Teramobilisasi

Variasi konsentrasi katalis terhadap minyak (b/b) dalam pembuatan biodisel dilakukan pada konsentrasi 0,25%, 0,5 %, 0,75 %, 1 %, 1,25 % (b/b). Sesuai variasi konsentrasi katalis, amobilat ditambahkan 5 mL metanol dan 10,649 g minyak goreng kemudian distirer selama 3 jam pada suhu 60°C. Kemudian dimasukan kedalam corong pisah. Hasil yang terbentuk terdiri dari dua lapisan, lapisan atas adalah biodisel dan lapisan bawah adalah gliserol. Biodisel yang telah terpisah dianalisis dengan GC-MS.

2.2.3.2. Kecepatan Pengadukan

Setelah didapatkan hasil analisis dari GC-MS maka dapat diketahui optimum dari konsentrasi katalis. Kondisi optimum dari konsentrasi katalis inilah yang digunakan selanjutnya pada kecepatan pengadukan. Kecepatan pengadukan dalam proses reaksi transesterifikasi dilakukan dengan variasi kecepatan 100 rpm, 200 rpm, 300 rpm, 400 rpm, dan 500 rpm. 0,5 % katalis ditambah 5 mL metanol lalu ditambahkan 10,649 gram minyak goreng, dan dilanjutkan dengan pengadukan selama 3 jam pada temperatur 60 °C. Kemudian dimasukkan kedalam corong pisah. Hasil yang terbentuk terdiri dari dua lapisan, lapisan atas adalah biodisel dan lapisan bawah adalah gliserol. Biodisel yang telah terpisah dianalisis dengan GC-MS.

2.2.3.3. Lama Pengadukan

Variasi lama pengadukan dalam proses reaksi transesterifikasi dengan katalis teramobilisasi ini dengan variasi waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, dan 5 jam. 0,5 % katalis ditambah 5 mL metanol lalu ditambahkan 10,649 gram minyak pada kecepatan 200 rpm selama variasi waktu diatas pada temperatur 60 °C. Kemudian dimasukkan kedalam corong pisah. Hasil yang terbentuk terdiri dari dua lapisan, lapisan atas adalah biodisel dan lapisan bawah adalah gliserol. Biodisel yang telah terpisah dianalisis dengan GC-MS.

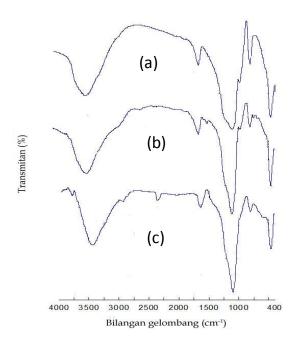
III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Analisis Katalis Teramobilisasi dengan Fourier Transformation Infra Red (FTIR)

FTIR digunakan untuk mengidentifikasi material, menentukan komposisi dari campuran, dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul. Karakterisasi FTIR dari sintesis katalis Fe(II) asetonitril yang di amobilisasi pada silika modifikasi diukur pada daerah serapan 400–3750 cm⁻¹.

Spektra dari silika murni (Gambar 1.a) memperlihatkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3496 cm⁻¹ dan 799 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus Si-OH dari silanol.⁽⁵⁾ Pita serapan pada bilangan gelombang 1640 cm⁻¹ mengindikasikan adanya gugus O-H dari air hidrat. Kemudian pita serapan pada bilangan gelombang 1091 cm⁻¹ merupakan serapan spesifik yang mengindikasikan gugus Si-O-Si.

Spektra FTIR dari silika modifikasi (Gambar 1.b) memperlihatkan keberhasilan modifikasi dari silika yang ditandai dengan adanya pergeseran pita serapan dan munculnya pita serapan yang baru. Pita serapan yang bergeser yaitu pada bilangan gelombang 3496 cm-1 ke 3459 cm-1 untuk gugus Si-OH dan untuk gugus Si-O-Si dari bilangan gelombang 1091 cm⁻¹ ke 1095 cm-1. Pita serapan yang muncul yaitu pada bilangan gelombang 1499 cm⁻¹ yang mengindikasikan adanya gugus C-N stretching aromatis dari molekul anilin. Hal ini menunjukkan bahwa silika modifikasi berhasil di sintesis karena jika dibandingkan dengan spektrum silika induk, maka pita serapan pada daerah ini tidak ada. Bisa diasumsikan bahwa anilin berhasil bertindak basa Bronsted Lowry mengaktifkan permukaan silanol pada silika modifikasi.



Gambar 1. Spektrum FTIR (a) Silika Murni (b) Silika Modifikasi (c) SiO-AlCl $_3$ -Fe(CH $_3$ CN) $_6$

Selain itu, keberhasilan dari silika modifikasi ini diperkuat dengan munculnya pita serapan pada bilangan gelombang 740 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus –NH₂ wagging dari anilin. Hal ini berarti anilin tidak terikat

secara kimiawi pada silika modifikasi, namun hanya sebatas interaksi fisika yang lemah. Anilin hanya berfungsi sebagai penarik proton (basa Bronsted) yang mana jika terjadi interaksi secara kimia, maka akan mengganggu proses masuknya asam lewis pada *support* silika.

Gambar 1.c. memperlihatkan spektra dari katalis SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆. Keberhasilan dari proses amobilisasi ditandai dengan terjadinya pergeseran pita serapan, munculnya pita serapan baru, dan hilangnya pita serapan yang lama. Pita serapan yang mengalami pergeseran vaitu untuk gugus Si-OH stretching dari bilangan gelombang 3459 cm-1 ke 3436 cm-1 dan untuk gugus Si-O-Si dari bilangan gelombang 1095 cm⁻¹ ke 1093 cm-1. Munculnya pita serapan baru pada gelombang bilangan 2352 cm-1 mengindikasikan adanya gugus C-N dari asetonitril. Selain itu, ditandai juga dengan hilangnya pita serapan gugus C-N aromatik stretching pada bilangan gelombang 1499 cm-1 dan pada 740 cm-1 untuk gugus -NH2 wagging dari anilin.

3.2. Analisis Uji Leaching dengan AAS (Atomic Absorption Spectrophotometry)

Karakterisasi dengan AAS bertujuan untuk menentukan kandungan Fe dalam amobilat. Banyaknya kandungan logam yang terikat dengan support silika disebut dengan metal loading. Leaching merupakan proses lepasnya ion logam ke pelarut. Tujuan dari proses leaching adalah untuk melihat kestabilan dari atom pusat logam Fe untuk bertahan dalam kompleknya. Semakin sedikit ion logam yang lepas ke pelarut, maka semakin stabil komplek tersebut teramobilisasi pada support silika. Nilai leaching dan metal loading dapat dilihat pada Tabel I.

Tabel 1. Nilai *Metal Loading* dan *Leaching* dari amobilat

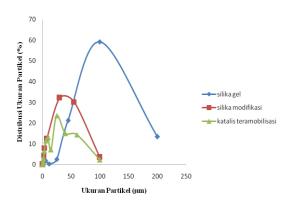
Amobilat	Metal loading (%)	Leaching (%)
Amobilat SiO-AlCl ₃ -Fe(CH ₃ CN) ₆	5,8	1,7

Berdasarkan data di atas nilai *metal loading* dari SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆ yaitu 5,8 % yang berarti hanya sedikit logam Fe yang terikat

dengan support silika. Dan ternyata nilai *leaching* yang diperoleh dari amobilat sebesar 1,7%. Hal ini berarti amobilat cukup stabil terhadap terjadinya *leaching* komplek Fe(II) ke pelarut karena nilainya kecil dari 10%.

3.3. Analisis Distribusi Ukuran Partikel dengan Nano Lazer Particle Size Analyzer (NL-PSA)

Karakterisasi dengan *Nano Lazer Particle Size Analyzer* (NL-PSA) bertujuan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel dari Silika gel, silika modifikasi dan katalis SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆ seperti yang terlihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik distribusi ukuran partikel dari silika gel, silika modifikasi dan katalis SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆

Ukuran partikel dari silika gel terletak pada rentang 0,1 – 200 µm yang mana ukuran dominannya adalah 100 µm dengan distribusi ukuran partikel adalah 59,2 %. Ukuran partikel dari silika modifikasi terletak pada rentang 0,1 - 100 µm yang ukuran dominannya adalah 30 µm dengan distribusi ukuran partikel sebesar 32,2 %. Dari pemaparan di atas terlihat bahwa ukuran partikel dari silika modifikasi lebih kecil dibandingkan silika gel. Hal ini dikarenakan adanya penambahan modifier (AlCl₃) yang menyebabkan terjadinya gaya tolakan antara aluminium klorida pada permukaan silika sehingga partikel tersebut terpecah yang mengakibatkan ukuran partikel mengecil.

Ukuran partikel untuk katalis SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆ terletak pada rentang 0,5-100 μm yang mana ukuran dominannya adalah 25 µm dengan distribusi ukuran partikel sebesar 23,6 %. Ukuran partikel dari katalis lebih kecil dibandingkan silika modifikasi maupun silika gel. Hal ini dikarenakan oleh adanya interaksi gaya tolakan yang terjadi antara senyawa komplek pada permukaan support silika modifikasi sehingga dapat memecah partikel. Semakin kecilnya ukuran partikel dari katalis maka semakin besar luas permukaan spesifiknya sehingga mempengaruhi kecepatan reaksi. Oleh karena itu katalis dengan ukuran partikel yang kecil akan sangat menguntungkan jika digunakan dalam suatu reaksi untuk menghasilkan produk baru.

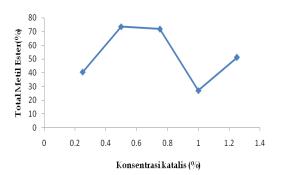
3.4. Analisis Aktifitas Katalitik Katalis Teramobilisasi dengan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

Penentuan kondisi optimum aktifitas katalitik SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆ pada katalis reaksi transesterifikasi menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS). Identifikasi dengan GC-MS dilakukan untuk meyakinkan bahwa hasil sintesis yang diperoleh merupakan senyawa metil ester. Jumlah senyawa yang terdapat dalam sampel yang dikarakterisasi ditunjukkan oleh jumlah pita absorpsi (peak) pada kromatogram, sedangkan nama/jenis senyawa yang ada diinterpretasikan berdasarkan data spektra dari setiap pita absorpsi tersebut dengan menggunakan metode pendekatan pustaka pada database GC-MS.(6)

Metil ester yang diperoleh merupakan reaksi antara minyak goreng dan methanol serta SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆. katalis Metanol berfungsi sebagai pelarut dan reaktan, dimana menyediakan spesies metoksida, sedangkan minyak goreng disini berfungsi sebagai substrat atau trigliserida. Metanol digunakan sebagai karena sifatnya reaktan lebih reaktif dibandingkan alkohol lainnya, misalnya etanol. Selain itu metanol juga bersifat polar yang akan lebih cepat bereaksi dengan katalis, sehingga aktifasi ion metoksida lebih cepat terjadi dan produk metil ester lebih cepat terbentuk.

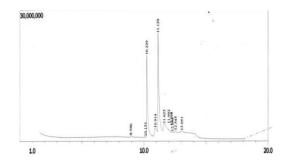
3.4.1. Pengaruh Konsentrasi Katalis Teramobilisasi

Berdasarkan variasi konsentrasi katalis yang dilakukan yaitu 0,25%; 0,5 %; 0,75%; 1%; 1,25 % dengan kondisi kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu 60°C selama 180 menit diperoleh hasil GC-MS yang disajikan dalam bentuk grafik sebagai berikut:



Gambar 3. Grafik hubungan antara konsentrasi katalis (%) dengan total metil ester (%) pada kondisi kecepatan pengadukan 300 rpm selama 180 menit.

Dari gambar 3 dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi juga total metil ester vang diperoleh. Tetapi pada konsentrasi katalis 0,75 % mengalami total metil Hal penurunan ester. dikarenakan kecepatan desorpsi lebih cepat dibandingkan adsorpsi dari raktan dan substrat sehingga menghasilkan metil ester yang lebih sedikit. Oleh karena konsentrasi optimum dari katalis dalam mengkonversi trigliserida menjadi metil ester yaitu pada 0,5 % dengan total metil ester sebesar 73,53 %. Pada konsentrasi inilah mekanisme katalis heterogen yang meliputi proses adsorpsi dan desorpsi mencapai kondisi optimalnya.

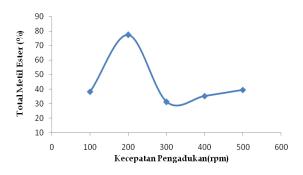


Gambar 4. Kromatogram metil ester pada konsentrasi katalis 0,5%

Kecepatan desorpsi dari reaktan dan substrat akan mempengaruhi jumlah metil ester yang dihasilkan. Jika antara kecepatan adsorpsi dengan desorpsi tidak sebanding, maka jumlah metil ester yang dihasilkan akan lebih sedikit. (23) Pada konsentrasi 0,5 % ini menghasilkan dua jenis metil ester yaitu metil palmitat (29,71%) dan metil oleat (43,82%) (Gambar 4).

3.4.2. Kecepatan Pengadukan

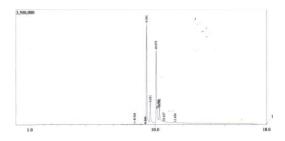
Penentuan kondisi optimum dengan variasi kecepatan pengadukan yaitu pada 100 rpm, 200 rpm, 300 rpm, 400 rpm, dan 500 rpm dilakukan pada kondisi konsentrasi optimum katalis yang digunakan adalah 0,5% pada suhu 60°C selama 180 menit. Berdasarkan hal di atas, diperoleh hasil GC-MS yang disajikan dalam bentuk grafik sebagai berikut:



Gambar 5. Grafik hubungan antara kecepatan pengadukan (rpm) dengan total metil ester (%) pada kondisi konsentrasi katalis 0,5% selama 180 menit.

Dari gambar 5 dapat dilihat bahwa dari titik pengadukan 100 rpm ke 200 rpm mengalami kenaikan yang signifikan. Kemudian kecepatan 200 rpm ke 300 rpm mengalami penurunan yang signifikan. Oleh sebab itu, kecepatan pengadukan pada 200 rpm kondisi optimum merupakan dari pembentukkan metil ester yang menghasilkan 77,47% metil ester. Hal ini dikarenakan substrat dapat mengikat reaktan lebih lama, sehingga substrat tersebut terkonversi menjadi metil ester dalam jumlah yang banyak.

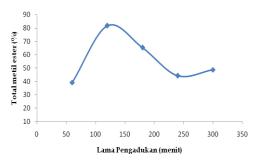
pengadukan Semakin kecepatan cepat semakin tidak efisien dalam menghasilkan metil ester karena kecepatan desorpsi dari reaktannya lebih substrat dan dibandingkan kecepatan adsorpsi sehingga subtrat mengikat reaktan relatif sebentar. Oleh karena itu subtrat yang terkonversi menjadi metil ester tersebut lebih sedikit. pada Sesuai hasil GC-MS, kecepatan yaitu pengadukan optimum 200 rpm menghasilkan tiga jenis metil ester yaitu metil miristat (1,34%), metil palmitat (33,08%), dan metil oleat (43,05%) (Gambar 6).



Gambar 6. Kromatogram metil ester pada kecepatan pengadukan 200 rpm

3.4.3. Lama Pengadukan

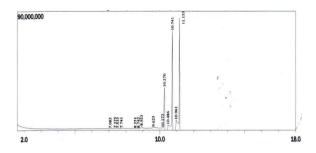
Penentuan kondisi optimum dengan variasi lama pengadukan yaitu pada 60 menit, 120 menit, 180 menit, 240 menit, dan 300 menit dilakukan pada kondisi konsentrasi optimum katalis 0,5% dan kecepatan pengadukan optimum 200 rpm pada suhu 60°C. Berdasarkan hal di atas, diperoleh hasil GC-MS yang disajikan dalam bentuk grafik sebagai berikut:



Gambar 7. Grafik hubungan antara lama pengadukan (menit) dengan total metil ester (%) pada kondisi konsentrasi katalis 0,5% dengan kecepatan pengadukan 200 rpm.

Berdasarkan teori semakin lama waktu reaksi, maka kemungkinan kontak antar zat semakin besar sehingga akan menghasilkan konversi yang besar. Jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak memperbesar hasil. Dari hasil diatas pada lama pengadukan 120 menit telah mencapai kesetimbangan reaksi sehingga dalam waktu yang lebih lama dari pada 120 menit tidak akan menguntungkan dalam menghasilkan metil ester karena reaksi transesterifikasi bersifat reversible (bolak-Apabila telah tercapainya kesetimbangan, reaksi akan bergeser kekiri dan akan menghasilkan produk yang lebih

Pada lama pengadukan 120 menit inilah yang merupakan kondisi optimum dari katalis dalam halnya membantu reaksi antara substrat dengan reaktan terkonversi menjadi metil ester. Sampel metil ester (biodisel) pekat supaya bisa dianalisis dengan GC-MS terlebih dahulu dilakukan pengenceran sebanyak 2 Sesuai hasil GC-MS, pada lama pengadukan 120 menit menghasilkan 4 jenis metil ester yaitu metil palmitat (15,92%), metil petroselinat (22,95%), metil oleat (0,81%), dan metil miristat (1,18%) dengan total metil ester (Gambar 8). Karena diencerkan sebanyak 2 kali maka total metil ester yang sebenarnya pada sampel adalah 81,72%.



Gambar 8. Kromatogram metil ester pada lama pengadukan 120 menit

IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan yaitu penentuan kondisi optimum aktifitas katalitik katalis SiO-AlCl₃-Fe(CH₃CN)₆ dalam reaksi transesterifikasi menghasilkan metil ester yang lebih banyak dengan 3 parameter dapat disimpulkan bahwa konsentrasi katalis optimum pada 0,5 % dengan kecepatan pengadukan optimum pada 200 rpm dan lama pengadukan optimum pada 120 menit.

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada analis laboratorium Kimia Material Universitas Andalas. Dan seluruh pihak terkait.

Referensi

- Santen. R. A., J. A. Moulijn, van Leeuwen Piet W. N, B. A. Averill, 1999, Catalysis: An Integrated Approach, 2nd Ed., Elsevier Science & Technology Books.
- Taharuddin, Marhauser Tua, Novalin Silalahi, 2010, Cordierite Sebagai Katalis Heterogen pada Metanolisis Minyak Kelapa (Coconut Oil), Seminar Rekayasa dan Proses, Universitas Diponegoro, Hal A-11-1 – A-11-7.
- 3. Yanna Syamsuddin, Husni Husin, **2010**, Pembuatan Katalis Padat Zro2/Al2o3 Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Jarak, Jurnal Rekayasa Kimia Dan Lingkungan Vol. 7, No. 3, Hal. 112-117
- 4. Syukri, C. E. Fischer, A. I. Al-Hmaideen, Yang Li, Ying Zheng, F. E. Kühn, **2008**.

- Modified MCM-41-Supported Acetonitrile Ligated Copper(II) and its Catalytic Activity in Cyclopropanation of Olefins, *Microporous and Mesoporous Materials*, 113.p. 171.
- Stuart, B., 2004, Infrared Spectroscopy: Fundamental and Applications, John Willey & Sons, Ltd;
- 6. Hendayana, S., **1994**, Kimia Pemisahan Metoda Kromatografi dan Elektroforesis Modern, PT Remaja Rosdakarya, Bandung.

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT YANG BERBAHAN DASAR KITOSAN, SILIKA, DAN CaCO₃

Septya Rhozalya Nabilah, Syukri Arief, dan Zulhadjri

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: syukriarief@yahoo.com Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Synthesis and characterization of composite membranes using the precursor of khitosan, silica, and calcium carbonate (CaCO₃) have been carried out. Visual observations indicated that at pH 7 the formation of membrane depends on khitosan and calcium carbonate composition. FTIR analysis confirm the availability of absorption of -OH at 3400 cm⁻¹, amine at 1600 cm-1and Si-O-Si at 1080 cm⁻¹. Futhermore, the existence of carbonate have been detected from XRD pattern where their crystal size increase due to the addition of more calcium content..

Keywords: composite membranes, khitosan, silica, calcium carbonate

I. Pendahuluan

Teknologi membran telah berkembang dengan pesat dalam beberapa dekade ini. Teknologi membran memiliki berbagai keunggulan baik secara teknik maupun ekonomi, sehingga sering kali digunakan proses-proses pemisahan, dalam pemurnian, ataupun yang lainnya.1 Membran berfungsi sebagai penghalang (Barrier) tipis yang sangat selektif diantara dua fasa, hanya dapat melewatkan komponen tertentu, menahan dan komponen lain dari suatu aliran fluida yang dilewatkan melalui membran.²

Membran memiliki keunggulan apabila dibandingkan dengan pengolahan secara konvensional lainnya, antara lain: memerlukan energi yang lebih rendah untuk operasi dan pemeliharaan, peralatannya modular, dan tidak butuh kondisi ekstrim (temperature dan pH).2 Bahan untuk pembuatan membran dapat dibedakan menjadi tiga jenis, yaitu: polimer sintetis seperti: karet, silikon, poliamida, dan polisulfon, produk alam termodifikasi seperti: kitosan, dan bahan-bahan lain

seperti: bahan anorganik, keramik, gelas, dan zeolit.

Kitosan merupakan produk deasetilasi dari kitin, kitin merupakan biopolimer kedua yang paling stabil setelah selulosa. Kitin dan kitosan banyak digunakan sebagai bahan baku dalam berbagai bidang seperti: industri makanan, tekstil, pabrik kertas, agrikultur, dan kesehatan. Dalam beberapa dekade terakhir, kitosan banyak digunakan sebagai membran karena sifat hidrofilisitas, non-toksik, biocompatible, dan biodegradable.

Disisi lain, membran yang berbahan dasar kitosan saja memiliki beberapa kekurangan antara lain: membran yang dihasilkan tidak berpori sehingga jika diaplikasikan untuk filtrasi hasil yang didapatkan akan kurang baik. Selain itu, jika membran kitosan diaplikasikan untuk membantu proses pembentukan tulang yang baru maka membran akan memiliki sifat mekanik yang buruk sehingga akan menyebabkan proses peradangan yang parah pada tulang. 3dan 4 Oleh karena itu, perlu dilkukan modifikasi dengan penambahan silika dan kalsium karbonat (CaCO₃) ke dalam membran untuk

meningkatkan manfaat dari membran kitosan tersebut.

Pada penelitian ini akan dibentuk membran komposit yang berbahan dasar kitosan, silika, dan CaCO₃. Dimana pada penelitian ini kitosan yang akan memberikan sifat kelenturan pada membran, silika yang akan berfungsi sebagai porogen, dan CaCO₃ yang akan berfungsi sebagai penguat. Proses yang mendasari pembentukan membran komposit ini yaitu proses sol-gel karena proses sol-gel tidak membutuhkan suhu yang tinggi, homogenitasnya tinggi, *low* cost, dan tingkat kemurnian lebih baik.⁵

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk kitosan komersial, kalsium karbonat (CaCO₃) (Merck), asam nitrat (HNO₃) 2M (Merck), tetra etil orto silikat (TEOS) (Merck), asam asetat (CH₃COOH) 1 % (Merck), Metanol (Merck), dan akuades.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah beberapa peralatan gelas, neraca teknis, cetakan plastik, petridisk, kertas pH, magnetic bar, stirrer, dan desikator. Sedangkan instrument yang digunakan adalah X-Ray Diffraction (XRDPhilips Analytical), Fourier Transform Infra Red (Jasco FT/IR 460 Plus), dan Foto Optik.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1. Pembuatan Membran Komposit dengan Variasi pH

Pembuatan membran ini dimulai dengan mempersiapkan silika dengan ratio mol TEOS: Aquades (0,1:1), dan distirer selama 20 menit, maka akan didapatkan campuran A. Kalsium karbonat sebanyak 1,5 gram dilarutkan dalam HNO₃ 2M sampai pH 3, 5, dan 7 dan distirer 1,5 jam, maka akan didapatkan campuran Kemudian В. campuran A dan B dicampur dan distirer selama 30 menit sehingga didapatkan campuran C. Selanjutnya serbuk kitosan komersial sebanyak 0,2 gram dilarutkan ke dalam 10 mL asam asetat 1% dan distirer sampai homogen. Larutan kitosan yang didapatkan dicampurkan dengan campuran C dengan perbandingan volume 1:3, dan distirer sampai homogen. Campuran yang telah mengental tersebut dituangkan secara perlahan ke dalam metanol dengan perbandingan volume 20 mL (campuran): 25 mL (metanol). Campuran yang diperoleh kembali sampai homogen, distirer kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring, dicetak kedalam cetakan, dan dikeringkan dalam desikator mendapatkan membran yang diinginkan.

2.2.2. Pembuatan Membran Komposit dengan Variasi Kitosan

Pembuatan membran ini dimulai dengan mempersiapkan silika dengan ratio mol TEOS: Aquades (0,1:1), dan distirer selama 20 menit, maka akan didapatkan campuran A. Kalsium karbonat sebanyak 1,5 gram dilarutkan dalam HNO₃ 2M sampai pH 7 dan distirer 1,5 jam, maka akan didapatkan campuran B. Kemudian campuran A dan B dicampur dan distirer selama 30 menit sehingga didapatkan campuran Selanjutnya serbuk kitosan komersial sebanyak 0,2 gram; 0,3 gram; 0,4 gram; 0,5 gram; dan 0,6 gram dilarutkan ke dalam 10 mL asam asetat 1% dan distirer sampai homogen. Larutan kitosan yang didapatkan dicampurkan dengan campuran C dengan perbandingan volume 1 : 3, dan distirer sampai homogen. Campuran yang telah mengental tersebut dituangkan secara perlahan ke dalam metanol dengan perbandingan volume 20 mL (campuran): 25 mL (metanol). Campuran yang diperoleh distirer kembali sampai homogen, kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring, dicetak kedalam cetakan, dan dikeringkan dalam desikator mendapatkan membran yang diinginkan.

2.2.3. Pembuatan Membran Komposit dengan Variasi CaCO₃

Pembuatan membran ini dimulai dengan mempersiapkan silika dengan ratio mol TEOS: Aquades (0,1:1), dan distirer selama 20 menit, maka akan didapatkan campuran A. Kalsium karbonat sebanyak 1,0 gram; 1,5 gram; dan 2,0 gram dilarutkan dalam HNO₃ 2M sampai pH 7 dan distirer 1,5 jam, maka akan didapatkan campuran B. Kemudian campuran A dan B dicampur dan distirer

selama 30 menit sehingga didapatkan campuran C. Selanjutnya serbuk kitosan komersial sebanyak 0,5 gram dilarutkan ke dalam 10 mL asam asetat 1% dan distirer sampai homogen. Larutan kitosan yang didapatkan dicampurkan dengan campuran C dengan perbandingan volume 1:3, dan distirer sampai homogen. Campuran yang telah mengental tersebut dituangkan secara perlahan ke dalam metanol dengan perbandingan volume 20 mL (campuran): 25 mL (metanol). Campuran yang diperoleh distirer kembali sampai homogen, kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring, dicetak kedalam cetakan, dan desikator dikeringkan dalam untuk mendapatkan membran yang diinginkan.

2.2.4. Karakterisasi Membran Komposit

Karakterisasi membran komposit yang terbentuk dilakukan dengan FT-IR untuk melihat gugus fungsi yang terdapat didalam membran, kemudian dengan menggunakan XRD untuk menentukan kristal material yang terbentuk serta menentukan ukuran kristal. Dan foto optik uktuk melihat morfologi permukaan dari membran.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pembentukan Membran Komposit dalam Cetakan dengan Variasi pH

Komposisi sampel yang difokuskan dalam variasi pH ini adalah sampel dengan komposisi 0,2 gram kitosan. Karena, pada komposisi 0,2 gram rawan terjadinya keretakan, sebab fungsi kitosan pada membran adalah selain memberikan sifat kelenturan pada membran juga berfungsi sebagai pengikat.

Dari tabel 1 dapat dilihat bahwa pada variasi pH 3 dan pH 5 membran tidak dapat tercetak atau terbentuk dengan baik. Hal ini disebabkan karena pada pH tersebut volume HNO₃ 2M yang banyaknya digunakan yaitu sebanyak 17mL dan 15mL, sehingga mempengaruhi kalsium yang larut didalam membran tersebut, yang akan mengakibatkan struktur membran lebih kuat dan keras, dan apabila membran mengalami penyusutan maka akan menyebabkan keretakan.

Tabel 1. Variasi pH dalam pembentukan membran dalam cetakan

Kode Sampel	pН	Hasil	Keterangan
0,2K1,5Ca	3	M	Tidak Terbentuk
	5	-	Tidak Terbentuk
	7	500	Terbentuk

Keterangan: K = Kitosan; Ca = CaCO₃

Sedangkan pada pH 7 dapat dilihat pada tabel, membran tercetak atau terbentuk dengan baik karena volume HNO₃2M yang digunakan hanya sedikit yaitu 10 mL, sehingga tidak mempengaruhi struktural dari membran, baik itu kekerasan ataupun keretakan.

Tabel 2. Variasi kitosan dalam pembentukan membran dalam cetakan

Kode Sampel	Hasil	Keterangan
0,2K1,5Ca	25.00	Terbentuk
0,4K1,5Ca		Terbentuk
0,6K1,5Ca		Terbentuk

Keterangan: K = Kitosan; Ca = CaCO₃

3.2 Pembentukan Membran Komposit dalam Cetakan dengan Variasi Kitosan

Dari beberapa variasi kitosan, 0,2 gram; 0,4 gram; dan 0,6 gram kitosan semuanya menghasilkan membran yang tercetak dan terbentuk dengan baik. Hal ini disebabkan karena proses pembuatan membran yang dilakukan pada pH 7. Dimana berdasarkan variasi sebelunya dapat disimpulkan bahwa

membran dapat terbentuk atau tercetak dengan baik, jikadilakukan pada pH 7.

3.3 Pembentukan Membran Komposit dalam Cetakan dengan Variasi CaCO₃.

Sama halnya pada membran dengan variasi kitosan, membran denga memvariasikan kalsium karbonat atau CaCO₃ juga menghasilkan membran yang terbentuk dan tercetak dengan baik.

Tabel 3. Variasi CaCO₃ dalam pembentukan membran dalam cetakan

Kode Sampel	Hasil	Keterangan
1,0Ca0,5K		Terbentuk
1,5Ca0,5K		Terbentuk
2,0Ca1,5K		Terbentuk

Keterangan: K = Kitosan; Ca = CaCO₃

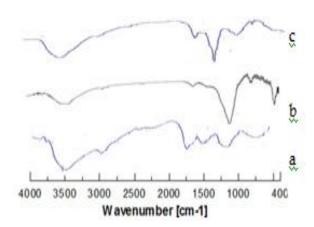
Hal tersebut dapat dibuktikan pada tabel 3. Dimana pada variasi CaCO₃ 1,0 gram; 1,5 gram; dan 2,0 gram ketiganya menghasilkan membran yang terbentuk ataupun tercetak dengan baik. Karena volume HNO3 2M yang digunakan hanya sedikit yaitu 10 mL, dan tidak mempengaruhi tingkat kekerasan pada membran.

3.4 Analisis Hasil Fourier Transform Infra Red (FT-IR)

Pengamatan dilakukan pada spesimen dengan variasi kitosan dan variasi CaCO₃ untuk melihat gugus-gugus fungsi yang terdapat didalam membran komposit tersebut, dan dibandingkan dengan serapan yang terdapat pada kitosan atau silika saja.

Dari gambar 1a dapat dilihat serapan infra merah yang terdeteksi didalam kitosan, yang mana memperlihatkan pita serapan gugus –OH pada bilangan gelombang 344 cm⁻¹, pita serapan –CH₂ stretching pada bilangan gelombang 2922 cm⁻¹, pita serapan N-H dari gugus amina pada bilangan gelombang 1646 cm⁻¹, -CH₂ bonding pada

1384 cm $^{\text{-}1}$, dan serapan C-O pada bilangan gelombang 1036 cm $^{\text{-}1}$.6



Gambar 1. Spektra FT-IR (a. Kitosan; b. Silika; c. Membran komposit dengan variasi 0,6K1,5Ca)

Sedangkan untuk gambar 1b dapat dilihat sinar serapan infra merah yang terdeteksi didalam silika. Pita serapan utama yang menunjukkan gugus fungsi pada silika adalah pada bilangan gelombang 3467 cm⁻¹. Pita ini merupakan pita serapan spesifik untuk -OH *stretching* dari gugus silanol permukaan. Dengan demikian, didalam silika terdapat gugus hidroksil dalam jumlah kecil yang menunjukkan ikatan Si-OH atau gugus silanol. Pita serapan kedua yang mengandung gugus fungsi silika yaitu pada angka gelombang 1094 cm⁻¹. Pita serapan ini menunjukkan adanya gugus Si-O-Si (siloksan).⁷

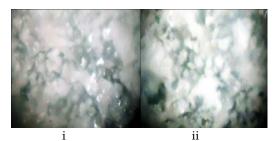
Terbentuknya membran komposit dapat dibandingkan dengan serapan infra merah yang terdeteksi didalam kitosan dan silika. Untuk membran dengan variasi kitosan 0,2K1,5Ca (gambar 1c) dapat dilihat munculnya pita serapan -OH, dan N-H amina yang merupakan pita serapan spesifik yang berasal dari kitosan pada bilangan gelombang 3435,56cm⁻¹, dan 1633,41 cm⁻¹.8 Selain itu, muncul pita serapan C-O-H pada bilangan gelombang 1382,71 cm⁻¹, ikatan C-O-H merupakan ikatan alkohol, ikatan ini terbentuk dari gugus C, O, dan H yang terdapat pada kitosan dan silika. Selanjutnya, pada

bilangan gelombang 1081,87 cm⁻¹ terdapatnya pita serapan Si-O-Si, ini membuktikan bahwa telah terjadi pengikatan silang antara kitosan dan silika.¹ Sedangkan pada bilangan gelombang 830,20 cm⁻¹ terdapat kemungkinan adanya pita serapan C-O yang berasal dari kitosan ataupun CO₃^{2-,7}

Hal yang sama juga terjadi pada membran dengan variasi kitosan dan variasi kalsium karbonat yang lainnya. Sehingga, dapat dikatakan tidak terjadinya perbedaan yang signifikan antara spektra FT-IR yang dihasilkan oleh masing-masing membran.

3.5 Analisis Hasil Foto Optik

Analisis foto optik digunakan untuk melihat gambaran permukaan dari sampel yang dianalisa. Sampel yang dianalisa dengan foto optik yaitu membran dengan komposisi kitosan 0,2 gram kitosan 1,5 gram kalsium karbonat (0,2K1,5Ca) dan 0,6 gram kitosan 1,5 gram kalsium karbonat (0,6K1,5Ca).

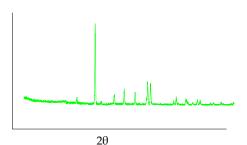


Gambar 2. Morfologi permukaan membran (i : membran dengan komposisi 0,2K1,5Ca; ii : membran dengan komposisi 0,6K1,5Ca dengan perbesaran 100x)

Analisis hasil foto optik menunjukkan bahwa tidak terlihat perbedaan antara membran dengan komposisi kitosan 0,2 gram kitosan dan 0,6 gram kitosan. Dan bisa dikatakan morfologi permukaan kedua sampel sama. Selain itu, dari kedua gambar terlihat distribusi partikelnya cukup merata dan terlihat diantara partikel-partikel tersebut kemungkinan adanya pori-pori yang terbentuk oleh kedua membran. Hal yang sama juga terjadi pada membran dengan variasi kitosan dan variasi kalsium karbonat yang lainnya. Sehingga, dapat dikatakan tidak terjadinya perbedaan yang signifikan antara morfologi permukaan vang dihasilkan oleh membran komposit untuk setiap variasi kitosan dan kalsium karbonat.

3.5 Analisis Hasil X-Ray Diffraction (XRD)

Gambar 3 menunjukkan pola XRD untuk membran kompositi dengan komposisi 2,0 gram kalsium karbonat 0,5 gram kitosan. Pada komposisi tersebut, tiga puncak tertinggi terdapat pada 2θ = 29,580; 47,660; 48,625 dengan itensitas sebesar 100%, 24,5%, dan 23,9%. Sedangkan untuk komposisi lainnya yaitu 1,0Ca0,5K tiga puncak dengan itensitas yang cukup tinggi, terdapat pada $2\theta = 29,365$; 29,585; 47,680 masing-masing puncak memiliki itensitas sebesar 63%, 100%, dan 25,6%. Dan untuk komposisi 1,5Ca0,5K tiga puncak tertinggi terdapat pada $2\theta = 29,635$; 39,630; 47,635 dengan itensitas 100%, 27,3%, dan 25,5% untuk masing-masingnya.



Gambar 3. Pola XRD Membran komposit dengan variasi komposisi 2,0 Ca0,5K.

Sedangkan adanya puncak karbonat untuk setiap variasi komposisi dapat disesuaikan dengan JCPDS *number file* 83-0578. Dimana untuk komposisi 1,0Ca0,5K munculnya puncak karbonat ditandai pada $2\theta = 29,365$ (104); 63,225 (125); dan 77,300 (220). Untuk komposisi 1,5Ca0,5K munculnya puncak karbonat ditandai pada $2\theta = 31,575$ (006); 60,825 (214); dan 77,196 (220). Dan untuk komposisi 2,0Ca0,5K ditandai muncul pada $2\theta = 47,275$ (024); 60,790 (214); dan 76,355 (220).

Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan *Debye-Schrrer*. Puncak yang tajam dan sempit akan menandakan ukuran kristal besar, sedangkan puncak yang mengalami pelebaran menandakan bahwa ukuran

kristal kecil.⁹ Dimana ukuran kristal yang didapatkan sebesar 20,33 nm; 40,63 nm; dan 46,43 nm untuk masing-masing komposisi 1,0Ca0,5K; 1,5Ca0,5K; dan 2,0Ca0,5K. Sehingga, semakin bertambahnya komposisi kalsium karbonat maka ukuran kristal yang didapatkan juga akan semakin besar yang ditandai dengan punncak yang dihasilkan semakin tajam dan sempit.

IV. Kesimpulan

Proses pencetakan membran komposit dapat terbentuk dengan baik pada variasi kitosan dan kalsium karbonat yang dilakukan pada pH 7. Untuk analisis FT-IR dan foto optik menunjukkan tidak terjadinya perbedaan yang signifikan pada setiap membran. Dan analisis hasil XRD menunjukkan adanya puncak kaarbonat pada setiap variasi komposisi CaCO₃, serta ukuran kristal akan bertambah besar seiring dengan bertambahnya komposisi kalsium karbonat.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada analis Laboratorium Kimia Material Universitas Andalas dan staf laboratorium Universitas Andalas.

Referensi

- Handayani, E., 2009, Sintesis Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel BiosilikaDari Sekam Padi dan Kitosan sebagai Biomatriks Polimer, Sekolah Pasca Sarjana, Institut Pertanian Bogor
- Notodarmojo, S. dan Deniva, A, 2004, Penurunan Zat Organik dan Kekeruhan Menggunakan Teknologi Membran Filtrasi dengan Sistem Aliran Dead-End. Jurnal Riset Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan ITB, Vol. 36. No. 1, hal. 63-82
- 3. Liu, J. Chen., X. Shao., and Zhou, P., 2003, Preparation and Characterization of Chitosan/Cu(II) Affinity Membrane for Urea Adsorption, Shanghai Fundan University
- 4. En-Jung, Lee., Du-Sik, Shin., Hae-Won, Kim., Young-Hag, Koh., Jun-Hyeog,

- Jang., **2009**, Membrane of Hybrid Chitosan-Silica Xerogel for Guided Bone Regeneration, *Journal of Biomaterials*, Vol. 30, hal. 743-750
- 5. Widodo, S., **2010**, Teknologi Sol-Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro
- 6. Yulita, R., **2012**. *Optimasi Kondisi Kalsinasi Sintesis Nanokomposit TiO2/Kitosan*, Jurusan Kimia, Fakultas
 MIPA, Universitas Andalas
- 7. Stuart, B., **2004**, Infra Red Spectroscopy: Fundamentals and Applications, John Willey & Sons, Ltd
- 8. Yunianti, S., dan Kartika, D.M., **2012**, Pemanfaatan Membran Kitosan-Silika untuk Menurunkan Kadar Ion Logam Pb(II) dalam Larutan, *Journal of Chemistry*, Vol. 1. No. 1, hal 108-115
- 9. Emriadi, **2005**, *Material Polimer*, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universita Andalas

EKSTRAK DAUN PEPAYA (*Carica papaya*) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA St.37 DALAM MEDIUM ASAM SULFAT

Yulia Risandi, Emriadi, dan Yeni Stiadi

Laboratorium Elektrokimia/FotokimiaJurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: Emriadi_62@yahoo.com Program Studi Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Extract of pepaya (*Carica papaya*) leaves as corrosion inhibitor for steel St. 37 in sulphuric acid is investigated. The methods employed for study were the weight loss method, potentiodynamic polarization and photooptic analysis. The weight loss determination showed that the corrosion rate decreased by additionof extract of *Carica papaya* leaves. The inhibition efficiency was found to increase with increasing temperature. Maximum inhibition efficiency (96,22%) is reached 1,5 N sulphuric acid by addition of NaCl 0,2 N and concentration of extract 1,5%. Potentiodynamic polarization curve indicated that *Carica papaya* leaves extract behave as the mixed type inhibitor. The activation energy (Ea) increase with addition of concentration *Carica papaya* leaves extract that is 76,646 kJ/mol to 120,608 kJ/mol. Fotooptic analysis showed that morphology of specimentsurface in solution without inhibitor and *Carica papaya* leaves extract 1,5% was different.

Keywords: corrosion, inhibition efficiency, Carica papaya, potensiodynamic polarization, H₂SO₄

I. Pendahuluan

Korosi logam merupakan permasalahan besar dalam industri besar yang banyak menarik perhatian para peneliti. Dalam beberapa proses industri seperti pembersihan dengan asam, etsa, dan picklingmenggunakan medium agresif seperti asam, basa, dan garam, sehingga logam akan terkorosi. Untuk mengurangi korosi terhadap instalasi industri beberapa cara telah dilakukan. Pemilihan yang terbaik untuk proteksi korosi logam digunakan inhibitor korosi.1

Korosi dapat dihambat menggunakan suatu inhibitor yang dapat berasal dari senyawa anorganik maupun organik.² Upaya untuk mendapatkan inhibitor ramah lingkungan, sudah banyak dilakukan seperti penggunaan bahan alam dari tumbuh – tumbuhan seperti ekstrak daun inai, ekstrak teh hijau, tanin kayu bakau dan

monomer flavonoidnya.³Salah satunya adalah ekstrak dari daunpepaya (*Carica papaya*).Daun pepaya mengandung metabolit sekunder alkaloid, flavonoid yang cukup banyak.⁴

Ekstrak daun pepaya merupakan inhibitor yang baik dan berpotensi sebagai inhibitor karena mengandung gugus fungsi -COOH, -OH, dan -NH2 dalam molekulnya yang kaya akan pasangan elektron bebas. Daun pepaya mengandung senyawa alkaloid, carpaine, caricaksantin, violaksantin, papain, saponin, flavonoid dan tanin. 5

Salah satu material yang mudah terkorosi adalah baja.Baja mempunyai popularitas tinggi karena logam ini mempunyai kemampuan untuk dipergunakan dalam berbagai macam kebutuhan, mudah dilas, dan harganya relatif murah.Karena kemampuannya inilah maka baja banyak

dipergunakan sebagai komoditi komersial untuk membuat konstruksi-konstruksi, industri otomotif, industri permesinan, industri kendaraan bermotor, dan lain. Akan tetapi baja merupakan salah satu jenis logam yang dapat mengalami kerusakan akibat proses alam yang disebut korosi. Sangat mudah berkarat terutama dalam alkali, lingkungan dan asam. Berdasarkan hal ini dilakukan suatu penelitian untuk mengetahui daya inhibisi ekstrak daun pepaya terhadap laju reaksi korosi baja dalam larutan asam sulfat.^{6,7}

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi Bahan yang digunakan yaitu : Baja St.37, daun pepaya kering, Aseton (CH₃COCH₃) merck p.a, Asam sulfat (H₂SO₄) 98% merck p.a, methanol (CH₃OH), Natrium klorida (NaCl) merck.

Peralatan yang digunakan: Neraca analitik, jangka sorong digital caliper Inoki, ampelas besi, oven, *Potensio eDaq, Carton Stereo Trinocular Fotooptik, Rotary evaporator, hotplate,* alat-alat gelas.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Pengerjaan awal spesimen

Baja berbentuk batangan dipotong ukuran diameter \pm 2,5 cm dan ketebalan \pm 0,5 cm. Kemudian dibersihkan dan dihaluskan permukaannnya dengan menggunakan ampelas besi dan dibilas dengan aquabides. Selanjutnya dibilas aseton, dikeringkan dalam oven suhu 60° C.

2.2.2 Pembuatan ekstrak daun papaya (Carica papaya)

Daun pepaya segar dipotong kecil-kecil kemudian dikering anginkan.Pepaya kering sebanyak 1000 gram ditumbuk halus, kemudian dimaserasi dengan 5000 mL metanol.. Ekstrak disaring, diuapkan pelarutnya dengan rotary evaporator dan didapatkan ekstrak pekat daun pepaya.

2.2.3 Pembuatan Medium Korosif H₂SO₄ Larutan induk H₂SO₄ 5 N digunakan untuk membuat H₂SO₄ dengan variasi konsentrasi 0,5 N; 1 N; 1,5 N; 2 N. Selanjutnya diencerkan dengan aquabides dalam labu

ukur 50 mL kemudian sebanyak 4 buah bajadimasukankedalam medium korosit tersebut sebagai pengujian.

2.2.4Pembuatan larutan medium korosif dengan adanya penambahan ekstraks daaun pepaya. Ekstrak pekat daun pepaya divariasikan konsentrasinya yaitu 0,5%; 1%; 1,5% dari konsentarsi 5% kemudian dicampurkan dengan larutan H₂SO₄ konsentarsi 1,5 N dan

konsentarsi 5% kemudian dicampurkan dengan larutan H₂SO₄ konsentarsi 1,5 N dan 2 N pada masing – masing konsentrasi, selanjutnya diencerkan dengan aquabides dalam labu 50 mL. baja sebanyak 6 buah yang berdiameter ± 2,5 cm dan ketebalan ±

0,5 cm. dimasukan ke dalam medium korosif sebagai pengujian.

2.2.5 Pembuatan larutan medium korosif dengan adanya penambahan ekstraks daun pepaya dan NaCl 0,2 N.

Ekstrak pekat daun pepaya divariasikan konsentrasinya yaitu 0,5%; 1%; 1,5% dari konsentrasi 5% kemudian dicampurkan dengan larutanH₂SO₄konsentrasi 1,5 N dan 2 N. Setiap campuran ditambahkan NaCl 0,2 N, kemudian diencerkan dengan aquabides dalam labu ukur 50 mL yang digunakan sebagai pengujian korosif baja.

2.2.6 Analisa kehilangan berat

Baja direndam dalam 50 mL larutan medium korosif H₂SO₄ pada berbagai konsentrasi, dengan adanya penambahan ekstrak daun papaya serta NaCl 0,2 N, dan divariasikan suhu 30°C, 40°C, 50°C,60°C menggunakan hotplate selama 4 jam. Kemudian dibersihkan, dicuci dikeringkan dalam oven suhu 60°C. Setelah kering, baja ditimbang dan hasil penimbangan dinyatakan sebagai berat akhir(m2).

2.2.7 Pengukuran polarisasi Potensiodinamik Elektroda yang digunakan yaitu : Pt. Ag/AgCl, dan baja. Pengukuran polarisasi Potensiodinamik dilakukan dalam medium H₂SO₄ 1,5 N, medium H₂SO₄ yang mengandung konsentrasi yang berbeda dari inhibitor 0,5%; 1%; 1,5% dan medium H₂SO₄ yang mengandung campuran konsentrasi inhibitor 0,5% ; 1% ; 1,5%

dengan NaCl 0,2 N. Ketiga elektroda dicelupkan ke dalam bejana berisi medium korosif H₂SO₄ tanpa dan dengan adanya perbedaan konsentrasi inhibitor. Kemudian dihubungkan dengan potensiostat dan diatur potensila sehingga diperoleh kurva hubungan antara potensial (E) vs arus (I).

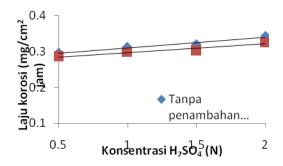
2.2.8 Analisa fotooptik

Baja direndam dalam larutan H₂SO₄ 1,5 N tanpa ekstraks dan yang mengandung ekstrak 1,5% selama 4 jam. Kemudian dikeringkan dan difoto dengan *Carton Stereo Trinoculer Fotooptik*.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Metoda Kehilangan Berat

3.1.1 Pengaruh penambahan NaCl 0,2 N ke dalam médium korosif H2SO4 dalam beberapa variasi konsentrasi.



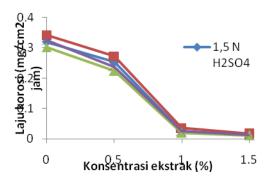
 $\begin{array}{cccc} \textbf{Gambar 1}. & \text{Pengaruh konsentrasi H_2SO_4 terhadap} \\ & \text{laju} & \text{korosi} & \text{dengan} & \text{dan} \\ & \text{tanpapenambahan} & \text{NaCl} & 0,2 & N, \\ & \text{dengan perendaman selama 4 jam.} \end{array}$

Dari Gambar 1 dapat diperoleh informasi bahwa semakin tinggi konsentrasi medium korosif H₂SO₄, maka semakin tinggi laju korosi yang dihasilkan.Hal ini disebabkan oleh meningkatnya jumlah ion agresif H⁺ dalam larutan yang mendegradasi baja tersebut.Dengan penambahan ion Cl⁻ ke dalam medium korosif, laju korosi pada baja mengalami sedikit penurunan. Penurunan laju korosi tersebut dikarenakan adanya penyerapan ion Cl⁻ oleh permukaan baja terhadap penyerangan ion agresif H⁺, sehingga laju korosi yang dihasilkan lebih

rendah dari laju korosi pada penambahan ion Cl-.8

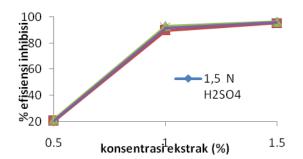
3.1.2 Pengaruh penambahan ekstraks daun papaya tanpa dan dengan adanya penambahan ion Cl- terhadap laju korosi dan efisiensi inhibisi korosi baja.

Dari gambar terlihat bahwa nilai laju korosi semakin berkurang dengan meningkatnya konsentrasi dari ekstrak daun papaya dan campuran ekstrak daun pepaya dengan ion Cl-.Hal ini disebabkan adanya adsorpsi molekul dari ekstrak dari daun daun pepaya dan ion Cl- pada permukaan baja yang menghalangi serangan dari ion agresif H+ yang ada pada medium.



Gambar 2. Pengaruh konsentrasi ekstraks daun papaya terhadap laju korosi baja tanpa dan dengan penambahan ion Cl- dalam medium H₂SO₄ 1,5 N dan 2 N dengan perendamana selama 4 jam.

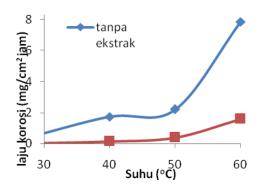
Tetapi penurunan nilai laju korosi dengan atau tanpa penambahan ion Cl- kedalam medium korosif yang ditambahkan ekstrak daun pepaya tidak terlalu signifikan.



Gambar 3. Pengaruh konsentrasi ekstrak daun papaya terhadap efisiensi imhibisi korosi baja dengan dan tanpa penambahan NaCl 0,2 N dalam medium H₂SO₄ 1,5 N dan 2N selama perendaman 4 jam.

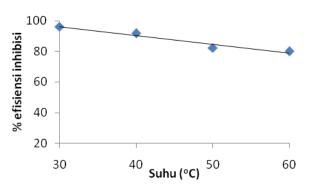
Gambar 3 terlihat bahwa nilai efisiensi inhibisi dari ekstrak daun pepaya dengan konsentrasi 1,5% pada medium 1,5 N H_2SO_4 mencapai 96,09% dan 95,32% pada medium 2N H_2SO_4 , sedangkan penambahan 0,2 N NaCl dan inhibitor efisiensi 96,22% untuk medium 1,5 N dan 95,80% untuk medium 2 N H_2SO_4 .

3.1.3 Pengaruh suhu terhadap laju korosi dan efisiensi inhibisi korosi baja.



Gambar 4. Pengaruh suhu terhadap laju korosi baja dalam medium H₂SO₄ 1,5 N tanpa penambahan ekstrak dan dengan penambahan ekstrak daun papaya 1,5 % perendaman baja selama 4 jam.

Dari gambar 4 dapat dilihat bahwa dengan meningkatnya suhu, maka efisiensi inhibisi akan semakin menurun. Hal ini dikarenakan meningkatnya kecepatan oksidasi Fe pada permukaan baja dengan meningkatnya suhu, sehingga adsorbat dari ekstrak dari daun pepaya akan mudah terlepas dari permukaan baja.^{11,12}

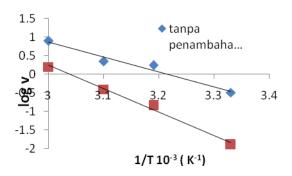


Gambar 5. Pengaruh suhu terhadap efisiensi inhibisi korosi baja dalam medium H₂SO₄ 1,5 N dengan adanya ekstrak daun papaya 1,5 % dengan perendaman selama 4 jam.

Gambar 4memperlihatakan pengaruh suhu terhadap lju korosi.Meningkatnya suhu, maka laju korosi semakin juga meningkat.Hal ini disebabkan oleh meningkatnya laju oksidasi pada permukaan baja dengan meningkatnya suhu.

3.1.4 Penentuan energi aktifasi

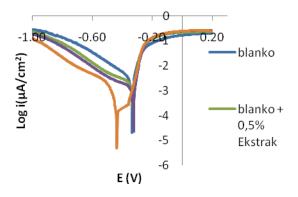
Penentuan nilai energi aktifasi (Ea), diperoleh dari laju korosi pada baja medium 1,5 N H₂SO₄ dengan atau tanpa adanya penambahan ekstrak daun papaya dengan variasi suhu.



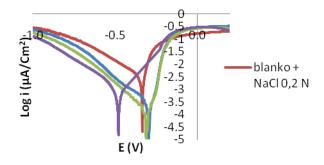
Gambar 6. Kurva Arrhenius 1/T vs log v

Gambar 6 memperlihatkanhubungan antara 1/T denganlog v menghasilkan garis lurus yang terlihat pada gambar 6. Nilai kemiringan dari grafik tersebut merupakan nilai Ea/2,303R. Nilai Ea semakin meningkat dengan adanya penambahan 1,5% ekstrak yaitu 76,646 kj/mol – 120,608 kj/mol,. Hal ini memperlihatkan bahwa dengan adaya ekstrak reaksi sulit berlangsung dan ini memperlihatkan terjadi inhibisi pada permukaan baja.¹³

3.1.5 Pengukuran polarisasi potensiodinamik Kurva polarisasi diekstrapolasikan dengan metoda Tafel untuk menentukan nilai arus korosi (I_{korosi}), potensial korosi (E_{korosi}) dan efisiensi inhibisi (% EI).Potensial -1000 mV hingga +200 mV diperoleh kurva hubungan antara potensial dengan log arus.¹³

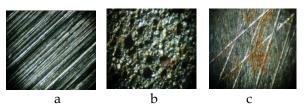


Gambar 7. Kurva polarisasi potensiodinamik ada dan tanpa penambahan ekstrak daun pepaya.



Gambar 8 . Kurva polarisasi potensiodinamik ada dan tanpa penambahan ekstrak daun pepaya dan NaCl 0,2 N.

Pada Gambar 7 dan Gambar 8 dapat terlihat kurva polarisasi potensiodinamik tanpa dan adanya penambhan ekstraks daun papaya dan NaCl 0,2 N dalam medium asam sulfat. Pada Tafel flot terlihat bahwa inhibitor bersifat campuran karena terjadi pergeseran E_{korosi} ke katodik dan anodik.¹⁴ 3.1.6 *Analisa fotooptik*



Gambar 9. Hasil foto optik permukaan baja dengan perbesaran 100x

- a. Tanpa perlakuan
- b. Pada larutan H₂SO₄ 1,5 N selama 4 jam
- c. Pada larutan larutan H_2SO_4 1,5 N + 1,5% ekstrak selama 4 jam.

Gambar 9(a) memperlihatkan foto permukaan baja St. 37 pada 100x perbesaran yang terlihat masih belum terkorosi karena belum adanya interaksi dengan medium korosif H₂SO₄. Hal ini dapat dilihat dari bentuk permukaan baja yang berlubang dan tidak berpori. Gambar 9(b) merupakan foto permukaan baja yang telah direndam dengan H₂SO₄ 1,5 N. Baja tersebut mengalami korosi yang ditandai dengan terdapatnya karat yang berwarna coklat dan kerusakan pada permukaan baja dengan terbentuknya lubang-lubang besar. Hal ini disebabkan oleh adanya interaksi dari H+ pada permukaan baja. Gambar 9(c) dapat terlihat bahwa lapisan permukaan baja yang direndam dalam medium korosif yaitu H_2SO_4 1,5 Ν dengan adanya penambahanekstrakdaun pepaya 1,5% tidak mengalami kerusakan yang lebih dibandingkan baja yang direndam dengan medium korosif saja.¹⁵

IV. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa ekstrak daun pepaya dapat digunakan sebagai inhibitor korosi dalam medium 1,5 N dan 2 N H₂SO₄ dan 1,5 N dan 2 N H₂SO₄ + NaCl 0,2 N. Efisiensi inhibisi tertinggi pada medium H₂SO₄ pada konsentrasi H₂SO₄ 1,5 N dan pada medium H₂SO₄ dan dengan adanya penambahan NaCl 0,2 N dengan konsentrasi ekstrak daun pepaya 1,5% yaitu

96,09 dan 96,22%. Analisis potensiodinamik memperlihatkan adanya penurunan nilai arus korosi setelah adanya penambahan ekstrak daun papaya yaitu 0,0398 – 0,0063 dan bergeser kearah katoda dan anoda. Pada analisis fotooptik memperlihatkan perbedaan morfologi spesiment baja yang direndam dalam larutan tanpa inhibitor dan dengan inhibitor.

V. Ucapan terima kasih

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih Analis Laboratorium Elektrokimia dan Fotokimia Jurusan Kimia Universitas Andalas Padang.

Referensi

- Eddy, N. O., Awe, F., and Ebenso, E. E., 2010, Adsorption and Inhibitive Properties of Ethanol Extracts of Leaves of Solanum Melongena for the Corrosion of Mild Steel in 0,1 M HCl, Int. J. Electrochem. Sci. No. 5, pp. 1996-2011
- Loto, C. A., Loto, R.T., and Popoola, A.P.I., 2011, Inhibition Effect of Extracts of Carica Papaya and Camellia Sinensis Leaves on the Corrosion of Duplex (α β) Brass in 1M Nitric acid, *Int.J. Electrochem. Sci.*, No. 6, pp. 4900-4914
- 3. Okafor, Peter, C., Ebenso E. E., and Udofot, J., **2010**, Azadirachta Indica Extracts as Corrosion Inhibitor for Mild Steel in Acid Medium. *Int. J. Electrochem.Sci*, No. 5, pp. 978-993
- Loto. C.A., 2012, Electrode Potential Evaluation of Effect of Inhibitors on the Electrochemical Corrosion Behaviour of Mild Steel Reinforcement inConcrete in H₂SO₄, J. Mater. Environ. Sci, Vol. 1. No. 3, pp. 195 – 205
- 5. Hasan, S. K. and Edrah, S., **2011**, Rosemary Extract as Eco Friendly Corrosion Inhibitor for Low Carbon Steel in Acidic Medium, *J. Ind. Res Tech.*Vol. 1, No. 2, pp. 110-113
- Singh, A., Singh, V.K., and Quraish, M.A., 2010, Aqueous Extract of Kalmegh (Andrographis paniculata) Leaves as Green Inhibitor for Mild Steel in

- Hydrochloric Acid Solution, International journal of Corrosion, pp. 1-10
- 7. Umoren, M. M., Solomon, S. A., Udosoro, I.I., Udoh, A. P., **2010**, Synergistic and Antagonistic Effects Between Ppide Ions and Carboxymethyl Cellulose for the Corrosion Inhibition of Mild Steel in Sulphuric Acid Solution, *International Journal of Physical Sciences*, No. 17, pp. 635-648
- 8. Loto, C.A.,**2012**,Electrode Potensial Evaluation of Effect inhibitors on the Electrochemical Corrosion Behaviour of Mild Steel reinforcement in Concrete in H₂SO₄,*J Mater Environ.Sci*, Vol. 3, No. 1, pp. 195-205
- 9. Daramola,O.O., Adewuyi, B.O., andoladele, I.O., **2011**,Corrosion behavior of Heat Treated Rolled Medium Carbon Steel in Marine Environment, *Journal of Minerals Characterization and Engineering*, No. 10, pp. 888-903
- Sayed, S. Rehim, Abdel., Hazzazi, Omar A., Amin, Mohammed, A., Kpped, Kpped, F., 2008, On The Corrosion Inhibition of Low Carbon Steel in concentrated Sulphuric acid solutions. *Journal Corrosion Science*. No. 50, pp. 2258-2271
- Saratha, R., Priya, S.V.,and Thilagavathy P., 2009, Investigation of Citrus aurantiifolia Leaves Extract as Corrosion Inhibitor for Mild Steel in 1 M HCl, E-Journal of Chemistry. Vol. 6, No. 3, pp. 785-795
- 12. Matheswaran, P. and Ramasamy, A. K., **2012**, Corrosion Inhibition of Mild Steel in Citric Acid by Aqueous Extract of Piper Nigrum L, *E-Journal of Chemistry*, Vol. 9, No. 1, pp. 75-78
- 13. Okafor, P. C., Ebiekpe, V. E., Azike, C. F., Egbung, G. E., Brisibe, E. A., and Ebenso, E. E., **2012**, Inhibitory Action of Artemisia annua Extract and Artemisinin on the corrosion of Mild Steel in H₂SO₄ Solution, *International Journal of Corrosion*, Vol. 10, No. 8
- 14. Gunavathy, N. and Murugavel, S.C., 2012, Corrosion Inhibition Studies of Mild Steel in Acid Medium Using Musa Acuminata Fruit Peel Extract.E-Journal of Chemestry, Vol. 9, No. 1, pp. 487-495

15. Loto, R.T., Loto, C. A., Popoola, A. P. I., andRanyaoa, M., 2012, Corrosion Resistance of Austenitic Steel nn Sulphuric Acid,International Journal of Physical Sciences, Vol. 7, No. 10, pp. 1677-1688

PEMBUATAN BIOETANOL DARI AMPAS SAGU DENGAN PROSES HIDROLISIS ASAM DAN MENGGUNAKAN

Saccharomyces cerevisiae

Daniel De Idral, Marniati Salim, dan Elida Mardiah

Laboratorium Bioteknologi Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

email : omandosalim@yahoo.com Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

A research concerning production bioethanol from sago's waste by acidic hydrolysis process and by means *Sacharomyces cerevisiae* was done. The objective of the research is to find out appopriate acid concentration and heating time in course of sago's waste hydrolysis and to observe the influence of fermentation time toward change of medium pH , cell amount, and bioethanol concentration. Sample was hydrolyzed with HCl and H_2SO_4 (1:10~w/v) for 0, 30, 60, 90–120, and 150 minutes and acid concentration variation were 0,1 N, 0,2 N, 0,3 N, 0,4 N, and 0,5 N. Optimum reduction sugar be produced from the research is 4.5 g/L with use 0.3 N sulfuric acid with heating time 120 minute. Hydrolysates produced from the hydrolysis were followed by fermentation. During such fermentation there was decrease in the pH of medium and increase of cell's number. The optimum ethanol production at the fermentation time was 4 days with concentrations 7,7 %.

Keywords: Bioethanol, Sago's waste, Acid Hidrolysis, fermentation, Sacharomyces cerevisiae

I. Pendahuluan

Bioetanol adalah etanol yang diperoleh dari bahan-bahan proses fermentasi gula bantuan berkarbohidrat menggunakan mikroorganisme. Etanol yang disebut juga sebagi etil alkohol, mempunyai sifat berupa cairan yang tidak stabil, mudah terbakar dan tidak berwarna dan merupakan alkohol rantai lurus dengan rumus molekul C₂H₅OH. Etanol adalah salah satu bahan bakar alternatif yang dapat diperbaharui, ramah lingkungan, serta menghasilkan gas emisi karbon yang rendah dibandingkan dengan bensin atau sejenisnya (sampai 85% lebih rendah). Bercermin pada beberapa negara maju yang telah lebih dulu mengembangkan etanol sebagai biofuel,

Indonesia pun tak mau ketinggalan untuk turut serta mengembangkan etanol sebagi bahan bakar alternatif.⁽¹⁾

Ampas sagu (Metroxylon sago) merupakan limbah yang dihasilkan dari pengolahan sagu, kaya akan karbohidrat dan bahan organik lainnya. Pemanfaatannya masih terbatas dan biasanya dibuang begitu saja ketempat penampungan atau kesungai yang ada disekitar daerah penghasil. Oleh karena itu ampas sagu berpotensi menimbulkan dampak pencemaran lingkungan.

Ampas sagu terdiri dari serat-serat empulur yang diperoleh dari hasil pemarutan/pemerasan isi batang sagu. Ampas sagu dapat digunakan untuk berbagai keperluan diantaranya sebagai pakan ternak.

Industri ekstraksi pati sagu menghasilkan 3 jenis limbah, yaitu residu selular empulur sagu berserat (ampas), kulit batang sagu (bark), dan air buangan (wastewater). Pada umumnya, jumlah kulit batang sagu dan ampas sagu berturut-turut sekitar 26% dan 14% berdasarkan bobot total balak sagu . Limbah ampas dan kulit batang sagu merupakan bahan lignoselulosa yang sebagian besar tersusun atas selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Tabel 1 menyajikan komposisi kimiawi limbah dibandingkan dengan komposisi kayu secara umum.

Tabel 1. Komposisi ampas dan kulit batang sagu dibandingkan dengan kayu secara umum⁽²⁾

Komponen	Ampas	Kulit	Kayu (%)
_	Sagu (%)	Batang	
		Sagu (%)	
Selulosa	19.55	56.86	39-55
Residu	20.67	37.70	18-33
Lignin			
Gula	11.70	20.47	21-24
Pentosa			
Ekstraktif	10.60	8.31	2-6
Kadar Abu	6.94	4.73	0.2-2

Fermentasi alkohol atau alkoholisasi adalah proses perubahan gula menjadi alkohol dan CO2 oleh mikroba, terutama oleh khamir *Saccharomyces cerevisiae*. Karbohidrat akan dipecah dahulu menjadi gula sederhana yaitu dengan hidrolisis pati menjadi unit-unit glukosa .

Dalam tahap pertama fermentasi glukosa selalu terbentuk asam piruvat melalui jalur *Embden Meyerhof Parnas* (EMP) atau glikolisis. Piruvat tersebut diubah menjadi alkohol melalui dua tahap yaitu pertama, piruvat didekarboksilasi menjadi asetaldehid oleh *piruvat dekarboksilase* dengan melibatkan tiamin pirofosfat dan tahap kedua asetaldehid oleh *alkohol dehidrogenase* direduksi dengan NADH₂ menjadi alkohol.⁽³⁾

II. Bahan dan Metode

2.1 Bahan kimia, peralatan, dan instrumentasi Ampas sagu aquadest, ragi roti (fermipan), kentang, gula pasir, natrium hidroksida (NaOH), natrium tartarat (Na₂C₂O₂) p.a (Merck), natrium bikarbonat (NaHCO₃) p.a (Merck), natrium sulfat (Na₂SO₄) p.a (Merck), tembaga (II) sulfat penta hidrat (CuSO₄.5H₂O) p.a. (Fluka), asam sulfat pekat (H2SO4) p.a (Merck), asam klorida pekat (HCl) p.a (Merck), asam molibdat, Yeast ekstrak (Merck), glukosa $(C_6H_{12}O_6)$ p.a (Merck), kalium dihidrogen posfat (KH₂PO₄) p.a (Merck), ammonium klorida (NH4Cl) p.a (Merck) , magnesium sulfat (Mg2SO4) , kalium klorida (KCl) p.a (Merck), dan etanol (C₂H₅OH) 96% p.a (Merck).

Alat yang digunakan adalah alat-alat gelas, seperti : Erlenmeyer , beker gelas , batang pengaduk , cawan arloji dan lain-lain , pH meter (*Lab 850 Schott Instruments*), blender , spektrofotometer UV-Vis(*Shimadzu pharmaspec 1700 UV-VIS*), GC-MS (*QP 2010 S SHIMADZU*), *autoclave*, oven, inkubator, neraca analitik , pemanas , panci , penyaring vakum, alat destilasi, magnetik stirrer, alat *colony counter*, dan shaker .

2.2. Metode Penelitian

2.21. Persiapan Sampel

Sagu sebagai sampel untuk memproduksi bioetanol didapatkan dari penjual sagu potong di Pasarbaru Padang. Bagian sagu yang diambil adalah ampasnya. Sagu dipotong kecil-kecil kemudian ditambahkan air bersih sampai semua sampel terendam, dan haluskan dengan blender. Setelah semua sampel diblender, dilakukan penyaringan dengan kain saring. Ampas yang ada pada kain saring dikumpulkan ke wadah plastik dan dikeringkan dibawah sinar matahari, setelah itu dilakukan pengayakan untuk mendapatkan ampas sagu yang halus.

2.2.2. Isolasi Saccharomyces cerevisiae dari Fermipan dan Pembuatan inokulum

Isolasi *Saccharomyces cerevisiae* dari fermipan dilakukan dengan cara pengenceran bertigkat. Sebanyak 1 g fermipan ditimbang, dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan

ditambah dengan 9 mL akuadest steril (10-1) lalu dkocok hingga homogen. 1 mL dari tabung (pengenceran 10-1) diambil dengan pipet ukur lalu dipindahkan ke tabung kedua dan ditambah dengan 9 mL akuadest steril (pengenceran 10-2). Hal yang sama dilakukan sampai pengeceran 10-8. S. Cerevisiae dengan pengenceran 10-8 dibiakkan pada medium PDA dengan cara memipet 1 mL larutan, kemudian disebarkan pada permukaan medium secara merata, medium didiamkan selama 48 jam sampai koloninya tumbuh. Untuk pemurniannya 1 jarum ose koloni diinokulasikan secara zig zag pada petridish yang berisi medium PDA, didiamkan selama 72 jam.

Untuk pembuatan inokulum sebanyak 1 agar miring (3 ose) dikembangkan pada 100 ml medium peremajaan. Inokulum tersebut kemudian ditempatkan pada inkubator pengaduk pada 220 rpm selama 12 jam. Jumlah sel pada inokulum dihitung dengan metoda plate count.

2.2.3. Optimasi Hidrolisis Asam

2.2.3.1 Optimasi Waktu Hidrolisis

Sampel sebanyak 5 g dilarutkan dengan HCL 0,3 N dengan perbandingan 1 : 10 w/v didalam erlenmeyer 250 mL, lalu diautoclave pada suhu 121°C dengan variasi lama hidrolisis selama 0, 30, 60, 90 120, dan 150 menit. Hasil hidrolisis dinetralkan sampai pH 7 dengan menambahkan NaOH 1 N. Kadar glukosa diukur dengan menggunakan metoda *Somogy-Nelson*. Perlakuan yang sama juga dilakukan dengan menggunakan H₂SO₄.

2.2.3.2 Optimasi Konsentrasi Asam

Sampel sebanyak 5 g dilarutkan dengan HCL dengan variasi konsentrasi 0,1 N, 0,2 N, 0,3 N, 0,4 N, dan 0,5 N da perbandingan 1 : 10 w/v didalam erlenmeyer 250 mL, lalu diautoclave pada suhu 121°C selama waktu yang didapatkan dari penelitian sebelumnya. Hasil hidrolisis dinetralkan sampai pH 7 dengan menambahkan NaOH 1 N. Kadar glukosa diukur dengan menggunakan metoda *Somogy-Nelson*.

2.2.4. Fermentasi Bioetanol

Sebanyak 100 mL hidrolisat ditambahkan 0,5 gram yeast ekstrak, 1,5 gram KH₂PO₄, 0,15 gram NH₄Cl, 0,07 gram MgSO₄, dan 0,17 gram KCl.(4) pH awal campuran diatur 5,5 dengan menambahkan HCl encer. Kemudian ditambahkan 10 mL inokulum. Medium fermentasi ditutup dengan aluminium voil. Sampel kemudian diletakkan pada inkubator pengaduk pada suhu 25°C dan diaduk pada 180 rpm dilakukan dengan variasi waktu 1,2,3,4,5, hari. Selama fermentasi berlangsung dan jumlah sel. diukur pH, Untuk pengukuran kadar etanol hasil fermentasi didistilasi dulu.

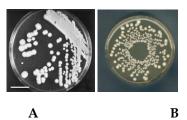
2.2.5. Perhitungan Jumlah Sel

Sebanyak 1 mL cairan fermentasi diencerkan secara bertingkat sampai 10-8 mL. 1 mL hasil pengenceran dituangkan ke petridis kosong, lalu diputar-putar diatas meja sampai larutan didalam petridish. merata Kemudian ditambahkan ±15 mL medium PDA kedalam petridish, lalu dihomogenkan dengan memutar-mutar petridish diatas meja. Petridish diinkubasi selama 36 jam . Jumlah koloni yang tumbuh dihitung dengan alat colony counter.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Isolasi dan Pemurnian Saccharomyces cervisiae dari Fermipan

Mikroba yag diisolasi dari fermipan memiliki bentuk koloni yang hampir sama dengan koloni *Saccharomyces cerevisiae* ATCC 19433 yang ada pada literatur.⁽⁵⁾ Hal ini dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. (A) Saccharomyces cerevisiae isolasi dari fermipan (B) Saccharomyces cerevisiae ATCC 19433

3.2. Optimasi Hidrolisis Asam 3.2.1 Optimasi Waktu Hidrolisis

Proses hidrolisa dilakukan tiap variabel waktu lama hidrolisis(30, 60, 90, 120, 150 menit). Kadar gula reduksi (g/l) yang didapat untuk tiap variabel waktu dapat dilihat pada Tabel 2. Tabel 2. Tabel Pengaruh Lama Hidrolisis terhadap Kadar Gula Reduksi

Lama	Konsentrasi	Konsentrasi
Hidrolisis (gula Reduksi	gula Reduksi
Menit)	dengan HCl	dengan H ₂ SO ₄
	0,3 N (g/L)	0,3 N (g/L)
30	1,750	2,156
60	2,260	2,542
90	2,292	2,844
120	3,719	4,477
150	2,500	3,302

Dari Tabel di atas diketahui bahwa lamanya waktu hidrolisis yang paling baik adalah 120 menit. Jika waktu hidrolisis terlalu lama maka glukosa akan terdegradasi menjadi hydroxymethylfurfural dan bereaksi lebih lanjut membentuk asam formiat, sehingga menyebabkan kadar glukosa menurun. (6)

3.2.2 Optimasi Konsentrasi Asam

Proses hidrolisis dilakukan tiap variabel konsentrasi asam sulfat dan asam klorida (0,1;0,2; 0,3; 0,4; 0,5 N). Proses hidrolisis asam dilakukan untuk mengubah selulosa dalam ampas sagu menjadi gula reduksi. Kadar gula reduksi (gr/l) yang didapat untuk tiap variabel konsentrasi asam (N) dapat dilihat pada Gambar 3.

Tabel 3. Tabel Pengaruh Konsentrasi Larutan Asam terhadap Kadar Gula Reduksi

Konsentrasi	Konsentrasi	Konsentrasi
Asam (N)	gula Reduksi	gula Reduksi
	dengan HCl	dengan H ₂ SO ₄
	(g/L)	(g/L)
0,1	2,093	3,250
0,2	2,114	3,542
0,3	3,719	4,447
0,4	2,375	3,927
0,5	2,156	3,760

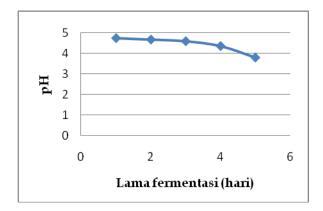
Dari tabel di atas diketahui bahwa kadar gula reduksi terbanyak hasil hidrolisis dicapai pada saat konsentrasi larutan 0,3 N. Dalam proses hidrolisa gugus H+ dari asam akan mengubah gugus serat dari ampas sagu menjadi gugus radikal bebas. Gugus radikal bebas serat yang kemudian akan berikatan dengan gugus OH- dari air dan bereaksi pada suhu 120°C menghasilkan gula reduksi. Pada saat konsentrasi larutan asam 0,2 N kebutuhan H+ dari asam belum mencukupi sehingga tidak banyak terbentuk gugus radikal bebas dari ampas sagu dan gula reduksi yang dihasilkan belum maksimal. Namun iika dilakukan penambahan konsentrasi larutan asam terlalu banyak justru gula reduksi yang dihasilkan semakin menurun. Penambahan konsentrasi larutan asam akan terbentuk lebih banyak gugus radikal bebas, tetapi penambahan konsentrasi larutan asam menyebabkan semakin sedikit dalam komposisi larutan hidrolisa. Sehingga kebutuhan OH- sebagai pengikat radikal bebas serat berkurang dan glukosa yang dihasilkan semakin sedikit.(7) Dengan demikian konsentrasi asam yang paling optimum saat reaksi hidrolisis untuk menghidrolisa serat dari ampas sagu menjadi gula reduksi yang terbanyak adalah 0,3 N baik itu asam sulfat maupun asam klorida.

Dari proses hidrolisis dapat disimpulkan bahwa asam sulfat dengan konsentrasi 0,3 N memberikan hasil yang lebih baik daripada asam klorida.

3.3. Fermentasi Bioetanol

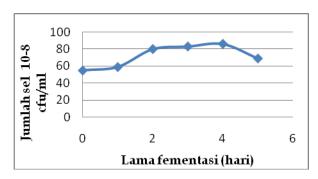
3.3.1 Perubahan pH

Keasaman atau pH medium merupakan salah satu faktor penting yang mempengaruhi pertumbuhan mikroorganisme dan pembentukan produk dalam proses fermentasi karena setiap mikroorganisme mempunyai kisaran pH optimal. Dalam proses fermentasi terjadi penurunan. Perubahan pH dalam fermentasi disebabkan karena dalam aktivitasnya sel khamir selain menghasilkan etanol sebagai metabolit primer juga menghasilkan asam-asam organik seperti asam malat, asam tartarat, asam sitrat, asam laktat, asam asetat, asam butirat dan asam propionat sebagai hasil sampingan. Asamasam ini menurunkan pH medium.⁽⁸⁾ Perubahan pH media selama fermentasi dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 2. Kurva Perubahan pH selama Fermentasi

3.3.2 Perubahan Jumlah Sel Jumlah rata-rata Saccharomyces cerevisiae selama fermentasi dapat dilihat pada Gambar 5.

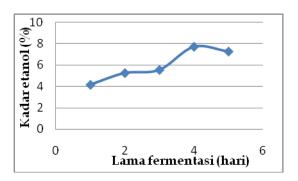


Gambar 3. Kurva Perubahan Jumlah Sel selama Fermentasi

Berdasarkan Gambar 4 pada saat 4 hari menunjukkan konsentrasi etanol tertinggi yaitu sebesar 7,69%. Kemudian pada saat 5 hari, konsentrasi yang didapat telah menurun mejadi 7,25%. Hal ini disebabkan karena ketersediaaan nutrisi pada medium sudah mulai berkurang sehingga mikroba mengubah etanol menjadi asam asetat yang mengakibatkan penurunan kadar etanol.

Didapatkan bahwa jumlah sel *Saccharomyces cerevisiae* meningkat sejak diinokulasikan sampai hari ke-4 dan mulai turun setelah hari ke-5. Hal ini disebabkan karena pada awal

fermentasi, gula reduksi di dalam media masih banyak sehingga proses pembelahan dan aktivitas fermentasi sel Saccharomyces cerevisiae berjalan dengan baik dan etanol yang dihasilkan juga banyak sedangkan pada hari ke-5, gula reduksi di dalam media sudah hampir habis sehingga proses pembelahan dan aktivitas fermentasi sel Saccharomyces cerevisiae terhambat yang akibatnya etanol yang dihasilkan sedikit. Selain itu penimbunan etanol berkonsentrasi tinggi hasil Saccharomyces metabolisme cerevisiae menghambat pertumbuhan dan menyebabkan kematian sel Saccharomyces cerevisiae.



Gambar 4. Kurva Pengaruh Lama Fermentasi terhadap Kadar Etanol

3.3.4 Produksi Bioetanol

Hidrolisat yang telah diatur pH nya mejadi 5,5, dilanjutkan pada proses fermentasi. Konsentrasi etanol diukur menggunakan alat GC-MS. Hasil konsentrasi etanol yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 4.

IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa asam yang paling baik untuk menghidrolisis ampas sagu adalah asam sulfat dengan konsentrasi 0,3 N selama 120 menit dimana memberikan konsetrasi gula reduksi sebesar 4,477 g/L. Selama fermentasi berlangsung terjadi penurunan pH medium dan

peningkatan jumlah sel. Produksi Etanol optimum terjadi pada lama fermentasi 4 hari dengan konsentrasi etanol 7,69%

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Laboratorium bioteknologi Universitas Andalas dan Laboratorium Kesehatan Balai Kesehatan kota Padang yang telah menyediakan sarana dalam pelaksanaan penelitian ini.

Referensi

- Komarayati,Sri Prihandana, 2007, Bioetanol Ubi kayu Bahan Bakar Masa Depan, Agromedia, Jakarta.
- 2. Kiat LJ, **2006**, Preparation and characterization of carboxymethyl sago waste and its hydrogel, *Tesis Universiti Putra Malaysia*, Malaysia.
- 3. Sutiari, **1983**, Produksi Alkohol dari Daging dan Kulit Pisang, *Universitas Brawijaya*, Malang.
- 4. Alegre, Ranulfo Monte, Mauricio Rigo and Ines Joekes, **2003**, Ethanol Fermetation of a Diluted Molasses Medium by

- Saccharomyces cerevisiae Immobilized on Chrysotile, *Brazilian archives of biology and technology journal*, Brazil.
- 5. Karta Wijaya, Yulis, Marniati Salim, Elida Mardiah, **2011**, Utilization of Cassava Peel Waste to Produce Alcohol, *International Seminar on Environmental Science (ISES 2011) October 8th*, 2011. IKA HIMKI Indonesia & HIMKA UNAND. Departement of Chemistry, Universitas of Andalas.
- 6. Wignyanto, Suharjono, Novita, **2011**, Pengaruh Konsentrasi Gula Reduksi Hati Nanas dan Inokulum Saccharomyces cerevisiae Pada fermentasi Etanol, *Jurnal Teknologi Pertanian vol* 2 *no* 1,
- 7. Lavarack, B.P., Griffin, G.J., Rodman, D. **2002**, Measured kinetics of acid-catalysed hydrolysis of sugar cane bagasse to produce xylose, *Catalysis Today*, 63: 257 265.
- 8. Sugiharto, P.E., **1991,** Analisis Kuantitatif Kadar Etanol Dari Bonggol Pisang oleh Saccharomyces cerevisiae, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

MODIFIKASI KOMPOSISI KITOSAN PADA PROSES SINTESIS KOMPOSIT TiO₂-KITOSAN

Restu Harly Pebriani, Yetria Rilda, dan Zulhadjri

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas.

e-mail: harly_restu@yahoo.com Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

A synthesis of TiO₂-chitosan composite has been carried out by the sol-gel method using a variety of acetic acid concentrations (2 – 5 %). The composition of chitosan on TiO₂ was found to be 10 untill 50 %. The role of chitosan was as a dopant hybridized to the TiO₂ through its hydroxyl and amine groups. Composite of TiO₂-Chitosan obtained was characterized with Fourier Transform Infra Red (FTIR), Thermal Gravimetry Analysis (TGA), X-Ray Difraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM) and Energy Dispersive X-Ray (EDX). FTIR analysis showed an absorption of O-Ti-O in a fingerprint area of 677-684 cm⁻¹. TGA measurement confirm a mass reduction at 300 °C of the composite by 57 %. XRD pattern indicated that TiO₂-Chitosan compound was amorphous. From SEM photoghraphs can be seen that the composite possed porous and hollow structure. Meanwhile, from EDX calculation can be concluded that such composite containing 5 % of acetic acid and 20 % of chitosan showed highly dopant substituted TiO₂.

Keywords: modification, TiO₂, chitosan, synthetic, composite.

I. Pendahuluan

Mikroorganisme dapat berasal dari lingkungan tercemar yang menyebabkan bahaya bagi kesehatan manusia. Salah satu dampak negatif yang timbul dari polusi lingkungan tercemar adalah meningkatnya jumlah populasi mikroba. Populasi ini dapat berasal dari limbah rumah tangga dan industri⁽¹⁾. Hal ini menyebabkan banyak pihak mencari solusi alternatif untuk menemukan bahan antimikroba.

Salah satu bahan alami yang dapat dimanfaatkan untuk antimikroba adalah kitosan.Kitosan adalah produk deasetilasi kitin yang merupakan polimer rantai panjang glukosamin dengan bobot molekul 2,5x10-5 Dalton dan rumus kimia poli(2-amino-2-deoksi-D-Glukosa), memiliki rumus molekul [C₆H₁₁NO₄]n⁽²⁾. Kitosan sedikit larut dalam asam klorida, serta larut baik dalam asam lemah, seperti asam

formiat dan asam asetat⁽³⁾. Beberapa diantara keunggulan kitosan yakni mempunyai massa molekul besar sehingga memiliki daya absorbsi besar dan non toksik^(4,5).

Kitosan mengandung enzim lisosim dan gugus aminopolisakarida yang dapat menghambat pertumbuhan mikroba. Kitosan juga memiliki polikation bermuatan positif yang mampu menekan pertumbuhan bakteri dan kapang⁽²⁾.

Gambar 1. Struktur molekul senyawa kitosan⁽⁴⁾.

Molekul kitosan memiliki kemampuan untuk berinteraksi dengan senyawa pada permukaan sel bakteri kemudian teradsorbi membentuk semacam layer (lapisan) yang transportasi menghambat saluran mengalami sehingga sel kekurangan substansi untuk berkembang dan mengakibatkan matinya sel⁽⁶⁾.

Untuk mengatasi permasalahan lingkungan pada saat ini diperkenalkan teknologi sebagai pemanfaatan fotokatalis fotodegradasi dengan polutan menggunakan material oksida semikonduktor.Keuntungan dari oksidasi fotokatalis adalah dapat menggunakan sumber energi cahaya matahari. Disamping itu oksidasi fotokatalis akan mendegradasi senyawa-senyawa berbahaya dan beracun di dalam air menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti karbon dioksida dan air. Material oksidasi fotokatalis yang telah luas diaplikasikan adalah senyawa titania (TiO2).

TiO₂ dapat bersifat fotokatalisis bila mengadsorbsi cahaya yang berenergi sama atau lebih besar dari energi celah pitanya maka akan terjadi fotoeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dalam semikonduktornya⁽⁷⁾. Untuk menghambat rekominasi elektron *hole* maka peran doping sangat diperlukan , sehingga umur katalis akan berlangsung lebih lama.

Proses modifikasi senyawa titania dapat dilakukan dengan mengoptimasi komposisi raw material dan penambahan senyawa dopan tertentu. Modifikasi ini dilakukan bertujuan agarTiO₂ yang dihasilkan berukuran nanopartikel dan struktur anatase. Sehingga TiO2memiliki daya katalis lebih besar⁽⁸⁾ Kitosan merupakan salah satu senyawa organik yang dapat digunakan sebagai doping pada TiO_2 . Hal ini disebabkan kitosanmerupakan senyawa polisakarida yang mempunyai gugus-gugus dan hidroksil, amina serta dapat berinteraksi dengan atom-atom TiO_2 sehingga terbentuk hibridisasi dengan molekul TiO₂.

Triyuni, 2011, telah melakukan penelitian tentang efek penambahan kitosan pada sintesis TiO₂ dengan suhu kalsinasi 400-700 °C selama 2 jam, hasilnya menunjukkan terbentuk komposit TiO₂-kitosan tetapi kitosan tidak stabil pada suhu tinggi. Maka

dilakukan penelitian lanjutan sintesis TiO₂kitosan dengan parameter kondisi proses yang dioptimasi pada penelitian ini adalah variasi konsentrasi asam asetat yang digunakan untuk proses kelarutan kitosan perbandingan variasi komposisi kitosanterhadap TiO2, serta pembentukan serbukyang dilakukan pada suhu kalsinasi 300°C selama 3 jam.Sebagai prekursor proses sol-gel digunakan TIP (titanium isopropoksida), bahan aditif DEA (dietanol amin) dan isopropanol sebagai pelarut, kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi TiO₂-kitosan dengan (Fourier Transform Infra Red (FTIR)), (Thermal Gravimetry Analysis (TGA)), (X-Ray Difraction (XRD)), and (Scanning Electron Microscope) SEM)) and (Energy Dispersive X-Ray (EDX)).

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah serbuk kulit udang, aquades, natrium hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl), asam asetat (CH₃COOH) glassial 98 %, titanium isopropoksida (Aldrich 97 %), dietanol amin(Merck) dan isopropanol (Merck).

Peralatan yang digunakan adalah: gelas piala, gelas ukur, erlenmeyer, spatula, petridish, batang pengaduk, labu ukur, pipet tetes, kertas saring, pH meter, neraca analitis (KERN EW 220-3NM), oven (Memmert), furnace (Select Horn P Selecta), magnetic stirrer (Heidolp), FTIR (460 plus), TGA (Leco TGA 701), XRD (Shimidzu XRD 7000 dengan sumber target CuK α), dan SEM-EDX (JEOL JSM-6360LA).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1. Sintesis Kitosan

Bahan baku yang digunakan adalah kulit udang kering yang berasal dari limbah udang yang diperoleh di Pasar Pondok, Padang. Bahan baku tersebut dihancurkan dengan *crusser* hingga menjadi serbuk. Kemudian dilakukan proses deproteinasi. Proses ini dilakukan pada suhu 70 °C, dengan menggunakan larutan natrium hidroksida 3,5 % dengan perbandingan serbuk udang dengan natrium hidroksida 1:10 (gr serbuk/ml natrium hidroksida)

sambil diaduk konstan selama 120 menit. Kemudian endapan disaring dan endapan yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquades sampai pH netral.

Proses ini dilanjutkan dengan proses demineralisasi pada suhu 70 °C dengan menggunakan larutan asam klorida 1 N, perbandingan sampel dengan larutan asam klorida 1:10 (gr serbuk/ml asam klorida) sambil diaduk konstan selama 240 menit. Kemudian disaring dan endapan yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquades sampai pH netral. Hasil dari proses demineralisasi ini disebut kitin. Kitin kemudian dilarutkan dalam larutan natrium hidroksida dengan konsentrasi 50 % pada suhu 100 °C sambil diaduk konstan selama 60 menit. Hasil yang berupa slurry disaring, lalu dicuci dengan aquades sampai pH netral kemudian dikeringkan. Hasil yang diperoleh disebut kitosan. Proses deasetilasi dilakukan sebanyak 3 kali. Selanjutnya dilakukan pengujian dengan FTIR pada hasil kitosan 1 kali deasetilasi dan kitosan 3 deasetilasi, sebagai pembanding digunakan kitosan komersil dari IPB (Institut Pertanian Bogor).

2.2.2 Sintesis TiO2-Kitosan

Larutan kitosan dibuat dengan cara melarutkan kitosan kedalam asam asetat (2-5)dengan variasi konsentrasi Kemudian dibuat komposisi kitosan sebagai dopan pada TiO2 dengan perbandingan kitosan (10-50) % terhadap TiO₂. Larutan kitosan yang telah dilarutkan dalam asam asetat (2-5) % sebagai (larutan A), distirrer dan dihomogenkan selama 5 menit dan dilakukan pengukuran pH, kemudian dibuat larutan dietanol amin 1 M dan isopropanol dengan jumlah tertentu, distirrer dan dihomogenkan selama 5 menit pada temperatur kamar, ditambahkan titanium isopropoksida 0,5 M, dilakukan pengukuran distirrer dan рH, dihomogenkan selama 5 menit pada temperatur kamar (Larutan B).

Larutan A dan B dicampurkan, lalu dihomogenkan selama 2 jam dengan volume total larutan A dan B sebanyak 50 ml, kemudian dilakukan pengukuran pH, selanjutnya di oven pada suhu 110 °C selama 4 jam untuk menghasilkan gel, gel dikarakterisasi dengan TGA. Gel

selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 300 °C selama 3 jam untuk memperoleh serbuk TiO₂-kitosan. Terakhir sampel dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Sintesis Kitosan Secara Kimia

Proses isolasi kitosan dilakukan melalui tiga tahap, yaitu: deproteinasi, demineralisasi dan deasetilasi. Deproteinasi bertujuan untuk memutus ikatan protein dengan serbuk udang menggunakan larutan natrium hidroksida 3,5 %. Massa yang diperoleh pada pemisahan ini adalah 430 gram atau persen hasil sebesar 86,00 %.

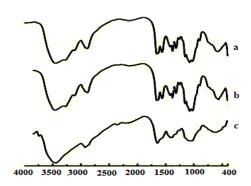
Selanjutnya untuk memutuskan ikatan dengan mineral yang ada pada sampel deprotenasi dilakukan proses demineralisasi menggunakan asam klorida⁽⁹⁾. Pada proses demineralisasi, senyawa kalsium akan bereaksi dengan asam klorida yang larut dalam air.Massa dari hasil demineralisasi sebesar 27,24 %.

Proses akhir disebut dengan deasetilasi. Deasetilasi merupakan proses penghilangan (CH₃CO) dari kitin gugus asetil larutan alkali menggunakan untuk memperoleh senyawa kitosan (10). Proses deasetilasi kitin berlangsung dalam kondisi basa karena gugus N-asetil tidak dapat dihilangkan dengan reagensia asam tanpa hidrolisis polisakaridanya.

Pada proses deasetilasi ini, persen hasil kitosan yang didapatkan adalah 15,13 %. Pengurangan massa terjadi karena adanya perubahan dari gugus asetil yang berikatan dengan atom nitrogen menjadi gugus amina.

3.2 Analisis FTIR

Analisis FTIR dapat digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada suatu senyawa organik maupun senyawa polimer pada daerah sidik jari 400-4000 cm⁻¹. Analisis FTIR digunakan untuk mengamati proses isolasi kitin dan kitosan dari kulit udang dan juga untuk membedakan kemurnian kitosan hasil isolasi dengan kitosan komersil. Perbedaan ini dapat dilihat dari serapan-serapan yang mucul. Hasil analisis FTIR kitosan tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektrum FTIR Kitosan a. Kitosan 1 kali deasetilasi, b. Kitosan 3 kali deasetilasi, c. Kitosan Komersil.

Berdasarkan hasil karakterisasi dengan FTIR,kitosan yang diperlakukan 1 kali deasetilasi ditunjukkan oleh Gambar 2a, serapan 1317,14 cm-1 menunjukkan adanya gugus asetil (-CH₃CO-). Pada daerah serapan 1257,36 cm-1 menunjukkan vibrasi metil -CH₃ dan pada daerah serapan 1156,12 cm-1 menunjukkan vibrasi rentangan -CO-. Hal ini menunjukkan bahwa kitosan yang diisolasi 1 kali proses deasetilasi sulit menghilangkan gugus asetilnya.

Pada Gambar 2b dan 2c terlihat adanya perbedaan pita serapan kitosan 3 kali deasetilasi (b) dengan kitosan komersil (c) sebagai pembanding. Pada kitosan 3 kali deasetilasi terdapat serapan di sekitar 1317,14 cm⁻¹, 1258,32 cm⁻¹ dan 1156,12 cm⁻¹ yang merupakan gugus metil, sedangkan pada kitosan komersil tidak terdapat serapan pada daerah tersebut.Hilangnya dan CH₃ padabilangan serapan CH gelombang 1317,14 cm⁻¹, karena proses deasetilasi telah sempurna. Dilihat dari gugusyang diidentifikasi pada kitosan komersil, yaitu adanya gugus amina, hilangnya CH₃ dan C=Oamida, dapat disimpulkan bahwa serbuk didapatkan adalah kitosan. Dilihat dari spektra IR, pada kitosan hasil isolasi 3 kali deasetilasi masih terdapat serapan CH₃,hal inimenunjukkan bahwa proses deasetilasi dilakukan belum optimum, kemurniannya masih rendah, kemungkinan masih mengandung bahan pengotor dan adanya air yang mungkin terserap sehingga mempengaruhi ikatan antar molekul yang menyebabkan perbedaan daerah serapan, sedangkan pada kitosan komersil sudah berada dalam bentuk murni karena dari informasi yang diperoleh, proses isolasi dilakukan secara enzimatis.

Berdasarkan hasil spektrum inframerah ini maka dihitung derajat deasetilasi kitosan untuk menguji tingkat kemurnian dari kitosan hasil isolasi dan kitosan komersil sebagai pembanding dengan menghitung serapan pada panjang gelombang 1655 cm⁻¹ dan 3450 cm⁻¹ dengan metode *baseline* (metode garis dasar), menggunakan persamaan matematika sederhana yang diturunkan oleh Sabnis and Block (1997).

Derajat deasetilasi kitosan 3 kali deasetilasi vaitu 68,33 %, sedangkan menurut teori, kitosan dengan derajat deasetilasi minimum sebesar 70 % dapat diterima di pasaran⁽¹¹⁾, namun pada penelitian ini derajat deasetilasi kitosan yang didapat kurang dari 70 % atau dapat dikatakan tingkat kemurniannya sedikit rendah, sedangkan kitosan komersil yang digunakan sebagai pembanding diperoleh derajat deasetilasi sebesar 96,27 %, sehingga dapat dikatakan tingkat kemurniannya lebih tinggi.

Banyaknya gugus asetil yang terdeasetilasi menjadi gugus amina, ditunjukkan oleh meningkatnya derajat deasetilasi kitosan yang diperoleh. Derajat deasetilasi yang lebih tinggi diasumsikan akan mempunyai sisi-sisi gugus aktif amina bebas (-NH₂) yang lebih banyak terdapat dalam kitosan. Hal ini dapat memberikan pengaruh pada antimikrobakarena akan terbentuk *polikation* yang memiliki afinitas yang kuat terhadap sel bakteri⁽¹²⁾. Maka kitosan yang digunakan untuk doping TiO₂ dipilih kitosan komersial yang berasal dari IPB (Institut Pertanian Bogor).

3.3 Sintesis Gel dan Serbuk TiO₂-Kitosan.

Pada penelitian ini pH asam asetat yang diperoleh berkisar antara 3,0 dan 4,0. Dalam range pH ini asam asetat mampu melarutkan kitosan. Asam asetat digunakan karena mengandung gugus karboksil yang akan memudahkan pelarutan kitosan karena terjadinya interaksi hidrogen antara gugus karboksil dengan gugus amina dari keduanya(11) Kitosan yang dilarutkan dalam asam secara proporsional atom hidrogen dari radikal amina primernya akan lepas sebagai proton, sehingga larutan akan bermuatan positif dan bila ditambah

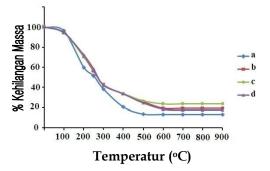
molekul lain sebagai muatan negatif, maka akan terbentuklah polikationat yang diprediksi mempunyai kemampuan sebagai anti mikroba⁽¹³⁾.

Pencampuran dengan larutan (Isopropanol + dietanol amin + titanium isopropoksida) membentuk sol yang berwarna putih dikarenakan titanium isopropoksida bersifat reaktif, mudah bereaksi dengan air dan akan membentuk titanium dioksida dengan pH 8. Sifat basa dari kitosan disebabkan oleh adanya gugus amino

Pada komposisi kitosan 10 % dengan variasi asam asetat 2 % dan 3 %, memperlihatkan sifat fisik yang rapuh. Gel bertekstur rapuh karena jumlah dopan yang sedikit pada TiO2 menyebabkan proses distribusi dopan didalam larutan tidak terjadi secara merata. Sedangkan pada penambahan kitosan (20-50) % memperlihatkan sifat fisik yang liat.Hal ini dipengaruhi oleh jumlah dopan yang lebih banyak, menyebabkan kitosan terdistribusi secara merata didalam larutan. Kehomogenan larutan TiO2-kitosan mempengaruhi tekstur gel yang dihasilkan.

3.4 Analisis TGA TiO2 dan Kitosan

Analisis TGA bertujuan untuk mengamati kestabilan termal dari sampel yang dihasilkan. Gambar 3 menunjukkan hasil pengujian TGA dari gel TiO₂, kitosan hasil isolasi dan kitosan komersil sebelum mengalami proses doping. Persentase massa yang hilang dapat diamati dari temperatur kamar sampai 900 °C.

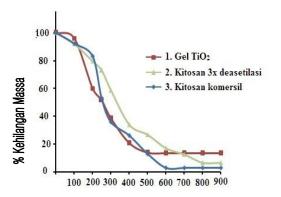


Gambar 3.Kurva TGA gel TiO₂ dan kitosan

Kitosan komersil memperlihatkan kestabilan termal lebih baik pada suhu yang rendah yaitu 200 °C. Selanjutnya pada pemanasan suhu 300 °C terjadi pengurangan massa sebesar 64,12 %. Hampir sama dengan gel TiO₂ yang mengalami kehilangan massa sebesar 61,50

%. Hal ini disebabkan karena adanya proses penguapan yang terjadi pada sampel. Pada temperatur 500 °C persen massa yang hilang sebesar 87,19 %. Hal ini menandakan terjadi proses pengeringan dan penguapan dari air kimia. Selanjutnya dilakukan analisis TGA pada gel TiO₂ doping kitosan untuk melihat kestabilan termal TiO₂ dan kitosan sebelum dan sesudah dilakukan proses doping. Kestabilan termal gel TiO₂-kitosan dapat dilihat pada Gambar 4.

Pada suhu 100–300 °C terjadi kehilangan massa yang lebih besar dan diindikasikan sebagai kehilangan air kristal, dekomposisi dari residu organik senyawa dietanol amin (DEA).



Temperatur (°C)

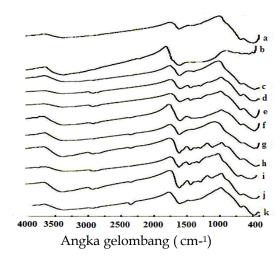
Gambar 4. Kurva TGA TiO₂ dan TiO₂-kitosan a. TiO₂ saja, b. TiO₂-kitosan 10 %, c. TiO₂-kitosan 15 %, dan d. TiO₂-kitosan 20 %.

TiO₂-kitosan mengalami pengurangan persen massa secara konstan mulai suhu 700 °C dengan kehilangan massa diatas 75 %. Dari kurva pada Gambar 4 dapat disimpulkan bahwa TiO₂ setelah dilakukan doping dengan kitosan menunjukkan kestabilan termal yang lebih baik jika dibandingkan TiO₂ dan kitosan tanpa dilakukan proses doping

3.5 Analisis FTIR serbuk TiO₂-kitosan

Serbuk TiO₂-kitosan dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam serbuk TiO₂-kitosan dan menentukan spektrum O-Ti-O. Dari hasil interprestasi gugus fungsi spektra

inframerah dapat dilihat bahwa pada semua serbukTiO₂-kitosan muncul serapan di cm-1, daerah sekitar (3000–3750) menandakan bahwa terdapat gugus hidroksil (-OH) dan NH₂ (amin primer) merupakan aktif gugus pada kitosan.Spektrum serapan dapat dilihat pada Gambar 5.

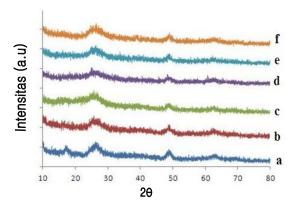


Gambar 5. Spektrum FTIR a. TiO₂ b. Kitosan c. TiO₂-kitosan 2 %,10 % d. TiO₂-kitosan 2 %,15 % e. TiO₂-kitosan 2%,20 % f. TiO₂-kitosan 3 %,10 % g. TiO₂-kitosan 3 %,15 % h. TiO₂-kitosan 3 %,20 % i. TiO₂-kitosan 5 %,10 % j. TiO₂-kitosan 5%,15 % k. TiO₂-kitosan 5 %,20 %.

Pada daerah serapan 2900–2930 cm⁻¹ muncul serapan yang menandakan adanya vibrasi rentangan -CH (metilen). Pada daerah serapan sekitar 1375-1450 cm⁻¹ muncul serapan yang mengindikasikan adanya gugus metil (-CH₃) dan (-CH) didaerah 650–1000 cm⁻¹. Pada daerah serapan sekitar 1600–1655 cm⁻¹ muncul serapan menandakan adanya vibrasi tekuk -NH amida. Berdasarkan data di atas, dapat juga dilihat serapan O-Ti-O. Pada TiO₂-kitosan variasi serapan O-Ti-O muncul pada serapan sekitar 677-685 cm⁻¹.

3.6 Analisis XRD

Karakterisasi XRD memberikan informasi tentang kristalinitas dari sampel, berupa jenis fasa kristal, kualitas kekristalan dan ukuran kristal dalam sampel. Informasi tentang kristalinitas sangat diperlukan mengingat reaksi fotokatalitik sangat bergantung kepada kualitas dan kuantitas dari jenis fasa kristal anatase dari TiO₂.



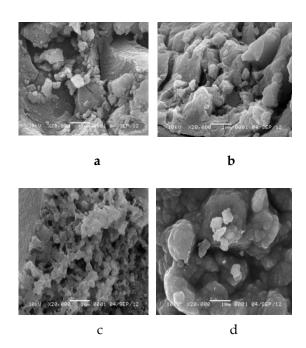
Gambar 6. Spektrum XRD dengan variasi asam asetat dan komposisi kitosan.a. TiO₂ b.TiO₂-kitosan 2 %, 20 %, c. TiO₂-kitosan 3%, 15 %,d. TiO₂-kitosan 3 %, 20 %, e. TiO₂-kitosan 5 %, 20 %, f. TiO₂-kitosan 5 %, 50 %.

Hasil uji XRD menunjukkan bahwa hubungan intensitas dengan 2θ tidak menghasilkan puncak yang tajam. Pola XRD sampel TiO₂-kitosan memperlihatkan adanya puncak milik TiO₂ dan puncak milik kitosan yang dibandingkan dengan data JCPDS. Untuk TiO₂ didapat dengan membandingkan dengan data JCPDS No 21-1272 dan kitosan dengan data JCPDS No 39-1894

3.7 Analisis SEM

Karakterisasi SEM digunakan untuk melakukan analisis struktur/morfologi dari sampel. Morfologi TiO_2 dan TiO_2 -kitosan dapat dilihat pada Gambar 7.

morfologi Secara umum TiO₂-kitosan memiliki permukaan kasar membentuk bongkahan batu karang.Pola distribusi komposit TiO2-kitosan lebih merata dan dibandingkan homogen jika dengan TiO₂Pada Gambar 7 di atas terlihat, penambahan dopan kitosan dapat memperkecil ukuran agregat TiO2 sehingga ukurannya menjadi lebih kecil.

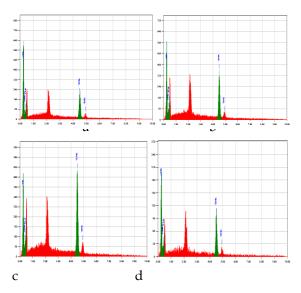


Gambar 7. Hasil SEM sampel TiO₂ dan TiO₂-kitosan a. TiO₂, b. TiO₂-kitosan 10 %, c. TiO₂-kitosan 20 %, d. TiO₂-kitosan 50 %.

Permukaan TiO₂-kitosan berongga dan berpori disebabkan oleh pembakaran serbuk TiO₂-kitosanpada suhu 300 °C yang dapat menyebabkan terjadi proses dekomposisi senyawa organik. Ini membuktikan suhu mempengaruhi morfologi TiO₂-Kitosan yang terbentuk, selain itu pada suhu rendah pertumbuhan kristal yang terbentuk belum sempurna sehingga hasil yang didapat berupa amorf. Hal ini merujuk berdasarkan data XRD pada suhu 300°C adalah amorf.

4.8 Analisis EDX

Energy Dispersive X-Ray (EDX) merupakan satu perangkat dengan dengan SEM. Pengukuran EDX merupakan perangkat analisa secara semikuantitatif untuk menentukan kadar unsur dalam sampel tanpa pembanding sebagai standar. Spektrum EDX-nya dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektrum EDXTiO₂ dan TiO₂-kitosan. a TiO₂ b. TiO₂-kitosan 10 % c. TiO₂-kitosan 20 % d. TiO₂-kitosan 50 %

Berdasarkan spektrum EDX, jumlah kitosan yang tersubtitusi dalam sampel yang disintesis sekitar 12–19 %. Kandungan kitosan yang tersubtitusi pada TiO₂-kitosan 10 % yaitu 11,12 %, pada TiO₂-kitosan 20 % lebih banyak yaitu 19,29 % dan pada TiO₂-kitosan 50 % yaitu 12,32 %. Sampel dengan komposisi 20 % memiliki kandungan dopan kitosan yang lebih banyak yang bearti kitosan terdoping kedalam TiO₂ lebih tinggi.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian pada $sintesiskomposit TiO_2$ -kitosan dengan metode sol-gel dapat disimpulkan bahwa derajat deasetilasi kitosan hasil isolasi secara kimia yang diperoleh kurang dari 70 %. Pada konsentrasi asam asetat 5 % diperoleh kelarutan kitosan lebih homogen dan TiO2kitosan dengan morfologi berpori dan berongga. Berdasarkan data EDX penambahan kitosan 20 % memiliki kestabilan komposit TiO2-kitosan pada suhu 300 °C selama 3 jam.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu penelitian ini.

Referensi

- 1. Natsir, H., Chandra, D., Rukayadi, Y., Suhartono, M.T., Hwang, J.K. and Pyun, Y.R. **2002**. Biochemical Characteristics of Chitinase Enzyme from Bacillus sp. Of Kamojang Creater, Indonesian. *J. of Biochem. Molecular Biology and Biophysics*. 6 (4): 279-282.
- Katatny, M.H.EI., W.Somitsch., K.H. Robra., M.S.EI-Katatny and G.M. Gubitz. 2000.Production of Chitinase and 1,3-Glucanase by Trichoderma harzianum forControl of the Phytopathogenic Fungus Sclerotium rolfsii. J. Food Technol. Biotechnol. 38 (3): 170-180.
- 3. Synowiecki, J., and Al-Khateeb, N.A. **2003**. Production, Properties, and Some New Applications of Chitin and its Derivatives. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 43, no. 2, 145-171.
- 4. Chen, Yo Li, **2008**. Preparation and Characterization of Water-Soluble ChitosanGel for Skin Hydration. *Universiti Sains Malaysia*.
- 5. Rilda, Yetria, **1995**, Karakterisasi Kitin dan Kitosan dari Limbah Udang. *Jurnal Penelitian Riau*. Edisi No 14.
- **6.** Goosen, M. F. A., **1997**. Applications of Chitin and Chitosan, *Technomic*, USA.
- 7. Fatimah, I dan Huda, T., Sintesis Dan Aplikasi Montmorillonit Termodifikasi Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tekstil, *Prosiding Seminar Nasional Kimia II*, diselenggarakan oleh Jurusan Ilmu Kimia FMIPA UII, ISBN: ISBN No: 979-96595-1-5, hal 337-346. 11
- 8. Sreethawong, T., Yoshikawa, S. **2006**, Enhanced Photocatalitic Hydrogen Evolution Over Pt Supported on Mesoporous TiO₂ Prepared by Single – Step Sol – gel Process With Surfactant Template. *International Journal of Hydrogen Energy*, 31: 786-796
- 9. Hartati, F.K., **2002**, Faktor-Faktor Yang Berpengaruh Terhadap Tahap Deproteinasi Menggunakan Enzim Protease Dalam Kitin Dari Cangkang Rajungan (*Portunus Pelagicus*), Biosain, 2
- Bastaman, S. 1989, Studies on degradation and extraction of chitn and chitosan from Prawn shells, Dept Mechanical Manufacturing, Aeronautical

- and Chemical Engineering. Queen's Univ. Belfast.
- 11. Dunn, E. T., Grandmaison, E. W. and Goosen, M. F. A, **1997**. Applications and properties of chitosan, *Technomic Pub*, Basel, p 3-30.
- 12. Benjakula S, Sophanodora P. **1993**. Chitosan Production from Carapace and Shell of Black Tiger Shrimp, (*Penaeus monodon*) Asean Food Jurnal. 8(4): 145-148.

PENGARUH PEMBERIAN PROBIOTIK Pediococcus pentosaceus ISOLAT DADIH SEBAGAI ANTI DIARE PADA MENCIT PUTIH

(Mus muscullus)

Rina Handayani^a, Sumaryati Syukur^a, dan Endang Purwati^b

^aLaboratorium Bioteknologi Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas ^bLaboratorium Teknologi Hasil Ternak, Jurusan Peternakan, Fakultas Peternakan, Universitas Andalas

e-mail: sumaryatisyukur@yahoo.com Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Pediococcus pentosaceus isolated from curd was performed as anti diarrhea in white mice (Mus muscullus). Curd was got from Lintau, Batusangkar, West Sumatra. Probiotic are able to suppress the growth of pathogenic bacteria in the intestine which cause diarrhea. Probiotics produce antimicrobial substances such as lactic acid, bacteriocins, H_2O_2 , etc.,which can suppress the growth of pathogenic bacteria. The bowel frequence, microflora balance and high of ileum villus were measured. The result of this experiment showing there was different significant interaction (p<0,01) between dose supplementation with treatment time on the bowel frequence, microflora balance and the high of ileum villus.

The results of this experiment was obtained mean defecation frequency at 55 on A2B2 treatment by supplementation EPEC after 12 hours and without adding *Pediococcus pentosaceus*. The highest mean of LAB total colony goes to the A3B2 treatment by supplementation EPEC and *Pediococcus pentosaceus* 1×10^8 CFU/ml after 12 hours of 97×10^7 CFU/g. The highest mean of *Escherichia coli* total colony goes to A2B3 treatment by supplementation EPEC after 24 hours and without adding the probiotics at $21,5 \times 10^7$ CFU/g. And the highest villus goes to A3B2 treatment at $374,51 \, \mu m$.

Keywords: Curd Dadih, Pediococcus pentosaceus, Diarrhea

I. Pendahuluan

Diare merupakan salah satu penyakit pada saluran pencernaan yang disebabkan oleh bakteri ataupun virus. Pada saat diare terjadi pengeluaran feses yang berlebihan, yang diakibatkan oleh tidak seimbangnya mikroflora pada saluran pencernaan yang disebabkan oleh infeksi bakteri patogen penyebab diare.

Keseimbangan mikroflora sangat penting dalam saluran pencernaan, karena jika tidak maka proses pencernaan akan terganggu. Salah satu cara agar keseimbangan mikroflora pada saluran pencernaan tetap terjaga yaitu dengan mengkonsumsi makanan ataupun minuman yang mengandung probiotik. Hal ini dikarenakan karena probiotik mampu menekan pertumbuhan bakteri patogen yang ada pada saluran pencernaan. Keseimbangan mikroflora usus akan tercapai apabila perbandingan antara bakteri yang menguntungkan terhadap bakteri yang merugikan sebesar 80%: 20% ¹ atau 85%:15%.²

Keadaan diare dapat merusak mukosa usus dan juga villi usus. Sehingga pertumbuhan

dari villi usus dapat terganggu.3 Protein terdapat dalam dadih membantu pertumbuhan dan perbaikan yang rusak termasuk penambahan tinggi villi usus halus.4 Dadih merupakan makanan tradisional Sumatra Barat yang diolah secara fermentasi yang mengandung probiotik. Dalam hal ini dadih yang diambil berasal dari Jorong Tabek Ankiang Kecamatan Lintau Utara Buo, Nagari Tanjung Bonai Kabupaten Tanah Datar Sumatra Barat. Dari isolasi yang telah dilakukan peneliti sebelumnya,5 dadih ini mengandung Bakteri Asam Laktat yaitu "Pediococcus pentosaceus" yang telah diuji anti mikrobanya. Dari uji anti mikroba bakteri Pediococcus pentosaceus ini mampu mengahambat pertumbuhan Escherischia coli penyebab diare dengan zona hambat 8 mm hingga 48 jam.

Dadih merupakan produk olahan dari susu kerbau yang dibuat dengan cara fermentasi alami pada suhu kamar selama 2 hari.6 Bakteri asam laktat yang terdapat dalam dadih dapat menghasilkan asam laktat yang dapat menghambat pertumbuhan mikroba yang merugikan, selain nisin sebagai hasil sampingnya merupakan natural antibiotik pencegah atau obat penyakit kanker dan menetralisir bakteri pengganggu pada saluran pencernaan.7 Di dalam dadih terkandung komposisi gizi antara lain protein, lemak, air, mineral, vitamin A, vitamin C, riboflavin dan thiamin.8 Selain itu dadih juga jenis beberapa mengandung vitamin terutama vitamin B kompleks yang merupakan komponen susu sendiri dan vitamin B dan vitamin K yang terbentuk selama proses fermentasi.9

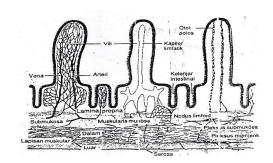
Tabel 1. Komposisi Kimia Dadih dan Yoghurt.8

Komposisi Kimia	Dadih	Yoghurt
Kadar air (%)	84,35	90,78
Protein (%)	5,93	3,91
Lemak (%)	5,42	0,07
Karbohidrat(%)	3,34	4,32
pН	4,1	3,4
Keasaman Tertitrasi (sebagai asam laktat)	1,28	1,49

Bakteri asam laktat dari dadih pada penelitian dilakukan Purwati yang didapatkan yaitu Pediococcus pentosaceus, Enterococcus faecalis dan Weissella paramesenteroides tidak sama dengan bakteri asam laktat yang didapatkan dari penelitian dadih oleh peneliti lainnya. Bakteri asam laktat yang terdapat dalam dadih adalah Lactobacillus brevis, Streptococcus faecalis, Leuconostoc mesentroides dan Lactococcus lactis.10

Pediococcus merupakan mikroba berbentuk coccus, gram positif, anaerob fakultatif, non motil dan tidak membentuk spora dan dikategorikan sebagai BAL, karena produk akhir metabolisme adalah asam laktat, dan bersifat homofermentatif. Pediococcus pentosaceus termasuk keluarga Lactobacillaceae.¹¹

Tinggi vili pada usus halus sangat besar pengaruhnya terhadap proses absorpsi makanan didalam usus halus. Telah diperkirakan bahwa vili memperluas permukaan usus halus sepuluh kali lipat.¹² Struktur villi dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur Vili Usus Halus¹³

II. Metodologi Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan: Timbangan elektrik merk ACS dengan ketelitian 0,01 gram dengan maksimal 200 gram untuk menimbang mencit putih jantan. Kandang mencit putih jantan (ukuran 30 X 20 X 10cm) 20 buah lengkap dengan tempat pakan dan minum. Nampan untuk menampung sampel feses. Plastik untuk

alas nampan. Jarum sonde untuk probiotik memberikan dan **EPEC** (Enteropathogenik Escherichia coli), pipet, mikroskop, mikrotom, kaca objek, silet/gunting, alumunium foil, keranjang metal, lumpang, lemari pendingin, keset processor, autoclave (Hirayama), Inkubator (Fisher), ependrof, bunsen, erlenmeyer, hockey steak.

Bahan yang digunakan: Mencit putih jantan *Mus muscullus* (yang telah diadaptasi lebih kurang 7 hari). Bakteri *Pediococcus pentosaceus* isolat dadih yang diperoleh dari Laboratorium Peternakan Universitas Andalas yang diberikan sesuai dosis yang telah ditentukan. Air minum dan makanan mencit putih jantan. EPEC (*Enteropathogenik Escherichia coli*) strain O₁₅₇ yang diperoleh dari Laboratorium Peternakan Universitas Andalas.

2.2 Tahap Penelitian

Dosis Bakteri Pediococcus pentosaceus dan EPEC (Enteropathogenik Escherichia coli)

Bakteri di beri secara oral dengan jarum sonde ke mencit putih dari hari 1-21 hari. Dosis probiotik mulai dari 1 x 10⁸ CFU/ml sampai 1 x 10¹⁰ CFU/ml dan dosis EPEC sebanyak 1 x 10⁸ CFU/ml.

Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan menggunakan metode eksperimen dengan Rancangan Acak Lengkap (RAL) pola faktorial 5 x 4 dengan 2 ulangan. Sebagai faktor pertama (A) yaitu dosis pemberian probiotik dengan level tertentu yang terdiri dari:

- a) A1 = Kontrol (diberi makan seperti biasa)
- b) A2 = Pemberian EPEC (tanpa pemberian probiotik)
- c) A3 = Pemberian EPEC dan probiotik dengan dosis 1 x 10⁸ CFU/ml
- d) A4 = Pemberian EPEC dan probiotik dengan dosis 1 x 10⁹ CFU/ml
- e) A5 = Pemberian EPEC dan probiotik dengan dosis 1 x 10¹⁰ CFU/ml

Sebagai faktor kedua (B) yaitu lama pemberian yang terdiri dari :

- a) B1 = Lama pemberian 0 Jam
- b) B2 = Lama pemberian 12 Jam
- c) B3 = Lama pemberian 24 Jam
- d) B4 = Lama pemberian 36 Jam

2.3 Cara Kerja

A. Pemberian EPEC untuk menginduksi diare pada mencit putih jantan.

- 1. Kultur EPEC didapat dari Laboratorium Teknologi Hasil Ternak Fakultas Peternakan Universitas Andalas.
- 2. Bakteri EPEC:O157 1 x 10⁸ CFU/ml diberikan pada mencit putih jantan sebanyak 0,5 ml secara oral dengan menggunakan jarum sonde.
- 3. Kejadian diare pada mencit putih jantan dilihat dari frekuensi jumlah feses mencit putih.

B. Pemberian Bakteri Asam Laktat (*Pediococcus pentosaceus*)

- 1. Kultur probiotik disimpan dalam gliserol pada suhu -4°C
- Kultur disegarkan pada media MRS broth dan diinkubasi pada suhu 37°C selama 24 jam.
- 3. Setelah 24 jam, kultur disentrifus selama 5 menit dengan kecepatan 12000 rpm.
- 4. Pemberian probiotik dilakukan secara oral ke mencit putih jantan satu persatu sesuai dengan dosis perlakuan.

C. Keseimbangan Mikroflora Usus

- a). Sterilisasi alat.
- b). Total Koloni BAL Dadih.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam menghitung total koloni BAL adalah :14

- 1. Semua peralatan yang dibutuhkan seperti : cawan petri (*petridish*), tabung reaksi, Erlenmeyer, *eppendorf*, tip pipet mikro, *hockey stick*, disterilkan dalam *autoclave* pada suhu 121 °C selama 15 menit dengan tekanan 15 lbs.
- Dengan menggunakan sendok steril dan aluminium foil bagian ileum mencit ditimbang sebanyak 1 g, kemudian dilarutkan dengan 9 ml larutan de Mann Rogosa Sharpe (MRS) Broth, lalu divortex sampai homogen. Hasil ini disebut pengenceran 10⁻¹.

- 3. Hasil pengenceran tersebut diambil 1000 μ l dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berisi 9 ml larutan *de Mann Rogosa Sharpe* (MRS) *Broth*, lalu divortex sampai homogen. Hasil pengenceran ini disebut dengan pengenceran 10^{-2} , begitu seterusnya sampai pada pengenceran 10^{-5} .
- 4. Dari pengenceran 10⁻⁵ diambil 100 μl sampel dan ditanam dengan metode *spread* pada *petridish* yang telah berisi media MRS Agar beku dengan mikro pipet 100 μl, kemudian diratakan dengan *hockey stick* yang sebelumnya telah diberi alkohol dan dibakar dengan api, semuanya dikerjakan di dalam *lamina flow* dan di dekat bunsen.
- 5. Inokulum disimpan dalam *anaerob jar* lalu dimasukkan dalam inkubator selama 24 jam pada suhu 37 °C dan dilakukan pengkodean *petridish* dengan menandai masing-masing *petridish*.
- 6. Setelah 24 jam, koloni bakteri yang tumbuh dihitung dengan menggunakan alat *quebec colony counter*. Hasil perhitungan dikalikan 10 kemudian dikalikan dengan seperpengenceran dan seperberat sampel, seperti rumus CFU dibawah ini:

Total koloni BAL (CFU/Colony Forming Unit)/gram):

Jumlah Koloni x 1 Pengenceran x 1 Berat Sampel

D. Histologi Vili Usus Mencit

- a. Prosedur pembuatan preparat vili usus halus
- 1) Mencit dikorbankan dengan pembiusan menggunakan kloroform.
- 2) Pengambilan jaringan segar, mencit dipotong dan dikeluarkan bagian organ dalamnya, diambil usus halus yaitu bagian ileum sepanjang 5 cm.
- Ileum dilakukan pembelahan agar berbentuk lembaran
- Bagian yang berbentuk lembaran dijepit diatas plastic tebal dan di fiksasi kedalam formalin 10% selama 24 jam.
- Jaringan tadi dimasukkan kedalam keset processor dan kedalam alat Rotary Tissue Processor. Dimana

- didalam alat ini jaringan tadi direndam dalam larutan alcohol 70% selama 2 jam, alcohol 80% selama 2 jam, alcohol 95% I selama 2 jam, alcohol 95% II selama 1 jam, absolute II, absolute III, absolute III masing-masing selama 1 jam, xylen I, xylen III, xylen III, masing-masing 1 jam, paraffin panas I selama 2 jam dan paraffin panas II selama 9 jam. Dimana totalnya selama 24 jam.
- 6) Kemudian setelah itu di blok atau dicetak dalam paraffin dengan menggunakan alat tissue embedding center, masukkan dalam freezer supaya paraffin membeku.
- 7) Setelah itu dilakukan pemotongan atau diiris setipis 5 mikron dengan alat mikrotom.
- 8) Irisan diletakkan di atas permukaan air biasa dan diusahakan tidak melipat. Dipindahkan sebentar pada permukaan air hangat suhu 45°C untuk menghilangkan kerutan kecil pada jaringan.
- 9) Ditempelkan pada objek glass yang sudah diolesi putih telur dan dibiarkan kering sampai saat akan diwarnai.
- 10) Preparat disusun dalam keranjang metal, kemudian direndam dalam xylol I, xylol II, xylol III masing-masingnya selama 10 menit. Kemudian pindahkan dalam alcohol absolute I, absolute II selama 10 menit.
- 11) Direndam dalam air kran mengalir selama 1 menit. Setelah itu diwarnai dengan Harri's Hematoksilin selama 7 menit. Kemudian rendam didalam air kran selama 1 menit.
- 12) Kemudian rendam dalam larutan scott selama 1 menit. Kemudian rendam lagi dalam air mengalir selama 1 menit.
- 13) Kemudian rendam dalam larutan eosin selama 5 menit, dibilas dengan air mengalir selama 1 menit.
- 14) Dicelupkan dalam larutan alcohol 95%, 96%, absolute I, absolute II kira-kira 10 celupan.
- 15) Masukkan dalam xylol I, xylol II, selama 3 menit, dan masukkan lagi dalam xylol III selama 5 menit.
- Diangkat dan ditetesi dengan Kanada balsam lalu ditutup dengan cover glass.

17) Terakhir diperiksa dan diamati dibawah mikroskop optic.

b. Pengukuran tinggi vili usus halus Pengukuran tinggi usus halus dilakukan dengan mikroskop cahaya atau optic yang diukur dari garis atas muskularis mukosa sampai puncak vili.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Frekuensi Buang Air Besar (BAB) mencit putih dengan beberapa perlakuan

Hasil analisis statistik menunjukkan bahwa adanya interaksi yang sangat nyata P<0.01 antara faktor A (dosis) dan faktor B (lama pemberian) terhadap frekuensi BAB (jumlah feses). Rataaan frekuensi BAB (jumlah feses) pada masing-masing kombinasi perlakuan disajikan pada Tabel 2

Tabel 2 Rerata Frekuensi Buang Air Besar Mencit Putih dengan Beberapa Perlakuan.

Faktor A		Faktor	Total	Rata-rata			
(i)	1	2	3	4	(y.i)	Nata-I ata	
1	4,50 ⁱ	5,50 ⁱ	5,50 ⁱ	5,00 ⁱ	20,5	5,13	
2	6,00 ⁱ	54,50°	36,00°	36,50 ^b	133	33,25	
3	5,50 ⁱ	17,50°	16,50°	21,00 ^f	60,5	15,13	
4	4,50 ⁱ	28,50 ^d	25,50°	12,50 ^h	71	23,25	
5	4,50 ⁱ	31,00°	14,50 ^h	11,50 ^h	61,5	15,38	
Total (y.j)	25	137	98	86,5	346,5	92,14	
Rata-rata	5	27,4	19,6	21,63	69,3	18,43	

Keterangan: huruf kecil yang berbeda pada kolom dan baris yang berbeda menunjukkan berbeda sangat nyata (p<0.01)

Tabel 2 diatas memperlihatkan interaksi yang sangat nyata P<0.01 antara faktor A (dosis) dan faktor B (lama pemberian) terhadap frekuensi BAB (jumlah feses) disebabkan karena berbedanya dosis yang diberikan dan semakin lama pemberian, sehingga menghasilkan jumlah feses yang berbeda pula.

Hal ini dapat dilihat dari nilai rataan jumlah feses terbanyak pada perlakuan A2B2 yaitu pemberian EPEC setelah 12 jam dan tanpa pemberian *Pediococcus pentosaceus* yaitu 55 kali (gambar 2). Salah satu penyebab diare yaitu infeksi bakteri patogen di saluran pencernaan. Beberapa

bakteri patogen penyebab diare antara lain *Escherichia coli, Shigella sp, Salmonella sp,* dan *Helicobacter pylori.*¹⁵



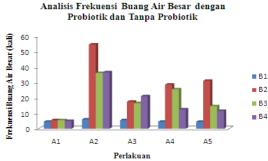
Gambar 2. Feses pada perlakuan A2B2

Frekuensi BAB pada perlakuan A1B2 yaitu 6 kali (gambar 3). Hal ini membuktikan bahwa A1B2 sebagai kontrol (tanpa pemberian EPEC dan *Pediococcus pentosaceus*) menghasilkan jumlah feses yang normal.



Gambar 3. Feses pada perlakuan A1B2

Dari hasil yang telah ada pada tabel diatas, hasil frekuensi buang air besar pada mencit putih ini juga dapat dilihat pada grafik berikut.



Gambar 4. Grafik analisis frekuensi buang air

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa frekuensi buang air besar tertinggi terdapat pada perlakuan A2B2 dimana pada perlakuan ini mencit hanya diberikan bakteri EPEC (Enteropathogenik Escherichia coli) setelah 12 jam tanpa adanya pemberian bakteri probiotik. Hal ini membuktikan bahwa bakteri patogen dapat terus merusak proses pencernaan mencit.

3.2 Keseimbangan Mikroflora Usus Mencit Putih Jantan

Hasil analisis statistik mennjukkan bahwa adanya interaksi yang sangat nyata P<0.01 antara faktor A (dosis) dan faktor B (lama pemberian) terhadap rerata keseimbangan mikroflora usus mencit yang terdiri total koloni Bakteri Asam Laktat (BAL), total koloni aerob dan total koloni *Escherichia coli*.

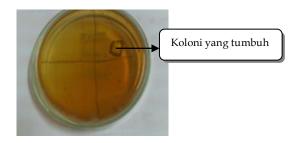
A. Total Koloni BAL (Bakteri Asam Laktat)

Tabel 3 Rerata Total Koloni BAL (x 10⁷ CFU/gram) pada Usus Mencit Putih dengan Beberapa Perlakuan.

Faktor A	T	Fakt	Total	Rata-		
(i)	1	2	3	4	(yi)	rata
1	3,50h	4,00h	5,50h	4,50h	17,50	4,38
2	4,00h	6,50h	0,50i	5,50h	16,50	4,13
3	5,00h	97,00ª	43,00f	61,50°	206,50	51,63
4	2,50h	84,00b	60,50°	20,505	167,50	41,88
5	6,00h	48,00e	53,50d	22,005	129,50	32,37
Total (y.j.)	21,50	239,50	163,00	114,00	537,50	134,40
Rata-rata	4,20	47,90	32,60	22,80	107,50	26,88

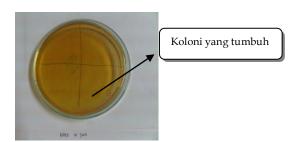
Keterangan: huruf kecil yang berbeda pada kolom dan baris yang berbeda menunjukkan berbeda sangat nyata (p<0.01)

Tabel 3 diatas memperlihatkan interaksi yang sangat nyata P<0.01 antara faktor A (dosis) dan faktor B (lama pemberian) terhadap jumlah rerata bakteri asam laktat pada usus mencit, dimana rerata tertinggi didapatkan pada perlakuan A3B2 yaitu $97,00 \times 10^7$ CFU/gram (gambar 5). Hal ini membuktikan bahwa A3B2 dengan dan pemberian pemberian **EPEC** Pediococcus pentosaceus 1 x 108 CFU/ml setelah 12 jam dapat menghasilkan total koloni BAL yang baik, dimana Pediococcus pentosaceus berhasil menekan pertumbuhan bakteri patogen yang ada di dalam usus mencit. *Pediococcus pentosaceus* merupakan anggota dari bakteri asam laktat (BAL) yang dapat menciptakan suasana asam sehingga mampu mengurangi jumlah koloni bakteri patogen lainnya yang tidak berspora. ¹⁶ Bakteri probiotik yang dimasukkan ke dalam susu fermentasi akan menyebabkan bakteri patogen seperti *E.coli*, dan *Salmonella* jumlahnya berkurang. ¹⁷



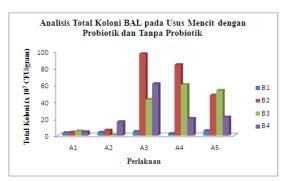
Gambar 5. Total koloni BAL yang tumbuh pada perlakuan A3B2

Frekuensi rerata total koloni BAL pada perlakuan A2B2 7 x 10⁷ CFU/gram (gambar 6). Dimana A2B2 dengan pemberian EPEC setelah 12 jam dan tanpa pemberian *Pediococcus pentosaceus* menghasilkan rerata yang rendah.



Gambar 6. Total koloni BAL yang tumbuh pada perlakuan A2B2

Dari hasil yang telah ada pada tabel diatas, total koloni BAL pada usus mencit putih ini juga dapat dilihat pada grafik berikut.



Gambar 7. Grafik analisis total koloni BAL

Dari gambar 7 dapat dilihat tingginya populasi BAL dari perlakuan kontrol (A1, B1) ke perlakuan yang diberikan probiotik probiotik A5). Mikroba (A3, A4, menghambat mikroorganisme patogen dengan berkompetisi untuk mendapatkan sejumlah substrat makanan untuk difermentasi. Substrat bahan makanan tersebut diperlukan agar mikroba probiotik dapat berkembang dengan baik dan juga penambahan probiotik komposisi mikroflora usus kemungkinan berubah sehingga jumlah mikroba yang menguntungkan meningkat.18

B. Total Koloni Aerob

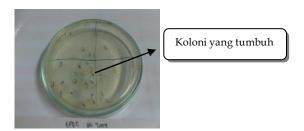
Tabel 4 Rerata Total Koloni Aerob (x 10⁷ CFU/gram) pada Usus Mencit Putih dengan beberapa perlakuan.

Faktor A		Fakto	Total	Rata-		
(i)	1	2	3	4	(yi)	rata
1	12,00°	12,50°	11,50°	14,00b	50,00	12,50
2	12,00°	7,50°	32,00ª	32,50ª	84,00	21,00
3	10,50d	4,50 ^f	5,50 ^f	3,50 ^f	24,00	6,00
4	8,00e	5,00 ^f	14,00b	9,00°	36,00	9,00
5	8,00e	10,00d	10,00d	4,00 ^f	32,00	8,00
Total (y.j.)	50,50	39,50	73,00	63,00	226,00	56,50
Rata-rata	10,10	7,90	14,60	12,60	45,20	11,30

Keterangan: huruf kecil yang berbeda pada kolom dan baris yang berbeda menunjukkan berbeda sangat nyata (p<0.01)

Tabel 4 diatas memperlihatkan interaksi yang sangat nyata P<0.01 antara faktor A (dosis) dan faktor B (lama pemberian) terhadap total koloni aerob pada usus halus mencit dengan jumlah rerata yang tertinggi

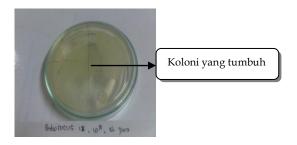
pada perlakuan A2B4 dengan pemberian EPEC setelah 36 jam yaitu 32,50 x 10⁷ CFU/gram (gambar 8)



Gambar 8. Total koloni aerob yang tumbuh pada perlakuan A2B4

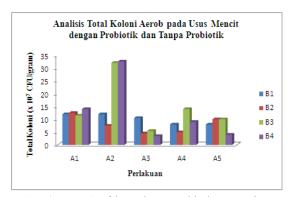
Escherichia coli merupakan sebagian besar flora normal didalam usus yang bersifat aerob, umumnya kuman ini tidak menyebabkan penyakit melainkan dapat membantu fungsi humoral dan nutrisi. *E. coli* adalah anggota flora normal usus. ¹⁹

Rerata terendah dari total koloni aerob pada perlakuan A3B4 yaitu 3,50 x 10⁷ CFU/gram dengan pemberian EPEC dan probiotik *Pediococcus pentosaceus* 1 x 10⁸ CFU/ml setelah 36 jam (gambar 9). Hal ini membuktikan dengan adanya pemberian probiotik mampu menekan total koloni aerob seperti *E.coli*



Gambar 9. Total koloni aerob yang tumbuh pada perlakuan A3B4

Dari hasil yang telah ada pada tabel diatas, total koloni aerob pada usus mencit putih ini juga dapat dilihat pada grafik berikut.



Gambar 10. Grafik analisis total koloni aerob

Dari gambar 10 dapat dilihat bahwa total koloni bakteri aerob terbanyak terdapat pada perlakuan A2B3 dan A2B4. Dimana perlakuan A2B3 dan A2B4 merupakan perlakuan dengan pemberian bakteri EPEC tanpa pemberian probiotik.

Populasi bakteri aerob normal pada saluran pencernaan seperti *Enterococccus* pada ileum terdapat 10²-10⁴, *Lactobacillus* pada ileum terdapat 10²-10⁵. ²0

C. Total Koloni Escherechia coli

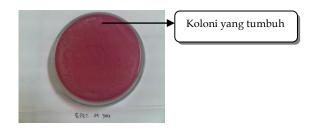
Tabel 5 Rerata total koloni *Escherechia coli* (x 10⁷ CFU/gram) pada usus Mencit Putih dengan Beberapa Perlakuan.

Faktor A		Fakto	Total	Rata-		
(i)	1	2	3	4	(yi)	rata
1	6,50d	7,00 ^d	7,50d	6,50d	27,50	6,88
2	5,50d	19,00b	21,50ª	11,00°	57,00	14,25
3	7,50 ^d	2,50°	1,50°	3,50e	15,00	3,75
4	5,50d	5,00d	2,50°	2,50°	15,50	3,88
5	6,50 ^d	7,00 ^d	4,50°	2,50e	20,50	5,13
Total (y.j.)	31,50	40,50	37,50	26,00	135,50	33,89
Rata-rata	6,30	8,10	7,50	5,20	27,10	6,78

Keterangan: huruf kecil yang berbeda pada kolom dan baris yang berbeda menunjukkan berbeda sangat nyata (p<0.01)

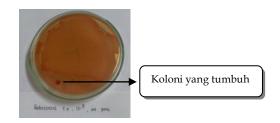
Tabel 5 diatas memperlihatkan interaksi yang sangat nyata P<0.01 antara faktor A (dosis) dan faktor B (lama pemberian) terhadap total koloni *Escherechia coli* pada usus mencit dengan jumlah rerata yang tertinggi pada perlakuan A2B3 yaitu 21,50 x 10⁷ CFU/gram (gambar 11). Dimana perlakuan A2B3 dengan pemberian EPEC setelah 24 jam tanpa pemberian *Pediococcus pentosaceus*, hal ini membuktikan bahwa

bakteri patogen dapat berkembang dengan baik jika tidak segera diberi penambahan probiotik (*Pediococcus pentosaceus*)



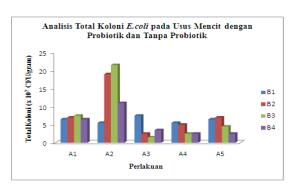
Gambar 11. Total koloni *Escherichia coli* yang tumbuh pada perlakuan A2B3

Frekuensi rerata terendah ada pada perlakuan A3B3 yaitu 1,50 x 10⁷ CFU/gram (gambar 12). Dimana A3B3 merupakan perlakuan yang diberi EPEC dan diberi *Pediococcus pentosaceus* 1 x 10⁸ CFU/ml setelah 24 jam. Hal ini membuktikan dengan diberi probiotik mampu menekan pertumbuhan bakteri patogen.



Gambar 12. Total koloni *Escherichia coli* yang tumbuh pada perlakuan A3B3

Dari hasil yang telah ada pada tabel diatas, total koloni *Escherichia coli* pada usus mencit putih ini juga dapat dilihat pada grafik berikut.



Gambar 13. Grafik analisis total koloni E.coli

Dari Gambar 13 dapat dilihat bahwa total koloni *E.coli* tertinggi terdapat pada perlakuan A2B3 dimana perlakuan ini hanya diberi bakeri EPEC pada 24 jam tanpa pemberian probiotik.

E.coli adalah anggota flora normal usus. *E.coli* berperan penting dalam sintesis vitamin K, konversi pigmen-pigmen empedu, asam-asam empedu dan penyerapan zat-zat makanan.*E. coli* menjadi patogen jika jumlah bakteri ini dalam saluran pencernaan meningkat atau berada di luar usus.²¹

3.3 Histologi Vili Usus Mencit Putih (Mus muscullus)

Hasil analisis statistik mennjukkan bahwa adanya interaksi yang sangat nyata P<0.01 antara faktor A (dosis) dan faktor B (lama pemberian) terhadap tinggi vili usus halus. Rataaan tinggi vili usus halus pada masingmasing kombinasi perlakuan disajikan pada Tabel 6.

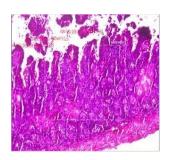
Tabel 6 Rerata Analisis Tinggi Vili Usus Mencit Putih (μm)

ινισικά τ ατίπ (μπι)									
Faktor A		Fakto	Total	Rata-					
(i)	1	2	3	4	(yi)	rata			
1	222,42°	223,35°	250,06 ^d	181,08 ^f	876,91	219,2275			
2	190,83 ^f	108,57h	133,435	175,36 ^f	608,19	152,0475			
3	183,23f	374,51ª	233,64°	258,9ª	1050,28	262,57			
4	189,22 ^f	302,456	268,89°	250,64 ^d	1011,2	252,8			
5	242,95ª	226,15°	226,77	277,79°	973,66	243,415			
Total(y.j.)	1028,65	1235,03	1112,79	1143,77	4520,24				
Ratarata	205,73	247,006	222,558	228,754		226,012			

Keterangan: huruf kecil yang berbeda pada kolom dan baris yang berbeda menunjukkan berbeda sangat nyata (p<0.01)

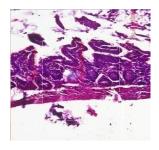
Tabel 6 diatas memperlihatkan interaksi yang sangat nyata P<0.01 antara faktor A (dosis) dan faktor B (lama pemberian) terhadap tinggi vili usus halus pada mencit dimana tinggi vili tertinggi terdapat pada perlakuan A3B2 yaitu 374,51 µm dimana pada perlakuan ini diberi EPEC dan Pediococcus pentosaceus 1 x 108 CFU/ml setelah 12 jam, hal ini membuktikan dengan pemberian probiotik dapat membantu pertumbuhan vili usus (gambar 14). Dadih mengandung protein lengkap yang

mengandung hampir semua asam amino essensial guna keperluan pertumbuhan. Protein ini dapat berfungsi untuk pertumbuhan dan perbaikan sel-sel yang rusak termasuk untuk penambahan tinggi vili usus halus. ⁴



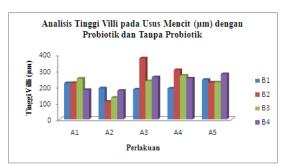
Gambar 14. Tinggi vili pada perlakuan A3B2

Tinggi vili terendah yaitu pada perlakuan A2B2 yaitu 108,57 µm dimana pada perlakuan ini diberi EPEC setelah 12 jam tanpa pemberian *Pediococcus pentosaceus*, hal ini membuktikan bahwa EPEC dapat merusak pertumbuhan vili (gambar 15). Keadaan diare dapat merusak mukosa usus dan juga vili usus. Sehingga pertumbuhan dari villi usus dapat terganggu.³



Gambar 15. Tinggi vili pada perlakuan A2B2

Dari gambar 16 dapat dilihat hasil rerata tinggi vili usus dimana tampak perlakuan A3B2 memiliki rerata paling tinggi dibanding perlakuan lainnya.



Gambar 16. Grafik analisis tinggi vili

Dari Gambar 16 dapat dilihat bahwa rerata tinggi vili tertinggi terdapat pada perlakuan A3B2 dimana perlakuan ini mencit diberi bakteri EPEC dan *Pediococcus pentosaceus* 1 x 108 CFU/ml setelah 12 jam.

Tinggi vili pada masing-masing bagian usus halus berbeda-beda, dimana vili usus halus tertinggi terletak pada duodenum yaitu kira-kira 1,0-1,5 mm. Panjang usus dan tinggi vili pada usus halus sangat besar pengaruhnya terhadap proses absorbsi makanan didalam usus halus. Ileum memiliki tinggi vili yang lebih pendek dari duodenum,²² jika tinggi duodenum 1,0-1,5 mm maka tinggi vili ileum kurang dari 1 mm. Hal ini sesuai dengan hasil yang telah diperoleh, dapat dilihat pada tabel 10 bahwa tinggi vili yang didapat berkisar 100-300 µm atau setara dengan 0,1-0,3 mm.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan didapat kesimpulan bahwa, pemberian EPEC:O157 berhasil membuat mencit menderita diare, yaitu pada perlakuan A2B2 (pemberian EPEC setelah 12 jam tanpa pemberian *P.pentosaceus*) mencapai rerata frekuensi buang air besar 55 kali.

Pemberian probiotik pada mencit yang menderita diare mampu mengurangi diare yang dideritanya, yaitu pada perlakuan A3B2 dengan pemberian EPEC dan *P.pentosaceus* 1x10⁸ CFU/ml setelah 12 jam mencapai rerata BAL 97,00x10⁷ CFU/gram. Pemberian probiotik mampu membantu

pertumbuhan sel-sel yang rusak akibat bakteri patogen termasuk pertumbuhan vili usus, dimana pada perlakuan A3B2 dengan pemberian EPEC dan *P.pentosaceus* 1x10⁸ CFU/ml setelah 12 jam mendapatkan tinggi villi 374,51 μm

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada pihak-pihak yang telah membantu demi kelancaran penelitian ini.

Referensi

- 1. Manap, M.Y. **1998**, Seminar Bioplus. *CNI News*.
- 2. Philip, K. **1993**, Development of lactic acid bacteria as health food suplement or probiotics. *OMX International*. Malaysia.
- 3. Hartono. **1988,** Histologi veteriner organologi. *Fakultas Kedokteran Hewan IPB Bogor*.
- Langhout, P. 2000, New Additives for broiler chicken. Feed Mix. The International Journal on feed, Nutrition and Technology 9(6):24-27
- 5. Sumarni, Ike Putri. 2011, Pengaruh Efektifitas Bakteri Asam Laktat Terhadap Kualitas Mikrobiologis Dan Daya Simpan Dadih Di Beberapa Daerah Di Sumatra Barat. Skripsi Sarjana Peternakan, Universitas Andalas: Padang.
- Sugitha, I.M. 1995, Olahan susu kerbau tradisional Minang, manfaat, kendala dan prospeknya dalam era industrialisasi Sumatera Barat. Seminar Sehari Teknologi Hasil Ternak Fakultas Peternakan. Universitas Andalas, Padang.
- 7. Sugitha, I.M. dan A.A. Lucy. 1998, Daya cerna dadiah yang dibuat dengan penambahan starter Lactococcus lactis subsp lactis dalam tabung plastik. *Jurnal Peternakan dan Lingkungan* Vol. 4. No. 3. Edisi Oktober. Fakultas Peternakan Universitas Andalas, Padang.
- 8. Purwati, E., Rusfidra, Armadyan, Indri Juliyarsi, Purwanto, H. **2010**, Plasma Nuftah Sumatera Barat: Dadih sebagai pangan fungsional probiotik menunjang

- kesehatan masyarakat. Bogor: Cendekia Publishing House.
- 9. Surono, I.S & Hosono, A. **1995**, Indigenous fermented foods in Indonesia. *Japanese J. Dairy and food* Scl. 44: A91-A9B.
- 10. Pato, U. **2003,** Potensi bakteri asam laktat yang diisolasi dari dadih untuk menurunkan risiko penyakit kanker. *Jurnal Natur Indonesia*:162-166.
- Papagianni, M., Anastasiadou, S., 2009, Pediocins: the bacteriocins of pediococci. Sources, production, properties and applications. Microbial Cell Factories:1-16.
- 12. Junquiera, L.C. **1995**, Histologi Dasar. Penerbit Buku kedokteran Jakarta.
- 13. Arrington, L.R. **1972,** Introductory Laboratory Animal. The Breeding, Care and Management of Experimental Animal Science. *The Interstate Printers and Publishing Inc,* New York.
- 14. Purwati, E., S. Syukur dan Z. Hidayat. 2005, Lactobacillus sp. isolasi dari Biovicophitomega sebagai probiotik. Artikel. *Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia*. Jakarta.
- 15. Sussman, M. 1997, Escherichia coli and Human Disease. Di dalam: Bell, Chris dan Alec Kyriakides. 2002. Foodborne Pathogens. Hazard, risk analysis and control. Ed Blackburn, Clive de W., dan Peter J. McClure. Woodhead Publishing Limited. Cambridge England.
- 16. Patterson, J.A dan K.M. Burkholder. **2003**, Application of prebiotics and probiotics in poultry production. *Poult. Sci.* 82: 627-631.
- 17. Nakazawa, Y. and A. Hosono. **1992**, Function of Fermented Milk: Challenges for the health sciences. *Elsevier Science Publisher Ltd.*, University Press, Cambridge.
- 18. Muchtadi, Dedi. **2006,** Komponen bioaktif kedelei untuk kesehatan. *Seminar Nasional Kedelei*, Unand. Padang.
- 19. Sri, A. **2010,** Penelitian Bakteri E.coli pada Air limbah saluran irigasi. *Jurnal badan penelitian bidang pertanian* vol; 1-2.
- 20. Almatsier, S. **2001,** Prinsip dasar ilmu gizi. PT Gramedia Jakarta.
- 21. Jawetz, E.J., L. Melnick, E. A., Adelberg, G.F., Brooks, J.S., Butel, L.N., Ornston.

- **1995,** *Mikrobiologi Kedokteran,* ed. 20, University of California, San Francisco.
- 22. Ganiswarna, S.G. **1995**, *Farmakologi dan Terapi*, ed. 4, UI-Fakultas Kedokteran, Jakarta.

OPTIMASI PROSES KALSINASI PADA SINTESIS KOMPOSIT TiO₂/KITOSAN

Rina Yulita, Upita Septiani dan Yetria Rilda

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: <u>rina.yulita@yahoo.co.id</u> Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

A synthesis of composite TiO_2/K itosan by the sol gel method has been carried out at different temperatures (250 °C and 300 °C) for 2-5 hours. The resulting TiO_2/k itosan composite obtained characterized by Fourier Transform Infrared (FTIR), Thermo Gravimetric Analysis (TGA), X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Xrays (SEM-EDX). FTIR results showed changes in the intensity of the wave numbers between 4000 to 400 cm $^{-1}$. TGA analysis confirmed that weight loss was reduced by the addition of chitosan at temperature 300 °C for 5 hours. XRD pattern showed that with the increase of calcination temperature lead the more stability the composite yielded. SEM photoghraph showed that the particle made of chitosan doped TiO_2 was a rod shape. EDX analysis indicated that the composition of composite were vary as the temperature and duration of calcination was changed.

Keywords: sol gel, composite, synthesis, calcination, TGA

I. Pendahuluan

Komposit merupakan suatu gabungan dua material atau lebih yang tetap terpisah dan berbeda dalam level makroskopik selagi membentuk komponen tunggal dan terdiri dari dua atau lebih bahan dimana sifat masing-masing bahan berbeda satu sama lainnya baik itu sifat kimia maupun fisika. Modifikasi bisa dilakukan antara senyawa semikonduktor dan senyawa organik^[1].

Senyawa titania telah menjadi pusat perhatian dari beberapa peneliti karena beberapa keunggulan yang dimilikinya seperti band gap yang besar (3,0-3,2 eV), foto reaktif, stabil, non toksik dan lebih efektif jika diaplikasikan sebagai katalis alternatif untuk mendegradasi polutan organik baik didalam air maupun udara^[2]. Penambahan senyawa non logam (S dan N) ternyata dapat memperlebar pita serapan TiO₂ ke daerah tampak, penggunaan doping

oksida logam seperti (ZnFe2O3) juga dapat meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari TiO2 untuk mendegradasi pencemar di dalam limbah [3,4], sedangkan doping senyawa organik belum banyak dilakukan, oleh karena itu perlu dikembangkan di dalam proses memodifikasikan titania (TiO2) dengan salah satu senyawa organik yaitu kitosan.

Senyawa kitosan merupakan senyawa biopolimer alam bersifat ramah lingkungan, mudah terbiodegradasi serta tidak beracun dan berpotensi sebagai pengabsorbsi logam atau pencemar, karena kitosan mempunyai sifat absorpsi besar dengan adanya gugus spesifik amina dan hidroksi. Selain itu, kitosan juga mempunyai keunggulan yaitu gugus fungsi yang unik sehingga mudah berikatan dengan TiO₂, stabil terhadap panas, dan bersifat sebagai penghilang zat warna^[5].

Mengingat kedua senyawa baik kitosan maupun TiO_2 masing-masingnya mempunyai keunggulan maka dalam penelitian ini dilakukan modifikasi TiO₂ dengan penambahan kitosan sebagai dopan. Pemilihan kitosan sebagai senyawa dopan didasarkan karena kitosan mudah diperoleh dari isolasi limbah udang, mempunyai gugus fungsi yang unik sehingga mudah berikatan dengan molekul TiO₂. Modifikasi TiO₂ dengan kitosan dalam penelitian ini dimaksudkan agar materialmaterial tersebut menjadi suatu senyawa komposit yang stabil dengan performan yang baik untuk nantinya diaplikasikan.

Berdasarkan uraian diatas maka didalam penelitian ini dilakukan sintesis TiO₂ dengan penambahan kitosan sebagai dopan melalui proses sol-gel dan dilanjutkan karakterisasi dari TiO₂/kitosan dengan TGA, XRD, SEM – EDX. Metoda sol gel merupakan suatu metode yang digunakan untuk pembentukan senyawa-senyawa anorganik melalui suatu reaksi kimia pada temperatur yang relatif rendah^[6]. Selain itu, metoda sol gel merupakan metoda yang mudah dan telah banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik mapun senyawa anorganik

Parameter kondisi proses yang dioptimasi pada penelitian ini adalah variasi suhu dan waktu kalsinasi. Selain itu penelitian ini juga bertitik tolak pada penelitian sebelumnya dimana dilakukan pada suhu kalsinasi ≥400°C dengan waktu kalsinasi yang sama. Maka pada penelitian ini dilakukan optimasi proses kalsinasi dengan melakukan variasi waktu kalsinasi pada suhu 250°C dan 300°C.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah kulit udang, kitosan komersil, Natrium Hidroksida (NaOH), Asam Klorida (HCl) teknis, Asam Asetat (CH3COOH) Merck, Aquadest, Titanium Iso Propoksida (TIP) Aldrich 97%, Dietanol Amin (DEA) (erck dan Isopropanol (Merck).

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas piala, gelas ukur, erlenmeyer, spatula, petridish, batang pengaduk, labu ukur, pipet tetes, kertas saring, pH meter, magnetic stirrer, timbangan. Instrumen yang digunakan adalah oven, furnace, FTIR (JASCO FT-IR 460 plus), TGA (Leco TGA 701), XRD (Shimidzu XRD 7000 dengan sumber target CuK α), dan SEM – EDX (JEOL JSM-6360LA)

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Isolasis Kitosan

Bahan baku yang digunakan adalah kulit udang kering yang berasal dari limbah udang. Bahan baku tersebut dihancurkan hingga menjadi serbuk. Kemudian dilakukan proses deproteinasi. Proses ini dilakukan pada suhu 70°C selama 2 jam, dengan menggunakan larutan NaOH 3,5 % dengan perbandingan serbuk udang dengan NaOH = 1 : 10 (gr serbuk/ml NaOH), dimana 100 gr serbuk udang dilarutkan dalam 1000 ml NaOH dan dilakukan bertahap sebanyak 5 kali sambil diaduk konstan selama 120 menit. Kemudian disaring dan endapan yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquades sampai pH netral.

Proses ini dilanjutkan dengan proses demineralisasi pada suhu 70°C dengan menggunakan larutan HCl 1 N dengan perbandingan sampel dengan larutan HCl = 1 : 10 (gr serbuk/ml HCl) sambil diaduk konstan selama 240 Kemudian disaring dan endapan yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquadest sampai pH netral. Hasil dari proses ini disebut kitin. Kitin kemudian dilarutkan dalam larutan NaOH dengan konsentrasi 50 % pada suhu 100 °C sambil diaduk konstan selama 60 menit pada proses deasetilasi. Hasil yang berupa slurry disaring, lalu dicuci dengan aquades sampai pH netral lalu dikeringkan maka hasil yang diperoleh ini disebut Kitosan. Proses deasetilasi dilakukan sebanyak 1 kali dan 3 kali, kemudian dilakukan pengujian dengan

FTIR pada hasil kitosan 1 kali deasetilasi dan kitosan 3 kali deasetilasi, sebagai pembanding digunakan kitosan komersil dari IPB (Institut Pertanian Bogor).

2.2.2 Sintesis TiO₂/Kitosan

Dibuat larutan kitosan dengan cara melarutkan kitosan kedalam asam asetat 2%. Kemudian dibuat komposisi kitosan sebagai dopan pada TiO2 dengan perbandingan kitosan 20 % terhadap TiO₂.

Larutan kitosan yang telah dilarutkan dalam asam asetat 2 % (larutan A), distirrer dan dihomogenkan selama 15 menit. Kemudian dibuat larutan DEA 1 M dan isopropanol dengan jumlah tertentu, distirrer dan dihomogenkan selama 5 menit pada temperatur kamar, ditambahkan TIP 0,5 M, distirrer dan dihomogenkan selama 15 menit pada temperatur kamar (Larutan B). Larutan A dan B dicampurkan, dihomogenkan selama 2 jam untuk membentuk volume total larutan A dan B sebanyak 50 ml. Dilakukan pembentukan gel pada suhu 110 °C selama 4 jam dan dilanjutkan karakterisasi dengan TGA. Gel selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 250°C dan 300°C untuk memperoleh powder TiO2/Kitosan, dengan variasi waktu kalsinansi selama 2,3,4,5 jam dan didapatkan powder TiO₂/kitosan. Kemudian powder TiO₂/Kitosan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM -

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Isolasi kitin dan kitosan

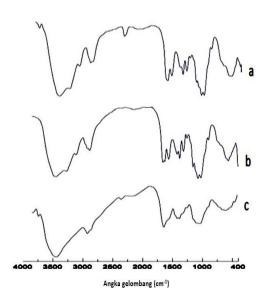
Isolasi kitin dan kitosan dari cangkang udang melalui beberapa tahapan proses yaitu proses deproteinasi, demineralisasi dan deasetilasi. Persen Hasil yang diperoleh dari proses deproteinasi adalah 86,00% dari 500 g bubuk udang. Selanjutnya pada proses demineralisasi diperoleh persen hasil 27,24% dari hasil deproteinasi. Dan tahapan terakhir yaitu deasetilasi, pada penelitian ini deasetilasi dilakukan sebanyak 3x pengulangan. Persen hasil yang diperoleh dari proses deasetilasi adalah 15,13%. Jadi dari 500 g bubuk udang

diperoleh 75,65 g kitosan dengan persentase 15,13%.

Derajat deasetilasi sangat penting untuk menentukan karakteristik dari kitosan yang akan mempengaruhi kelarutan. Kitosan dengan 1x deasetilasi yang diperoleh dalam penelitian ini memiliki DD 64,09 % dan kitosan 3x deasetilasi memiliki DD 68,33 %. Sebagai pembanding pada penelitian ini digunakan kitosan komersil dimana DDnya adalah sebesar 96,27 %. Kitosan dengan derajat deasetilasi besar mempunyai kelarutan yang besar dalam asam asetat. Atas dasar pertimbangan ini, maka untuk tahap sintesis TiO₂/Kitosan digunakan kitosan Komersil karena memiliki daya kelarutan yang baik dalam asam asetat.

3.2. Analisis FTIR Kitin dan Kitosan

Secara umum spektrum IR kitin dan kitosan memiliki serapan yang hampir sama pada daerah serapan tertentu, perbedaan terdapat pada intensitas dan pergeseran serapan diantara spektra kitin dan kitosan.



Gambar 1. Spektrum FT-IR (a) kitin (b) kitosan 3x deasetilasi (c) kitosan komersil.

Gambar 1 menunjukkan bahwa terdapat perubahan puncak serapan kitin dipreparasi menjadi kitosan dan sebagai pembanding dilakukan analisis FTIR dari kitosan komersil. Puncak serapan yang membedakan anatara kitin dan kitosan salah satunya adalah intensitas puncak pada

bilangan gelombang 1654,8 cm⁻¹ yang terdapat pada spektra kitin dan spektra kitosan.

Pada spektra infra merah kitin hasil isolasi dari cangkang udang ditampilkan pada gambar 1 (a) memperlihatkan serapan yang mencolok pada bilangan gelombang 2361,41 cm-1 yang merupakan vibrasi dari C-N yang tidak dimiliki oleh kitosan 3x deasetilasi 1b). Puncak serapan yang (gambar membedakan anatara kitin dan kitosan salah satunya adalah intensitas puncak pada bilangan gelombang 1654,8 cm⁻¹. Namun serapan yang dihasilkan masih tajam mengindikasikan kitosan yang dihasilkan belum baik. Perbedaan terlihat pada spektrum kitosan Komersil yang digunakan sebagai pembanding. Spektrum ditunjukkan pada gambar 7(c) dimana memperlihatkan pita serapan (C=O) pada 1646,91 cm⁻¹. 3.3. Analisis FTIR TiO2/Kitosan

Angka Gelombang (cm⁻¹)

Gambar 2. (a)TiO2 suhu 300°C, (b)Kitosan Komersil suhu 300°C, (c) TiO2/Kitosan suhu 300°C selama 2 jam, (d) suhu 300°C selama 3 jam, (e) suhu 300°C selama 4 jam, (f) suhu 300°C selama 5 jam (g) suhu 250°C selama 3 jam, (h) suhu 250°C selama 4 jam, (i) suhu 250°C selama 5 jam.

Pada gambar 8 memperlihatkan adanya pengaruh suhu dan lama waktu kalsinasi pada bilangan gelombang sekitar 3448,5 cm
¹ yang merupakan vibrasi dari OH. Dapat dilihat bahwa dengan bertambahnya suhu dan lama waktu kalsinasi terlihat perubahan intensitas serapan yang semakin berkurang. Ini mengindikasikan bahwa dengan bertambahnya suhu dan lama waktu kalsinasi pelarut mulai hilang pada komposit TiO2/Kitosan.

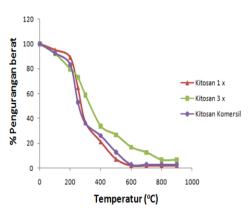
Dari spektrum pada gambar 2(a) terlihat serapan gugus –OH pada bilangan 3371,92 cm-1 dan terlihat juga serapan gugus O-Ti-O pada bilangan gelombang 680,749 cm-1. Sedangkan pada gambar 8 (b) terlihat serapan gugus –OH pada bilangan gelombang 3404,71 cm-1 dan munculnya gugus amida pada bilangan gelombang 1605,45 cm-1 yang mengindikasikan kitosan belum hilang pada suhu 300°C.

Pada spektrum 2(c-f) memperlihatkan gugus O-Ti-O pada bilangan gelombang sekitar 680 cm⁻¹. Dimana serapan O-Ti-O yang makin tajam dengan bertambahnya suhu dan waktu kalsinasi. Sedangkan pada bilangan gelombang sekitar 1605 cm⁻¹ memperlihatkan serapan yang makin melebar dengan bertambahnya suhu dan waktu kalsimasi.

Identifikasi gugus fungsi dari masingmasing sampel khususnya senyawa organik dengan perbedaan suhu kalsinasi dan variasi lama waktu kalsinasi memperlihatkan intensitas yang rendah serta bentuk puncak yang semakin melebar. . Dengan bertambah suhu dan lama waktu kalsinasi maka intensitas dari komposit semakin meningkat. Untuk data FT-IR yang disajikan pada gambar 2 ini selanjutnya akan dikorelasikan dengan data XRD.

3.4. Analisa Thermo- Gravimetric Analysis (TGA) Kitosan

Telah dilakukan analisis termal terhadap sampel kitosan dengan 1x deasetilsai, 3x deasetilasi dan kitosan komersil. Kurva termogram dari masing-masing sampel tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.



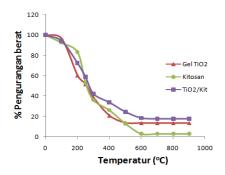
Gambar 3. Kurva TGA sampel Kitosan

Kurva TGA (Thermogravimetry gambar pada 3 di atas Analysis) menunjukkan adanya perbedaan kestabilan termal dari ketiga kitosan. Pada sampel kitosan dengan 1xdeasetilasi kehilangan berat pada suhu 250°C sebesar 35,24 %; dan 300°C sebesar 63,32 %. Pada sampel kitosan 3x deasetilasi persen kehilangan berat pada suhu suhu 250°C sebesar 26,99 % dan suhu 300°C sebesar 41,40. Sedangkan kitosan Komersil persen kehilangan beratnya pada suhu 250°C sebesar 47,08 % dan suhu 300°C sebesar %. Pada suhu 300°C pengurangan berat yang signifikan, ini diindikasikan sebagai tahapan dekomposisi awal dari senyawa organik.

Pada kitosan 3x deasetilasi pada suhu 600°C masih stabil dan kehilangan massa total terjadi pada suhu 780°C. Ini mengindikasikan kitosan dengan 3xdeasetilasi memiliki kestabilan yang lebih dibandingakan kitosan Namun kelemahan dari kitosan deasetilasi ini memiliki DD yang rendah yaitu 68,33% dan kelarutannya dalam asam asetat tidak baik dibandingkan kitosan komersil. Kemungkinan kestabilan sol yang terbentuk juga tidak stabil dibandingkan dengan kitosan komersil.

3.4. Analisa Thermo- Gravimetric Analysis (TGA) TiO2/Kitosan

Gambar 4 menjelaskan bahwa pada sampel Gel TiO₂ persen pada suhu 250°C dan 300°C kehilangan berat berkisar antara 48,38% dan 61,50%. Sedangkan pada kitosan Komersil yang bertindak sebagai dopan terjadi kehilangan berat sebesar 47,08% dan 64,12% pada suhu 250°C dan 300°C. Sedangkan pada TiO₂/kitosan berkisar antara 41,22% dan 54,81%.

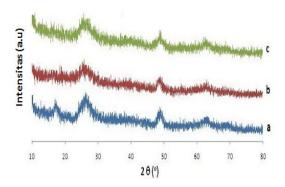


Gambar 4. Kurva TGA Gel TiO₂, Kitosan Komersil dan TiO₂/Kitosan.

Perubahan kehilangan massa setelah di doping berkurang namun perubahan yang terjadi tidak signifikan. Penambahan kitosan dapat meningkatkan kestabilan dari TiO₂ terhadap panas yaitu dari suhu 400°C menjadi 600°C.

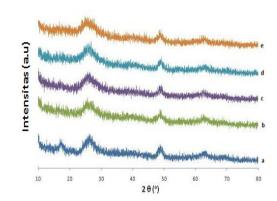
3.5 Analisis XRD (X-Ray Diffraction)

Gambar 5menunjukan pola diffraksi sinar X dari TiO₂/Kitosan dengan variasi suhu dan lama waktu kalsinasi. Data XRD pada gambar 5 mewakili data dengan waktu kalsinasi yang sama yaitu 3 jam dengan variasi suhu 250°C dan 300°C.



Gambar 5 . Pola XRD TiO₂/Kitosan dengan waktu kalsinasi 3 jam, (a)TiO₂ suhu 300°C, (b) TiO₂/Kitosan suhu 250°C, (d) TiO₂/Kitosan suhu 300°C.

Intensitas difraksi pada sudut 2θ yang diamati pada gambar 5 menunjukkan dominasi profil difraktogram TiO₂/Kitosan dengan variasi suhu kalsinasi 250°C dan 300°C dengan waktu kalsinasi 3 jam. Dari hasil karakteristik XRD pada gambar 5 didapatkan puncak dengan struktur amorf pada sudut 2θ sekitar 25,4°.



Gambar 6. Pola XRD TiO₂/Kitosan dengan variasi waktu kalsinasi pada suhu kalsinasi 300oC, (a)TiO₂ selama 3 jam, (b) selama 3 jam, (c) selama 5 jam, (d) selama 7 jam, (e) selama 10 jam.

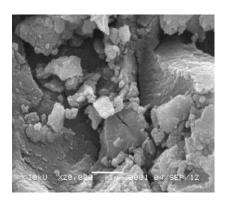
Dari variasi suhu kalsinasi 250°C dan 300°C dan dengan lama waktu kalsinasi 3 jam doping kitosan pada TiO₂ tidak memberikan perbedaan struktur namun terlihat jelas pengaruh terhadap intensitas puncak. Dimana terlihat intensitas yang semakin

tinggi dan bentuk puncak yang semakin sempit seiring kenaikan suhu kalsinasi.

Dari variasi waktu kalsinasi dengan suhu 300°C doping TiO₂/kitosan pada sudut 20 sekitar 25,4° terlihat jelas pengaruh intensitas puncak. Dimana terlihat intensitas yang semakin tinggi dan bentuk puncak yang semakin sempit seiring kenaikan suhu kalsinasi.

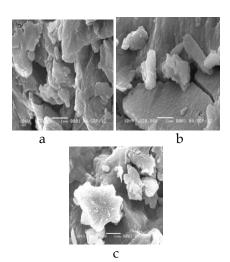
3.6 Analisis SEM-EDX (Scanning Microscopy – Energy Dispersive X-ray)

Gambar 7 yang merupakan morfolgi dari TiO₂ dapat dilihat bahwa partikel-partikel yang terbentuk ternyata cukup besar dengan distribusi partikel yang tidak merata. Selain itu morfologi dari TiO₂ juga memperlihatkan permukaan yang kasar yang tidak homogen. Hal ini disebabkan pada suhu rendah pertumbuhan kristal yang terbentuk belum sempurna.



Gambar 7. Analisis SEM TiO₂ suhu 300°C selama 3 jam dengan pembesaran 20.000 kali.

Pada gambar 8(a) Terlihat morfologi permukaan yang kasar yang berbentuk batuan dengan ukuran partikel yang tidak merata. Hal berbeda terlihat pada gambar 8(b) dimana suhu dinaikkan yaitu 300°C memperlihatkan bahwa kitosan terdoping pada permukaan TiO₂ yang membentuk bongkahan seperti batang.

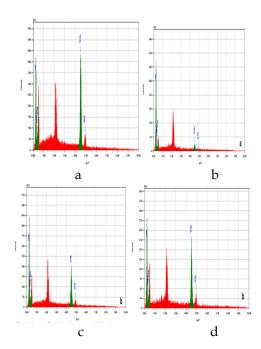


Gambar 8. Analisis SEM TiO₂/Kitosan dengan variasi waktu dan suhu kalsinasi dengan pembesaran 20.000 kali, (a) TiO₂/Kitosan suhu 250°C selama 5 jam (b) TiO₂/Kitosan suhu 300°C selama 5 jam, (c) TiO₂/Kitosan suhu 300°C selama 10 jam.

Jika dibandingkan dengan TiO₂/Kitosan dengan waktu kalsinasi yang dinaikkan menjadi 10 jam pada suhu 300° (gambar 8(c)) memperlihatkan morfologi permukaan yang kasar dan bongkahan yang terbentuk lebih besar dibandingkan dengan waktu 5 jam pada permukaan TiO2.

Sementara itu, untuk mengetahui komposisi dan distribusi dari unsur-unsur yang ada di dalam material TiO₂/Kitosan dapat digunakan EDX. EDX merupakan analisa untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada sampel.

Dari plot yang ditunjukkan pada gambar 9a dapat diketahui bahwa TiO2 memiliki persentase komposisi unsur-unsur diantaranya C= 15,45 %; N= 6,29 %; dan Ti= 70,28 %. Dari persentase komposisi tersebut dapat memberikan informasi bahwa sintesis TiO₂ memiliki persen Ti > 70 %, sedangkan persentase dari kandungan C masih cukup Sedangkan gambar merupakan plot dari TiO₂/Kitosan dengan bertambahnya suhu dan waktu kalsinasi. Dimana dengan bertambahnya suhu dan waktu kalsinasi maka persentase dari Ti meningkat dan persentase C berkurang.



Gambar 9. Analisis EDX TiO₂/Kitosan dengan perbesaran 20.000 kali (a) TiO₂ suhu 300°C (b) TiO₂/Kitosan suhu 250°C selama 5 jam (c) TiO₂/Kitosan suhu 300°C selama 5 jam (d) TiO₂/Kitosan suhu 300°C selama 10 jam

TiO₂/Kitosan pada suhu 250°C selama 5 jam (gambar 9(b) memiliki persentase komposisi unsur-unsur berupa C= 46,24 %; N= 38,87 dan Ti= 14,00 %. TiO₂/Kitosan suhu 300°C selama 5 jam (gambar 9(c) memiliki persentase unsur-unsur C= 26,69 %; N= 16,10 %; dan Ti= 57,12 %. Sedangkan Sedangkan pada TiO₂/Kitosan suhu 300°C selama 10 jam (gambar 9(d) memiliki persentase unsur-unsur C= 20,16%; N= 9,92 %; dan Ti= 69,92 %.

IV. Kesimpulan

Dari hasil penelitian sintesis TiO₂/Kitosan dapat diambil kesimpulan; kestabilan permukaan komposit TiO₂/Kitosan pada data SEM dapat dipertahankan pada suhu kalsinasi 300°C dengan lama waktu kalsinasi 5 jam. Hasil karakterisasi nanokomposit TiO₂/Kitosan dengan XRD pada umumnya berupa amorf, sedangkan pada analisis EDX kestabilan komposit dipengaruhi oleh suhu dan waktu.

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih kepada semua analis laboratorium di lingkungan Kimia Unand yang telah membantu terlaksananya penelitian ini.

Referensi

- Hendra S. G., 2006. Pengendalian Bahan Komposit. Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia Universitas Sumatra Utara. Hal 1-5.
- Tjahjanto, Triandi, R., dan Jarnuzi, G. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai fotokatalis Keterkaitan Antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis, *Jurusan Kimia Universitas Indonesia*. Hal 81-91.
- 3. Rillda, Y., Dharma A, Arief S, Alif A, dan Shaleh B. **2010**. Efek Doping Ni (II) Pada Aktifitas Fotokatalitik dari TiO₂ Untuk Inhibisi Bakteri Patogenik. *Jurnal Makara Sains* Vol. 14, hal. 7-14.
- Srinivasan, Sesha S., Jeremy, W., and Stefanakon, E. K., 2006. Synthesis and Characterization of Photocatalytic TiO₂-ZnFe₂O₄ Nanoparticles, *Journal of Nanomaterial*, Volume 2006, pp. 1-4
- 5. Chen, A., Zeng, G., Chen, G., **2012**. Novel Thiourea-Modified Magnetic Ion-Imprinted Chitosan/TiO₂ Composite for Simultaneous Removal of Cadmium and 2,4-Dichlorophenol, *Chemical Engineering Journal*. pp. 1-10.
- Yiand, G., and Sayer. M., 1991. Sol-Gel Processing of Compleks Oxide Film. Ceramic Bulletin, Vol 70 No.7. pp 117-128.

DEGRADASI SENYAWA KARBARIL DALAM INSEKTISIDA SEVIN® 85SP SECARA FOTOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TiO₂ - ZEOLIT

Rera Aga Salihat, Safni dan Hamzar Suyani

Laboratorium Kimia Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: <u>safni@yahoo.com</u> Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

An investigation of carbaryl degradation contained in insecticide Sevin® 85SP by photolysis has been performed. UV lamp with a wavelength of 365 nm and additions of 20 mg TiO_2 -zeolite; 0,8 mg TiO_2 -anatase and 19,2 mg zeolite as catalysts, were applied in the photolysis method. The results of degradation were detected by UV-Vis spectrophotometer at a wavelength of 280 nm. Spectrophotometry analysis showed the reduction of carbaryl absorbance after degradation occured. Degradation of 20 mg/L carbaryl without addition of catalysts by photolysis was reached 32,07 % after 150 minutes. Degradation percentages of 20 mg/L carbaryl with additions of TiO_2 -zeolite, TiO_2 -anatase and zeolite consecutively were 65,36 %; 55,25 % and 40,90 %. The results proved that TiO_2 -zeolite was more effective than TiO_2 -anatase and zeolite as catalyst in carbaryl degradation by photolysis method.

Keywords: degradation, carbaryl, photolysis, Titanium dioxide, zeolite, UV-Vis spectrophotometer

I. Pendahuluan

Karbaril adalah insektisida karbamat yang diperkenalkan pada tahun 1956 oleh *Union Carbide Corporation*. Karbaril dapat mengendalikan bermacam-macam serangga pada lebih dari 120 jenis tanaman pertanian. Karbaril memiliki beberapa nama dagang, yang paling umum adalah Sevin®. Karbaril tersedia dalam bentuk bubuk, pellet, dan larutan. Karbaril merupakan insektisida ke dua yang paling banyak terdeteksi pada air permukaan di Amerika Serikat.²

Penggunaan insektisida dalam kehidupan sehari-hari tidak bisa dihindari, terutama dalam bidang pertanian. Penggunaan insektisida secara tidak terkontrol akan menimbulkan dampak yang buruk terhadap lingkungan. Dampak yang ditimbulkan seperti pencemaran air, tanah, dan udara,

dapat menyebabkan terganggunya keseimbangan ekosistem. Di samping itu, residu insektisida yang terdapat dalam air dapat menimbulkan bahaya bagi kesehatan makhluk hidup. Hal ini disebabkan karena makhluk hidup yang mengkonsumsi air yang tercemar residu insektisida akan keracunan akibat menumpuknya pestisida di dalam tubuh karena tidak dapat terurai dengan sempurna. Hal ini dapat menimbulkan kanker atau penyakit lain yang berbahaya.3

Pengolahan insektisida secara konvensional telah banyak dilakukan yaitu dengan cara pembakaran lumpur, pengendapan, dan adsorpsi. Selanjutnya lumpur yang terbentuk dibakar secara mikrobiologi. Akan tetapi, metode pembakaran lumpur ini kurang efektif karena pembakaran lumpur mengakibatkan terbentuknya

klorooksida senyawa dan karbonmonoksida.⁴ Metode adsorpsi tidak dapat mendegradasi pestisida menjadi senyawa yang tidak berbahaya, melainkan hanya memindahkan limbah dari cairan ke permukaan adsorben, sehingga adsorben tersebut perlu diregenerasi bila telah jenuh.⁵ mikrobiologi Proses hanya dapat menguraikan senvawa biodegradable, sedangkan senyawa non-degradable tetap berada dalam sludge yang akan kembali ke lingkungan, akibatnya terjadi akumulasi senyawa berbahaya tersebut di alam.6 Hal ini menjelaskan bahwa penanganan limbah konvensional hanya bersifat sementara karena tidak merombak tetapi hanya kontaminan. mengubah senyawa tersebut dari satu bentuk ke bentuk lain. Oleh karena itu, diperlukan metode alternatif lain yang lebih efektif untuk menguraikan limbah tersebut.

Salah satu teknologi sedang yang dikembangkan untuk mendegradasi berbagai limbah adalah proses fotokatalitik,^{5,7,8,9} yang memiliki beberapa keunggulan yaitu limbah insektisida dapat didegradasi menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti air dan CO2, serta lebih hemat pemakaian energi dan bahan kimia.^{5,7,10}

Kajian mengenai penggunaan TiO2 sebagai fotokatalis dalam degradasi limbah sangat berkembang saat ini. Hal ini dikarenakan TiO₂ memiliki fotoaktivitas yang efisien, kestabilan yang tinggi dan tidak berbahaya.¹¹ Hal ini dapat dibuktikan dari beberapa penelitian mengenai fotokatalisis senyawa toksik dan zat warna seperti: methanil yellow terdegradasi 80,99% setelah fotolisis 90 menit penambahan TiO₂-anatase,¹² napthol blue black terdegradasi 100% dengan waktu fotolisis 60 menit,13 dan alizarin terdegradasi 100% setelah waktu fotolisis 30 menit dengan penambahan TiO₂-anatase.¹⁴ Akan tetapi proses fotokatalitik kurang efektif mengolah limbah konsentrasinya tinggi karena rendahnya daya adsorpsi fotokatalis tersebut, sehingga menyebabkan rendahnya laju fotokatalitik.^{15,16} Dengan penempelan TiO₂ pada zeolit alam, maka akan diperoleh kinerja yang sinergis dan efektif antara proses fotokatalisis dan proses adsorpsi dalam mendegradasi polutan organik. Laju fotodegradasi dengan fotokatalis TiO₂ terbukti mengalami peningkatan setelah ditempelkan pada adsorben zeolit.⁵

Berdasarkan hal-hal di atas, maka dilakukan penelitian untuk mendegradasi karbaril yang merupakan senyawa aktif yang terkandung dalam insektisida Sevin® 85SP. Degradasi dilakukan secara fotolisis menggunakan katalis TiO₂-Zeolit.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi Bahan yang digunakan adalah insektisida Sevin® 85SP dengan bahan aktif Karbaril (C₁₂H₁₁NO₂) 85% (PT Bayer Indonesia), titanium dioksida (TiO₂-anatase) (Ishihara Sangyo, LTD, Japan), zeolit alam (Tasik Malaya, Bandung), asetonitril (CH₃CN) 95% (Merck), perak nirat (AgNO₃) (Merck), natrium klorida (NaCl) (Merck) dan akuabides (H₂O).

Peralatan yang digunakan adalah Spektrofotometer UV/Vis (Evolution 201), Lampu UV (Germicidal CE G 13 Base 8FC11004, λ = 365 nm), neraca analitik, oven, furnace, pengayak, sentrifus mikro, magnetik stirer, hot plate, labu ukur, pipet takar, gelas ukur, erlenmeyer dan peralatan gelas lainnya.

- 2.2. Prosedur penelitian
- 2.2.1 Preparasi Katalis TiO₂-Zeolit
- 2.2.1.1Preparasi Na-Zeolit

Zeolit alam diayak menggunakan pengayak berukuran 250 mesh. Kemudian dicuci dengan akuades, disaring, dan dikeringkan dalam oven. Kemudian sebanyak 25 mg zeolit dijenuhkan dengan NaCl sambil diaduk selama 24 jam, kemudian dicuci dengan menggunakan akuabides. Setelah dicuci, pada filtrat ditambahkan AgNO₃. Pencucian dilakukan sampai tidak diperoleh kembali endapan putih.

2.2.1.2 Pilarisasi Zeolit

Na-Zeolit dimasukkan ke dalam akuabides dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Na-Zeolit yang telah dimasukkan ke dalam akuabides dicampur dengan 1 mg TiO₂-anatase sedikit demi sedikit. Hasil pencampuran dipisahkan dengan penyaring vakum dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 110-120°C. Setelah kering, sampel digerus sampai halus kemudian diayak dengan menggunakan pengayak 100 mesh. Hasil ayakan dikalsinasi pada temperatur 350°C selama 12 jam.

2.2.2 Pembuatan Variasi Pelarut

Untuk menentukan perbandingan pelarut asetonitril dan akuabides yang digunakan, 10 mg Sevin® 85SP dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Sampel diujicobakan dengan beberapa perbandingan pelarut asetonitril: akuabides (0:10, 1:9, 2:8, 3:7, 4:6, 5:5, 6:4, 7:3, 8:2, 9:1, dan 10:0). Selanjutnya dipilih perbandingan pelarut yang menghasilkan larutan bening atau tidak berwarna.

2.2.3 Pembuatan Larutan Stok Karbaril 85 mg/L

Untuk membuat larutan stok karbaril 85 mg/L, dimasukkan sebanyak 0,1 g Sevin® 85SP ke dalam labu ukur 10 mL. Sampel diencerkan dengan menggunakan pelarut asetonitril:akuabides dengan perbandingan yang ditentukan sebelumnya. Selanjutnya, pengenceran dilakukan secara bertingkat hingga diperoleh larutan stok karbaril dengan konsentrasi 85 mg/L.

2.2.4 Pengukuran Spektrum Serapan Karbaril Dari Beberapa Variasi Konsentrasi

Larutan karbaril 85 mg/L diencerkan menjadi lima variasi konsentrasi, yaitu : 10, 20, 30, 40, dan 50 mg/L. Kemudian dilakukan pengukuran spektrum serapan terhadap lima variasi konsentrasi larutan tersebut dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 230 – 330 nm.

2.2.5 Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril

Larutan karbaril 20 mg/L dimasukkan ke dalam lima buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Setelah itu, masing-masing petridish difotolisis dengan memakai lampu UV (λ = 365 nm) dengan

variasi waktu yaitu: 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Kemudian larutan yang telah difotolisis diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang serapan maksimum.

2.2.6 Pengaruh Penambahan Jumlah TiO₂-Zeolit Terhadap Persentase Degradasi Karbaril

Larutan karbaril 20 mg/L dimasukkan ke dalam 5 buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Setelah itu, masingmasingnya ditambahkan TiO₂-zeolit sebanyak 5, 10, 15, 20 dan 25 mg. Larutan yang telah ditambah katalis difotolisis selama waktu maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Selanjutnya, larutan disentrifus selama ± 10 menit untuk memisahkan filtrat dari katalis. Lalu diukur serapan masing-masing larutan dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang serapan maksimum. Selanjutnya, dilakukan perhitungan persentase degradasi karbaril.

Untuk menghitung nilai persentase degradasi, digunakan persamaan:

Persentase degradasi =
$$\frac{A \text{ awal} - A \text{ akhir}}{A \text{ awal}} \times 100\%$$

2.2.7 Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril Dengan Penambahan TiO₂-Zeolit

Larutan karbaril 20 mg/L dimasukkan ke dalam lima buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Ke dalam masingmasing larutan, ditambahkan TiO2-zeolit dengan jumlah optimum. Setelah itu, masing-masing petridish difotolisis dengan memakai lampu UV (λ = 365 nm) dengan variasi waktu yaitu: 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Selanjutnya, larutan disentrifus selama ± 10 menit untuk memisahkan filtrat dari katalis. Lalu diukur serapan masingmasing larutan dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang serapan maksimum. Selanjutnya, dilakukan perhitungan persentase degradasi karbaril.

2.2.8 Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril Dengan Penambahan TiO₂-anatase

Larutan karbaril 20 mg/L dimasukkan ke dalam lima buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Ke dalam masing-

masing larutan, ditambahkan TiO_2 -anatase dengan jumlah yang sebanding dengan kadar TiO_2 yang terdapat di dalam TiO_2 -zeolit optimum. Setelah itu, masing-masing petridish difotolisis dengan memakai lampu UV (λ = 365 nm) dengan variasi waktu yaitu: 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Kemudian larutan yang telah difotolisis dan disentrifus, diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang serapan maksimum.

2.2.9 Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril Dengan Penambahan Zeolit

Larutan karbaril 20 mg/L dimasukkan ke dalam lima buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Ke dalam masingmasing larutan, ditambahkan zeolit dengan jumlah yang sebanding dengan kadar zeolit terdapat di dalam TiO₂-zeolit optimum. Setelah itu, masing-masing petridish difotolisis dengan memakai lampu UV (λ = 365 nm) dengan variasi waktu vaitu: 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Kemudian larutan yang telah difotolisis dan disentrifus, diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang serapan maksimum.

2.2.10 Karakterisasi TiO₂-Zeolit dengan FTIR Untuk mempelajari dan memastikan katalis TiO₂-zeolit yang telah dibuat dalam penelitian ini, dilakukan karakterisasi terhadap TiO₂-zeolit dengan menggunakan FTIR.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Penentuan Perbandingan Pelarut Asetonitril : Akuabides

Penentuan perbandingan pelarut dilakukan karena karbaril tidak dapat larut hanya dengan menggunakan akuades atau akuabides saja. Dibutuhkan suatu pelarut organik untuk melarutkan karbaril. Akan tetapi pelarut-pelarut organik tersebut umumnya sulit untuk didapatkan dan harganya cukup tinggi. Atas dasar inilah dilakukan penentuan perbandingan pelarut antara pelarut organik dengan akuabides, di mana pelarut organik yang digunakan dalam penelitian ini adalah asetonitril atau

metil sianida. Dari pengamatan, diperoleh hasil seperti diamati pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan Variasi Pelarut Asetonitril : Akuabides

Asetonitril : Akuabides	Keterangan
0:10	Putih Keruh
1:9	Keruh
2:8	Sedikit Keruh
3:7	Bening Kekeruhan
4:6	Bening
5:5	Bening
6:4	Bening
7:3	Bening
8:2	Bening
9:1	Bening
10:0	Bening

Tabel 1 memperlihatkan hasil pengamatan kondisi karbaril setelah dilarutkan dengan berbagai perbandingan variasi pelarut asetonitril: akuabides. Dari Tabel 1, dapat diamati pada perbandingan 4: 6 kondisi larutan telah bening, namun hasil ini diperoleh dengan menggunakan detektor mata. Untuk menentukan perbandingan pelarut yang akan digunakan seterusnya dalam penelitian ini, digunakan metode spektrofotometri UV-Vis terhadap tiga perbandingan variasi (yaitu, 4: 6; 5: 5; dan 6: 4). Hasilnya dapat diamati pada Tabel 2.

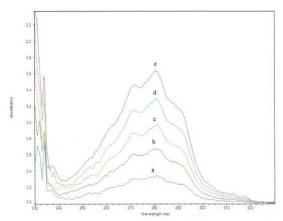
Tabel 2. Serapan Karbaril Pada Beberapa Perbandingan Pelarut

1 creation gair i ciarat			
Asetonitril: Akuabides	Absorban (λ 235 nm, C		
	Karbaril 850 ppm)		
4:6	3,865		
5:5	3,798		
6:4	3,556		

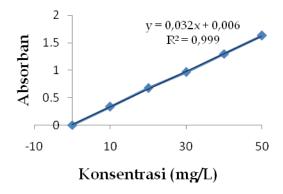
Dari tabel 2, dapat diamati bahwa perbandingan 6 : 4 menghasilkan serapan paling kecil di antara ke tiga perbandingan variasi yang diujicobakan dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Semakin kecilnya absorban menandakan ukuran partikel analit dalam pelarut juga semakin kecil. Kecilnya ukuran partikel berbanding lurus dengan besarnya kelarutan analit dalam pelarut yang digunakan. Jadi untuk proses selanjutnya dalam penelitian ini, digunakan pelarut dengan perbandingan 6 : 4.

3.2 Pengukuran Spektrum Serapan Karbaril Pengukuran spektrum serapan senyawa karbaril dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis terhadap beberapa variasi konsentrasi, yaitu : 10, 20, 30, 40 dan 50 mg/L, dalam pelarut asetonitril : akuabides (6 : 4). Rentang panjang gelombang yang digunakan adalah 230–330 nm. Hasil pengukuran spektrum serapan karbaril pada beberapa variasi konsentrasi dapat diamati pada Gambar 1.

Dari Gambar 1, dapat diamati bahwa senyawa karbaril memberikan spektrum serapan maksimum pada panjang gelombang 280 nm. Selain itu, juga dapat diperhatikan bahwa semakin tinggi konsentrasi maka nilai absorban akan semakin besar. Hal ini memunculkan hubungan yang linear antara konsentrasi dengan nilai absorban seperti yang dapat diamati pada Gambar 2.



Gambar 1. Spektrum Serapan Karbaril Dari Variasi Konsentrasi. C Karbaril : a) 10 mg/L, b) 20 mg/L, c) 30 mg/L, d) 40 mg/L, e) 50 mg/L

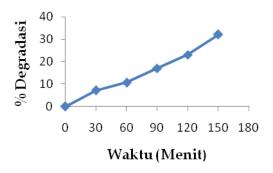


Gambar 2. Kurva Kalibrasi Standar Konsentrasi Karbaril Terhadap Absorban ($\lambda = 280 \text{ nm}$)

Dari Gambar 2, dapat diamati bahwa kurva di atas memiliki kelinearan yang tinggi. Hal ini ditandai dengan nilai koefisien korelasi (R) yang mendekati +1, yaitu 0,999. Dan berdasarkan hukum Lambert-Beer mengenai rentang absorban yang ideal, maka untuk proses penelitian selanjutnya digunakan larutan karbaril dengan konsentrasi 20 mg/L.

3.3 Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril Tanpa Penambahan Katalis

Dalam prosesnya, metode fotolisis menghasilkan radikal hidroksil (OH) yang akan menyerang senyawa karbaril untuk memulai proses mineralisasi. Untuk menguji penggunaan metode fotolisis dalam mendegradasi senyawa karbaril, dilakukan penentuan pengaruh waktu fotolisis terhadap persentase degradasi yang dapat diamati pada Gambar 3.



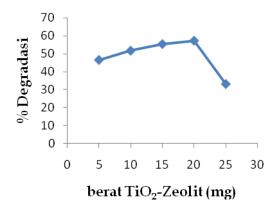
Gambar 3. Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril Tanpa Katalis. (C Karbaril = 20 mg/L)

Dari Gambar 3, dapat diamati bahwa jumlah karbaril yang didegradasi semakin meningkat seiring dengan bertambahnya waktu fotolisis. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu fotolisis, maka akan semakin banyak jumlah radikal OH yang berperan penting dalam mendegradasi karbaril. Dari kurva di atas, terlihat persentase degradasi maksimum terjadi pada waktu fotolisis 150 menit, yaitu 32,07 %.

3.4 Pengaruh Penambahan Jumlah TiO₂-Zeolit Terhadap Persentase Degradasi Karbaril

Degradasi karbaril 20 mg/L sebanyak 10 menggunakan mL tanpa katalis menghasilkan persentase degradasi yang sempurna. masih belum Untuk persentase meningkatkan degradasi, diperlukan suatu material katalis yang dapat mempercepat proses fotolisis. Salah yang katalis digunakan dalam fotokatalisis ini adalah TiO2-Zeolit. Sebelum variasi mengamati pengaruh waktu terhadap persentase degradasi, pada penggunakan katalis TiO₂-Zeolit ini, dilakukan penentuan pengaruh penambahan jumlah TiO2-Zeolit terhadap hasil degradasi karbaril seperti yang dapat dilihat pada Gambar 4. Tujuannya adalah untuk menentukan penambahan jumlah TiO₂-Zeolit yang paling optimum.

Variasi penambahan TiO₂-Zeolit yang digunakan adalah 5, 10, 15, 20 dan 25 mg. Waktu yang digunakan adalah waktu maksimum yang diperoleh dari proses sebelumnya (tanpa katalis), yaitu 150 menit.



Gambar 4. Pengaruh Penambahan Jumlah TiO₂-Zeolit. (Waktu fotolisis 150 Menit)

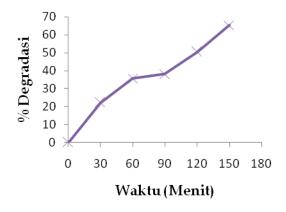
Dari Gambar 4, dapat diamati bahwa persentase degradasi yang tertinggi terjadi pada penambahan TiO2-Zeolit sebanyak 20 mg, yaitu 57,32 %. Hasil ini merupakan kondisi yang paling optimum penambahan TiO₂-Zeolit, karena pada penambahan selanjutnya (25)persentase degradasi yang didapatkan menurun, yaitu 33,29 %. Hal ini disebabkan karena larutan (10 mL) yang diuji telah

mengalami kejenuhan akibat penambahan TiO₂-Zeolit sebanyak 25 mg dan akhirnya berdampak pada kenaikan pembacaan serapan karbaril yang lebih tinggi daripada serapan sebenarnya. Untuk proses pengerjaan selanjutnya, jumlah katalis TiO₂-Zeolit yang ditambahkan adalah sebanyak 20 mg.

3.5 Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril Dengan Penambahan TiO₂-Zeolit

Setelah penentuan pengaruh penambahan jumlah TiO2-Zeolit terhadap persentase degradasi, selanjutnya dilakukan pengujian waktu fotolisis pengaruh terhadap persentase degradasi karbaril dengan penambahan TiO2-Zeolit sebanyak 20 mg. Variasi waktu fotolisis yang digunakan yaitu: 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Hasil penentuannya dapat diamati pada Gambar 5.

Seiring dengan bertambahnya waktu fotolisis, persentase degradasi karbaril mengalami peningkatan seperti yang terlihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril dengan Penambahan TiO₂-Zeolit. (20 mg, C Karbaril = 20 mg/L)

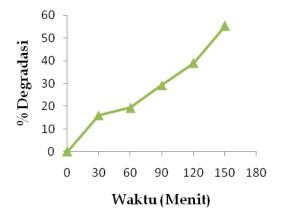
Peningkatan persentase degradasi tertinggi terjadi pada waktu maksimum (150 menit), yaitu sebesar 65,36 % dari karbaril yang telah didegradasi dengan penambahan TiO₂-Zeolit. Peningkatan persentase degradasi karbaril dengan penambahan TiO₂-Zeolit terjadi karena adanya

pembentukan radikal OH pada permukaan TiO₂. Dan ditambah dengan adanya support dari zeolit, sehingga radikal OH yang dihasilkan akan semakin banyak. Jumlah radikal OH yang semakin banyak akan mengakibatkan persentase degradasi karbaril akan semakin meningkat.

3.6 Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril dengan Penambahan TiO₂-anatase

Setelah ditambah dengan 0,8 mg TiO₂-anatase, masing-masing larutan karbaril 20 mg/L difotolisis selama 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Setelah dilakukan pengukuran serapan karbaril dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, pengaruh waktu fotolisis terhadap persentase degradasi karbaril dapat diperhatikan pada Gambar 6.

Dari Gambar 6, dapat diamati bahwa persentase degradasi karbaril meningkat dengan bertambahnya waktu fotolisis dengan bantuan katalis TiO₂-anatase. Hal ini disebabkan karena semakin bertambahnya waktu fotolisis, maka reaksi pembentukan radikal OH akan semakin lama berlangsung.



Gambar 6. Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril dengan Penambahan TiO₂-anatase. (0,8 mg, C Karbaril = 20 mg/L)

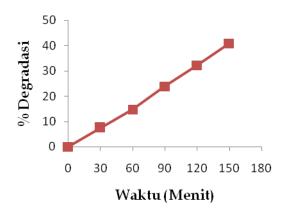
Sehingga radikal OH yang terbentuk akan semakin banyak. Radikal OH berperan dalam dekomposisi substrat karbaril. Dari Gambar 6, terlihat persentase degradasi maksimum terjadi pada waktu fotolisis 150 menit, yaitu 55,26 %.

3.7 Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril dengan Penambahan Zeolit

Larutan karbaril yang telah ditambah dengan 19,2 mg zeolit, masing-masingnya difotolisis dengan waktu fotolisis 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Setelah dilakukan pembacaan serapan terhadap masing-masing sampel, hasil dari penentuan pengaruh waktu fotolisis terhadap persentase degradasi dapat diamati pada Gambar 7.

Dari Gambar 7, dapat diamati bahwa persentase karbaril yang didegradasi mengalami peningkatan dengan bertambahnya waktu fotolisis. Puncaknya terjadi pada waktu fotolisis 150 menit, di mana 40,90 % karbaril yang terdapat dalam sampel insektisida Sevin telah didegradasi dengan penambahan zeolit sebagai katalisnya.

Peningkatan persentase degradasi karbaril terjadi seiring dengan bertambah banyaknya radikal hidroksil yang terbentuk selama reaksi fotolisis berlangsung. Semakin banyak radikal hidroksil yang terbentuk maka karbaril yang didegradasi juga akan semakin meningkat.



Gambar 7. Pengaruh Waktu Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril dengan Penambahan Zeolit. (19,2 mg, C Karbaril = 20 mg/L)

3.8 Efektivitas Katalis TiO₂-Zeolit, TiO₂anatase, dan Zeolit Dalam Mendegradasi Karbaril Terhadap Variasi Waktu

Salah satu tujuan utama dari penelitian ini adalah untuk menguji dan menentukan

pengaruh pilarisasi zeolit terhadap TiO2anatase dalam meningkatkan aktivitas katalitik dari TiO2-anatase. Dalam hal ini, reaksi yang dikatalisis adalah reaksi fotodegradasi karbaril. Secara teoritis, support yang diberikan oleh zeolit yaitu dengan memperbesar luas permukaan TiO₂. Untuk melakukan pengujian tersebut, dilakukan perbandingan antara TiO₂ sebelum dipilarisasi dengan zeolit (TiO2anatase) dengan TiO2 yang telah dipilarisasi oleh zeolit (TiO2-Zeolit) sebagai katalis dalam mendegradasi karbaril selama variasi waktu yang telah ditentukan.

Untuk mengetahui sejauh mana pengaruh pilarisasi zeolit, maka kadar atau jumlah TiO₂ yang terkandung dalam kedua katalis tersebut (TiO₂-anatase dan TiO₂-zeolit) harus dalam keadaan seimbang atau sama. Dalam proses pengerjaan yang telah dilakukan sebelumnya, jumlah TiO₂-Zeolit yang digunakan adalah 20 mg. Jumlah ini merupakan campuran dari 0,8 mg TiO₂-anatase dan 19,2 mg Zeolit.

Dari pembahasan sebelumnya, dapat diamati bahwa katalis yang paling berpengaruh dalam degradasi karbaril secara fotolisis adalah TiO₂-zeolit dengan persentase degradasi tertinggi mencapai 65,36 % pada waktu fotolisis maksimum 150 menit. Sedangkan pada waktu fotolisis yang sama, untuk katalis TiO₂-anatase, persentase degradasi karbaril tertinggi mencapai 55,26 %. Dari data tersebut, dapat dikatakan bahwa aktivitas katalitik TiO₂-zeolit lebih tinggi daripada TiO₂-anatase.

Hal ini disebabkan karena TiO₂-zeolit merupakan katalis TiO₂ yang luas permukaannya telah diperbesar dengan adanya pilarisasi zeolit. Dengan adanya pilarisasi zeolit ini, maka kemampuan TiO₂ sebagai katalis dalam degradasi Karbaril akan meningkat, apabila dibandingkan dengan TiO₂ tanpa pilarisasi zeolit (TiO₂-anatase) yang memiliki luas permukaan yang lebih kecil.

Selain membandingkan efektivitas katalis TiO₂-zeolit dan TiO₂-anatase dalam degradasi karbaril secara fotolisis, juga dilakukan penentuan efektivitas zeolit sebagai salah satu penyusun TiO₂-zeolit

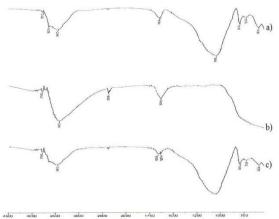
dalam degradasi karbaril. Hasil fotodegradasi karbaril yang dilakukan tanpa penambahan katalis, dengan penambahan TiO₂-zeolit, TiO₂-anatase dan zeolit dapat diamati pada Tabel 5.

Tabel 3. Efektivitas Fotolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril dengan Penambahan TiO_2 -Zeolit, TiO_2 -anatase dan Zeolit Pada Waktu Maksimum.

Persentase Degradasi Karbaril Secara Fotolisis		
Tanpa Katalis	32,07 %	
TiO ₂ -Zeolit	65,36 %	
TiO ₂ -anatase	55,26 %	
Zeolit	40,90 %	

Dari Tabel 3, dapat diamati bahwa efektivitas zeolit dalam degradasi karbaril berada di bawah katalis TiO₂-zeolit dan TiO₂-anatase, namun masih berada di atas degradasi karbaril tanpa katalis. Pada waktu maksimum, persentase degradasi karbaril dengan penambahan zeolit mencapai 40,90 %, sedangkan fotolisis tanpa penambahan katalis mencapai 32,07 %. Ini artinya meskipun aktivitas katalitik zeolit tidak lebih baik apabila dibandingkan dengan TiO₂-zeolit dan TiO₂-anatase, namun zeolit masih dapat digunakan sebagai katalis dalam degradasi karbaril secara fotolisis.

4.9 Karakterisasi TiO₂-Zeolit dengan FTIR Spektrum InfraRed (IR) dapat dibagi dalam tiga daerah utama, yaitu: far-infared (>400 cm⁻¹), mid-infrared (4000-400 cm⁻¹) dan near-infrared (13000-4000 cm⁻¹). Banyak aplikasi IR menggunakan daerah midinfrared, akan tetapi far-infared dan nearinfrared juga menyediakan informasi penting mengenai material tertentu. Secara umum, timbulnya pita terjadi pada daerah angka gelombang 1800 dan 400 cm⁻¹. Spektrum IR dari TiO₂-zeolit yang digunakan dalam penelitian ini dapat diamati pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektrum IR a) Zeolit, b) TiO₂-anatase, c) TiO₂-Zeolit

Dari Gambar 8, dapat dibuktikan bahwa TiO_2 -zeolit telah terbentuk. Hal ini dapat dibuktikan dari munculnya pita pada daerah sekitar 2300 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik serapan TiO_2 dan beberapa pita pada daerah 1400-400 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik serapan zeolit.

IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa TiO₂-zeolit, anatase, dan zeolit dapat digunakan sebagai katalis yang baik dalam proses degradasi karbaril secara fotolisis. Degradasi karbaril secara fotolisis dengan menggunakan lampu UV pada waktu fotolisis 150 menit tanpa menggunakan katalis adalah 32,07 Selanjutnya untuk penambahan 19,2 mg zeolit dan 0,8 mg TiO2-anatase, diperoleh hasil degradasi karbaril masing-masing mencapai 40,90% dan 55,26 %. Sementara itu, hasil degradasi karbaril dengan dengan penambahan 20 mg TiO2-zeolit mencapai 65,36%. Dari hasil degradasi yang telah diperoleh, dapat disimpulkan bahwa TiO2zeolit memiliki pengaruh lebih tinggi sebagai katalis apabila dibandingkan dengan TiO₂-anatase dan zeolit.

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada analis Laboratorium Kimia Analitik Terapan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas dan para staf Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.

Referensi

- 1. Kanan, M., **2001**, A Study of The Photodegradation of Carbaryl: The Influence of Natural Organic Matter And The Use of Silver Zeolite Y As A Catalyst, Tesis, Universitas Maine
- 2. Gunasekara, A. S., **2007**, Environmental Fate of Carbaryl, California Environmental Protection Agency
- 3. Riza, V. T. dan Gayatri, **1994**, *Ingatlah Bahaya Pestisida. Bunga Rampai Residu Pestisida dan Alternatifnya*, Pesiticide Action Network (PAN)
- 4. Zilfa, **2010**, Penggunaan TiO₂-anatase, Zeolit, dan Zeolit Terpilar TiO₂-anatase Sebagai Pendegradasi Permetrin Secara Sonofotolisis, Disertasi, Universitas Andalas
- Slamet, Ellyana, M., dan Bismo, S., 2008, Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO₂ Melalui Sol Gel dan Aplikasinya Untuk Penyisihan Fenol, Universitas Indonesia
- 6. Sudarmono, S., 1991, Pestisida, Kanius
- 7. Dumitriu, D., **2000**, Photocatalytic Degradation of Phenol by TiO₂ Thin Films Prepared by Sputtering, *Appl. Catal. B: Environ.*, 25: 83-92
- 8. Bideau, M., Claudel, B., Dubien, C., Faure L., and Kazouan, H., **1995**, On the immobilization of titanium dioxide in photocatalytic oxidation spent waters, *J. Photochem. Photobiol. A: Chemistry*, 91: 137-144
- 9. Matthews, R. W. and McEvoy, S. R., 1992, Destruction of Phenol in Water With Sun, Sand and Photocatalysis, *Solar Energy*, 49 (6): 507-513
- 10. Toyoda, A., Zhang, L., Kanki, T., and Sano, N., **2000**, Degradation of Phenol in Aqueous Solution by TiO₂ Photocatalys

- Coated Rotating Drum Reactor, J. Chem. Eng. Japan, 33: 188-191
- 11. Hashimoto, K., Irie, H., and Fujishima, A., 2005, TiO₂ Photocatalysis : A Historical Overview and Future Prospects, *Japanese J. of App. Phy*, 44(12): 8269-8285
- 12. Safni, Sari, F., Zulfarman, and Maizatisna., **2009**, Degradation of Metanil Yellow By Sonolysis and Photolysis Methods With Addition of TiO₂-anatase, *Indonesian Journal of Materials Science*, 11(1): 47-51
- 13. Safni, Maizatisna, Zulfarman and Sakai, T., **2007**, Degradation Naphtol-Blue Black Dyes By Sonolysis and Photolysis Methods with Addition of TiO2-anatase, *J. Ris Kim.*, 1(1): 43-48
- 14. Safni, Zuki, Z., Haryati, C. and Maizatisna, 2008, Degradation of Alizarin Dyes By Sonolysis and Photolysis Methods with Addition of TiO2-anatase, *J. Pilar. Sains*, 17(1): 31-36
- Takeda, N., Torimoto, T., Sampath, S., Kuwabata, and Yoneyama, H., 1995, Effect of Inert Support for Titanium Dioxide Loading on Enhancement of Photodecomposition Rate of Gaseous Propionaldehyde, J. Phys. Chem., 99: 9986-9991
- Yoneyama, H. and Torimoto, T., 2000, Titanium dioxide/adsorbent Hybrid Photocatalysts for Photodestruction of Organic Substances of Dilute Concentration, Catal. Today, 58: 133-140

DEGRADASI SENYAWA SIPERMETRIN DALAM INSEKTISIDA RIPCORD 5 EC SECARA FOTOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TIO₂/ZEOLIT

Lola Kumala Sari, Safni*, dan Zilfa

Laboratorium Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*e-mail: safni@yahoo.com Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

The degradation of cypermethrin in insecticide Ripcord 5EC by photolysis has been done. Photolysis of cypermethrin was carried out by using UV light (λ 365 nm) with the addition of different catalyst amount including 20 mg TiO₂/Zeolit; 0.8 mg TiO₂-anatase and 19.2 mg zeolites. The remaining cypermethrin in the solution after illumination was analyzed by spectrophotometer UV-Vis at 265 nm wavelength. Results of the experiment showed that only 11 % of cypermethrin was reduced from its solution without the addition of the catalysts in 120 minutes illmunitation. Interestingly, when the catalysts added into the solution of cypermethrin in the same period of illumination time, these following result observed respectively for zeolite, TiO₂ anatase and TiO₂/zeolite were 19 %, 28 % and 64 %. It can be concluded that by means the combination of the two catalysts, photocatalystic behavior can be improved drammatically.

Keywords: photolysis, degradation, cypermethrin, TiO₂/zeolite

I. Pendahuluan

Sipermertin merupakan insektisida golongan organoklorin yang digunakan untuk mengendalikan hama pada kapas dan sayuran. Penggunaan sipermetrin sangat popular karena efektifitas dan harganya yang murah.^{1,2} Sama halnya dengan insektisida golongan organoklorin dan organofosfat, tidak dipungkiri bahwa senyawa ini juga memiliki dampak negatif bagi makluk hidup dan lingkungan jika bijaksana. penggunaannya tidak Sipermetrin sangat bersifat toksik bagi ikan dan makhluk invertebratara yang hidup di air. Senyawa ini juga berbahaya bagi manusia karena merupakan racun yang menyerang sistem saraf, menekan sistem kekebalan tubuh dan menghambat pembentukan antibodi terhadap penyakit yang disebabkan oleh mikroba.3

Dampak buruk dari pemakaian insektisida sangat membahayakan bagi lingkungan dan makhluk hidup di sekitarnya, oleh karena itu dibutuhkan suatu metoda yang dapat mengolah limbah dari pemakaian pestisida ini. Pengolahan limbah dengan cara konvensional telah dilakukan dengan proses adsorpsi, namun proses ini tidak dapat mendegradasi polutan menjadi senyawa yang tidak berbahaya, melainkan hanya memindahkan limbah dari cairan ke permukaan adsorben, sehingga adsorben tersebut perlu diregenerasi bila telah jenuh.

Salah satu teknologi yang sedang banyak dikembangkan untuk mendegradasi berbagai limbah industri adalah proses fotokatalitik, suatu metoda degradasi dengan bantuan sinar UV dan penambahan katalis.^{4,5} Metoda ini memiliki beberapa

keunggulan yaitu polutan organik dapat didegradasi menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti H₂O dan CO₂, serta lebih hemat pemakaian bahan kimia energinya. Salah satu katalis yang paling stabil dan paling sering digunakan dalam proses degradasi adalah TiO2 karena mempunyai sifat inert, stabil dan tahan terhadap korosi selama reaksi berlangsung.6 Hal ini dapat dibuktikan dari beberapa penelitian mengenai fotokatalisis senyawa toksik dan zat warna seperti : SudanI terdegradasi 100% setelah waktu fotolisis 180 menit dengan penambahan TiO₂anatase, methanil yellow terdegradasi 80,99% dengan waktu fotolisis 90 menit dengan penambahan TiO₂-anatase.^{7,8}

Proses fotokatalitik kurang efektif dalam mengolah limbah yang konsentrasinya tinggi karena rendahnya daya adsorpsi fotokatalis tersebut, sehingga menyebabkan rendahnya laju reaksi fotokatalitik. Aktivitas fotokatalis (fotoaktivitas) TiO₂ dapat ditingkatkan melalui pengembanan pada material pendukung. Salah satu yang dapat digunakan untuk kepentingan tersebut adalah zeolit.⁹

Beberapa keuntungan diharapkan dari pengembanan TiO₂ pada zeolit alam antara lain potensi zeolit alam yang melimpah di Indonesia serta stabilitas yang tinggi pada kondisi asam. Material TiO₂ teremban pada zeolit alam (selanjutnya disebut TiO₂/zeolit) memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan memiliki kation yang dapat dipertukarkan) serta sebagai fotokatalis.

Berdasarkan hal di atas, maka dilakukan penelitian untuk mendegradasi senyawa sipermetrin yang merupakan kandungan senyawa aktif dalam insektisida Ripcord 5 EC. Sipermetrin didegradasi secara fotolisis, dimana metoda fotolisis yaitu suatu metoda dengan menggunakan cahaya UV. Fotokatalisis merupakan suatu proses degradasi yang dibantu oleh adanya cahaya (UV) dan material katalis. Dalam hal ini

material katalis yang digunakan adalah TiO₂/Zeolit. Selanjutnya dilakukan pengukuran sisa degradasi dengan menggunakan spektrofotometer UV/Vis.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi Insektisida Ripcord 5EC, TiO₂ anatase (Ishihara Sangyo, LTD Japan), zeolit, asetonitril (CH₃CN) 95 % (Merck) dan akuabides.

Erlenmeyer, sentrifus, kaca arloji, pipet gondok, pipet takar, labu ukur, petridish, neraca analitik, gelas piala, Spektrofotometer UV/Vis (Evolution 201 UV-Visible Spectrophotometer), Lampu UV 10 watt (Germicidal CE G 13 Base 8FC11004, λ = 365 nm)

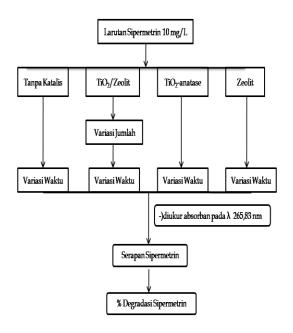
2.2. Prosedur penelitian

2.2.1.Pembuatan Variasi Pelarut Asetonitril : Akuabides

Untuk menentukan perbandingan asetonitril dengan akuabides maka dibuat larutan sipermetrin dilarutkan dengan beberapa variasi campuran asetonitril dengan akuabides.

2.2.2.Pengukuran Absorban Variasi Konsentrasi Sipermetrin

Sederetan variasi konsentrasi sipermetrin dilarutkan dengan perbandingan pelarut asetonitril:akuabides. Selanjutnya diukur absorbannya dengan spektrofotometer UV-VIS. Sipermetrin dengan konsentrasi 10 mg/L dipilih untuk proses degradasi pada skema kerja berikut.



Gambar 1. Skema degradasi sipermetrin

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Penentuan Variasi Pelarut Asetonitril : Aquabidest

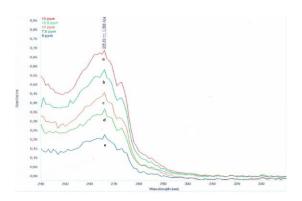
Pembuatan variasi pelarut perlu dilakukan karena senyawa sipermetrin tidak larut dalam akuades dan akuabides. Tetapi larut dalam asetonitril atau dengan perbandingan asetonitril dengan akuabides. Dari pengamatan didapatkan hasil sebagai berikut:

Tabel 1. Perbandingan Penggunaan Pelarut Asetontril: Akuabides

Asetonitril : Akuabides	Larutan
0:10	Keruh
1:9	Keruh
2:8	Keruh
3:7	Keruh
4:6	Keruh
5:5	Bening kekeruhan
6:4	Bening
7:3	Bening
8:2	Bening
9:1	Bening
10: 0	Bening

Untuk prosedur selanjutnya digunakan perbandingan pelarut asetonitril : aquabides 6:4 demi keefisienan pelarut.

3.2 Penentuan Spektrum Serapan Sipermetrin Pengukuran spektrum serapan sipermetrin menggunakan pelarut asetonitril : akuabides (6:4), memperlihatkan puncak serapan pada daerah UV (240-340 nm) dan memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 265,83 nm, dapat dilihat pada Gambar 2.

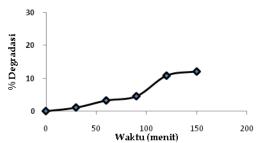


Gambar 2. Spektrum serapan Sipermetrin dengan variasi konsentrasi a. 15 mg/L b. 12,5 mg/L c. 10 mg/L d. 7,5 mg/L dan e. 5 mg/L

Berdasarkan kurva kalibrasi standar sipermetrin didapatkan kurva yang linier, dengan nilai R= 0,996. Untuk perlakuan selanjutnya digunakan larutan sipermetrin 10mg/L dengan absorban 0,455 sebagai larutan yang akan didegradasi secara fotolisis.

3.3 Degradasi Sipermetrin 3.3.1 Degradasi Sipermetrin Tanpa Katalis

Pengaruh waktu iradiasi terhadap persen degradasi sipermetrin dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 3. Pengaruh waktu iradiasi terhadap persen degradasi sipermetrin tanpa penambahan katalis. Konsentrasi sipermetrin = 10 mg/L

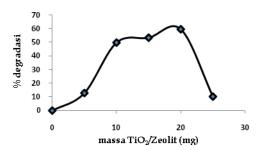
Dari Gambar 3 dapat dilihat bahwa persen degradasi berbanding lurus dengan waktu irradiasi. Semakin lama senvawa sipermetrin difotolisis maka semakin besar persen degradasinya. Hal ini disebabkan dengan bertambahnya waktu irradiasi maka semakin banyak jumlah OH radikal yang berperan dalam mendegradasi senyawa optimum sipermetrin. Waktu untuk mendegradasi 10 mL sipermetrin 10 mg/L adalah 120 menit dengan persen degradasi sebanyak 12,058%.^{7,8,10}

3.3.2 Degradasi Sipermetrin Dengan Penambahan Katalis

a. Penambahan Katalis TiO₂/Zeolit a.1 Variasi Jumlah TiO₂/Zeolit

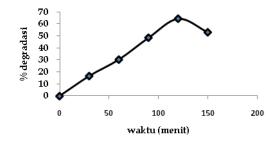
Penambahan TiO₂/zeolit dalam metoda fotolisis untuk mendegradasi senyawa sipermetrin, digunakan beberapa variasi jumlah yaitu : 5, 10, 15, 20, 25 mg dan difotolisis dengan waktu optimum yaitu 120 menit. Pengaruh jumlah katalis TiO₂/zeolit terhadap persen degradasi sipermetrin dapat dilihat pada Gambar 4.

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa semakin besar jumlah TiO₂/zeolit maka semakin besar pula persen degradasi sipermetrin. TiO₂/zeolit Jumlah optimum mendegradasi 10 mL sipermetrin 10 mg/L adalah 20 mg dengan persen degradasi sebanyak 63,419%. Penambahan TiO₂/Zeolit lebih dari 20 mg mengakibatkan menurunnya nilai persen degradasi. Hal ini disebabkan jumlah katalis yang diberikan lebih besar dari konsentrasi sipermetrin, sehingga terjadi kejenuhan larutan yang membuat larutan menjadi keruh yang berdampak pada gangguan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis.¹⁰



a.2 Variasi Waktu Irradiasi

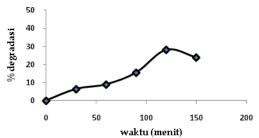
Larutan sipermetrin 10 mg/L difotolisis dengan menambahkan 20 mg TiO₂/zeolit kemudian difotolisis dengan variasi waktu. Pengaruh waktu iradiasi terhadap persen degradasi sipermetrin dengan penambahan 20 mg TiO₂/zeolit dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Pengaruh waktu irradiasi terhadap persen degradasi sipermetrin. Konsentrasi sipermetrin = 10 mg/L, jumlah $\text{TiO}_2/\text{zeolit} = 20 \text{ mg}$

Dari Gambar 5 dapat dilihat bahwa persen degradasi meningkat dengan seiring bertambahnya waktu irradiasi. Semakin lama senyawa sipermetrin difotolisis maka semakin besar persen degradasinya. Hal ini disebabkan dengan bertambahnya waktu irradiasi maka semakin banyak jumlah OH radikal yang berperan dalam mendegradasi senyawa sipermetrin.

b. Penambahan Katalis TiO₂-anatase Pengaruh waktu iradiasi terhadap persen degradasi sipermetrin dengan penambahan katalis TiO₂-anatase dapat dilihat pada Gambar 6.

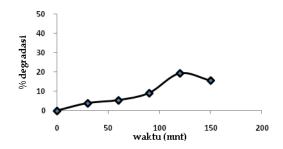


Gambar 6. Pengaruh waktu irradiasi terhadap persen degradasi sipermetrin dengan penambahan TiO₂-anatase. Konsentrasi sipermetrin = 10 mg/L, jumlah TiO₂-anatase = 0,8 mg

Dari Gambar 6 dapat dilihat bahwa jika dibandingkan dengan katalis TiO₂ yang telah didukung oleh material zeolit, persen degradasi sipermetrin 10 mg/L dengan penambahan katalis TiO₂-anatase jauh lebih rendah. Hal ini disebabkan karena material TiO₂/zeolit memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan memiliki kation yang dapat dipertukarkan) dan sebagai fotokatalis.⁹

c. Penambahan Katalis Zeolit

Pengaruh waktu iradiasi terhadap persen degradasi sipermetrin dengan penambahan katalis zeolit dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Pengaruh waktu irradiasi terhadap persen degradasi sipermetrindengan enambahan zeolit. Konsentrasi sipermetrin = 10 mg/L, umlah zeolit = 19,2 mg

Dari Gambar 7 dapat dilihat bahwa persen dergradasi sipermetrin berbanding lurus dengan waktu iradiasi. Semakin lama waktu iradiasi maka semakin besar pula persen degradasinya.Hal ini disebabkan zeolit memiliki pori-pori yang dapat menyerap senyawa sipermetrin ke permukaan material ini, sehingga dapat mengurangi konsenrasi senyawa sipermetrin di dalam Hal ini tentunya akan larutan. mengakibatkan nilai berkurangnya absorban dari sipermetrin. 11

IV . Kesimpulan

Degradasi sipermetrin 10 mg/L secara fotolisis dengan menggunakan lampu UV 10 watt (λ = 365 nm) pada waktu irradiasi selama 120 menit tanpa penambahan katalis persen degradasi hanya mencapai 10,799%. Dengan penambahan katalis zeolit sebanyak 19,2 mg persen degradasi mencapai 19,3%. Akan tetapi dengan penambahan katalis TiO₂-anatase sebanyak 0,8 mg persen degradasinya bisa mencapai 28,2%.

Selanjutnya dengan penambahan katalis TiO₂/zeolit sebanyak 20 mg didapatkan nilai persen degradasi tertinggi yaitu sebesar 64,4%. Dalam hal ini disimpulkan bahwa telah TiO_2 yang didukung oleh zeolit terbukti lebih efektif dalam membantu proses degradasi sipermetrin secara fotolisis.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada analis laboratorium Analisis Terapan Jurusan Kimia Universitas Andalas dan staf laboratorium Universitas Andalas.

Referensi

1. Muregesan A.G, T. Jeyasanthi dan S. Maheswari, Isolationand Characterization of Cypermethrin Utilizing Bacteria from Brinjal Cultivated Soil, *J. Microbiologi Research*, pp. 4(1), 010-013, (2010)

- 2. Tyler, C., **2000**, Environmental Toxicology and Chemistry, pp. 19, 801-809
- 3. Bradbury, S. P. and Coats, J. R, **1989**, Toxicokinetics and Toxicodynamics of Pyrethroid Insecticides in Fish, *J. Environ Toxicol Chem*, pp. 8:373–380
- 4. Dumitriu, D., Photocatalytic Degradation of Phenol by TiO₂ Thin Films Prepared by Sputtering, *Appl. Catal. B : Environ*, pp. 25
- 5. Bideau, M., Claudel, B., Dubien, C., Faure, L., and Kazouan, H., **1995**, On the Immobilization of Titanium Dioxide in Photocatalytic Oxidation Spent Waters, *J. Photochem*, pp. 91
- Ali, R., and Azelle, W., 2010, Zn/ZnO/TiO₂ and Al/Al₂O₃/TiO₂ Photocatalysts for the Degradation of Cypermethrin, J. Modern Applied Sciense, pp. 4(1)
- Safni, Loekman, U., Febrianti, F., Maizatisna, and Sakai, T., 2008, Degradasi Zat Warna Sudan I Secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO₂-anatase, J. Ris. Kim, pp. 1(2): 163-168
- 8. Safni, Sari, F., Maizatisna and Zulfarman, **2009**, Degradasi Zat Warna Methanil Yellow Secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO₂ anatase, *J. Sains Materi Indonesia*, pp.11(1):47-51
- Fatimah I., dan Wijaya, K., 2005, Sintesis TiO₂/Zeolit sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka secara Adsorbsi-Fotodegradasi, UGM, Yogyakarta, pp.10(4):257-267
- 10. Zilfa, **2010**, Penggunaan TiO₂-anatase, Zeolit dan Zeolit Terpilar TiO₂-anatase sebagai Pendegradasi Permetrin Secara Sonofotolisis, Disertasi, *Universitas Andalas*
- Zilfa, Suryani, H, Safni dan Jamarun, N.,
 2011, Penggunaan Zeolit sebagai
 Pendegradasi Senyawa Sipermetrin dengan Metode Fotolisis, J. Natur
 Indonesia, pp. 14(1):14-18

STUDI ISOLASI Saccharomyces sp DARI LIMBAH CAIR PT.COCA COLA DAN APLIKASINYA SEBAGAI SEL BIOMASSA UNTUK PENYERAPAN ION LOGAM Pb (II) PADA LIMBAH CAIR RSUP Dr.M.DJAMIL PADANG

Bastian Nova^a, Sumaryati Syukur^a, Rahmiana Zein^b

 a Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas b Laboratorium Kimia Lingkungan, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

ABSTRAK

Logam berat merupakan salah satu penyebab pencemaran di perairan. Sumber logam berat banyak berasal dari air limbah industri dan non industri. Air limbah yang mengandung logamlogam berat tersebut banyak mencemari perairan yang berada di dalam kota. Salah satu logam berat berbahaya yang banyak mencemari perairan adalah timbal. Timbal termasuk kepada logam berat yang berbahaya. Air limbah yang mengandung timbal menghasilkan limbah yang sangat berbahaya bagi kesehatan dan merupakan polutan yang cukup besar untuk masuk ke dalam sistem perairan. Saccharomyces sp sudah banyak diteliti berkaitan dengan potensinya sebagai biosorben logam berat, di antaranya karena memiliki material dinding sel sebagai sumber pengikatan logam. Pada penelitian ini digunakan mikroorganisme khamir yaitu Saccharomyces sp. yang diisolasi dari limbah padat pabrik coca cola, kemudian dilakukan adaptasi dengan menggunakan medium yang mengandung ion-ion logam Pb(II) yang konsentrasinya bervariasi 0-20 mg/L. Biosorpsi ion logam Pb(II) dilakukan pada larutan logam dengan variasi pH 3, 4, 5, 6,dan 7, variasi konsentrasi 20, 40,60, 80, dan 100, dan variasi waktu 24 jam dan 48 jam. Kondisi optimum biosorpsi pada biomassa Saccharomyces sp normal terjadi pada pH 4 (3.694 mg/g), konsentrasi 100 mg/L (9.05 mg/g) dan waktu 48 jam (9.519 mg/g). Kondisi optimum biosorpsi pada biomassa Saccharomyces sp adaptasi terjadi pada pH 4 (3.927 mg/g), konsentrasi 100 mg/L (9.22 mg/g) dan waktu 48 jam (9.586 mg/g). Penelitian ini diaplikasikan pada limbah RSUP Dr.M.Djamil Padang dan didapatkan kapasitas penyerapan pada Saccharomyces sp normal dan adaptasi adalah 0.255 mg/g.

Kata kunci: Biosorpsi, Saccharomyces, Lead (Pb)

I. PENDAHULUAN

Logam berat merupakan salah satu penyebab pencemaran di perairan. Sumber logam berat banyak berasal dari air limbah industri dan non industri. Air limbah yang mengandung logam-logam berat tersebut banyak mencemari perairan yang berada di dalam kota.

Salah satu logam berat berbahaya yang banyak mencemari perairan adalah timbal. Timbal banyak ditemukan di industri pertambangan, percetakan, pabrik pembuatan baterai dan di non-industri seperti rumah sakit atau limbah pembuangan masyarakat. Air limbah yang mengandung timbal menghasilkan limbah yang sangat berbahaya bagi kesehatan dan merupakan polutan yang

cukup besar untuk masuk ke dalam sistem perairan.

Kontaminasi logam berat dengan konsentrasi yang rendah secara umum akan sulit dihilangkan dari air limbah. Beberapa proses kimia seperti metode pengendapan, metode elektrodeposisi pertukaran ion dan memberikan hasil yang kurang memuaskan terutama untuk menghilangkan polutan dengan konsentrasi yang amat rendah.1 Penyerapan dengan karbon telah dilaporkan dapat menghilangkan atau mereduksi logamlogam berat dari air limbah, namun harganya relatif mahal dan penyerapan logam berat vang kurang maksimal.^{1,2}

Pencarian terhadap teknologi baru yang dapat digunakan untuk menyerap logam berat dari air limbah sudah diteliti lebih dalam yaitu biosorpsi. Biosorpsi merupakan alternatif untuk menyerap logam berat karena adanya komponen material biologi yang memiliki kapasitas pengikatan yang besar.^{3,4}

Biosorpsi umumnya menggunakan material mikroorganisme dan organisme. Biosorpsi dengan menggunakan material-material tersebut sudah terbukti dapat digunakan sebagai biosorben untuk menyerap logam berat pada aliran air limbah.⁵

Salah satu mikroorganisme yang dapat digunakan sebagai biosorben adalah Saccharomyces cerevisiae. Saccharomyces cerevisiae dapat dengan mudah dihasilkan dan diproduksi secara massal menggunakan metode fermentasi yang sederhana dan media pertumbuhan yang berbiaya murah. Selain itu, kemampuan Saccharomyces cerevisiae dalam menghasilkan biomassa juga tinggi. 6

Saccharomyces cerevisiae bisa didapat dari berbagai industri makanan dan minuman sebagai produk sampingan. Saccharomyces cerevisiae secara umum dikategorikan aman dan stabil sehingga dapat digunakan sebagai biosorben secara umum. Saccharomyces cerevisiae sudah banyak diteliti berkaitan dengan potensinya sebagai biosorben pada

banyak logam berat, di antaranya karena memiliki material dinding sel sebagai sumber pengikatan logam.^{7,8,9,10,11}

Hal tersebut peneliti menarik untuk menggunakan limbah pabrik produksi minuman coca cola yang kaya akan mikroorganisme dan belum diteliti serta dimanfatkan, maka pada penelitian ini limbah tersebut dimanfaatkan untuk melakukan isolasi Saccharomyces cerevisiae dan digunakan selanjutnya untuk proses penyerapan ion Pb(II) sehingga dapat meningkatkan nilai tambah dari limbah tersebut.

II. METODOLOGI PENELITIAN

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan

Limbah padat

Limbah padatan *Coca cola* yang diambil langsung dari pabrik *Coca cola* Padang.

Logam Berat

Logam berat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ion logam Pb (II) dari senyawa garam timbal Pb(NO₃)₂

Mikroorganisme

Mikroorganisme digunakan sebagai penyerap (biosorben) ion logam berat Pb (II) adalah *Saccharomyces sp* yang diisolasi dari limbah pabrik *Coca cola*.

Media

Potato Dextrose Agar sebagai media isolasi jamur. Potato Dextrose Broth sebagai media perbanyakan dan fermentasi.

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam peneltian ini adalah *Autoclave, Shaker, Hot Plate Stirrer, Centrifuge, Petri Dish,* jarum Ose, erlenmeyer, labu ukur, pipet takar, pipet gondok, pH indikator universal, timbangan analitik, dan peralatan gelas laboratorium lainnya.

2.2. Prosedur Penelitian

Pembuatan media

PDA (*Potato Dextrose Agar*) ditimbang sebanyak 2,25 gram, lalu ditambahkan kedalam erlenmeyer yang berisi 250 mL akuades, kemudian ditambahkan *chloramphenicol* sebanyak ½ kapsul, setelah itu larutan dipanaskan sampai larut sempurna. Larutan kemudian disterilisasi dengan *autoclave* pada suhu 121°C, selama 15 menit. Larutan yang sudah steril didinginkan sampai suhu kira-kira 50°C kemudian dituang ke dalam *petri dish* dan biarkan mengeras.

Isolasi jamur dari limbah pabrik Coca cola

Jamur yang terdapat pada limbah pabrik Coca cola diisolasi dengan teknik maserasi karena limbah tersebut berbentuk padatan.Limbah padat tersebut ditumbuk dengan mortar dan pestle sehingga mikroorganisme yang ada dipermukaan atau di dalam dapat terlepas. Limbah yang telah halus dimasukkan kedalam petri dish dan dipanaskan dengan oven pada suhu 80°C selama 30 menit. Limbah yang telah dioven diambil 1 gram kemudian dimasukkan ke dalam tabung pengenceran bertingkat, perbandingan berat sampel dengan akuades untuk pengenceran pertama adalah 1 : 9 (w/v). Pengenceran dilakukan sebanyak 8 kali. Tiga pengenceran terakhir diambil untuk diinokulasikan dengan metoda spread plate ke media PDA. Inokulan kemudian diinkubasi pada suhu ruang selama 5 - 7 hari. Koloni mikroorganisme yang tumbuh kemdian dimurnikan dan ditanam pada medium PDA baru, lalu diinkubasi pada suhu ruang 5 - 7 hari.

Pemurnian hasil isolasi

Koloni tunggal yang diinginkan ditambah dengan 5 mL akuades, dikeruk dengan jarum Ose dan dipindahkan ke dalam tabung reaksi kosong. Suspensi di vorteks agar homogen, kemudian dipipet 1 mL dan ditambahkan ke dalam 9 mL akuades, dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan. Pengenceran dilakukan sebanyak 5 kali. Hasil pengenceran kemudian dipipet 100 µL dan disebarkan secara merata

pada permukaan media PDA didalam *petri dish* dan diinkubasi pada suhu ruang selama 5 – 7 hari.

Fermentasi jamur

Jamur yang telah diisolasi ditambah dengan 5 mL akuades steril, dikeruk dan divorteks. Sebanyak 2 mL suspensi masing-masing ragi ditambahkan ke dalam 250 mL erlenmeyer yang berisi 100 mL medium PDB. Setelah itu medium diletakkan dalam shaker dengan kecepatan agitasi 200 rpm selama 3 hari. Pemanenan dilakukan dengan memisahkan biomassa dari larutan dengan menggunakan centrifuge 6000 rpm selama 10 menit. Supernatan lalu dipisahkan dan endapan di ambil untuk dijadikan biosorben.

Pembuatan larutan Pb(II)

Dibuat larutan induk Pb(II) 1000 mg/L dengan menimbang 1.6 g $Pb(NO_3)_2$, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 1 Liter dan ditambahkan akuades sampai tepat garis batas

Pengaruh pH pada penyerapan Pb(II)

Pada 5 buah erlenmeyer dimasukkan masingmasing sebanyak 1 gram biomassa kedalam 100 mL larutan Pb(II) dengan konsentrasi 40 mg/L. pH larutan masing-masing diatur 3, 4, 5, 6, dan 7 dengan penambahan HCl 1 M dan NaOH 1 M, kemudian ditambahkan buffer. Setelah itu larutan diletakkan di *shaker* dengan kecepatan agitasi 200 rpm selama 24 jam. Setelah itu dilakukan pemisahan biomasa dari larutan dengan *centrifuge* pada 6000 rpm selama 10 menit, lalu larutan diambil dan dianalisis dengan AAS.

Pengaruh konsetrasi larutan Pb(II) pada penyerapan

Pada 5 buah erlenmeyer dimasukkan masingmasing sebanyak 1 gram biomassa kedalam 100 mL larutan Pb(II) dengan variasi konsentrasi 20,40,60,80, dan 100 mg/L pada pH optimum. Setelah itu larutan diletakkan di shaker dengan kecepatan agitasi 200 rpm selama 24 jam. Setelah itu dilakukan pemisahan biomasa dari larutan dengan *centrifuge* pada 6000 rpm selama 10 menit, lalu larutan diambil dan dianalisis dengan AAS.

Pengaruh waktu terhadap penyerapan ion logam Pb(II)

Pada 2 buah erlenmeyer dimasukkan masingmasing sebanyak 1 gram biomassa kedalam 100 mL larutan Pb(II) dengan konsentrasi dan pH optimum selama 24 dan 48 jam. Setelah itu larutan diletakkan di *shaker* dengan kecepatan agitasi 200 rpm selama 24 jam. Setiap variasi waktu dilakukan pemisahan biomasa dari larutan dengan *centrifuge* pada 6000 rpm selama 10 menit, lalu larutan diambil dan dianalisis dengan AAS.

Analisis data

Kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) dihitung berdasarkan persamaan:

Kapasitas penyerapan (mg/g) = $\frac{(co-ce)}{m} \times v$

Keterangan:

Co = Konsentrasi Awal (mg/L)

Ce = Konsentrasi Akhir (mg/L)

m = Massa Biosorben (gram)

V = Volume larutan (L)

HASIL DAN DISKUSI

Isolasi Saccharomyces sp dari limbah padat Coca cola

Saccharomyces Isolasi spdimulai dari pengambilan limbah padat coca cola yang diambil dari PT.Coca Cola, Sumatera Barat. Hasil isolasi menunjukkan 3 koloni jamur memiliki bentuk morfologi yang berbeda, koloni 1 memiliki bentuk bulat/oval, berwarna putih, licin dan mengkilap. Pada koloni 2 memiliki bentuk bulat, berwarna putih dengan hijau di tengahnya, memiliki sedikit hifa pada sekitar koloni nya. Pada koloni 3 memiliki bentuk bulat/oval, berwarna putih, memiliki banyak hifa pada sekitar koloninya. Berdasarkan pengamatan visual berdasarkan morfologinya,maka koloni 1 memiliki kesamaan dengan Saccharomyces sp

Isolasi dari limbah padat dengan pengenceran 10-7 tersebut dilanjutkan dengan pemurnian untuk mengisolasi *Saccharomyces sp* Hasil pemurnian pertama menunjukkan 2 koloni jamur dengan bentuk morfologi yang berbeda, koloni 1 memiliki bentuk bulat,berwarna putih dengan hijau di tengahnya, memiliki sedikit hifa pada sekitar koloni nya. Pada koloni 2 memiliki bentuk bulat/oval, berwarna putih, licin dan mengkilap.

Hasil pemurnian isolasi ke-1 menunjukkan bahwa isolat yang diinginkan (*Saccharomyces sp*) belum murni, karena adanya koloni jenis lain yang msih tumbuh disekitar koloni *Saccharomyces sp* Pemurnian dilanjutkan kembali sampai didapat koloni tunggal yang diinginkan (*Saccharomyces sp*).

Pemurnian isolasi ke-1 dilanjutkan kembali dengan mengambil koloni 2. Hasil pemurnian ke-2 menunjukkan koloni tunggal. Tidak ditemukan adanya koloni lain yang berbeda bentuk morfologinya. Hasil pemurnian ke-2 menunjukkan bahwa koloni tunggal sudah murni dan dapat dilanjutkan ke tahap adaptasi ion logam Pb(II).

Adaptasi Saccharomyces sp pada ion logam Pb(II)

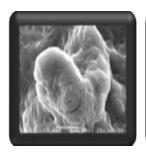
Adaptasi *Saccharomyces sp* pada ion logam Pb(II) bertujuan agar *Saccharomyces sp* mampu bertahan dan menyesuaikan diri pada lingkungan medium yang mengandung ionion logam Pb(II) sehingga ketika dilakukan *batch biosorption, Saccharomyces sp* tidak mengalami *shock* dan mampu menyerap ionion logam Pb(II) tersebut. Adaptasi *Saccharomyces sp* dilakukan secara bertahap pada variasi konsentrasi; 0, 5, 10, 15, dan 20 mg/L.

Hasil adaptasi *Saccharomyces sp* terhadap variasi logam menunjukkan bahwa *Saccharomyces sp* mampu beradaptasi pada medium yang mengandung ion-ion logam Pb(II). Dalam adaptasi ini, *Saccharomyces sp* terlebih dahulu di tumbuhkan pada medium 0 mg/L, lalu kemudian di inokulasikan ke

medium dengan konsentrasi 5 mg/L, dan seterusnya secara bertahap diinokulasi sampai medium dengan konsentrasi 20 mg/L.

Foto Saccharomyces sp dengan menggunakan SEM

Foto dengan SEM bertujuan untuk membuktikan bahwa secara morfologi isolat yang didapat adalah *Saccharomyces sp* Dengan menggunakan SEM pengamatan morfologi dapat lebih dipertajam dan diperbesar, sehingga memberikan informasi yang lebih jelas.





Gambar 1. Hasil SEM untuk *Saccharomyces sp* normal (a) dan adaptasi (b).

Hasil foto dengan SEM menunjukkan *Saccharomyces sp* normal memiliki bentuk permukaan bergelombang, gelombang tersebut dikarenakan ketika di foto SEM sampel berada pada kondisi berkoloni, sehingga tumpukan – tumpukan koloni tersebut membentuk gelombang, namun sel tunggal *Saccharomyces sp* masih dapat terlihat pada permukaan-permukaan gelombang tersebut.

Pada Gambar 1.b, *Saccharomyces sp* adaptasi memiliki bentuk permukaan yang halus dan juga bergelombang, namun sel – sel tunggal tampak pada permukaannya.

Perbedaan yang tampak jelas antara Saccharomyces sp normal dan adaptasi dari foto SEM di atas adalah adanya kerutan -kerutan pada permukaan Saccharomyces sp normal dan tidak ditemukan pada Saccharomyces sp adaptasi, Saccharomyces sp adaptasi memiliki

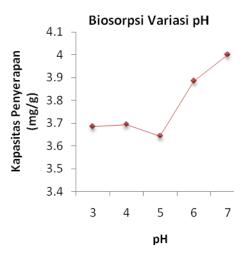
permukaan yang nampak licin. Selain itu bentuk sel pada *Saccharomyces sp* adaptasi lebih memanjang (oval) dibandingkan dengan *Saccharomyces sp* normal (bulat).

Pengaruh pH terhadap biosorpsi ion logam Pb(II)

Saccharomyces sp Normal

Biomassa *Saccharomyces sp* normal disiapkan untuk ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam larutan ion logam 40 mg/L yang telah divariasikan pH nya pada; 3, 4, 5, 6, dan 7. Hasil biosorpsi dengan variasi pH ditunjukkan pada Gambar 8.

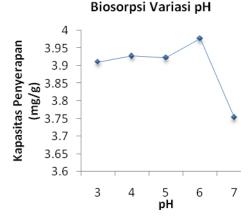
Penyerapan ion logam optimum terjadi pada pH 4 dengan kapasitas penyerapan 3.694 mg/g. Pada kurva diatas menunjukkan pH 6 dan 7 memiliki kapasitas penyerapan yang lebih tinggi daripada pH 4, namun hal tersebut bukan karena Saccharomyces sp menyerap ion-ion logam, tetapi karena senyawa Pb(NO₃)₂ sedikit larut pada larutan akuades di pH 6 dan 7, sehingga tidak terbentuk ion-ion logam Pb(II). Pada pH basa larutan ion logam Pb(II) semakin tidak larut sehingga tidak dilanjutkan pada pH diatas 7, sedangkan pH sangat asam menyebabkan Saccharomyces sp tidak dapat menyerap optimal, disebabkan komponen-komponen aktif penyerap lebih cenderung menyerap ion daripada ion-ion logam. Tabel 1a memperlihatkan kapasitas penyerapan yang lebih menyeluruh (Gambar 2).



Gambar 2. Kurva kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) konsentrasi 40 mg/L pada variasi pH 3, 4, 5, 6, dan 7 dengan *Saccharomyces sp* normal.

Saccharomyces sp adaptasi

Biomassa *Saccharomyces sp* adaptasi disiapkan untuk ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam larutan ion logam 40 mg/L yang telah divariasikan pH nya pada; 3, 4, 5, 6, dan 7. Hasil biosorpsi dengan variasi pH menunjukkan:



Gambar 3. Kurva kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) konsentrasi 40 mg/L pada variasi pH 3, 4, 5, 6, dan 7 dengan Saccharomyces sp adaptasi.

Penyerapan ion logam optimum terjadi pada pH 4 dengan kapasitas penyerapan 3.927

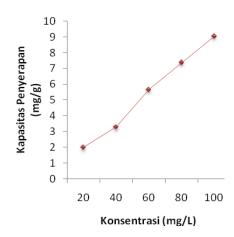
mg/g. Perbedaan penurunan kapasitas penyerapan antara Saccharomyces sp normal dan adaptasi pada pH 7 disebabkan oleh adanya kemungkinan error dalam menentukan konsentrasi ion logam Pb(II) dengan AAS. Dari kurva terlihat bahwa kapasitas penyerapan oleh Saccharomyces sp adaptasi lebih tinggi daripada Saccharomyces sp normal (Gambar 9). Hal ini disebabkan karena Saccharomyces sp adaptasi sudah mengalami penyesuaian dengan ion-ion logam Pb(II) sehingga tidak mengalami shock dan mampu menyerap ion-ion logam lebih baik daripada Saccharomyces sp normal yang belum beradaptasi dengan lingkungan ion-ion logam Pb(II). Tabel 1b memperlihakan kapasitas penyerapan yang lebih menyeluruh.

Pengaruh konsentrasi ion logam Pb(II) terhadap biosorpsi ion logam Pb(II)

Saccharomyces sp Normal

Setelah didapat pH optimum pada pH 4 selanjutnya dilakukan uji pengaruh konsentrasi ion logam Pb(II) dengan variasi konsentrasi ; 20, 40, 60, 80, 100 mg/L. Hasil biosorpsi dengan variasi konsentrasi menunjukkan :

Biosorpsi Variasi Konsentrasi



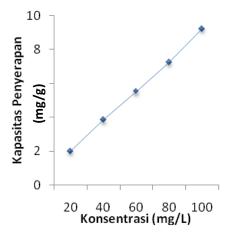
Gambar 4. Kurva kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) pH 4 pada variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80, 100 mg/L dengan *Saccharomyces sp* normal.

Gambar 10 menunjukkan penyerapan logam optimum didapatkan pada konsentrasi 100 mg/L dengan kapasitas penyerapan 9.05 mg/g. Kondisi ini sesuai dengan penelitianpeneltian sebelumnya, yaitu kapasitas penyerapan ion logam berat akan semakin dengan meningkatnya tinggi seiring konsentrasi awal larutan ion logam ketika jumlah massa Saccharomyces sp tetap konstan. Tabel 2a memperlihakan kapasitas penyerapan yang lebih menyeluruh.

Saccharomyces sp adaptasi

Setelah didapat pH optimum pada pH 4 selanjutnya dilakukan uji pengaruh konsentrasi ion logam Pb(II) dengan variasi konsentrasi ; 20, 40, 60, 80, 100 mg/L. Hasil biosorpsi dengan variasi konsentrasi ditunjukkan oleh Gambar

Biosorpsi Variasi Konsentrasi



Gambar 5. Kurva kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) pH 4 pada variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80, 100 mg/L dengan *Saccharomyces sp* adaptasi.

Kapasitas penyerapan pada penelitian ini bila dibandingkan dengan beberapa hasil pada penelitian sebelumnya terhadap sumber *Saccharomyces* nya mendapatkan perbandingan sebagai berikut; sel bebas (79.2 mg/g) dan sel yang di amobilisasi dengan matriks sol-gel (41.9 mg/g), hasil pencucian

lyphophilized whiskey (189 mg/g), hasil kultur Laboratorium yang dikeringkan pada suhu 100 °C (270.3 mg/g), Limbah jamur pembuat bir yang diberikan perlakuan dengan ethanol (17.5 mg/g), dan hasil isolasi limbah padat PT.Coca Cola Padang yang dilakukan pada penelitian ini (9.22 mg/g).

Dari perbandingan sumber Saccharomyces sp, maka hasil kultur laboratorium dengan pengeringan pada suhu 100 °C memiliki penyerapan kapasitas tertinggi yang dibandingkan dengan lainnya, sumber sedangkan kapasitas penyerapan pada penelitian ini adalah yang terendah. Rendahnya nilai kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) pada penelitian ini karena pada konsentrasi 100 mg/L Saccharomyces sp masih dapat menyerap ion logam Pb(II), namun tidak dilanjutkan oleh peneliti dengan konsentrasi yang lebih tinggi lagi, sehingga kemungkinan didapatkannya konsentrasi optimum masih ada.

Kapasitas penyerapan pada penelitian ini bila dibandingkan dengan beberapa penelitian sebelumnya terhadap jenis mikrobanya mendapatkan perbandingan sebagai berikut: *Phanerochaete chrysosporium* (419.4 mg/g), *R. nigricans* (403.2 mg/g), *M. purpurea* (279.5 mg/g), *S. cerevisiae* (211.2 mg/g), *A. terreus* (201.1 mg/g), *M. inyoensis* (159.2 mg/g), *Streptomyces clavulgerus* (140.2 mg/g), dan *Saccharomyces sp* yang dilakukan pada penelitian ini (9.22 mg/g).

Dari perbandingan jenis mikroorganisme, maka Phanerochaete chrysosporium memiliki kapasitas penyerapan yang tertinggi dibandingkan dengan jenis lainnya, sedangkan penyerapan pada kapasitas penelitian ini adalah vang terendah. Rendahnya nilai kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) pada penelitian ini karena pada konsentrasi 100 mg/L Saccharomyces sp masih dapat menyerap ion logam Pb(II), namun tidak dilanjutkan oleh peneliti dengan konsentrasi yang lebih tinggi lagi, sehingga kemungkinan didapatkannya konsentrasi

optimum masih ada. Tabel 2b memperlihakan kapasitas penyerapan yang lebih menyeluruh.

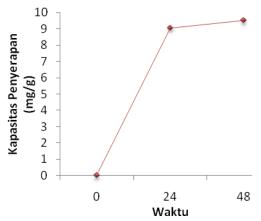
Pengaruh waktu terhadap biosorpsi ion logam Pb(II)

Saccharomyces sp normal

Setelah didapat pH dan konsentrasi optimum pada pH 4 dan 100 mg/L selanjutnya dilakukan uji pengaruh lama waktu ion logam Pb(II) dengan variasi waktu ; 24 jam dan 48 jam. Hasil biosorpsi dengan variasi waktu ditunjukkan pada Gambar 5.

Penyerapan ion logam Pb(II) pada 24 jam dan 48 jam memiliki kapasitas penyerapan 9.05 mg/g dan 9.519 mg/g. Pada kurva terlihat bahwa penyerapan optimum terjadi pada waktu 48 jam, namun pada waktu 24 jam penyerapan sudah memiliki efisiensi dan kapasitas penyerapan yang baik juga (Gambar 6). Tabel 3a memperlihakan kapasitas penyerapan yang lebih menyeluruh.

Biosorpsi Variasi Waktu

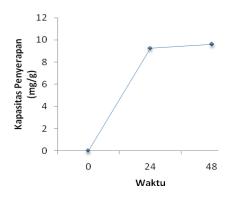


Gambar 6. Kurva kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) pH 4 dan konsentrasi 100 mg/L pada variasi waktu 24 dan 48 jam dengan Saccharomyces sp normal.

Saccharomyces sp adaptasi

Setelah didapat pH dan konsentrasi optimum pada pH 4 dan 100 mg/L selanjutnya dilakukan uji pengaruh lama waktu ion logam Pb(II) dengan variasi waktu ; 24 jam dan 48 jam. Hasil biosorpsi dengan variasi waktu menunjukkan :

Biosorpsi Variasi Waktu



Gambar 7. Kurva kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) pH 4 dan konsentrasi 100 mg/L pada variasi waktu 24 dan 48 jam dengan *Saccharomyces sp* adaptasi.

Penyerapan ion logam Pb(II) pada 24 jam dan 48 jam memiliki kapasitas penyerapan kapasitas penyerapan 9.22 mg/g dan 9.586 mg/g (Gambar 7). Pada kurva terlihat bahwa penyerapan optimum terjadi pada waktu 48 jam, namun pada waktu 24 jam penyerapan sudah memiliki efisiensi dan kapasitas penyerapan yang baik juga. Tabel 3b memperlihakan kapasitas penyerapan yang lebih menyeluruh.

Aplikasi pada sampel air limbah Rumah Sakit Umum Pusat Dr. M. Djamil Padang

Pada aplikasinya, air limbah diambil dari limbah RSUP Dr. M.Djamil Padang. Penelitian dilakukan dengan terlebih dahulu mengetahui pH dan konsentrasi ion logam Pb(II) dalam sampel air limbah. Dari pengukuran awal sampel air limbah didapatkan pH = 4 dan konsentrasi awal 2,55 mg/L.

Pada sampel air limbah kemudian ditimbang Biomassa Saccharomyces sp normal adaptasi sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam larutan sampel air limbah. Hasil biosorpsi dengan menggunakan *Saccharomyces sp* terhadap air limbah ditunjukkan pada Gambar 8.

Saccharomyces sp normal dan adaptasi.

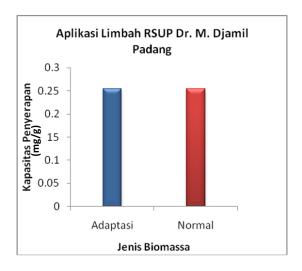
Penverapan ion logam Pb(II) pada Saccharomyces normal dan spadaptasi memiliki kapasitas penyerapan 0.255 mg/g. Kesamaan nilai kapasitas penyerapan pada kedua bentuk perlakuan Saccharomyces sp dalam menyerap ion logam Pb(II) dalam sampel air limbah dikarenakan konsentrasi ion logam Pb(II) dalam sampel air limbah terhitung kecil yaitu 2.55 mg/L, sehingga pada kedua bentuk perlakuan Saccharomyces sp mampu menyerap semua ion logam Pb(II). Pada uji pengaruh konsentrasi membuktikan bahwa Saccharomyces sp masih bisa menyerap ion logam Pb(II) pada konsentrasi tinggi, yaitu 100 mg/L. Selain itu kondisi pH 4 pada sampel air limbah juga menciptakan kondisi optimum penyerapan

IV. Kesimpulan

Saccharomyces sp dapat di isolasi setelah dilakukan dua kali pemurnian untuk mendapatkan 1 jenis koloni tunggal dan dapat beradaptasi dengan medium yang mengandung ion-ion logam Pb(II) pada konsentrasi 0 – 20 mg/L.

Hasil foto SEM isolat menunjukkan perbedaan morfologi antara *Saccharomyces sp* normal dan adaptasi. Perbedaan terlihat pada permukaan *Saccharomyces sp* adaptasi yang lebih halus dan bentuk sel yang lebih panjang dibandingkan dengan *Saccharomyces sp* normal.

karena pada uji pH sebelumnya didapatkan pH optimum berada pada pH 4.



Gambar 8. Kurva kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) pada sampel air limbah RSUP Dr. M. Djamil Padang

Referensi

- 1. Zein, R., and Munaf, E. **2010**. Removal of Pb(II), Cd(II), and Co(II) from aqueous solution using Garcinia mangostana L.fruit shell. *Journal of Hazardous Materials*, Vol.5, 2. 181, pp. 52 56
- 2. Ghasemi, M and Rahimnejad, M., **2008**, Investigation on Batch biosorption of Lead using Lactobacillius bulgaricus in an Aqueous Phase System. *Biokemistri*, 20(2), pp. 41 46.
- 3. Ahalya, N, Ramachandra, T. V., Kanamadi, R. D., **2003**, Biosorption of Heavy Metals. *Research Journal of Chemistry and Environment*. Vol. 7. pp. 4.
- 4. Kratochvil, D, Volesky, B. **1998**. Advances in Biosorption of Heavy Metals. *Trends Biotech*. 16, pp. 291-300.
- 5. Niu, H., Xu, X. S., and J.H.Wang. **1993**. Removal of Lead from Aqueous Solutions by Penicilium Biomas. *Biotechnol.Bioeng*. 42:785-787.
- Kapoor.A, and Viraraghavan.T. 1995.
 Fungi Biosorption An Alternative

- Treatment Option for Heavy Metal bearing wastewaters: a Review. *BioresourTechnol.* 53, pp. 195-206
- 7. Volesky B. **1990**. Biosorption and biosorbents. In: Volesky B, editor. Biosorption of Heavy Metals. *CRC press*, Florida. p. 3–5.
- 8. Brady, D., and Duncan J. R., **1994**. Binding of heavy metals by the cell walls of Saccharomyces cerevisiae. *Enzyme Microb Technol*. 16, pp. 633–8.
- 9. Wang J. L., **2002**. Biosorption of copper (II) by chemically modified biomass of Saccharomyces cerevisiae. *Process Biochem.* 37, pp. 847–50.
- 10. Brady D et al. 1994. Chemical and enzymatic extraction of heavy-metal binding polymers from isolated cell-walls of Saccharomyces cerevisiae. Biotechnol Bioeng. 44: 297–302.
- 11. Simmons, P., Singleton I. **1996**. A method to increase silver biosorption by an industrial strain of Saccharomyces cerevisiae. *Appl Microbiol Biotechnol*. **45**, pp. 278–85.
- 12. Ardyanto, D., **2005**. Deteksi Pencemaran Timah Hitam (Pb) Dalam Darah Masyarakat Yang Terpajan Timbal (Plumbum). *Jurnal Kesehatan Lingkungan*, Vol 5, No.1. pp 67 - 76
- 13. Sumarsih, S., **2003**, Diktat Kuliah Mikrobiologi Dasar, *Jurusan Ilmu Tanah Fakultas Pertanian UPN Veteran*, Yogyakarta. hal. 31-39.
- 14. Susilowati, A. dan Listyawati, S., **2001**. Keanekaragaman Jenis Mikroorganisme Sumber Kontaminasi Kultur In vitro di Sub-Lab Biologi Laboratorium MIPA Pusat UNS. *Biodiversitas*, Vol. 2, No. 1, hal. 110-114.
- 15. Hasanah, H., **2008**. Pengaruh lama fermentasi terhadap kadar alcohol tape ketan hitam (Oryza sativa L var forma glutinosa) dan tape singkong (Manihot utilissima Pohl). *Universitas Islam Negeri* (UIN) Malang.
- Frans M. K., Boorsma, A, and De Groot,
 P. W. J., 2006. Cell wall construction in Saccharomyces cerevisiae. Swammerdam

- Institute for Life Sciences, University of Amsterdam, BioCentrum Amsterdam, The Netherland. *Wiley Interscience*. 23: 185–202.
- 17. Sulistyani, D., **2001**. *Pengolahan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun*. Buletin Limbah Vol.11. No.1.
- 18. Ahalya, N., Ramachandra, T.V. and Kanamadi, R.D. **2003**. Biosorption of Heavy Metals. *Research Journal Of Chemistry And Environment*, Vol.7.
- 19. Wang, J. and Chen, C., **2006**. Biosorption of heavy metals by Saccharomyces cerevisiae: *A review. Elsevier. Biotechnology Advances*. 24 pp. 427–451.
- 20. Richard, D., Beaty and Kerber. J. D., **1993**. Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry. 2nd Ed. *The Perkin-Elmer Corporation*, U.S.A

DEGRADASI SENYAWA PROFENOFOS DALAM INSEKTISIDA CURACRON 500EC SECARA FOTOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TiO₂ -ZEOLIT

Riri Ramika, Safni, dan Umiati Lukman

Laboratorium Kimia Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*e-mail: safni@yahoo.com Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Profenofos is an active compounds in Curacron 500EC which is toxic. Profenofos degradation had been performed by photolysis method using a 10 watt UV lamp (λ = 365 nm) and TiO₂-zeolite catalyst. TiO₂-anatase and zeolites were also used as the control for TiO₂-zeolite. Photolysis products were measured by UV-Vis spectrophotometer at wavelengths 200-400 nm. For all of the control conditions, the degradation of 150 mg/L profenofos were 7.5 % (without the catalyst in 135 minutes illumination time), 19 % (40 mg TiO₂-zeolite, without illumination in the same period of time), 16 % (1.5 mg TiO₂-anatase, 135 minutes illmunitaion time) and 14 % (38.5 mg zeolite, 135 minutes illmunitaion time). When both catalyst (40 mg TiO₂-zeolite) were combined to be illuminated with the same light source (UV lamp at 365 nm) in the same period of time, surprisingly the degradation grade can be improved until 55 %.

Keywords: Profenofos, degradation, photolysis, TiO₂-Zeolite

I. Pendahuluan

Profenofos merupakan insektisida organofosfat berspektrum luas yang digunakan untuk mengendalikan hama serangga pada kapas, jagung, kentang, sayur-sayuran dan tanaman Sejumlah data yang tersedia menunjukkan bahwa profenofos juga berbahaya untuk organisme non-target pada ekosistem terestrial dan perairan. Oleh karena itu pengolahan limbah profenofos perlu untuk dilakukan.1.2

Pengolahan limbah dengan cara konvensional telah dilakukan dengan cara klorinasi, pengendapan dan penyerapan karbon aktif, kemudian lumpur atau *sludge* yang terbentuk dibakar atau diproses secara mikrobiologi. Akan tetapi pengolahan limbah secara konvensional kurang efektif. Pembakaran *sludge* akan mengakibatkan terbentuknya senyawa klorooksida dan karbondioksida. Disisi lain penggunaan

karbon aktif hanya menyerap pencemar organik yang bersifat nonpolar dengan berat molekul rendah sedangkan senyawa nonpolar dengan berat molekul tinggi tidak tereliminasi.^{3,4}

Beberapa studi mengindikasikan bahwa proses oksidasi lanjut (AOPs: Advanced Oxydation Process) sangat potensial untuk degradasi senyawa pestisida. Proses ini menggunakan kombinasi oksidan, sinar UV, dan katalis untuk menghasilkan radikal hidroksil. Polutan organik akan dioksidasi oleh radikal hidroksil dan dimineralisasi menjadi air, karbondioksida, dan garam mineral.⁵

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan katalis yang sering digunakan dalam fotolisis. Hal ini dikarenakan TiO₂ memiliki fotoaktivitas yang paling efisien, kestabilan tinggi, tidak menyerap pada daerah tampak, dan tidak berbahaya.⁶ Proses fotokatalitik kurang

efektif dalam mengolah limbah yang konsentrasinya tinggi karena rendahnya dava adsorbsi fotokatalis tersebut sehingga menyebabkan rendahnya laju reaksi fotokatalitik. Melalui penempelan fotokatalis TiO₂ pada zeolit alam (adsorben) ternyata diperoleh kinerja yang sinergis antara proses fotokatalis dan proses adsorbsi dalam mendegradasi polutan organik. Hasil penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa penggunaan adsorben (zeolit dan karbon aktif) sebagai penyangga fotokatalis TiO₂ ternyata dapat meningkatkan laju fotodekomposisi dari fotokatalis bila dibandingkan dengan TiO2 tanpa adsorben.4

Berdasarkan hal di atas, maka dilakukan penelitian untuk mendegradasi profenofos yang merupakan kandungan aktif dalam insektisida Curacron 500EC. Degradasi dilakukan secara fotolisis dengan menggunakan katalis TiO2-Zeolit kemudian hasilnya dibandingkan dengan zeolit alam. katalis TiO₂-anatase dan Selanjutnya dilakukan pengukuran absorban hasil degradasi dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Curacron 500EC (Syngenta, dengan bahan aktif profenofos), TiO₂-anatase (Ishihara Sangyo, LTD Japan), Zeolit alam, Asetonitril (Merck), AgNO₃ (Merck), NaCl, dan Akuabides.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer UV/Vis (Evolution 201 UV-Vis Spectrophotometer), Lampu UV 10W (Germicidal CE G 13 Base 8FC11004, λ = 365 nm), neraca analitik, oven, pengayak, sentrifus, magnetik stirer, hot plate, erlenmeyer, dan peralatan gelas lainnya.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Preparasi katalis TiO₂-zeolit 2.2.1.1 Preparasi Na-Zeolit

Zeolit alam diayak menggunakan pengayak berukuran 250 mesh. Selanjutnya dicuci

dengan akuabides, disaring, dan dikeringkan dalam oven. Sebanyak 25 mg zeolit ini kemudian dijenuhkan dengan NaCl sambil diaduk selama 24 jam, kemudian dicuci dengan akuabides. Setelah dicuci, pada filtrat ditambahkan AgNO₃. Pencucian dilakukan berulang-ulang sampai tidak lagi didapatkan endapan putih pada filtrat setelah ditambahkan AgNO₃.

2.2.2.2 Pilarisasi Zeolit

Na-Zeolit ditambahkan ke dalam akuabides dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Na-Zeolit vang telah terdispersi ke dalam akuabides dicampurkan dengan 1 mg TiO2 anatase. campuran dipisahkan dengan penyaring vakum kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 110-120°C. Setelah kering, sampel digerus sampai halus kemudian diayak dengan menggunakan 100 mesh. Hasil ayakan pengayak dikalsinasi pada tempeuratur 350°C selama 12 jam.

2.2.2 Pembuatan Larutan Stok Profenofos 1000mg/L

profenofos Larutan 5000mg/L dibuat pengenceran melalui bertingkat 500000mg/L dengan faktor pengenceran 10x (1mL dalam labu 10mL). Selanjutnya dipipet 2,5 ml larutan profonefos 5000mg/L dan diencerkan dalam labu 25 mL untuk membuat larutan stok 500mg/L. Pelarut yang dipakai adalah hasil optimum pada penentuan pemakaian campuran asetonitril:akuabides.

2.2.3 Pengukuran Spektrum Serapan Profenofos dari Beberapa Variasi Konsentrasi

Dibuat sederetan variasi konsentrasi profenofos dengan mengencerkan larutan induk menjadi 100, 150, 200, 250, dan 300 mg/L dan dilarutkan dengan pelarut asetonitril:akuabides. Selanjutnya masingmasing konsentrasi profenofos diukur absorbannya dengan Spektrofotometer UV-Vis.

2.2.4 Penentuan Waktu Fotolisis Tanpa Katalis

Larutan profenofos 150 mg/L dimasukkan ke dalam lima buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Setelah itu masing-masingnya difotolisis dengan memakai lampu UV dengan beberapa variasi waktu. Selanjutnya larutan yang telah difotolisis diukur absorbannya dengan Spektrofotometer UV-Vis.

2.2.5 Pengaruh Penambahan Katalis TiO₂-Zeolit

Larutan profenofos 150 mg/L dimasukkan ke dalam lima buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Larutan ditambahkan dengan katalis TiO₂-Zeolit dengan beberapa variasi berat. Setelah itu masing-masingnya difotolisis selama 135 menit. Selanjutnya larutan yang telah difotolisis disentrifus selama 15 menit untuk memisahkan filtrat dengan katalis. Lalu diukur absorban dengan Spektrofotometer UV-Vis.

2.2.6 Pengaruh Waktu Fotolisis dengan Penambahan Katalis TiO₂-Zeolit

Larutan profenofos 150 mg/L dimasukkan ke dalam empat buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Larutan ditambahkan dengan 40 mg TiO₂-Zeolit. Setelah itu masing-masingnya difotolisis dengan beberapa variasi waktu. Selanjutnya larutan yang telah difotolisis disentrifus selama 15 menit. Lalu diukur absorban dengan Spektrofotometer UV-Vis.

2.2.7 Pengaruh Waktu Fotolisis dengan Penambahan Katalis TiO₂-Zeolit disertai dengan Pengadukan

Larutan profenofos 150 mg/L dimasukkan ke dalam empat buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Larutan ditambahkan dengan 40 mg TiO₂-Zeolit. Setelah itu masing-masingnya difotolisis dengan beberapa variasi waktu sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Selanjutnya larutan yang telah difotolisis disentrifus selama 15 menit. Lalu diukur absorban dengan Spektrofotometer UV-Vis.

2.2.8 Pengaruh Waktu Fotolisis dengan Penambahan Katalis TiO₂-anatase

Larutan profenofos 150 mg/L dimasukkan ke dalam empat buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Larutan ditambahkan dengan katalis TiO₂-anatase sebanyak 1,5 mg. Setelah itu masing-masingnya difotolis selama beberapa variasi waktu. Selanjutnya larutan yang telah difotolisis disentrifus selama 15 menit. Lalu diukur absorban dengan Spektrofotometer UV-Vis.

Katalis TiO_2 anatase yang digunakan adalah 1,5 mg. Jumlah ini didapatkan dari optimum jumlah katalis TiO_2 -zeolit yang didapat (40 mg). TiO_2 -zeolit dibuat dari perbandingan TiO_2 : zeolit 1:25, maka

$$\frac{1g}{26g} \times 40 \ mg = 1.5 \ mg$$

2.2.9 Pengaruh Waktu Fotolisis dengan Penambahan Katalis Zeolit

Larutan profenofos 150 mg/L dimasukkan ke dalam empat buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Larutan ditambahkan dengan katalis zeolit sebanyak 38,5 mg. Setelah itu masing-masingnya difotolis selama beberapa variasi waktu. Selanjutnya larutan yang telah difotolisis disentrifus selama 15 menit. Lalu diukur absorban dengan Spektrofotometer UV-Vis.

$$\frac{25g}{26g} \times 40 \, mg = 38,5 \, mg$$

2.2.10 Perbandingan Spektrum Hasil Degradasi Profenofos

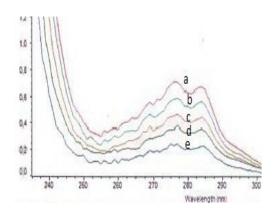
Larutan profenofos 150 mg/L dimasukkan ke dalam lima buah petridish dengan volume masing-masing 10 mL. Larutan tersebut difotolisis selama 135 menit dengan menggunakan kondisi optimum setiap katalis. Selanjutnya larutan yang telah difotolisis disentrifus selama 15 menit lalu diukur absorban dengan Spektrofotometer UV-Vis.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Serapan Profenofos dari Beberapa Variasi Konsentrasi

Gambar 1 menunjukkan bahwa spektrum profenofos memiliki dua puncak utama yaitu pada 277 nm dan 283 nm. Hal ini disebabkan karena profenofos merupakan campuran rasemat dari dua isomer optis pada atom fosfor kiral, yaitu (R)-O-4-bromo-2-chlorophenyl O-ethyl S-propyl dan (S)-O-4-bromo-2-chlorophenyl O-ethyl S-propyl.⁷

Dari gambar dapat dilihat bahwa absorban meningkat dengan meningkatnya konsentrasi profenofos. Konsentrasi yang digunakan untuk degradasi adalah 150 mg/L dengan absorban 0,377.



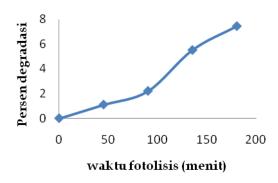
Gambar 1. Spektrum serapan profenofos pada panjang gelombang 230-300 nm, (a)300 mg/L; (b)250mg/L; (c)200 mg/L; (d)150 mg/L; (e)100 mg/L

3.2 Pengaruh Waktu Fotolisis Tanpa Katalis

Metoda fotolisis dalam proses kimianya menghasilkan radikal OH dalam larutan berair. Radikal OH tersebut yang akan menyerang senyawa organik untuk mengawali proses mineralisasi.^{4.8}

Gambar 2 memperlihatkan bahwa persen degradasi profenofos semakin meningkat dengan bertambahnya waktu fotolisis. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu fotolisis maka semakin banyak jumlah radikal OH yang terbentuk dan mendegradasi profenofos. Waktu yang

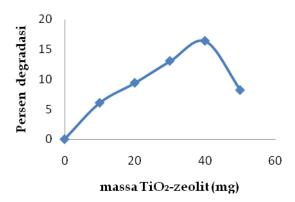
digunakan untuk fotokatalisis adalah 135 menit karena pada pertambahan waktu selanjutnya (180 menit) tidak memberikan kenaikan persen degradasi yang cukup besar.



Gambar 2. Pengaruh waktu fotolisis terhadap persen degradasi profenofos

3.3 Pengaruh Penambahan Katalis TiO₂-Zeolit

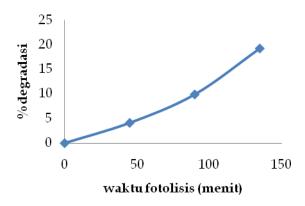
Gambar memperlihatkan bahwa penambahan katalis pada proses fotolisis profenofos 150 senyawa mg/L penambahan menghasilkan persen degradasi dengan meningkatnya penambahan jumlah katalis. Penambahan TiO₂-Zeolit yang optimum adalah sebanyak 40 mg dengan persen degradasi sebesar 16,36%. Degradasi dengan 10, 20, dan 30 mg TiO₂-Zeolit menghasilkan persen degradasi yang kecil karena belum sempurnanya degradasi. Persen degradasi yang didapat melalui penambahan 50 mg TiO₂-Zeolit menurun menjadi 8,44% karena jumlah katalis yang diberikan lebih besar dari profenofos. konsentrasi Hal menyebabkan terjadinya kejenuhan larutan yang membuat larutan menjadi keruh. Keadaan ini akan mempersulit dalam pemisahan larutan dari katalis mengakibatkan besarnya absorban.4.8



Gambar 3. Pengaruh penambahan katalis TiO₂-Zeolit terhadap persen degradasi profenofos.

3.4 Pengaruh Waktu Fotolisis dengan Penambahan 40 mg TiO₂-Zeolit

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa semakin lama waktu irradiasi maka persen degradasi juga semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama proses penyinaran maka semakin banyak terbentuk radikal OH. Persen degradasi terbesar diperoleh dari waktu fotolisis selama 135 menit, yaitu 19,28%.



Gambar 4. Pengaruh waktu fotolisis dengan penambahan TiO₂-Zeolit terhadap degradasi profenofos.

3.5 Pengaruh Waktu Fotolisis dengan Penambahan 40 mg TiO_2 -Zeolit disertai dengan Pengadukan

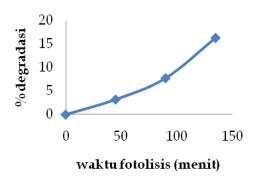
Proses pengadukan adalah suatu proses dimana akan terjadi keseimbangan adsorpsi pada permukaan semikonduktor. Jika proses tidak seimbang, adsorbsi akan besar dari desorbsi maka proses masuknya substrat selanjutnya akan terhalangi, akibatnya efisiensi fotokatalis menjadi rendah. Disamping itu pengadukan juga akan sangat membantu proses pelarutan oksigen kedalam suspensi, oksigen berperan penting dalam fotokatalis. Dalam hal ini oksigen berfungsi sebagai akseptor elektron pita konduksi (e^{-}_{pk}) pada reaksi $O_2 + e^{-}_{pk} \rightarrow$ O_2

Ion radikal oksigen dapat memicu reaksi lanjutan dengan air melalui reaksi berantai akan terbentuk suatu radikal hidroksil dan ion hidroksil. Radikal hidroksil dapat berperan mendegradasi molekul substrat. Jadi radikal hidroksil disini sangat penting dalam fototransformasi molekul dimana pembentukannya sangat tergantung pada jumlah oksigen reaktif yang terlibat dalam reaksi serta pengadukan menyebabkan partikel katalis tersebar secara merata diseluruh permukaan larutan sehingga interaksi antara muatan permukaan katalis dengan senyawa lebih sempurna.⁴

Persen degradasi profenofos dengan pengadukan lebih besar bila dibandingkan tanpa pengadukan. Pada waktu 135 menit, persen degradasi tanpa pengadukan adalah 19,28% dan dengan pengadukan 55,41%. Hal ini menunjukkan bahwa pengadukan berpengaruh terhadap kecepatan proses degradasi profenofos.

3.6 Pengaruh waktu fotolisis dengan penambahan 1,5 mg katalis TiO₂-anatase

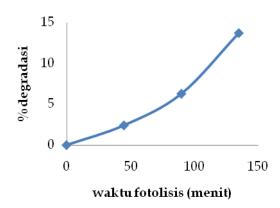
Dari Gambar 5 dapat dilihat bahwa semakin lama waktu fotolisis maka persen degradasi juga semakin meningkat. Waktu optimum fotokatalisis dengan menggunakan TiO₂-anatase adalah 135 menit dengan persen degradasi yang didapat 16,31%. Akan tetapi persen degradasi yang didapat lebih kecil jika dibandingkan dengan katalis TiO₂-Zeolit. Hal ini dikarenakan pada TiO₂-zeolit, luas permukaan TiO₂ lebih besar sehingga proses degradasi berlangsung lebih cepat.⁴



Gambar 5. Pengaruh waktu fotolisis dengan penambahan TiO₂ terhadap persen degradasi profenofos

3.7 Pengaruh waktu fotolisis dengan penambahan 38,5 mg katalis zeolit

Zeolit mempunyai luas permukaan yang besar dan mempunyai rongga yang dapat digunakan sebagai penyaring ion molekul.⁹

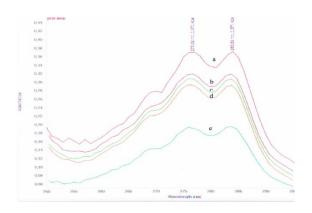


Gambar 6. Pengaruh waktu fotolisis dengan penambahan zeolit terhadap persen degradasi profenofos

Dari Gambar 6 dapat dilihat bahwa semakin lama waktu fotolisis maka persen degradasi juga semakin meningkat. Waktu optimum fotokatalisis dengan menggunakan zeolit adalah 135 menit dengan persen degradasi yang didapat 13,67%. Persen degradasi yang didapat dengan penggunaan zeolit sebagai katalis lebih kecil jika dibandingkan dengan TiO₂-Zeolit dan TiO₂.

3.8 Perbandingan Spektrum Degradasi Profenofos

Dari Gambar 7 dapat dilihat bahwa absorban profenofos dengan penambahan katalis TiO2-zeolit lebih kecil dibandingkan dengan katalis TiO2-anatase dan zeolit yang menandakan persen degradasinya lebih besar. Walaupun penurunan nilai absorban di antara ketiga katalis tidak cukup besar. Hal ini menandakan bahwa zeolit terpilar TiO₂ efektif untuk meningkatkan persen degradasi profenofos bila dibandingkan dengan TiO2-anatase saja atau zeolit saja. Absorban terbesar diperoleh pemakaian katalis TiO2-zeolit yang disertai dengan pengadukan yaitu 55,41%.



Gambar 13. Perbandingan spektrum degradasi profenofos (a)fotolisis, (b)fotolisis dengan 38,5 mg zeolit (c)fotolisis TiO₂-anatase, dengan 1,5 mg (d)fotolisis dengan 40 mg TiO₂pengadukan, Zeolit tanpa (e)fotolisis dengan 40 mg TiO₂-Zeolit dengan pengadukan, konsentrasi profenofos = 150 mg/L, volume = 10 mL

IV. Kesimpulan

Pilarisasi zeolit dengan TiO₂ mampu meningkatkan kemampuan zeolit sebagai katalis dalam mendegradasi profenofos. Profenofos 150 mg/L sebanyak 10 mL yang difotolisis selama 135 menit tanpa katalis dapat terdegradasi sebanyak 5,52%. Melalui penambahan 38,5 mg katalis zeolit menjadi 13,67% dan 1,5 mg katalis TiO₂-anatase

menjadi 16,31%. Persen degradasi dengan penambahan 40 mg katalis TiO₂-Zeolit mencapai 19,28%. Pengadukan saat proses fotolisis berlangsung dapat mempercepat terjadinya proses degradasi profenofos. Persen degradasi profenofos dengan menggunakan 40 mg katalis TiO₂-Zeolit yang disertai dengan pengadukan meningkat menjadi 55,41%.

5. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih kepada Analis Laboratorium Analisis Terapan beserta staf laboratorium.

Referensi

- 1. Food and Agriculture Organization (FAO), World Health Organization (WHO), 2007, Pesticide Residues in Food, WHO Press, Geneva, p. 403-443.
- 2. U.S. Environmental Protection Agency, 2006, *Profenofos*, Office of Prevention, Pesticides and Toxic Substances, Washington, DC.
- 3. Sudarmono, S., **1991**, *Pestisida*, Kanius, Jakarta.
- 4. Zilfa, **2010**, Penggunaan TiO₂-anatase, Zeolit, dan Zeolit Terpilar TiO₂-anatase Sebagai Pendegradasi Permetrin Secara Sonofotolisis, Disertasi. Universitas Andalas.
- 5. Badawy, M.I., Montaser, Y.G., Tarek, A.G., 2006, Advanced Oxidation Processes For the Removal of Organophosphorus Pesticides From Wastewater, Elsevier, Desalination 194, 166-175.
- Kazuhito H., Hiroshi I., Akira F., 2005, TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects. *Japanese Journal of Applied Physics*, 44(12), 8269-8285.
- 7. El Shiekh, Y.W.A., Haggag, H.E., Radwan, O.A., **2010**, Comparative Studies among Trade Profenofos Insecticides Using Physical, Chemical, and Biological Parameters, *American*-

- Eurasian J.Agric & Environ.Sci, 8(4), 370-382.
- 8. Safni, Desmiati, Hamzar S., **2009**, Degradasi Senyawa Dikofol dalam Pestisida Kelthan 200EC secara Fotolisis dengan Penambahan TiO₂-anatase, *J.Riset Kimia* 2(2), 140-147.
- 9. Zilfa, Hamzar, S., Safni, Novesar J., **2011**, Penggunaan Zeolit sebagai Pendegradasi Senyawa Permetrin dengan Metoda Fotolisis, *Jurnal Natur Indonesia*, 14(1), 14-18

PENGGUNAAN ELEKTRODA KARBON DAN SEMIKONDUKTOR CuO dalam SEL FOTOVOLTAIK BERBENTUK PLAT YANG DIPASANG SECARA PARALEL DALAM LARUTAN ELEKTROLIT Na₂SO₄

Elfi Rahmia, Admin Alifa, dan Imeldab

^aLaboratorium Elektrokimia/Fotokimia Jurusan Kimia FMIPA Unand ^bLaboratorium Komputasi Jurusan Kimia FMIPA Unand

Universitas Andalas, Padang, 25163

ABSTRAK

Penelitian penggunaan elektroda karbon dan semikonduktor CuO dalam sel fotovoltaik yang berbentuk plat yang dirangkai secara paralel dalam larutan Natrium Sulfat (Na₂SO₄) telah dilakukan. Tujuan yang ingin dicapai yaitu untuk melihat kondisi optimum elektroda dan elektrolit sehingga dapat menghasilkan arus dan tegangan yang relatif besar sebagai sumber energi alternatif. Arus dan tegangan diukur dalam 2 kondisi yaitu, tanpa penyinaran dan saat penyinaran (pada pukul 11.00 – 15.00 WIB). Hasil penelitian menunjukkan nilai I_{max} (I_{sc}) 0,022 mA, V_{max} (V_{oc}) 0,024 V dan arus dan tegangan mencapai kondisi optimum pada konsentrasi 0.5 N dan waktu optimum pukul 13.00 WIB, ditunjukkan dari nilai daya yang dihasilkan untuk rangkaian tunggal sebesar 2,545 x 10⁻⁴ Watt/m², rangkaian paralel 2 sel sebesar 3,629 x 10⁻⁴ Watt/m², dan rangkaian paralel 3 sel sebesar 5,130 x 10⁻⁴ Watt/m² serta untuk rangkaian paralel 4 sel yang paling tinggi mencapai 6,684 x 10⁻⁴ Watt/m². Dari pengamatan, arus dipengaruhi oleh tingginya intensitas cahaya matahari dan banyaknya rangkaian yang diparalelkan mempengaruhi kenaikan arus yang dihasilkan.

Kata Kunci: Semikonduktor, Sel Fotovoltaik, Rangkaian Paralel, Larutan Elektrolit Na₂SO₄

I. PENDAHULUAN

Energi surya merupakan salah satu sumber energi yang sedang giat dikembangkan saat ini oleh Pemerintah Indonesia. Teknik pemanfaatan energi surya mulai muncul pada tahun 1839, ditemukan oleh Alexandre Edmond Becquerel. ¹⁻⁶

Energi surya atau dalam dunia internasional lebih dikenal sebagai solar cell atau *photovoltaic cell*, merupakan sebuah divais semikonduktor yang memiliki permukaan yang luas dan terdiri dari rangkaian dioda tipe p dan n, yang mampu merubah energi sinar matahari

menjadi energi listrik. Efek voltaik sendiri adalah suatu peristiwa terciptanya muatan listrik didalam bahan sebagai akibat penyerapan (absorbsi) cahaya dari bahan tersebut. 7-11

Fotovoltaik berdasarkan bentuk dapat dibagi dua, yaitu fotovoltaik padat dan fotovoltaik cair. fotovoltaik cair prinsip kerjanya hampir mirip dengan prinsip sel elektrovolta namun, perbedaannya sel fotovoltaik adalah tidak adanya reaksi redoks yang terjadi melainkan terjadinya eksitasi elektron saat terjadi penyinaran oleh cahaya matahari dari pita valensi (keadaan dasar) ke pita konduksi (keadaan

elektron bebas) yang mengakibatkan terjadinya perbedaan potensial dan akhirnya menimbulkan arus.

Tegangan keluaran pada cahaya matahari penuh sekitar 1,2 V, sehingga untuk mendapatkan tegangan yang lebih besar maka beberapa sel surya dalam panel dihubungkan secara seri, dan untuk menghasilkan arus yang lebih besar beberapa sel surya dihubungkan secara paralel sehingga satu panel surya dapat menghasilkan daya keluaran yang tergantung jumlah yang diseri dan diparalel.12-15

Dari penelitian sebelumnya telah dilakukan penelitian sel fotovoltaik cair dalam bentuk tabung, menggunakan elektroda CuO/Cu yang dibuat melalui pembakaran dengan metoda elektrolit Na_2SO_4 . Namun Cu yang digunakan kurang stabil dikarenakan penggunaan semakin lama pasangan elektroda akan teroksidasi dan tidak dapat menghasilkan arus lagi dan kestabilan Cu terhadap larutan elektrolit Na₂SO₄ sangat mempengaruhi arus dan tegangan yang dihasilkan¹⁶⁻¹⁹. Untuk itu dalam penelitian ini telah dipelajari sel fotovoltaik cair dengan menggunakan elektroda CuO/C dalam elektrolit Na₂SO₄ yang mana sel fotovoltaik dalam bentuk plat yang dipasang secara paralel.

Secara umum tujuannya untuk melihat pengaruh elektroda dan elektrolit serta pengaruh rangkaian paralel pada sel fotovoltaik agar dapat menghasilkan arus, tegangan dan daya yang tinggi.

Diharapkan penelitian ini dapat memberikan inspirasi bagi pembaca dan peneliti selanjutnya bahwa kita dapat memanfaatkan energi matahari dan bahan atau material yang tersedia di alam untuk menghasilkan energi alternatif yang lebih ramah lingkungan, praktis dan dapat menghemat biaya. Namun demikian, dari

penelitian ini tentu perlu upaya penyempurnaan.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan yaitu neraca analitis, alat-alat gelas, multimeter, potensiometer, penjepit buaya, dan kaca berbagai ukuran untuk merakit sel fotovoltaik dalam bentuk plat. Bahan yang digunakan yaitu kabel merek *comec*, lem kaca, pensil 2B merek *faber castle*, lilin, Na₂SO₄, dan aquabides.

Penyiapan Elektroda

Elektroda yang digunakan yaitu elektroda CuO/C. Elektroda CuO diperoleh dari kabel listrik dengan merk comec berbentuk serabut. Kabel dengan panjang ± 14 cm, dibuka bagian kulitnya (pembungkus) ± 11 cm dari ujung bawah, sehingga didapatkan bagian tembaga. Kemudian tembaga dibakar menggunakan nyala dari lilin. Pembakaran dilakukan berulang-ulang sampai pembakaran sempurna. Setiap selesai pembakaran, permukaan kabel yang telah dibakar dibersihkan dengan tisu untuk menghilangkan gejala/arang yang menempel pada permukaan Sedangkan Cu didapatkan dari kabel utuh yang masih tersisa (bagian ujung yang lain/ujung paling atas) yang dibuka kulitnya sepanjang ± 2 cm. Pada proses ini tidak dilakukan pembakaran karena Cu bertindak sebagai konduktor yang akan dihubungkan ke multimeter.

Elektroda karbon diperoleh dari pensil 2B merek *faber castle*. Caranya yaitu dengan membuka bagian kayu pembungkus pensil dari ujung atas sampai ujung paling bawah dengan menggunakan pisau, sehingga didapatkan batangan karbon dari pensil.

Pembuatan Plat Sel Fotovoltaik

Plat sel fotovoltaik dibuat dengan menggunakan bahan dasar berupa kaca

ketebalan 3 mm. Kaca yang dengan digunakan terdiri dari lima macam ukuran yaitu (21 x 11) cm, (20 x 10) cm, (10 x 1) cm, (9 x 1) cm, dan (21 x 1) cm. Kaca-kaca tersebut direkatkan dan dirangkai menggunakan lem kaca, sehingga membentuk bejana yang terdiri dari empat buah sel. Antara satu sel dengan sel lainnya tidak boleh ada rongga yang memungkinkan terjadinya perpindahan elektrolit. Lalu, kedalam masing-masing sel yang terdiri dari dua bagian pada tiap selnya, dimasukkan elektroda CuO/C yang telah disiapkan sebelumnya.

Penyiapan Larutan Elektrolit

Larutan Na₂SO₄ 1 N disiapkan dengan menimbang sebanyak 7,1 gram Na₂SO₄. Kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya dari larutan induk ini dibuat larutan elektrolit 0,5; 0,25; 0,125; 0,0625 N dengan metoda pengenceran.

Pengukuran Arus dan Tegangan Sel Fotovoltaik Pasangan Elektroda CuO/C dalam Larutan Elektrolit Na₂SO₄

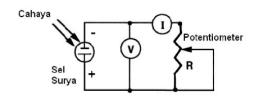
Larutan Na₂SO₄ dituangkan ke dalam plat sel dengan variasi konsentrasi 1,0; 0,5; 0,25; 0,125; 0,0625 N. Plat sel fotovoltaik yang telah berisi elektoda CuO/C dan elektrolit disinari dibawah cahaya matahari dalam waktu pengukuran 11.00 WIB-15.00 WIB. Tiap 1 jam diukur besarnya arus dan tegangan yang dihasilkan masing-masing sel dengan menggunakan alat multimeter pada tiap-tiap sel.

Pengukuran Arus dan Tegangan Sel Fotovoltaik Pasangan Elektroda CuO/C Dirangkaian Secara Paralel dalam Larutan Elektrolit Na₂SO₄

Sel dirangkai dalam 4 bentuk yaitu rangkaian tunggal, paralel 2 sel, paralel 3 sel dan paralel 4 sel. Lakukan Pengukuran seperti percobaan sebelumnya dengan masing-masing konsentrasi.

Karakterisasi Arus Vs Tegangan Sel Fotovoltaik

Karakterisasi arus dan tegangan dilakukan dengan menggunakan perangkat I-V seperti pada gambar berikut:



Penentuan Daya yang dihasilkan Sel Fotovoltaik Pasangan Elektroda CuO/C Rangkaian Paralel dalam Larutan Elektrolit Na₂SO₄

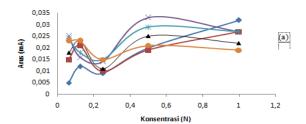
Daya yang dihasilkan sel fotovoltaik diperoleh dari total energi yang dihasilkan dibagi dengan luas permukaan elektroda.

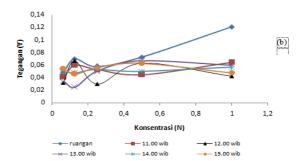
III. HASIL DAN DISKUSI

Dari penelitian yang telah dilakukan dengan menggunakan elektroda pasangan CuO/C relatif stabil, Terbukti juga dari hasil pengamatan selama penelitian karbon grafit dapat menghasilkan arus listrik dalam waktu yang relatif lama.

Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan Elektrolit Na₂SO₄ Terhadap Besarnya Arus dan Tegangan yang Dihasilkan

Dari Gambar 1 (a) dapat dilihat bahwa arus relatif meningkat dari konsentrasi yang paling kecil (0,0625 N) sampai konsentrasi 0,5 N akan tetapi arus mulai menurun perlahan saat mencapai konsentrasi 1 N. Hal ini dapat disebabkan larutan elektrolit (Na₂SO₄) lebih pekat sehingga pergerakan ion-ion menjadi lebih lambat, sedangkan tegangan relatif konstan (tidak dipengaruhi oleh konsentrasi elektrolit). Adapun pengaruh lain besar atau kecilnya arus dan tegangan yang dihasilkan bisa disebabkan oleh sudut orientasi matahari yang jatuh atau mengenai plat sel fotovoltaik. Mempertahankan sinar matahari jatuh ke sebuah permukaan plat sel fotovoltaik secara tegak lurus akan mendapatkan energi maximum.





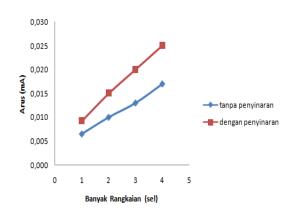
Gambar 1. (a) Pengaruh konsentrasi larutan elektrolit Na₂SO₄ terhadap arus, (b) Pengaruh konsentrasi larutan elektrolit Na₂SO₄ terhadap tegangan

Besarnya Arus dan Tegangan yang Dihasilkan dengan Menggunakan Sel Fotovoltaik dalam Bentuk Plat yang Dipasang Secara Paralel

Pengaruh Penyinaran

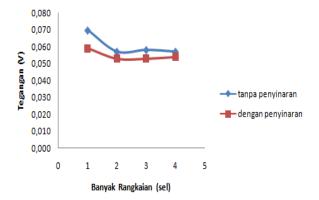
Nilai arus yang dihasilkan oleh sel fotovoltaik dengan adanya penyinaran matahari lebih besar dibandingkan dengan nilai arus yang diukur di dalam ruangan tanpa adanya sinar matahari langsung.

Semakin tinggi intensitas cahaya yang mengenai permukaan sel fotovoltaik maka semakin banyak foton yang dimiliki sehingga banyak pasangan elektron dan *hole* yang dihasilkan pada semikonduktor yang mengakibatkan besarnya arus yang mengalir, Gambar 2.



Gambar 2. Pengaruh penyinaran terhadap arus yang dihasilkan

Nilai tegangan yang dihasilkan pada kondisi tanpa penyinaran (dalam ruangan) relatif lebih tinggi dari pada tegangan yang dihasilkan dengan adanya penyinaran (luar ruangan), Gambar 9.

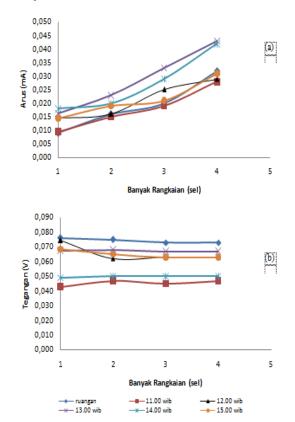


Gambar 3. Pengaruh penyinaran terhadap tegangan yang dihasilkan

Sel fotovoltaik dapat beroperasi secara maksimal jika temperatur sel fotovoltaik tetap normal yaitu pada suhu 25 °C. temperature yang tinggi menghasilkan disekitar plat panas sel fotovoltaik potensial sehingga beda (band gap) semikonduktor semakin kecil dan mengakibatkan tegangan menurun.

Pengaruh Rangkaian

ada gambar 4 (a) terlihat bahwa arus pada rangkaian paralel 4 sel lebih besar dari pada arus yang dihasilkan pada paralel 3 sel, paralel 2 sel, maupun rangkaian tunggal. Dapat dikatakan arus yang dihasilkan meningkat seiring bertambah banyaknya rangkaian yang diparalelkan pada plat sel fotovoltaik. Untuk tegangan yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 4 (b) bahwa tegangan pada rangkaian tunggal, rangkaian paralel 2 sel, paralel 3 sel maupun paralel 4 sel nilai yang didapatkan relatif sama.

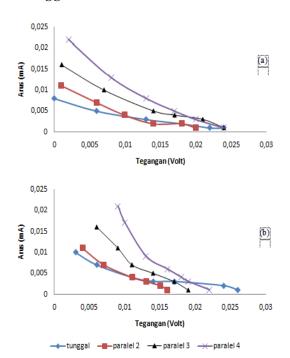


Gambar 4. (a) pengaruh banyak rangkaian paralel terhadap arus, (b) pengaruh banyak rangkaian paralel terhadap tegangan

Karakteristik Kurva I-V (Arus vs Tegangan)

Secara keseluruhan kurva I-V mengambarkan arus dan tegangan maksimum yang dapat dihasilkan oleh plat sel fotovoltaik. Saat arus rangkaian pendek (Isc) maka arus bernilai maksimum sedangkan tahanan bernilai nol, dan saat

tegangan rangkaian terbuka (Voc) maka tegangan bernilai maksimun, arus bernilai minimum sedangkan tahanan bernilai tak terhingga.



Gambar 5 (a) Kurva karakteristik I-V tanpa penyinaran, (b) Kurva karakteristik I-V saat penyinaran

Isc yang paling tinggi dihasilkan pada rangkaian paralel 4 sel yaitu sebesar 0,022 mA, dan Isc yang paling rendah dihasilkan pada rangkaian tunggal yaitu sebesar 0,008 mA - 0,010 mA. Sedangkan Voc untuk semua rangkaian sama yaitu 0,024 V.

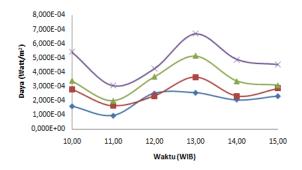
Daya yang Dihasilkan Sel Fotovoltaik Pasangan Elektroda CuO/C Rangkaian Paralel dengan Menggunakan Elektrolit Na₂SO₄

Dari penelitian yang dilakukan didapatkan waktu optimun sel fotovoltaik sama dengan teori yang ada yaitu waktu optimum pada pukul 13.00 WIB dengan daya terbesar dihasilakan untuk rangkaian tunggal sebesar 2,545E-04 Watt/m², rangkaian paralel 2 sel sebesar 3,629E-04 Watt/m², dan rangkaian paralel 3 sel sebesar 5,130E-04 Watt/m² serta untuk

rangkaian paralel 4 sel yang paling tinggi mencapai 6,684E-04 Watt/m².

Tabel 1 Nilai daya sel fotovoltaik yang dihasilkan pada konsentrasi 0,5 N untuk semua rangkaian tiap waktunya

Pukul				
(WIB)	Tunggal	Paralel 2 sel	Paralel 3 sel	Paralel 4 sel
Ruangan	1,592E-04	2,784E-04	3,387E-04	5,420E-04
11,00	9,478E-05	1,636E-04	1,984E-04	3,053E-04
12,00	2,506E-04	2,302E-04	3,654E-04	4,239E-04
13,00	2,545E-04	3,629E-04	5,130E-04	6,684E-04
14,00	2,046E-04	2,320E-04	3,364E-04	4,872E-04
15,00	2,305E-04	2,865E-04	3,070E-04	4,531E-04



Gambar 6. Hubungan waktu pengukuran dengan daya yang didapatkan dari keempat rangkaian sel fotovoltaik

IV. KESIMPULAN

Kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini berdasarkan analisa data dan pengamatan adalah sebagai berikut:

- Penggunakan elektroda pasangan CuO/C pada sel fotovoltaik relatif stabil.
- Konsentrasi elektrolit dan waktu pengukuran mempengaruhi besarnya arus yang dihasilkan dan akan mencapai optimum pada 0,5 N dan waktu optimum pada pukul 13.00 WIB yang ditandai dengan daya yang didapatkan lebih tinggi.
- 3. Sel fotovoltaik dalam bentuk plat yang dipasang secara paralel sangat dipengaruhi oleh intensitas cahaya matahari, temperatur dan jumlah rangkaian yang diparalelkan.

Secara keseluruhan kurva I-V sel fotovoltaik mengambarkan arus dan tegangan maksimum yang dapat dihasilkan oleh plat sel fotovoltaik. Arus rangkaian pendek (Isc/tahanan minimum) yang paling tinggi dihasilkan pada rangkaian paralel 4 sel vaitu sebesar 0,022 mA, Sedangkan tegangan rangkaian terbuka (Voc/tahanan maksimum) untuk semua rangkaian sama vaitu 0,024 V.

Referensi

- 1. Handini, W. **2008**, Performa Sel Surya, Jakarta, *Fakultas Teknik Universitas Indonesia*.
- 2. Sitompul, R., **2011**, Teknologi Energi Terbarukan yang Tepat Untuk Aplikasi Di Masyarakat Perdesaan, *Manual Pelatihan*, Jakarta, PNPM Support Facility (PSF).
- 3. Ariswan, **2010**, Prospek Penelitian dan Aplikasi Fotovoltaik Sebagai Sumber Energi Alternatif di Indonesia, *Universitas Negeri Yogyakarta*.
- Anonim, 2011, Kaan on Wednesday, Mengenal Solar Cell dan Sistem Kerjanya, diakses Senin 5 Desember 2011.
- 5. Seran, E., **2011**, Sel Galvani dan Sel Elektrolisis.
- 6. Sardono, S., **2011**, Pemanfaatan Sel Surya Sebagai Catu Daya Sistem Pendingin Mekanis pada Kapal Ikan, *Teknik Sistem Perkapalan*.
- 7. Okberiyanto, **2011**, Sel Fotovoltaik Pasang Elektroda CuO/Cu dan CuO/Stanlees Steel dalam Bentuk Tunggal dan Serabut dengan Elektrolit NaCl, *Skripsi Sarjana Kimia*, Universitas Andalas.
- 8. Sidopekso, S. dan Febtiwiyanti, A. F., Studi Peningkatan Output Modul Surya dengan Menggunakan Reflektor, *Universitas Negeri Jakarta*, Vol. 12, hal. 101-104
- 9. Rahayu, S. S., **2008**, Kimia Industri, *Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah*

- Kejuruan, Departemen Pendidikan Nasional.
- 10. Stambouli, B. and Djerroud, S., **2011**, Thin film Si solar cell and solid oxide fuel cell technologies for a low cost, environmentally friendly and sustainable source of energy, *Electrical and Electronics Engineering Faculty University of Sciences and Technology of Oran*.
- 11. Malik, Q., Ming, L. C., Sheng, T. K, **2010**, Influence of Temperature on the Performance of Photovoltaic Polycrystalline Silicon Module in the Bruneian Climate, *Faculty of Science*, *University of Brunei Darussalam*, Vol. 26, pp. 61-72.
- 12. Yusuf, D., Dasar Kelistrikan, Hyundai Motor Company, Alih Bahasa oleh Training Support & Development. http://training.hmc.co.kr
- 13. Ramadhani, K., **2009**, Pengaruh Hubungan Seri dan Paralel pada Rangkaian Sel Surya Pewarna Tersensitisasi (sspt) terhadap Efisiensi Konversi Energi Listrik, *Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
- 14. Stevanus, W., **2011**, Sistem Instalasi Plts 1000 Wp Sitting Ground Teknik

- Elektro Undip Semarang, Makalah Seminar Kerja Praktek, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro.
- 15. Lomi, S. A., Pemodelan Sistem Pembangkit Listrik Hibrid Angin dan Surya, *Jurusan Teknik Elektro*, Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Nasional.
- 16. Syabatini, **2008**, Kimia Tembaga, Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat.
- 17. Anonim, **2010**, Karbon, *diakses 3 januari* 2012.
- 18. Marta, R., **2012**, Fotovoltaik Pasang Elektroda CuO/Cu dan CuO/Stanlees Steel yang Dibuat Melalui Metoda Pembakaran dalam Bentuk Tunggal dan Serabut dengan Elektrolit Na₂SO₄, *Universitas Andalas*
- 19. Takeuchi, Y., **2006**, Buku Teks Pengantar Kimia: Terjemahan Dari Versi Bahasa Inggris Oleh Ismunandar, Tokyo, *Permission Of Iwanami Shoten*, *Publishers*

OPTIMASI AKTIFITAS KATALITIK Co(II)-ASETONITRIL YANG DIAMOBILISASI PADA SILIKA MODIFIKASI DALAM REAKSI TRANSESTERIFIKASI

Rahmat Fauzana, Syukria, dan Emdenizb

^aLaboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA Unand ^bLaboratorium Komputasi Jurusan Kimia FMIPA Unand

email: syukri.darajat@yahoo.com, Jurusan Kimia, FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis silika modifikasi, amobilisasi komplek kobal(II)-asetonitril pada material support silika modifikasi, dan penentuan kondisi optimum aktifitas katalitik amobilat (variasi konsentrasi katalis, kecepatan pengadukan dan lama pengadukan) dalam reaksi transesterifikasi. Analisis Spektra FT-IR menunjukkan keberhasilan sintesis silika modifikasi dan amobilisasi komplek Co(II)-Asetonitril pada silika modifikasi. Dari analisis *Nano Laser Particle Size Analyzer*, didapatkan ukuran partikel katalis Co(II)-Asetonitril lebih kecil jika dibandingkan dengan silika dan silika modifikasi dan dari analisis AAS, diketahui bahwa katalis terbentuk stabil karena persentase *metal loading* dan *leaching*nya berturut-turut adalah 4,01% dan 0,21 %. Produk biodiesel (metil ester) yang dihasilkan, dianalisis dengan GC-MS. Dari analisis GC-MS dengan dua parameter penentuan kondisi optimum (konsentrasi katalis, kecepatan pengadukan dan lama pengadukan) didapatkan kondisi optimum katalis adalah pada konsentrasi katalis 0,25%, kecepatan pengadukan 200 rpm dan lama pengadukan 5 jam

Kata kunci : Amobilisasi, Katalis, Reaksi Transesterifikasi, Metil Ester.

I. PENDAHULUAN

Biodiesel merupakan salah satu alternatif bahan bakar yang menjanjikan. Biodiesel, adalah bahan bakar yang tersusun atas rantai alkil (metil/etil) ester, yang dapat disintesis melalui reaksi transesterifikasi trigliserida dan alkohol dengan bantuan katalis.1

Pemanfaatan katalis dalam industri kimia memainkan peranan yang sangat krusial, karena aplikasinya yang sangat luas dalam industri, sehingga katalis memiliki berbagai macam bentuk, yaitu katalis heterogen dalam bentuk padatan berpori dan katalis homogen. Riset tentang katalis saat ini sangatlah penting dalam proses kimia modern

,teknologi bahan bakar dan juga pada proses pembuatan biodiesel.²

Pada katalis homogen, terdapat masalah utama, yaitu sulitnya memisahkan katalis dari produk sehingga tidak dapat dipakai ulang dan akumulasi logam transisi yang bersifat toksik sehingga dapat mencemari lingkungan.3 Usaha alternatif yang terus dikembangkan terkait nilai ekonomi dan isu lingkungan dari katalis homogen ini adalah mengamobilisasinya pada suatu material support, sehingga dihasilkan suatu katalis yang heterogen. Material support yang biasa digunakan yaitu support organik misalnya poli(4vinilpiridin)4, dan support anorganik seperti zeolit, silika,5 silika modifikasi,6 magnesia, MCM-41 (Mobile Crystalline Material No.41),7 MCM-489 dan alumina. Katalis ion logam transisi yang diamobilisasi pada material support, menjadikannya katalis tidak larut sehingga memiliki keuntungan yang menggabungkan keunggulan sistem homogen dan heterogen.8

Pada penelitian ini akan diamobilisasi katalis senyawa suatu kompleks kobal(II) dengan ligan asetonitril pada silika modifikasi. Didalam penelitian yang pernah dilakukan sebelumnya, menunjukkan material yang dihasilkan ini difungsikan sebagai katali. Uji pendahuluannya pada reaksi transesterifikasi trigliserida dari minyak menjadi biodiesel menunjukkan bahwa katalis tersebut memberikan aktifitas dan kemampuan katalitik sebagai adsorben yang sangat signifikan (2 kali lebih baik) dibandingkan dengan katalis

yang biasa digunakan pada reaksi sejenis dan juga kemampuannya sebagai adsorben. Kompleks yang terbentuk (SiO--[AlCl₃]-Co-asetonitril) nantinya akan diuji optimasi kemampuan katalitik yang dimilikinya, yang mencakup optimasi konsentrasi katalis terhadap minyak dan metanol, optimasi pengadukan kecepatan dan juga optimasi waktu pengadukan antara katalis dengan minyak dan metanol, untuk mendapatkan biodiesel dalam jumlah yang besar. Dan hasil biodesel yang didapatkan dianalisa dengan GC-MS.

II. METODE PENELITIAN

Alat yang Digunakan

Beberapa peralatan gelas, hotplate stirrer, rotary evaporator, timbangan, furnace, corong Büchner, corong pisah dan desikator. Sedangkan instrumen digunakan yang Spektrofotometer Infrared (FTIR Perkin Elmer 1600 Series), Atomic Absorption Spectrophotometer (Younglin 8020 AAS), Nano Laser Particle Size Analyzer (NL-PSA Fritsch Analysette 22 Wet Dispersion Unit Nano Tec Plus), Gas Chromatography-Mass Spectrometry (Shimadzu GC-MS QP 2010).

Bahan yang Digunakan

Silika gel, anilin (C₆H₅NH₂), aluminium klorida (AlCl₃), kobal(II) klorida heksahidrat (CoCl₂.6H₂O), asetonitril (CH₃CN), toluen (C₆H₅CH₃) semuanya keluaran Merck, metanol (CH₃OH) dalam keadaan murni (p.a), sampel

minyak goreng (Tropical), akuades dan kertas saring whatman 41.

Sintesis Support Silika

20 g silika gel yang telah ditentukan jumlah gugus silanolnya dipanaskan pada suhu 2000 C selama 1 jam. Kemudian silika teraktifasi tersebut dicampurkan dengan 2,2 mL larutan anilin, C₆H₅NH₂ dalam 50 mL pelarut toluen, dengan mengatur rasio molar >Si-OH: N dari anilin (1:1,2). Suspensi distirrer pada temperatur ruang selama 24 jam dan kedalam suspensi tersebut ditambahkan 3,2 g aluminium klorida (AlCl₃) dengan perbandingan molar >Si-OH: Al dari aluminium klorida (1: 1,2), dan proses stirring dilanjutkan lagi selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk kemudian disaring. Endapan yang terbentuk dicuci dengan toluen sebanyak empat kali dan disimpan dalam desikator dikeringkan dengan rotary evaporator dan disimpan dalam desikator. Support ini diberi nama SiO-[AlCl₃]- dan selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan FT-IR.

Sintesis Katalis Teramobilisasi

Sebanyak 20 g SiO-[AlCl₃]- direaksikan dengan 50 mL larutan asetonitril dan CoCl₂ anhidrat dengan perbandingan molar $CoCl_2$: >Si-OH = 1,2 :1. Campuran distirrer selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk kemudian disaring dan katalis yang berupa fasa dengan asetonitril padat dicuci sebanyak empat kali dengan rotary evaporator .Katalis yang terbentuk diberi nama SiO-[AlCl₃]-Co-Asetonitril, dan diuji keberhasilan amobilisasinya menggunakan FT-IR. Sedangkan filtrat hasil pencucian dilakukan uji *metal loading* menggunakan AAS.

Uji Leaching

beberapa mol SiO-[AlCl₃]-Co-Asetonitril dilarutkan dalam asetonitril dan distirrer selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk disaring dan filtrat yang diperoleh ditentukan kadar Co menggunakan AAS.

Optimasi Aktifitas Katalitik Katalis Teramobilisasi

Digunakan 3 parameter yaitu: konsentrasi katalis terhadap minyak dan metanol, kecepatan pengadukan, dan lama pengadukan dimana biodiesel yang terbentuk di analisis dengan GC-MS.

a. Variasi Konsentrasi Katalis

Variasi konsentrasi katalis terhadap minyak dan metanol (b/b) dalam pembuatan biodiesel dilakukan pada konsentrasi 0,05%, 0,1%, 0,15%, 0,2%, 0,25 %, 0,5 %, 0,75 %, 1 % dan 1,25 % (b/b). Sejumlah gram katalis ditambah metanol lalu ditambahkan minyak dan dilanjutkan dengan pengadukan pada kecepatan 300 rpm selama 3 jam pada temperatur 60 °C.

b. Variasi Kecepatan Pengadukan

Variasi kecepatan pengadukan (kecepatan rotor) dalam pembuatan biodiesel dilakukan pada kecepatan pengadukan 100 rpm, 200 rpm, 300 rpm, 400 rpm, 500 rpm. Sejumlah gram katalis ditambah metanol lalu ditambahkan minyak dan dilanjutkan

dengan pengadukan selama 3 jam pada temperatur 60 °C.

c. Variasi Lama Pengadukan

Variasi lama pengadukan dilakukan dalam pembuatan biodiesel dilakukan pada waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam dan 5 jam. Sejumlah gram katalis ditambah metanol lalu ditambahkan minyak dan dilanjutkan dengan pengadukan selama variasi waktu diatas pada temperatur 60 °C.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Katalis Teramobilisasi

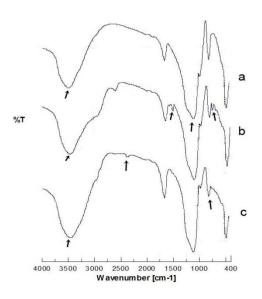
Starting material anhidrat beserta support silika modifikasi yang dilarutkan didalam asetonitril didapatkan katalis teramobilisasi. Hasil katalis teramobilisasi ini berwarna biru.

Hasil Analisis Spektrofotometer FT-IR (Fourier Transform Infra Red)

Pada penelitian ini, analisis FTIR dilakukan untuk silika murni, silika modifikasi dan senyawa komplek kobal(II) asetonitril yang telah diamobilisasi pada permukaan silika disebut modifikasi (selanjutnya sebagai amobilat) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.

Berdasarkan spektra FT-IR, pita serapan utama yang menunjukkan gugus fungsi pada silika (Gambar 7.a) adalah pada angka gelombang 3464 cm⁻¹.9 Pita ini menunjukan bahwa pada silica induk terdapat gugus silanol (Si-OH) pada permukaan. Pita pada 1641 cm⁻¹ mengindikasikan adanya vibrasi dari H-O-H. Pita serapan selanjutnya yaitu

pada angka gelombang 1096 cm⁻¹ menunjukkan adanya *asymmetric stretching* dari gugus siloksan, Si-O-Si dan diperkuat pada angka gelombang 464 cm⁻¹ dan 797 cm⁻¹.



Gambar 1. Spektra FT-IR dari (a) silika induk, (b) silika modifikasi, (c) amobilat

Selanjutnya, untuk menganalisis keberhasilan proses modifikasi silika (Gambar 7.b), dapat ditandai dengan muncul serta terjadinya pergeseran pita Keberhasilan proses serapan. pembentukan silika modifikasi ditunjukkan dengan munculnya pita cm-1 pada yang serapan 1501 mengindikasikan adanya strecthing C-N aromatis dari molekul anilin.1 Puncak serapan strecthing C-N aromatis dari molekul anilin ini dapat anilin mengasumsikan bahwa berpartisipasi sebagai Basa Brønsted untuk mengaktifkan spesies silanol permukaan pada silika modifikasi.6

Data serapan anilin diatas diperkuat dengan munculnya pita serapan pada angka gelombang 742 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya vibrasi -NH₂ wagging dari molekul induk, serapan ini menandakan bahwa anilin tidak terikat secara kimia pada support silika, namun hanya sebatas interaksi fisika yang lemah.9 Interaksi fisika ini sangat dibutuhkan oleh anilin, karena fungsi anilin yang hanya berperan sebagai penarik proton (Basa Brønsted) dan jika terjadi interaksi secara kimiawi, maka akan mengganggu proses masuknya asam lewis pada support Serapan yang menandakan keberhasilan masuknya asam lewis pada support silika adalah dengan adanya pita serapan dengan intensitas lemah pada daerah 968 cm-1 yang menunjukkan adanya ikatan antara Si-O dengan logam, Si-O-Al dari AlCl₃.10 Sehingga dapat diasumsikan bahwa AlCl₃ telah terikat pada [Si-O]- secara elektrostatik (interaksi kation-anion).

Keberhasilan proses amobilisasi kompleks logam Co(II)-Asetonitril (Gambar 7.c)ditandai dengan munculnya pita serapan pada 2360 cm⁻¹. yang menunjukkan vibrasi strecthing CN dari CH₃CN terikat pada atom logam dimana telah mengalami pergeseran pita serapan dari vibrasi streching CH₃CN bebas.

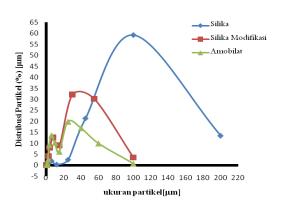
Pita selanjutnya serapan yang menandakan keberhasilan proses amobilisasi kompleks pada support modifikasi, ditandai dengan berkurangnya intensitas pita serapan pada daerah 797 cm-1 yang berasal dari Si-OH bending.9 Penurunan intensitas dari Si-OH bending mengindikasikan bahwa telah terjadi interaksi permukaan gugus dengan silanol kompleks kobal(II)-asetonitril. Selain hilangnya puncak pada daerah 742 cm⁻¹ dari ion C₆H₅NH₃+ menandakan bahwa terjadi pertukaran ion, telah

berinteraksi dengan anion yang terlarut saat pencucian dilakukan.⁶

Hasil Analisis Nano Laser-Particle Size Analyzer (NL-PSA)

Dari Gambar 2, dapat diamati distribusi ukuran partikel dan ukuran partikel dari silika, silika modifikasi dan katalis Co(II)-Asetonitril (amobilat). Dimana distribusi ukuran partikel dari silika berada pada range yang lebar (0,1-200 µm) yang mengindikasikan bahwa silika bersifat amorf. Dimana ukuran partikel dominannya adalah pada 100 µm.

Ukuran partikel dari modifikasi yang dominan berada pada angka 30 µm. Ini terjadi karena adanya pengaruh penambahan modifier (AlCl₃), sehingga terjadi gaya tolakan antara alumunium trikloria di permukaan silika dan dapat memecah ukuran partikel sehingga ukurannya partikel kecil. Disamping ukuran semakin partikel dominannya yang mengecil, distribusi ukuran partikel dari silika modifikasi ini juga mengecil, dengan range 0,1-100 µm.



Gambar 2. Grafik NL-PSA dari Silika, Silika Modifikasi dan Amobilat

Distribusi ukuran partikel dari katalis yang terbentuk berada pada range 0,5-100 mm. Ukuran partikel dominan dari katalis Co(II)-asetonitril yaitu 25 µm.

Ukuran yang lebih kecil untuk amobilat yang dihasilkan ini disebabkan oleh adanya interaksi gaya tolakan yang terjadi antara senyawa kompleks pada permukaan support silika modifikasi sehingga memecah partikel.⁶

Uji Leaching dan Penentuan Kadar Logam (metal loading)

Berdasarkan data pada Tabel 2 maka nilai metal loading yang terdapat pada amobilat SiO-[AlCl₃]--Co(NCCH₃)₆ yaitu sebesar 4,0129 % (Lampiran 8). Kecilnya nilai ini menyatakan bahwa hanya sedikit logam Co yang dapat berikatan dengan material support. Selain itu, pengurangan % massa sebelum dan setelah uji stabilitas yang kecil juga mengindikasikan kestabilan dari amobilat. Informasi dapat yang diketengahkan dari data diatas adalah SiO-[AlCl₃]--Co(NCCH₃)₆ cukup stabil terhadap terjadinya leaching komplek kobal(II) ke pelarut. Tingkat kestabilan ini diketahui dari nilai leaching yang kecil dari 10 % (0,21%).

Tabel 2. Nilai *Metal Loading* dan *Leaching* dari masing-masing sampel

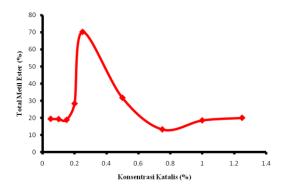
masing-masing samper					
Amo					
Sebelum Uji Stabilitas (% massa*)	Setelah Uji Stabilitas (% massa)	Leaching (%)			
4,0129	4,0042	0,2113			

^{*} Metal loading

Analisis Penentuan Kondisi Optimum Katalis Teramobilisasi pada Reaksi Transesterifikasi menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS)

a. Variasi Konsentrasi Katalis

Konsentrasi katalis yang digunakan yaitu: 0,05%; 0,1%; 0,15%; 0,2%; 0,25%; 0,5%; 0,75%; 1%; 1,25%. Berdasarkan analisa GC-MS, dari berbagai variasi konsentrasi yang diuji, dapat dilihat bahwa pada konsentrasi katalis 0,25% merupakan konsentrasi katalis optimum dibandingkan konsentrasi-konsentrasi lainnya untuk mengkonversi asam lemak pada minyak goreng menjadi metil ester berada (Gambar 3).



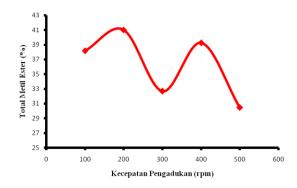
Gambar 3. Grafik konsentrasi katalis vs total metil ester (%)

Pada konsentrasi 0,25% dihasilkan metil ester sebesar 70,19%, meliputi : metil miristat (0,39%), metil palmitat (5,58%), metil stearat (10,5%), metil oleat (20,04%) dan metil elaidat (33,66%) sesuai dengan data spektrum MS-nya.

b. Variasi Kecepatan Pengadukan

Dengan menggunakan konsentrasi optimal 0,25%, dilakukanlah beberapa variasi kecepatan rotor, yaitu : 100, 200, 300, 400, 500 (rpm). Dari hasil analisis menggunakan GC-MS untuk varisasi

kecepatan pengadukan (Gambar 4), dapat diamati bahwa pada kecepatan 200 rpm diproduksi metil ester yang paling banyak. Diperkirakan bahwa pada kecepatan 200 rpm inilah efisiensi penggunaan katalis terbaik dibandingkan kecepatan lainnya.

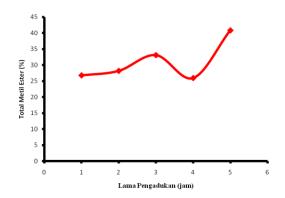


Gambar 4. Grafik kecepatan pengadukan (rpm) vs total metil ester (%)

Hasil analisis GC-MS untuk variasi kecepatan pengadukan, dihasilkan metil dalam jumlah besar pada kecepatan pengadukan 200 rpm, yaitu sebesar 39,86 %, meliputi : metil tridekanoat (tridekanoat metil ester) (0,71%), metil palmitat (heksadekanoat metil ester) (14,06%).metil isoheksadekanoat (pentadekanoat metil (0,99%),metil ester) oktadekanoat (Z) metil ester) (17,65%), metil stearat (oktadekenoat metil ester) (3,99%), heptadekan 4-propyl (CAS) 4-npropyl ester (1,32%), heksadekanoat 2,3bis[(trimetilsilil)oksil]propil (0,74%), 1,2 benzendikarboksilat, dioktil ester (0.4%)sesuai dengan data spektrum MS-nya.

c. Variasi Lama Pengadukan

Dengan menggunakan data konsentrasi katalis dan kecepatan pengadukan yang menghasilkan metil ester terbanyak (0,25% dan 200 rpm), maka dilakukanlah beberapa variasi lama pengadukan, yaitu: 1, 2, 3, 4, 5 (jam). Dari perolehan metil ester yang didapatkan berdasarkan analisis menggunakan GC-MS untuk variasi lama pengadukan (Gambar 5), dapat diamati bahwa pada lama pengadukan 5 jam, diperoleh metil ester dalam jumlah yang lebih besar dibandingkan lama pengadukan yang lain.



Gambar 5. Grafik lama pengadukan (jam) Vs total metil ester (%)

Hasil analisis GC-MS untuk variasi lama pengadukan pada durasi pengadukan 5 jam, menghasilkan metil ester sebesar 40,86%, meliputi : metil miristat (tetradekanoat metil ester) (1,18%), 9heksadekanoat metil ester (0,39%), metil palmitat (heksadekanoat metil ester) (9,32%), metil oleat (9-oktadekanoat metil ester) (11,02%), metil petroselinat (6-oktadekanoat metil ester) (3,09%), heptadekan 4-propil (CAS) 4-n-propil ester (5,9%), oktadekanoat 10-okso metil (4,95%),heksadekanoat 2,3bis[(trimetillsilil)oksi]propil ester (1,69%), heksadekanoat 2-hidroksi-1-(hidroksimetil)etil ester (2,03%), 1,2benzendikarboksilat dioktil ester (0.81%), 9-oktadekanoat hidroksietil ester (0,48%), sesuai dengan data spektrum MS-nya.

IV. KESIMPULAN

Hasil Analisis menunjukkan keberhasilan proses modifikasi silika dan juga keberasilan sintesis katalis Co(II)-Asetnitril teramobilisasi. Selain itu katalis ini bekerja optimum pada proses transesterifikasi pada konsentrasi 0,25% dengan kecepatan pengadukan 200 rpm.

Referensi

- 1. P, Endang, M, Bisri **2008**. Kalor Biodiesel Hasil Esterifikasi dengan Katalis Al-MCM-41dan Transesterifikasi dengan Katalis Kalium Hidroksida Minyak Biji Nyamplung (Calophyllum Inophyllum). Institut Teknologi Sepuluh November
 - Catherine E, Housecroft, Alan G.
 2005. Inorganic Chemistry, 2nd ed.
 Pearson Education Limited:
 England.
 - 3. Sakthivel, A., A. K. Hijazi., M. Hanzlik., A. S. T. Chiang., F. E. Kuhn. **2005**. *Heterogenization of* [Cu(NCCH₃)₆] [B(C₆F₅)₄]₂ and its Application in Catalytic Olefin Aziridination. Applied Catalyst A, General, 294, p 161
 - 4. S. Syukri., A. K. Hijazi,. A. Sakthivel., A. I. Al-Hmaideen., F. E. Kuhn, 2007, Heterogenization of Solvent-Ligated Copper(II) Complexes on Poly(4-vinylpyridine) for the catalytic Cyclopronation of Olefins, Inorganica Chimica Acta. Vol. 360, p.197
 - 5. R. Fatemeh. **2008**. A heterogeneous cobalt(II) Salen complex as an efficient and reusable catalyst for acetylation of

- alcohols and phenols. Tetrahedron Letters 50 p.395-397
- 6. Fernandez, B. R., S. Arief., S. Syukri. **2010**. *Amobilisasi Kompleks Kobal(II) Pada Silika Modifikasi dan Karakterisasinya*. Skripsi Sarjana Kimia, Universitas Andalas : Padang
- 7. Mustafa, B. Purwanti, E. **2011**. Kalor biodiesel hasil esterifikasi dengan katalis Al-MCM-41 dan transesterifikasi dengan katalis kalium hidroksida minyak biji nyamplung (Calophyllum inophyllum). Skripsi Sarjana Kimia. FMIPA ITS
- 8. Alhmaideen, A. I. S., **2008**. Synthesis, Immobilization, and Applications of Solvent Stabilized Transition Metal Cations with Weakly Coordination Cations. Technische Universitat Munchen
- 9. Stuart, B., **2004**, *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*, John Willey & Sons, Ltd;
- K. D. Pandiangan., I. G. Suka., M. Rilyanti., S. Widiarto., D. Anggraini., S. Arief., N. Jamarun,
 2008, Karakteristik Keasaman Katalis Berbasis Silika Sekam Padi yang Diperoleh dengan Teknik Sol-Gel, Seminar Nasional Sains dan Teknologi II, UNILA.

PENGARUH PENAMBAHAN ABU SEKAM PADI TERHADAP KUAT TEKAN MORTAR SEMEN PCC DENGAN PERENDAMAN DALAM ASAM SULFAT DAN ANALISIS LARUTAN RENDAMAN MORTAR

Ranti Yulia Kasih, Zamzibar Zuki, dan Yulizar Yusuf

Laboratorium Kimia Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA Unand

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai Pengaruh Penambahan Abu Sekam Padi Terhadap Kuat Tekan Mortar Semen PCC Dengan Perendaman dalam Larutan Asam Sulfat dan Analisis Larutan Rendaman Mortar. Pada penelitian ini, abu sekam padi hasil pembakaran sekam padi dimanfaatkan sebagai bahan tambahan dalam pembuatan semen PCC, sehingga bisa mengurangi pemakaian klinker. Semen PCC dibuat dengan menambahkan abu sekam padi dengan variasi campuran sebesar 0%, 2%, 4%, dan 6%. Dari semen tersebut dibuat mortar dan direndam dalam akuades dan larutan H₂SO₄ pH 4,5, kemudian diuji kuat tekannya pada hari ke 3, 7 dan 28 hari. Larutan perendaman mortar tersebut diuji pH, TSS, TDS, dan konsentrasi logam Ca, Mg, dan Fe. Kuat tekan mortar dengan penambahan abu sekam padi sampai 4% dalam larutan asam sulfat masih memenuhi standar SNI dengan nilai pH 10,93; TSS 6228 ppm; dan TDS 1212 ppm. Konsentrasi terbesar dari logam terlarut dalam larutan rendaman mortar adalah Ca, yaitu 5,5 ppm pada larutan H₂SO₄ dan 4,57 ppm dalam akuades.

Kata kunci: Abu Sekam Padi, Semen PCC, Mortar, Kuat Tekan, Asam Sulfat

I. PENDAHULUAN

Limbah sekam padi banyak sekali terdapat di daerah pedesaan, dengan potensi yang melimpah.^{1,2} Ketersediaan sekam padi di Indonesia cukup tinggi, yaitu berkisar 4.8 juta ton per tahun³.

Abu sekam padi (ASP) dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pada pada industri bahan bangunan karena kandungan silika (SiO₂) dapat digunakan untuk campuran pada pembuatan semen portland, bahan isolasi, *husk-board* dan campuran pada industri bata merah.¹

Abu sekam padi bermanfaat untuk meningkatkan mutu mortar, karna mempunyai sifat pozzolan yaitu silika. Bila unsur ini dicampur dengan semen akan menghasilkan kekuatan yang lebih tinggi^{6,7}. Seperti penelitian sebelumnya, yaitu pembuatan mortar menggunakan abu sekam padi yang dicampurkan dengan semen dengan variasi 3%,6%,9% dan 15%. Lalu dicampur dengan pasir dan air untuk membuat mortar. Semakin tinggi persentase abu sekam padi maka kuat tekan mortar semakin tinggi pula, tetapi di atas 9 % nilai kuat tekan

menurun.⁶ Jadi, dalam penelitian ini penulis menambahkan abu sekam padi sebagai bahan baku pembuatan semen PCC sehingga bisa mengurangi jumlah klinker yang digunakan, maka biaya produksipun akan semakin rendah.

Kandungan asam yang tinggi terdapat pada air gambut yaitu pada pH 3,5 sampai 5,5. Jadi uji kuat tekan terhadap asam sulfat ini dimaksudkan untuk bangunan yang berada di atas air gambut, termasuk akibat hujan asam.8 Oleh karena itu perlu dilakukan uji TSS, TDS, dan kandungan logam dalam larutan rendaman mortar, sehingga diketahui pengaruh asam sulfat terhadap mortar yang direndam.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Jaminan Kualitas dan Pengembangan Produk PT Semen Padang dan Laboratorium Air Teknik Lingkungan, dimulai pada bulan Februari sampai Mei 2012.

Alat dan Bahan Alat

Alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, oven, cawan porselen dan platina, spatula, furnace, peralatan gelas, corong, kertas saring, batang pengaduk, seperangkat alat X-ray, timbangan fisika, cement mill, blaine, mixer, alat pencetak mortar, penumbuk dan perata mortar, spidol, kotak perendaman mortar, labu ukur 1000 mL dan 2000 mL ,gelas ukur, pH meter, alat uji kuat tekan (compressive strength).

Bahan

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah adalah abu sekam padi yang didapatkan dari Kuranji, klinker dari pabrik PT Semen Padang, H₂SO₄ pekat 18 M, air yang berasal dari jaringan air bersih PT. Semen Padang, akuades, HCl, HNO₃, Pasir Ottawa yang didatangkan dari Kanada, pozzolan dari Lubuk Alung, batu kapur (*Limes Stone*) dari Bukit Karang Putih, gypsum, buffer pH 7.

Prosedur Penelitian Persiapan Abu Sekam Padi

a. Penentuan Kadar Air

Cawan kosong ditimbang beratnya menggunakan neraca analitik dan dicatat. Dimasukkan sampel, dicatat beratnya, kemudian dimasukkan ke dalam oven bersuhu 105°C selama 1 jam. Setelah 1 jam di dalam oven, sampel tersebut didinginkan di dalam desikator selama 30 menit. Sampel dingin ditimbang dan dicatat beratnya.

b. Penentuan Hilang Pijar (Lost of Ignition) dari sampel

Cawan porselen kosong ditimbang beratnya menggunakan neraca analitik dan dicatat. Dimasukkan sampel 1 gram, dicatat beratnya. Cawan berisi sampel tersebut dimasukkan ke dalam furnace 1000°C. selama 1 jam, kemudian dibiarkan sampai dingin, ditimbang dan dicatat beratnya.

perhitunganLOI:

C.s = berat cawan platina ditambah sampel setelah furnace (gram)

c. Penentuan Bagian Tak Larut (BTL) Sampel Sampel ditimbang 1 gram di dalam gelas piala, ditambahkan HCl 1:1 10 mL dan 20 mL aquades, diaduk. Larutan tersebut dipanaskan sampai hampir mendidih. Larutan panas tersebut disaring dan dicuci dengan akuades panas. Gelas piala semula dimasukkan NaOH 1% 100 mL. Kertas saring yang berisi endapan dimasukkan kedalam gelas piala tersebut dihancurkan. Larutan tersebut dipanaskan kembali ditambahkan indikator MM dan ditambahkan HCl 1;1 sampai berwarna merah muda. Larutan tersebut kemudian disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan NH₄NO₃ p panas, selanjutnya dicuci pula dengan aquades panas. Kertas saring tersebut di masukkan ke dalam cawan platina dan dimasukkan ke dalam furnace selama 1 jam. Setelah 1 jam cawan dibiarkan sampai dingin, dan ditimbang.

perhitungan bagian tak larut:

% BTL=
$$\frac{\text{Berat C.s-Berat C.k}}{\text{Berat sampel}} \times 100 \%$$

Dimana: C.k = berat cawan platina kosong (gram)

C.s = berat cawan platina ditambah sampel setelah furnace (gram)

d. Penentuan komposisi kimia sampel dengan X-ray

Abu sekam padi ditabletkan dan diuji dengan alat X-ray. Komposisi kimia yang

diuji adalah SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, dan MgO.

Pembuatan Semen Tipe PCC

Semen tipe PCC dibuat dengan berbagai komposisi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi Material Pembuatan Semen PCC

	0%	2%	4%	6%
%ASP				
Material (g)				
Abu sekam	-	100	200	300
padi				
Klinker	4050	3950	3850	3750
Gipsum(4	200	200	200	200
%)				
Batu kapur	500	500	500	500
(10%)				
Pozzolan	250	250	250	250
(5%)				
Total	5000	5000	5000	5000

Semua bahan dicampurkan dan dihaluskan di dalam *cement mill* selama 20 menit, selanjutnya ditimbang 2,8948 untuk diukur kehalusannya dalam alat *Automatic Blaine*. Jika kehalusannya kurang dari harga tetatapan SNI (280 m²/kg), maka ditambah penghalusan di dalam *cement mill* beberapa detik, dan harga *blaine* diukur kembali.

Pembuatan Mortar

Untuk pembuatan 6 benda uji diperlukan semen sebanyak 500 gram, 1325 gram pasir Ottawa yang dan air sebanyak 276 mL. Semua bahan dicampurkan di dalam *mixer*. Adonan tersebut di masukkan ke dalam cetakan mortar 5x5x5 dengan jumlah cetakannya 6. Cetakan siap dimasukkan ke dalam lemari

penyimpanan selama 24 jam. Selanjutnya mortar dibuka dari cetakan, dan diberi merek dengan menggunakan spidol.

Pembuatan larutan H₂SO₄ pH 4,5

Larutan H₂SO₄ pekat 18 M dipipet 0,1 mL dan diencerkan pada labu ukur 1000 mL. Larutan tersebut kemudian distirer sampai tercampur sempurna, kemudian diukur pH-nya menggunakan pH meter. Larutan dalam labu tersebut dipipet kembali 17,55 mL dan diencerkan dalam labu 2000 mL dan diukur kembali pH-nya dengan pH meter.

Perendaman Mortar

Mortar yang telah berumur 24 jam dalam lemari perendaman dibuka dari cetakannya dan dimasukkan kedalam kotak yang telah diisi dengan larutan asam sulfat pH 4.5 dan akuades. Mortar tersebut direndam sampai berumur 3, 7, dan 28 Hari.

Pengukuran pH

Pengukurann pH dimulai dari sebelum dimasukkan mortar dan pada hari ke 3, 7, 28 dengan pH meter.

Uji Kuat Tekan Mortar

Setelah mortar beumur 3, 7 dan 28 hari, maka kuat tekan mortar diuji dengan dengan alat *compressive strength*. Sebelum dilakukan pengujian, permukaan benda uji dibersihkan dari butiran-butiran kecil yang menempel pada permukaannya dengan kuas. Uji kuat tekan dilakukan duplo untuk setiap mortar dengan variasi ASP berbeda-beda.

Penentuan Total Zat Padat Tersuspensi (Total suspended Solid/TSS) dalam Larutan Rendaman Mortar

Metoda ini dilakukan pada larutan setelah mortar. perendaman Kertas saring timbang. Larutan perendaman mortar sambil dikocok dipipet 100 mL kemudian disaring dengan kertas saring yang telah didinginkan dalam desikator. Kertas saring dikeringkan kembali di dalam oven pada suhu 103-105°C selama 1 jam. Kertas didinginkan kembali desikator dan ditimbang sampai berat konstan atau selisih beratnya kurang dari 0,5 mg. Berat TSS dihitung dengan menggunakan rumus:

$$TSS (mg/L) = \underline{B - A} \times 1000$$
V.sampel

A = Berat kertas saring awal

B = Berat kertas saring + residu setelah dioven

Penentuan Total Zat Padat Terlarut (Total Dissolve Solid/TDS) dalam Larutan Rendaman Mortar

Metoda ini dilakukan pada larutan setelah perendaman mortar. Proses dimulai dengan membersihkan cawan penguap dan dipanaskan dalam furnace pada suhu 550°C selama 1 jam, kemudian diturunkan pada suhu 105°C. Cawan penguap tersebut didinginkan di dalam desikator dan ditimbang 25 mL larutan perendaman mortar yang lolos kertas saring dan dituang ke dalam cawan. Cawan berisi sampel dipanaskan kembali di dalam oven pada suhu 103-105°C sampai semua air menguap. Cawan penguap didinginkan kembali dalam desikator dan ditimbang kembali sampai berat konstan atau selisih beratnya kurang dari 0,5 mg. Berat TDS dihitung dengan menggunakan rumus:

TDS (mg/L) =
$$\frac{B - A}{V.sampel} \times 1000$$

A = Berat cawan penguap awal B = Berat cawan penguap + residu setelah dioven

Penentuan Logam Terlarut dalam Larutan Rendaman Mortar

Logam terlarut dalam larutan rendaman mortar ditentukan dengan menggunakan SSA. Logam yang ditentukan adalah Ca, Mg, Fe.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Persiapan Sampel

Sampel yang digunakan adalah abu sekam padi, dimana terlebih dilakukan beberapa pengujian seperti yang di tunjukkan pada Tabel 2 dan 3

Tabel 2. Data Pengujian Sampel Abu Sekam Padi

Parameter	Hasil (%)
Kadar Air	16,17
BTL	96,04
LOI	5,67

Tabel 3. Data Pengujian Komposisi Abu Sekam Padi dengan X-Ray

Parameter	Konsentrasi (%)
SiO ₂	92,31
Al_2O_3	2,31
Fe_2O_3	2,23
CaO	2,40
MgO	0,03

Kadar air bisa menyebabkan penurunan kualitas semen. Karena semen yang mengandung air bisa menyebabkan rongga pada bagian dalam mortar dan mengurangi kuat tekan mortar, karena kandungan air pada abu sekam padi bisa menyebabkan mortar mengalami pengembangan (expansi) sehingga mortar menjadi retak dan hancur.12 Nilai BTL menandakan bahwa kandungan silika abu sekam padi sangat tinggi. Silika ini bisa menambah jumlah pozzolan pada komposisi semen PCC, sehingga porositas mortar akan semakin kecil, akibatnya rongga pada mortar akan semakin sedikit. Nilai LOI menunjukan bahwa terdapat 5.67% zat organik dalam 1 gram abu sekam padi. Zat organik ini akan mudah larut nantinya oleh asam sulfat, sehingga bisa menyebabkan rongga pada mortar, akibatnya kekuatan mortar akan semakin berkurang. Oleh karena itu, perlu ditentukan berapa batas optimum pemakaian abu sekam padi dalam pembuatan semen PPC.

Kuat Tekan Mortar

Dari hasil pengukuran kuat tekan pada mortar yang direndam dalam larutan H_2SO_4 dan akuades tampak bahwa semakin lama hari perendaman maka nilai kuat tukannya semakin besar. Hal ini disebabkan karna sifat semen yang hidrolik yang mempunyai kemampuan untuk mengikat dan berikatan dengan air atau yang disebut proses hidrasi yang tetap berlangsung sampai hari ke 100 seperti reaksi berikut:

$$2(CaO.SiO_2) + 4H_2O \rightarrow 3CaO.2SiO_2.3H_2O + Ca(OH)_2$$

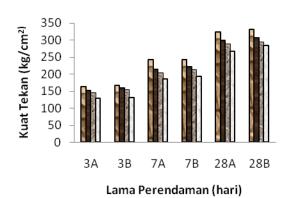
$$2(3CaO.SiO_2) + 6H_2O \rightarrow 3CaO.2SiO_2.3H_2O + 3Ca(OH)_2$$

 $3CaO.Al_2O_3 + 6H_2O \rightarrow 3CaO.Al_2O_3.6H_2O$ $3CaO.Al_2O_3 + 6H_2O + 3CaSO_4.2H_2O \rightarrow$ $3CaO.Al_2O_3.3CaSO_4$ 32H₂O

4CaO. Al₂O₃ .Fe₂O₃ + XH₂O → 3CaO.Al₂O3.6H₂O + 3CaO. Fe₂O₃ 6H₂O 12

Nilai kuat tekan mortar semen PCC yang direndam dalam asam sulfat dan akuades tidak terdapat perbedaan yang signifikan, bahkan hampir sama. Hal ini menunjukkan bahwa semen memang tahan terhadap sulfat. Hal ini disebabkan karena jumlah C₃A semen PCC sedikit, sehingga panas hidrasi dari proses hidrasi semen tidak terlalu besar, sehingga mortar tidak banyak mengembang tidak banyak dan mengalami keretakan. Hasil pengukuran kuat tekan mortar PCC ASP dapat dilihat pada Gambar 1.

Nilai kuat tekan mortar pada H₂SO₄ dan aquades semakin berkurang dengan semakin meningkatnya persentase abu sekam padi. Hal tersebut disebabkan karena yang berperan aktif untuk memberikan kuat tekan yang tinggi adalah C₃S dan C₂S. C₃S berperan dalam memberikan kuat tekan awal yang tinggi, sedangkan C₂S memberikan kuat tekan yang tinggi pada saat mortar berumur lebih dari satu minggu¹². C₃S dan C₂S dominan terdapat pada klinker. Karena dalam pembuatan semen PCC berat klinker dikurangi sebanyak persentase abu sekam padi yang ditambahkan, hal ini membuat persentase dari C₃S dan C₂S berkurang.

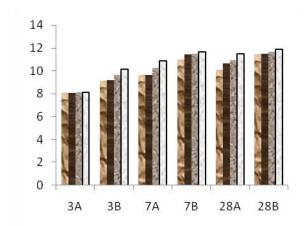


Gambar 1. Bagan hasil pengukuran kuat tekan (kg/cm²) terhadap lama perendaman. Kondisi pengukuran: A: mortar dalam larutan asam sulfat, B: mortar dalam akuades, penambahan 0% ASP (□), penambahan 2% ASP (□), penambahan 4% ASP(□), penambahan 6% ASP (□),

Untuk membuktikan apakah abu sekam padi efektif sebagai bahan aditif dalam pembuatan semen PCC dapat dilihat dari nilai kuat tekannya dan dibandingkan dengan nilai kuat tekan mortar semen PCC secara SNI 15-7064-2004. Kuat tekan mortar semen PCC ASP pada hari ke 3 dan hari ke 7 dalam larutan H₂SO₄ dan akuades masih dalam batas SNI, tetapi pada hari ke 28 kuat tekan mortar semen PCC 6% yang direndam dalam larutan H₂SO₄ sudah tidak memenuhi nilai kuat tekan SNI. Sehingga dapat disimpulkan bahwa, batas maksimum penambahan abu sekam padi sebagai bahan aditif dalam pembuatan semen PCC adalah 4%.

Penentuan pH Larutan Perendaman Mortar

Nilai pH larutan dapat dilihat pada Gambar 2. Dari gambar tampak bahwa nilai pH semakin meningkat setiap hari uji baik itu pada larutan H₂SO₄ maupun pada akuades. Selisih perubahan pH larutan asam lebih besar dari akuades. Hal ini disebabkan karena proses hidrasi semen dan reaksi serangan asam yang menyebabkan terbentuknya kalsium hidroksida.



Gambar 2. Bagan hasil pengukuran pH larutan perendaman mortarterhadap lama perendaman. Kondisi pengukuran: A: mortar dalam larutan asam sulfat, B: mortar dalam akuades, penambahan 0% ASP (, penambahan 2% ASP (, penambahan 4% ASP (, penambahan 6% ASP (, penambah

Adapun mekanisme dari serangan sulfat terhadap mortar dimulai dengan reaksi antara senyawa sulfat dengan kalsium aluminat hidroksida bebas membentuk gipsum:

$$Ca(OH)_2 + H_2SO_4 + 2H_2O$$
 \longrightarrow $CaSO_{4.2}H_2O + HOH$

Dan gipsum akan bereaksi dengan kalsium aluminat hidrat membentuk ettringite

Ca(OH)₂ dan inilah yang menyebabkan nilai pH semakin besar. Nilai pH larutan ini tidak hanya dipengaruhi oleh ion Ca saja, tetapi juga oleh logam lain penyusun semen yang masih dalam bentuk oksidanya karena tidak sempurnanya pembentukan kristal C₃S, C₂S, C₃A, C₄AF pada kiln. Logam-logam tersebut bisa berupa Fe dan Mg, yang nantinya bereaksi dengan asam sulfat dan akhirnya menjadi logam hidroksidanya yang bersifat basa, sehingga menaikkan harga pH.

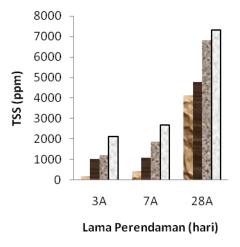
Penentuan Nilai TSS, TDS, dan Logam Terlarut pada Larutan Perendaman Mortar

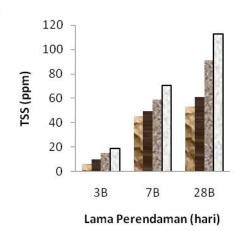
Terabsobsinya sulfat ke dalam matrik mortar mengakibatkan rusaknya lapisan mortar sehingga akhirnya mortar menjadi berongga, retak-retak dan kemudian Retak-retaknya hancur.14 mortar menyebabkan lepasnya partikel mortar ke dalam larutan sehingga larutan perendaman mortar menjadi keruh. Kekeruhan ini dapat berupa partikel yang besar (suspended solid) maupun partikel yang kecil (dissolved solid). Partikel tersuspensi tersebut bisa berupa partikel organik dari abu sekam padi, dari semen dan juga dari pasir Ottawa yang digunakan dalam pembuatan mortar. Dari hasil LOI memang dibuktikan bahwa nilai LOI abu sekam adalah 5.6%. Nilai TSS dapat dilihat pada Gambar 3.

Pada gambar tampak bahwa nilai TSS larutan asam dan akuades semakin besar dengan semakin meningkatnya komposisi abu sekam pada semen PCC. Hal ini disebabkan kerana adanya senyawa organik dari abu sekam padi yang semakin besar dengan persentase yang

semakin besar pada semen PCC. Senyawa organik ini akan mudah dilarutkan oleh asam sulfat, sehingga terlepas ke dalam larutan rendaman mortar. TSS ini juga bisa berasal dari pasir Ottawa yang terkikis oleh asam sulfat, karena persentase pasir otawa lebih besar dari pada semen yang menjadi pengikatnya, sehingga dengan adanya asam sulfat, maka bagian pasir Ottawa yang sedikit mendapat komposisi semen akan mudah terkikis oleh asam.

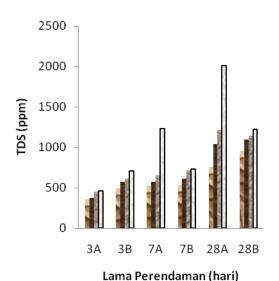
Tetapi nilai TSS dari larutan asam lebih besar dari pada akuades, hal ini disebabkan karena adanya ion sulfat yang bersifat korosif. Sifat korosif tersebut juga menyebabkan nilai TSS semakin besar seiring dengan semakin lamanya perendaman.





Gambar 3. Bagan hasil pengukuran TSS larutan perendaman mortarterhadap lama perendaman. Kondisi pengukuran: A: mortar dalam larutan asam sulfat, B: mortar dalam akuades, penambahan 0% ASP (), penambahan 2% ASP (), penambahan 4% ASP(), penambahan 6% ASP ()

Adanya sulfat menyebabkan asam terlarutnya logam-logam pada semen dan limestone, abu sekam padi kedalam rendaman larutan mortar. Hal menyebabkan nilai TDS dan logam terlarut dalam larutan perendaman mortar semakin besar dengan semakin bertambahnya persentase abu sekam padi pada semen PCC dan lama perendaman. Nilai TDS larutan mortar dapat dilihat pada Gambar 4.

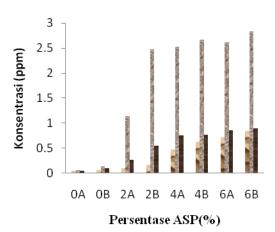


Gambar 4. Bagan hasil pengukuran TDS larutan perendaman mortarterhadap lama perendaman. Kondisi pengukuran: A: mortar dalam larutan asam sulfat, B: mortar dalam akuades, penambahan 0% ASP (), penambahan 2% ASP (), penambahan 4% ASP (), penambahan 6% ASP ()

Nilai logam-logam tersebut dapat dilihat dari Gambar 5. Dari filtrat saringan larutan perendaman mortar, maka filtrat tersebut diuji dengan AAS logam Ca, Fe, dan Mg. Dengan semakin besarnya persentase abu sekam padi ternyata konsentrasi logam-logam terlarutnya juga semakin besar. Hal ini disebabkan karena abu sekam padi juga memiliki logam-logam oksida dalam keadaan bebas atau tidak berikatan dengan semen, sehingga dilarutkan oleh asam.

Logam yang paling besar konsentrasinya adalah logam Ca karena dalam pembuatan semen, material yang paling banyak digunakan adalah batu kapur yaitu CaCO₃, dimana dalam proses kalsinasi dalam kiln tidak semua Ca menjadi C₂S, C₃S, C₃A, C₄AF sehingga terdapat CaO bebas yang akhirnya

bereaksi dengan asam sulfat membentuk $Ca(OH)_2$ dan ditambah pula dengan $Ca(OH)_2$ hasil sampingan proses hidrasi semen, dan juga dari oksida logam pada abu sekam padi yang semakin meningkat dengan semakin besarnya persentase abu sekam padi pada semen 10,12



Gambar 5. Bagan hasil pengukuran konsentrasi ion Fe(□), Ca(□),Mg(□) dalam perendaman mortarterhadap lama perendaman. Kondisi pengkuran: A: mortar dalam akuades, B: mortar dalam larutan asam sulfat

IV. KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

- Kuat tekan menurun dengan bertambahnya persentase abu sekam padi
- 2. Nilai pH, TSS, TDS larutan rendaman mortar naik dengan bertambahnya persentase abu sekam padi dan lama perendaman.
- 3. Nilai kuat tekan mortar dalam larutan asam sulfat tidak jauh berbeda dengan mortar dalam akuades.
- 4. Kuat tekan mortar dengan penambahan abu sekam padi sampai

- 4% dalam larutan asam sulfat masih memenuhi persyaratan SNI dengan nilai pH 10,93, TSS 6228 ppm, TDS 1212 ppm.
- 5. Konsentrasi terbesar dari logam terlarut dalam larutan perendaman mortar adalah Ca, yaitu 5,5 ppm pada larutan H₂SO₄ dan 4,57 dalam akuades.

Referensi

- 1. Sekam padi **sebagai Sumber Energi Alternatif.** Badan penelitian dan
 pengembangan pertanian, Departemen
 Pertanian. www.smallCrab.com
- 2. Peluang Agribisnis Arang Sekam (2012) Balai Penelitian Pascapanen Pertanian.
- **3.** Anonim. Upaya Peningkatan Mutu dan Daya Guna Limbah Dedak Padi
- 4. Admin. **2008**. Pemanfaatan Limbah Abu Sekam Padi untuk Meningkatkan Mutu Beton. *Sletingan*: SMK 3 Kimia Madiun.
- 5. Wang, C. K., dan Salmon, C. G., **1994**. Disain Beton Bertulang. Jilid 1. Edisi Keempat. Terjemahan Binsar Hariandja. *Erlangga*. Jakarta
- 6. Sitorus, T. TK, **2009**. Pengaruh Penambahan Silika Amorf dari Sekam Padi terhadap Sifat Mekanis dan Sifat Fisis Mortar. *Universitas Sumatera Utara*, Medan
- 7. Ika, B., dan Prakoso, A., **2002**. Beton Abu Sekam Padi Sebagai Alternatif Bahan Konstruksi, *Jurnal Sains dan Teknologi EMA*, Universitas Kristen Indonesia, Jakarta, hal 76
- 8. Anonim. Hujan Asam dan Laju Pengasaman Air Sumur di Wilayah Industri. *Institut Teknologi Bandung*.
- 9. Rahayu, Setyowati, S., dan Purnavita, S., **2008**, Kimia Industri. *Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan*

- Departemen Pendidikan Nasional. Jakarta, hal 144-116 dan 124-137
- 10. Mulyono, T. **2004**. *Teknologi Beton*. Yogyakarta.
- 11. Dipohusodo, I., **1999**. Struktur Beton Bertulang. *Gramedia Pustaka Utama*. Iakarta
- 12. http://www.PT.SemenPadang.co.id/profil/produksi/1/3/2012/
- 13. http://www.sementigaroda.com/modu le =product/1/3/2012/
- 14. SNI 03-6825-2002. Metode pengujian kekuatan tekan mortar semen Portland untuk pekerjaan sipil
- 15. Nawi, E, G. **1998**. Beton Bertulang. Terjemahan Bambang Suryoatmono. *Refika Aditama*. Bandung
- Hadi , T., 2011. Peningkatan Nilai Karakteristik Mortar, *Teknis*, Vol.6 No. 3.
 Semarang, Jurusan Teknik Sipil Politeknik Negeri Padang
- 17. Anonim. **2003**, **Teknologi Beton**. *Laboratorium Bahan Rekayasa Teknik Sipil USU*, Medan
- 18. Tjokrodimuljo, K, **1998**, Bahan Bangunan, *Jurusan Teknik Sipil, fakultas Teknik Universitas Gadjah Mada*, Yogyakarta
- 19. Murdock, L. J., dan Brook, K.M. **1991**. Bahan dan Praktek Beton. Edisi keempat. *Erlangga*. Jakarta
- 20. http://materialcerdas.wordpress.com/alat-karakterisasi/xrd-x-ray-diffraction/1/6/2012/
- 21. hhttp://indbongolz.wordpress.com/x-ray-fluoroscence/1/6/2012/
- 22. Moelyo. 1996. Studi Tingkat Pencemaran Sumber Air Berdasarkan Analisis Logam Berat Kelumit secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Tesis Departemen Kimia ITB*. Bandung.
- 23. Christina P, dan Maria, **2006**, Instrumentasi Kimia, *STTN-BATAN*.

24. Nasution, Idris, M. 2008. Penentuan Jumlah Amoniak dan Total Padatan Tersuspensi pda Pengolahan Air Limbah PT. Bridgestone Sumatera Rubber Estate Dolok Merangir. USU, Medan