

# **JURNAL KIMIA UNAND**

**ISSN No. 2303-3401**

**Volume 10 Nomor 1**

**Maret, 2021**

*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

Emil Salim, M.Sc, M.Si  
Dr. Syukri  
Prof. Dr. Adlis Santoni  
Prof. Dr. Rahmiana Zein  
Prof. Dr. Syukri Arief  
Dr. Mai Efdi

## Alamat Sekretariat

Jurusan Kimia FMIPA Unand  
Kampus Unand Limau Manis, Padang – 25163  
PO. Box 143, Telp./Fax. : (0751) 71 681  
Website Jurnal Kimia Unand: [www.jurnalsain-unand.com](http://www.jurnalsain-unand.com)  
Corresponding E-mail: [salim\\_emil17@yahoo.com](mailto:salim_emil17@yahoo.com)  
[syukri@fmipa.unand.ac.id](mailto:syukri@fmipa.unand.ac.id)

## DAFTAR ISI

JUDUL ARTIKEL	Halaman
1. <b>PENGARUH UREA PADA MEDIUM MODIFIKASI TERHADAP PERTUMBUHAN, KAROTENOID DAN LIPID DARI <i>Spirulina platensis</i></b> Dessy Yunita Sulaiman, Elida Mardiah, Zulkarnain Chaidir	1-6
2. <b>PENENTUAN PENURUNAN KONSENTRASI ION Fe<sup>3+</sup> HASIL DEGRADASI SAMPEL AIR SUNGAI MUARA PADANG DAN NILAI COD, BOD, TSS SECARA FOTOLISIS MENGGUNAKAN KATALIS ZnO/ZEOLIT</b> Senandung Melany, Zilfa, Rahmayeni	7-15
3. <b>KARAKTERISASI KARBON AKTIF AMPAS TEBU (<i>Saccharum officinarum</i> L.) DENGAN AKTIVATOR NaOH SEBAGAI ELEKTRODA SUPERKAPASITOR</b> Ronnie Ichsanul Irsal, Olly Norita Tetra, Hermansyah Aziz	16-24
4. <b>N-DOPED TiO<sub>2</sub> BERPORI DENGAN CTAB SEBAGAI ZAT PEMBENTUK PORI DAN AKTIVITAS FOTOKATALITIKNYA: REVIEW</b> Diana Vanda Wellia, Syukri Arief, Jovanka Rahma Prasetya	25-35
5. <b>EKSTRAK DAUN SERI (<i>Muntingia calabura</i> L.) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA DALAM MEDIUM HCl 1 M</b> Yeni Stiadi, Emriadi, Lombardo	36-43
6. <b>PENGARUH INTENSITAS CAHAYA TERHADAP PERTUMBUHAN DAN PRODUKSI FIKOSIANIN DARI <i>SPIRULINA PLATENSIS</i></b> Armaini, Abdi Dharma, Rima Anggraini Akhnes	44-51

# PENGARUH UREA PADA MEDIUM MODIFIKASI TERHADAP PERTUMBUHAN, KAROTENOID DAN LIPID DARI *Spirulina platensis*

Dessy Yunita Sulaiman\*, Elida Mardiah, Zulkarnain Chaidir

Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas  
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163  
\*Email: [dessy.yunita19@gmail.com](mailto:dessy.yunita19@gmail.com)

**Abstrak:** Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh urea pada medium modifikasi terhadap pertumbuhan mikroalga *Spirulina platensis* serta kandungan karotenoid dan lipid yang dihasilkannya. Mikroalga *Spirulina platensis* dikultur selama 14 hari dengan diberi variasi konsentrasi urea 0,5mM; 1mM; 3mM; 5mM; 7mM; dan 9mM. Mikroalga ditumbuhkan pada medium modifikasi dan ditentukan tingkat pertumbuhannya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis, penentuan biomassa kering secara gravimetri, penentuan karotenoid menggunakan metoda Lichtenthaler, dan penentuan kandungan lipid menggunakan ekstraksi dengan pelarut heksan. Hasil penelitian menunjukkan pada variasi konsentrasi urea yang digunakan pertumbuhan *Spirulina platensis* meningkat dengan bertambahnya konsentrasi urea. Pada konsentrasi urea 9mM didapatkan biomassa kering 0,7102 g/L. Kandungan karotenoid dan lipid tertinggi diperoleh pada penambahan konsentrasi urea 0,5mM. konsentrasi karotenoid yang didapatkan yaitu 1,586 mg/g dan lipid sebanyak 16,3%.

**Kata Kunci :** *Spirulina platensis*, Urea, Karotenoid, Lipid

## 1. Pendahuluan

*Spirulina* merupakan mikroalga yang digolongkan ke dalam cyanobacteria, berwarna hijau-kebiruan, berbentuk spiral, bersel satu dan tidak berkoloni. Biomassa *Spirulina platensis* memiliki kandungan nutrisi diantaranya protein 60-70%, karbohidrat 20-25%, lipid 4-6%, beberapa asam lemak tidak jenuh, beberapa vitamin, mineral, asam amino, karotenoid, klorofil dan fikosianin. *Spirulina* juga sering digunakan sebagai suplemen makanan karena mengandung nutrisi yang baik untuk kesehatan dan manfaat kesehatannya telah diakui oleh beberapa organisasi internasional termasuk WHO, FAO dan UNICEF<sup>1,2</sup>.

Karotenoid sangat diminati di pasar global karena aplikasinya yang luas dalam bidang kesehatan, obat-obatan, zat pewarna makanan, serta kosmetik. Karotenoid sebagai zat aditif pada makanan perlu ditingkatkan karena mempunyai manfaat kesehatan dan dapat menambah daya tarik produk. Zat Aditif makanan sintetis yang umum digunakan sekarang banyak dikurangi pemakaiannya karena diduga dapat bertindak sebagai promotor karsinogenesis dan menyebabkan toksisitas hati dan ginjal. Karena itulah perlu diganti zat aditif makanan

sintetis dengan pigmen alami seperti karotenoid<sup>3</sup>.

Seiring bertambahnya tingkat kesadaran masyarakat untuk kesehatan menyebabkan meningkatnya kebutuhan masyarakat akan pangan fungsional. Pangan fungsional dapat diperoleh dengan ditamapkannya bahan-bahan yang mempunyai fungsi khusus bagi kesehatan seperti protein, karotenoid, asam lemak dan lainnya. Banyak hasil penelitian yang menunjukkan bahwa mikroalga memiliki potensi yang besar sebagai sumber bahan pangan fungsional. Mikroalga memiliki kandungan lipid dan asam lemak yang dapat dijadikan sebagai bahan pangan fungsional. *Spirulina* mengandung Poly Unsaturated fatty Acid (PUFA) sekitar 1,3 hingga 15% dari lemak totalnya. Selain itu juga terkandung Gamma Linoleic Acid (GLA) sekitar 25 hingga 60% dari total lemak, asam oleat (1 hingga 15,5%), asam linoleat (10,8 hingga 30,7%)<sup>2</sup>.

Mikroalga memiliki keunggulan dari penghasil lipid dan pigmen yang lainnya dikarenakan organisme ini menunjukkan efisiensi fotosintesis yang tinggi, dapat tumbuh dalam lahan yang terbatas serta produksi biomassa dan tingkat pertumbuhan yang cepat dan juga tidak berkompetisi dengan kebutuhan pangan. karena itu mikroalga lebih disukai dan lebih berpotensi

digunakan dalam produksi lipid dan pigmen<sup>4</sup>. Mikroalga *Spirulina platensis* memiliki kemampuan untuk menghasilkan banyak kandungan lipid dan pigmen ketika ditumbuhkan dengan kondisi lingkungan tertentu seperti nutrisi, pH, salinitas, suhu, dan lainnya. Kadar nitrogen yang dibatasi pada kultur mikroalga dapat meningkatkan akumulasi lipid serta pigmen. Kandungan nitrogen merupakan faktor penting untuk pertumbuhan mikroalga karena merupakan nutrisi utama yang dapat memaksimalkan produksi lipid serta pigmen<sup>5</sup>.

Medium modifikasi berasal dari medium zarrouk yang sebagian makronutrientnya diganti dengan bahan yang lebih murah yaitu  $K_2HPO_4$  diganti dengan pupuk TSP (*Triple super phosphate*) sebagai sumber fosfat,  $K_2SO_4$  diganti pupuk MOP (*Muriate of Potash*) sebagai sumber kalium, NaCl diganti garam dapur sebagai sumber garam,  $NaHCO_3$  diganti soda kue sebagai sumber karbon, serta  $NaNO_3$  diganti urea sebagai sumber nitrogen sehingga dapat mengurangi biaya pembuatan medium. Pada penelitian ini digunakan urea sebagai sumber nitrogen karena urea merupakan sumber nitrogen yang baik, mudah diserap oleh mikroalga, mudah diperoleh dan harganya lebih murah dari sumber nitrogen lainnya<sup>6</sup>.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah isolat mikroalga *Spirulina platensis* yang telah dibiakkan di Laboratorium Biokimia Universitas Andalas, Medium modifikasi Madkour yang terdiri dari  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  0,2g/L,  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  0,04 g/L,  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  0,01 g/L, EDTA 0,08 g/L,  $H_3BO_3$  2,86 g/L,  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  1,81 g/L,  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$  0,222 g/L,  $Na_2MoO_4$  0,0177 g/L,  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  0,079 g/L, garam dapur 1 g/L, pupuk MOP 0,898 g/L, pupuk TSP 1,25 g/L, dan soda kue 16,8 g/L dan urea. Sedangkan untuk pelarut yang digunakan yaitu metanol, heksan, dan akuades. Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah sonikator, *autoclave* (GEA YX-18LDJ), mikroskop cahaya (Carton), neraca analitik (Kern ABJ220-4M), spektrofotometer UV-Vis (Genesys 20), sentrifus (Health H-C-12), *hotplate* (Corning PC-4200), *shaker* (Edmund Buhler KS 10), botol kultur dan peralatan gelas.

### 2.2. Pengamatan Morfologi Sel Mikroalga *Spirulina platensis*

Pengamatan terhadap sel *Spirulina platensis* dilakukan dengan menggunakan mikroskop cahaya perbesaran 400 X. Uji morfologi dilakukan untuk memastikan bahwa mikroalga yang digunakan adalah mikroalga *Spirulina platensis* yang murni dan tidak terkontaminasi dengan mikroalga lainnya

### 2.3. Kultivasi *Spirulina platensis* dengan Variasi Konsentrasi urea

Pada medium modifikasi, kultivasi *Spirulina platensis* dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi urea 0,5mM; 1mM; 3mM; 5mM; 7mM dan 9mM. Diletakkan di bawah lampu TL 20 watt dan aerasi dilakukan menggunakan selang yang berdiameter 10 mm. Kultivasi dilakukan selama 14 hari.

### 2.4. Pengukuran Pertumbuhan dan Berat Biomassa Kering *Spirulina platensis*

Kepadatan harian *Spirulina platensis* diukur berdasarkan *optical density* (OD) menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 560 nm untuk menghasilkan kurva pertumbuhan. Pengukuran kepadatan ini dilakukan setiap dua hari sekali. Setelah mencapai fase stasioner, diendapkan selama satu hari untuk memisahkan mikroalga dengan medium, lalu dipanen untuk mendapatkan biomassa. Biomassa basah diletakkan ke petridish, dikering anginkan, dan ditimbang biomassa keringnya.

### 2.5. Penentuan Total Karotenoid

Penentuan total karotenoid dilakukan dengan menggunakan metode *Lichtenthaler*. Biomassa kering diambil sebanyak 15 mg, dilarutkan dalam 5 mL metanol. Masing-masing ekstrak diinkubasi selama 30 menit, pada suhu 40°C, kemudian disentrifugasi selama 10 menit pada kecepatan 3500 rpm. Supernatan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 470, 652 dan 665 nm. Kandungan pigmen (klorofil a, klorofil b, dan total karotenoid) dihitung menggunakan rumus *Lichtenthaler*<sup>7</sup>.

$$C_{\text{chlorophyll a}} (\mu\text{g/mL}) = 16,72 A_{665} - 9,16 A_{652}$$

$$C_{\text{chlorophyll b}} (\mu\text{g/mL}) = 34,09 A_{652} - 15,28 A_{665}$$

$$C_{\text{karotenoid}} (\mu\text{g/mL}) = (1000 A_{470} - 1,63 C_{\text{chlorophyll a}} - 104,9 C_{\text{chlorophyll b}}) / 221$$

### 2.6 Penentuan Lipid

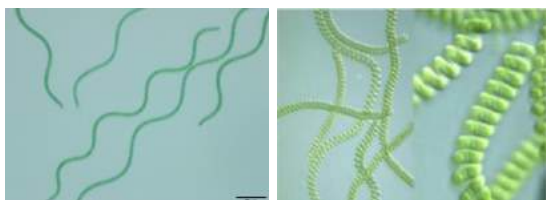
Lipid diekstraksi menggunakan pelarut heksan dengan volume 10 ml untuk 0,1 g biomassa kering. Biomassa yang telah dicampurkan pelarut disonikasi pada 35 Hz selama 10 menit untuk memecahkan dinding sel mikroalga kemudian diletakkan di atas shaker selama 24 jam. Biomassa dan supernatan dipisahkan dengan sentrifus pada kecepatan 3500 rpm selama 10 menit. Setelah 10 menit, biomassa diekstraksi kembali hingga lipid terekstrak semua. Proses ekstraksi diulangi beberapa kali hingga pelarut yang digunakan tidak berubah warna lagi, ini menandakan tidak ada lagi lipid yang terkandung didalam biomassa. Supernatan diambil lalu dipindahkan ke botol vial yang telah ditimbang sebelumnya. Pelarut diuapkan didalam botol vial yang diberi aluminium foil yang dilubangi. Lipid yang diperoleh ditimbang hingga didapat berat konstan. Perhitungan persentase kandungan lipid mikroalga didasarkan pada rumus berikut<sup>8,9</sup> :

$$\% \text{ Lipid} = \frac{\text{Berat Lipid Sampel (gram)}}{\text{Berat Biomassa Sampel (gram)}} \times 100 \%$$

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Morfologi Mikroalga *Spirulina platensis*

Dari hasil pengujian morfologi yang telah dilakukan, dapat dilihat pada Gambar 1a menunjukkan bahwa mikroalga yang digunakan adalah mikroalga murni *Spirulina platensis* yang memiliki kemiripan morfologi dengan literatur Gambar 1 b yang bercirikan berbentuk spiral, pipih, tidak berkoloni serta bewarna hijau.



(a)

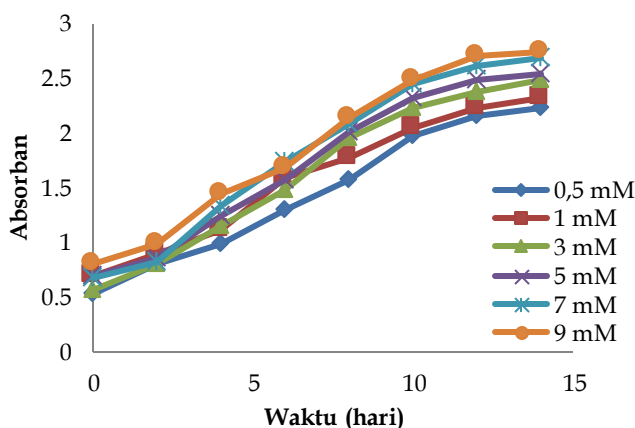
(b)

**Gambar 1.** (a) Morfologi mikroalga *Spirulina platensis* hasil pengamatan perbesaran 400 X (b) Morfologi mikroalga *Spirulina platensis*<sup>10</sup>

### 3.2 Pertumbuhan Mikroalga *Spirulina platensis*

Mikroalga memiliki beberapa fase pertumbuhan. Pada Gambar 2 dapat dilihat

bahwa pada kultur menggunakan medium modifikasi, fase lag tidak terlihat. Hal ini menunjukkan bahwa *Spirulina platensis* yang digunakan mudah beradaptasi dengan medium dan cepat memasuki fase logaritmik. Selanjutnya mikroalga mengalami fase eksponensial, dimana pada fase ini terjadi pertumbuhan sel yang meningkat secara signifikan karena kandungan nutrisi pada medium masih terpenuhi untuk pertumbuhan mikroalga. Pada hari ke-14 mikroalga mulai memasuki awal fase stasioner yang ditandai dengan berkurangnya pertumbuhan mikroalga dibandingkan dengan sebelumnya.



**Gambar 2.** Kurva Pertumbuhan *Spirulina platensis*

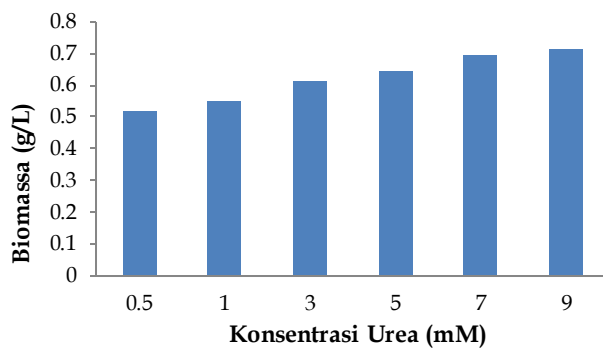
Pertumbuhan tertinggi diperoleh pada variasi urea 9 mM dengan absorbansi 2,802 dan pertumbuhan terendah pada variasi urea 0,5 mM dengan nilai absorbansi 2,275. Dengan bertambahnya kadar urea, pembentukan klorofil semakin banyak sehingga memicu pertumbuhan *Spirulina platensis*. Urea sebagai sumber nitrogen akan menyebabkan pertumbuhan mikroalga sampai batas maksimum. Nitrogen merupakan unsur terpenting untuk membentuk asam amino sebagai komponen pembentuk protein yang sangat diperlukan untuk pertumbuhan. Selain itu, nitrogen juga dibutuhkan untuk membentuk klorofil, asam nukleat dan enzim.

Pada konsentrasi urea yang rendah didapatkan pertumbuhan dengan nilai absorbansi yang rendah, karena nitrogen yang tersedia pada medium tidak mencukupi kebutuhan untuk pertumbuhan mikroalga. Kekurangan nitrogen mengakibatkan kandungan klorofil dan laju fotosintesis menurun sehingga pertumbuhan juga mengalami penurunan.

Dari hasil didapatkan penambahan urea sampai konsentrasi 9mM nilai absorban masih meningkat, hal ini menunjukkan bahwa *Spirulina platensis* masih mengalami pertumbuhan. Menurut Costa dkk(2001) pertumbuhan urea masih terus berlanjut hingga konsentrasi urea 10 mM. Setiap mikroalga mempunyai kebutuhan nutrisi dan ketahanan terhadap urea yang berbeda-beda tergantung kepada kondisi lingkungan dan sumber asalnya<sup>11</sup>.

### 3.3 Berat Biomassa Kering

Penentuan berat biomassa kering dilakukan secara gravimetri. Berat kering yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 3. Bertambahnya konsentrasi urea akan meningkatkan jumlah berat kering. Berat kering tertinggi pada konsentrasi urea 9 mM sebesar 0,7102 g/L medium sedangkan berat kering terendah terdapat pada konsentrasi urea 0,5 mM sebesar 0,517 g/L medium.



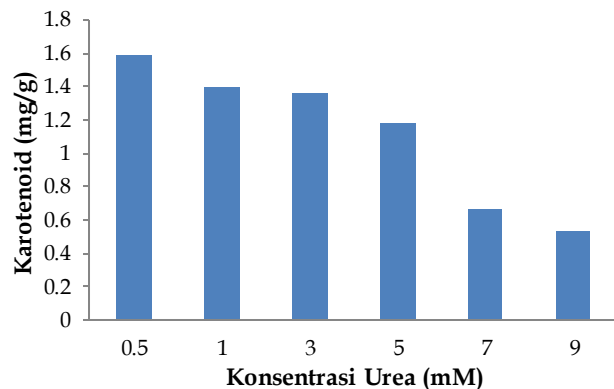
Gambar 3. berat biomassa kering *Spirulina platensis*

Keberadaan unsur nitrogen dalam medium kultur pertumbuhan sangat berpengaruh terhadap produktivitas biomassa. Nitrogen adalah makronutrient utama untuk pertumbuhan mikroalga karena berfungsi dalam pembentukan komposisi struktural sel dan enzim dalam sel mikroalga. Pada hasil penelitian menunjukkan mikroalga dengan kandungan nitrogen yang kecil yaitu urea 0,5 mM masih dapat mengalami pertumbuhan tetapi pertumbuhannya rendah. Hal ini karena mikroalga mampu memanfaatkan cadangan nitrogen pembentuk klorofil yang akan dikonversi ke protein, asam nukleat dan isi sel lainnya<sup>12</sup>.

### 3.4 Kandungan Karotenoid

Kandungan karotenoid tertinggi didapat pada konsentrasi urea 0,5 mM yaitu sebesar 1,586 mg/g. konsentrasi karotenoid meningkat

dengan semakin berkurangnya konsentrasi urea. Pada saat konsentrasi urea rendah maka nitrogen yang tersedia dalam medium tidak mencukupi untuk pertumbuhan sehingga nitrogen pembentuk klorofil dimanfaatkan untuk pertumbuhan sel, akibatnya konsentrasi klorofil menjadi berkurang. Kekurangan nitrogen akan mengakibatkan terjaninya stres oksidatif pada mikroalga sehingga merusak pigmen fotosintesis yang mengakibatkan laju fotosintesis menurun. Oleh karena itu *Spirulina platensis* akan membentuk karotenoid yang banyak untuk membantu peranan klorofil dalam penyerapan energi cahaya pada proses fotosintesis. Pigmen karotenoid dihasilkan untuk melindungi mikroalga dari kerusakan abiotik dan tetap melanjutkan pertumbuhannya. Pada saat konsentrasi urea tinggi, nitrogen dalam medium mencukupi untuk pertumbuhan sel dan pembentukan klorofil. Sehingga *Spirulina platensis* menghasilkan pigmen karotenoid dengan konsentrasi yang rendah<sup>13</sup>. Kandungan karotenoid yang dihasilkan pada *Spirulina platensis* dapat dilihat pada Gambar 4.



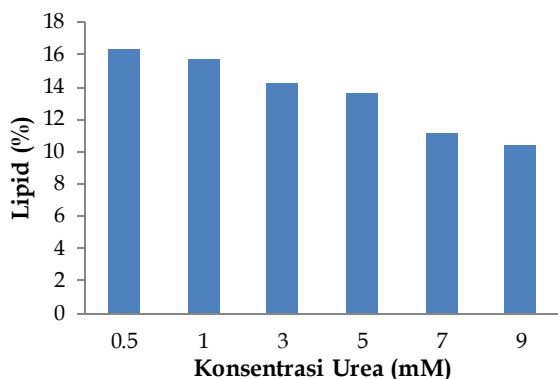
Gambar 4. Kandungan Karotenoid pada *Spirulina platensis*

Pada kondisi kultur mikroalga dengan kandungan nitrogen yang rendah, mikroalga akan menjadikan karbon yang terdapat pada sel dan medium untuk sintesis karotenoidnya, sedangkan kultur yang kaya dengan nitrogen menjadikan karbon sebagai bahan untuk asimilasi nitrogen. Pada kondisi stres lingkungan keterbatasan nutrisi, terjadi peningkatan ekspresi gen likopen  $\beta$ -cyclase (Lcy- $\beta$ ). Adanya faktor pembatasan nutrisi menyebabkan peningkatan level steady state mRNA  $\beta$ -cyclase (Lcy- $\beta$ ) pada mikroalga *Dunaliella salina*<sup>14,15</sup>.



### 3.5 Kandungan Lipid

Kandungan lipid yang terdapat pada mikroalga *Spirulina platensis* menggunakan variasi konsentrasi urea ditunjukkan pada Gambar 5. Kandungan lipid yang diperoleh pada konsentrasi urea 0,5 mM terdapat lebih banyak dibandingkan dengan konsentrasi urea yang lain. Lipid yang didapatkan sebesar 16,3%. Hal ini menandakan bahwa konsentrasi urea mempengaruhi produksi lipid.



**Gambar 5.** kandungan total lipid mikroalga *Spirulina platensis*

Pada kondisi kekurangan nitrogen, mikroalga mengalami stres oksidatif yang dapat menyebabkan kerusakan lipid pada membran tilakoid. Hal ini akan memicu mikroalga untuk menghasilkan lipid lebih banyak. Kadar nitrogen yang dibatasi dapat meningkatkan kandungan intraseluler asam lemak asil-koA dan mengaktifkan enzim diasilgliserol asiltransferase, yang mengubah asam lemak asil-KoA menjadi trigliserida. Ketika pertumbuhan alga terhambat, sel akan mengalihkan dan menyimpan asam lemak untuk diubah menjadi TAG (Trigliserida)<sup>16,17</sup>.

Pada kondisi kekurangan nitrogen, mikroalga akan mensintesis karbon melalui proses glikolisis. Hasil glikolisis akan menghasilkan gliseraldehid-3-fosfat (G3P) yang selanjutnya diubah menjadi piruvat dan asetil-koA. untuk melindungi dari kerusakan membran tilakoid maka enzim asil hidrolase teraktivasi meningkatkan asam lemak asil-koA. Enzim diasilgliserol asiltransferase akan teraktivasi mengubah asetil-koA menjadi lipid sehingga kandungan lipid menjadi meningkat<sup>17</sup>.

### 4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat diambil kesimpulan bahwa bertambahnya konsentrasi urea akan meningkatkan pertumbuhan

mikroalga *Spirulina platensis*. Pada pemberian urea 9 mM didapatkan jumlah biomassa tertinggi yaitu 0,7102 g/L. Sedangkan *Spirulina platensis* yang ditumbuhkan pada medium dengan konsentrasi urea 0,5 mM menghasilkan karotenoid dan lipid paling banyak. Karotenoid yang didapatkan yaitu 1,586 mg/g dan kandungan lipid 16,3% dengan jumlah biomassa 0,5170 g/L.

### 5. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dosen pembimbing, Analis dan Rekan-rekan yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini di Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia Universitas Andalas.

### Referensi

1. Budiardi T.; Utomo NBP.; Santosa A.: Pertumbuhan dan kandungan nutrisi *Spirulina sp.* pada fotoperiode yang berbeda. *Jurnal Akuakultur Indonesia* 2010, 9, 146-156.
2. Christwardana M.; Nur MA.; Hadiyanto.: *Spirulina platensis*: Potensinya sebagai bahan pangan fungsional. *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan*, 2013, 2, 1-4.
3. Hsu, Y.; Chia-Fang, T.; Wen-Huei, C.; Yung-Chyuan, H.; Wen-Kang, C.; Fung-Jou, L.: Protective effects of *Dunaliella salina* a carotenoids rich alga, against carbon tetra chloride induced hepatotoxicity in mice. *Food Chem. Toxicol* 2008, 46, 3311-3317.
4. Gultom, Sarman Oktovianus.: Mikroalga: Sumber Energi Terbarukan Masa Depan. *Jurnal kelautan* 2018, 11(1), 95-103
5. Baky, H.H.; Baroty, G.S.; Mostafa, E.M.: Optimization Growth of *Spirulina (A.rthrospira) Platensis* in Photobioreactor Under Varied Nitrogen Concentration for Maximised Biomass, Carotenoids and Lipid Contents. *Food, Nutrition & Agriculture* 2019, 10
6. Madkour, Fedekar Fadel.: Production and nutritive value of *Spirulina platensis* in reduced cost media. *Egyptian Journal of Aquatic Research* 2012, 38, 51-57.
7. Lichtenthaler, H.K.: Chlorophylls and carotenoids: pigments of photosynthetic biomembranes. *Methods Enzymol* 1987, 148, 350-382



8. Melanie, Susiana.; Diini Fithriani.: Rendemen Minyak dari Mikroalga *Spirulina Sp.* dan *Chlorella Sp.* dengan Teknik Pemecahan Dinding Sel. Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan 2015,1:61-70.
9. Raya, I.; Anshar, A.M.; Mayasari, E.; Dwiyana, Z.; Asdar, M.; *Chorella vulgaris* and *Spirulina Platensis*: Concentration of Protein, Docosahexaenoic Acid *Chorella* (DHA), Eicosapentaenoic Acid (EPA) and Variation Concentration of Maltodextrin via Microencapsulation Method. *International Journal of Applied Chemistry* 2016,12,539-548.
10. Fretes, H.D.: Carotenoids from Macroalgae and Microalgae: Health Potential, Application and Biotechnology: Health Potential, Application and Biotechnology. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan*. 2012,23
11. Costa, J. A. V.; Cozza, K. L.; Oliveira, L.; Magagnin, G.: Different nitrogen sources and growth responses of *Spirulina platensis* in microenvironments. *Journal of Microbiology and Biotechnology*. 2001, 1-5.
12. Li, Y.; Horsman, M.; Wang, B.; Wu, N.; Lan, C. Q.: Effects of nitrogen sources on cell growth and lipid accumulation of green alga *Neochloris oleoabundans*. *Applied Microbiology and Biotechnology* 2008,81(4), 629-636.
13. Ermavitalini, Dini; Dwirejeki, Sumarni; Nurhatika, Sri; Saputro, Triono Bagus.: Pengaruh Kombinasi Cekaman Nitrogen Dan Fotoperiode Terhadap Biomassa, Kandungan Kualitatif Triasilgliserol dan Profil asam Lemak Mikroalga *Nannochloropsis Sp.* *Akta Kimia Indonesia* 2019, 4(1), 32-49.
14. Pisal, D. S.; Lele, S. S.: Carotenoid Production from Microalga, *Dunaliella Salina*. *Indian J. Biotechnol* 2005, 4 (4), 476-483.
15. Ramos, A.; Coesel, S.; Marques, A.; Rodrigues, M.; Baumgartner, A.; Noronha, J.; Varela, J.: Isolation and characterization of a stress-inducible *Dunaliella salina* Lcy-beta gene encoding a functional lycopene beta-cyclase. *Applied Microbiology and Biotechnology* 2008,79(5), 819.
16. Ordog, V.; Stirk, W.; Balint, P.; Staden, J.; Lovasz, C.: Changes in lipid, protein and pigment concentrations in nitrogen-stressed *Chlorella minutissima* cultures. *J. Appl. Phycol* 2012,24, 907-914.
17. Ermavitalini, Dini; Dwirejeki, Sumarni; Nurhatika, Sri; Saputro, Triono Bagus.: Pengaruh Kombinasi Cekaman Nitrogen Dan Fotoperiode Terhadap Biomassa, Kandungan Kualitatif Triasilgliserol dan Profil asam Lemak Mikroalga *Nannochloropsis Sp.* *Akta Kimia Indonesia* 2019, 4(1), 32-49.

# PENENTUAN PENURUNAN KONSENTRASI ION $Fe^{3+}$ HASIL DEGRADASI SAMPEL AIR SUNGAI MUARA PADANG DAN NILAI COD, BOD, TSS SECARA FOTOLISIS MENGGUNAKAN KATALIS $ZnO$ /ZEOLIT

Senandung Melany<sup>1,\*</sup>, Zilfa<sup>1</sup>, Rahmayeni<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

<sup>2</sup>Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

Kampus Limau Manis, Padang, 25163, Indonesia

\*Email: [msenandung29@gmail.com](mailto:msenandung29@gmail.com)

**Abstrak:** Penelitian tentang penentuan penurunan konsentrasi ion  $Fe^{3+}$  hasil degradasi sampel air sungai Muara Padang, nilai COD, BOD, dan TSS menggunakan fotokatalis  $ZnO$ /Zeolit telah dilakukan. Konsentrasi  $Fe^{3+}$  ditentukan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Nilai COD dan BOD di analisis dengan metoda titrasi, dan TSS dengan metoda gravimetri. Hasil yang didapatkan pada pengukuran konsentrasi  $Fe^{3+}$  di dalam limbah air yaitu 2,325 mg/L. Pada saat limbah air di degradasi,  $Fe^{3+}$  terlepas dari senyawa-senyawa lain sehingga terjadi reduksi ion  $Fe^{3+}$ . Konsentrasi  $Fe^{3+}$  berkurang menjadi 1,611 mg/L tanpa katalis selama waktu iradiasi 90 menit. Setelah ditambahkan katalis  $ZnO$ /Zeolit sebanyak 0,6 g dengan disinari lampu UV menjadi 0,133 mg/L dan tanpa disinari lampu UV menjadi 0,777 mg/L dengan waktu iradiasi 90 menit. Penurunan konsentrasi ion  $Fe^{3+}$  setelah ditambahkan katalis  $ZnO$  sebanyak 0,0231 g dan dengan 0,5769 g zeolit adalah 0,770 mg/L dan 1,322 mg/L selama waktu iradiasi 75 menit. Data yang diperoleh sebelum dan sesudah degradasi berturut-turut adalah 37,9 mg/L dan 21,0 mg/L untuk nilai COD, 5,81 mg/L dan 4,18 mg/L untuk nilai BOD, 53 mg/L dan 47 mg/L untuk nilai TSS. Hasil penelitian menunjukkan nilai COD, BOD, dan TSS menurun sesudah di degradasi.

**Kata Kunci :** Degradasi, Reduksi,  $ZnO$ / Zeolit, Fotolisis, Air Muara

## 1. Pendahuluan

Air adalah sumber daya alam yang dibutuhkan manusia. Air tidak hanya untuk dikonsumsi, melainkan dimanfaatkan dalam berbagai aktivitas yang mendukung kegiatan manusia seperti perkebunan, perikanan, teknologi, pelabuhan, dan industri. Air juga sangat penting bagi organisme laut misalnya ikan, udang, kerang, rumput laut, dan lain sebagainya<sup>1</sup>.

Salah satu sungai yang berada di Kota Padang, Sumatera Barat yaitu Sungai Batang Arau. Daerah aliran sungai Batang Arau berhulu dari pegunungan Bukit Barisan dan berujung dimuara Padang. Pada aliran sungai Batang Arau atau air sungai Muara Padang terdapat areal pertanian, perindustrian, rumah sakit, pemukiman, pelabuhan kapal nelayan dan penumpang, juga tempat rekreasi. Banyaknya kegiatan yang dilakukan di sepanjang daerah aliran sungai (DAS) Batang Arau mengakibatkan kualitas air sungai Batang Arau menurun sehingga secara fisik terlihat airnya berwarna kehitaman disertai bau yang tidak sedap di muara sungai yang langsung terhubung dengan air laut, di dekat pelabuhan kapal nelayan<sup>2</sup>. Menurut kualitas air dikarenakan oleh polusi.

Polusi air adalah masuknya komponen atau zat tertentu ke dalam air yang melebihi daya dukung air, yang disebabkan oleh kegiatan manusia. Salah satu zat yang dapat menyebabkan polusi air adalah logam berat. Logam berat dibedakan menjadi dua yaitu logam berat esensial dan nonesensial. Logam berat esensial merupakan logam dalam jumlah tertentu yang sangat dibutuhkan oleh organisme. Dalam jumlah berlebihan, logam tersebut bisa menimbulkan efek toksik. Contohnya adalah Zn, Cu, Fe, Co, Mn, dan lain sebagainya. Logam berat nonesensial merupakan logam yang keberadaannya dalam tubuh masih belum diketahui manfaatnya, bahkan bersifat toksik seperti Hg, Cd, Pb, Cr, dan lain-lain<sup>1</sup>.

Penanggulangan limbah logam berat tersebut dapat dilakukan dengan cara adsorpsi dengan menggunakan adsorben. Adsorben yang efektif dan efisien adalah zeolit, karena telah berhasil dapat menyerap berbagai macam limbah. Zeolit mengandung senyawa alumina, silika, struktur sangkar, dan bersifat asam bronstead. Berdasarkan informasi dari Dinas Pertambangan dan Energi, Sumatera Barat dapat menghasilkan mineral zeolit alam. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan terdapat jenis zeolit klinoptilolit-Ca di

daerah Lubuak Salasiah, Kabupaten Solok<sup>3</sup>. Diharapkan dengan ditemukannya zeolit ini, dapat diproduksi semaksimal mungkin sehingga dipergunakan sebagai bahan penyerap, bahan baku pembuatan semen, dan sebagai support katalis<sup>4</sup>. Meningkatkan kinerja zeolit dengan cara mengaktifkan zeolit itu sendiri. Beberapa penelitian juga telah menunjukkan bahwa zeolit telah berhasil mensupport katalis ZnO dalam degradasi senyawa organik secara fotokatalis dan sonokatalis. Logam yang telah didukung oleh zeolit telah dapat digunakan untuk pengolahan limbah cair<sup>3</sup>.

ZnO merupakan senyawa yang bersifat semikonduktor, inert dan stabil. Senyawa ini sangat baik digunakan untuk katalis terutama dalam teknologi fotodegradasi. Beberapa penelitian sebelumnya telah menggunakan ZnO yang telah disupport zeolit karena efektif dalam mendegradasi zat warna. ZnO/zeolit merupakan sinergi antara degradasi dan adsorpsi dari ZnO dan zeolit, dimana zeolit mempunyai luas permukaan yang besar dan pori yang teratur sehingga dapat digunakan sebagai support katalis ZnO yang dapat meningkatkan hasil degradasi<sup>4</sup>.

Adapun cara yang dapat dilakukan adalah cara degradasi yaitu dengan cara menguraikan kembali zat warna tersebut menjadi senyawa-senyawa sederhana seperti CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Metode degradasi dapat digunakan untuk mengurai senyawa-senyawa menjadi senyawa yang lebih sederhana. Setelah proses degradasi terjadi, senyawa-senyawa anorganik seperti logam berat yang terikat pada senyawa-senyawa organik ataupun senyawa anorganik lainnya akan terputus ikatan dan senyawa anorganik terlepas. Berkurangnya konsentrasi logam berat di dalam limbah air terjadi ketika logam tersebut mengalami reaksi reduksi. Prinsip fotoreduksi adalah reaksi reduksi ion menggunakan bantuan cahaya UV. Dengan bantuan fotolisis dapat meningkatkan kemampuan reduksi<sup>5</sup>. Fotolisis adalah suatu proses transformasi kimia (fotokimia) yang berlangsung dengan bantuan radiasi sinar UV. Selain itu juga dapat digunakan katalis untuk mempercepat reaksi reduksi yang disebut dengan fotokatalis. Dapat disimpulkan bahwa fotoreduksi terkatalisis ini merupakan reaksi reduksi ion menggunakan bantuan cahaya UV dan dipercepat dengan bantuan fotokatalis semikonduktor<sup>6</sup>.

Dalam penelitian ini telah dilakukan degradasi

limbah air Muara Padang yang berpengaruh terhadap reduksi ion Fe<sup>3+</sup>, nilai COD, BOD, dan TSS. Analisis ion Fe<sup>3+</sup> dilakukan dengan metoda spektrofotometri, COD dan BOD dengan metoda titrasi, serta TSS dengan metode gravimetri.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1. Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer (*thermo scientific*), kotak iridiasi yang dilengkapi lampu UV (*Luster BLB 10 W-TB*) dengan  $\lambda = 365$  nm, sentrifus dengan kecepatan 6000 rpm (*thermo scientific*), magnetic stirrer (*thermo scientific*), oven, furnace, X-Ray Diffraction (XRD; Shimadzu XRD 7000), Fourier Transform Infra Red (FTIR; Perkin Elmer), COD reactor (Spectroquant TR 620) dan peralatan gelas seperti petridish, beaker glass, test tube, gelas ukur, pipet tetes, corong, batang pengaduk, dan labu ukur.

### 2.2. Bahan

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini yaitu air sungai Muara Padang, ZnO (merck), Zeolit Clinoptilolite-Ca Lubuak Salasiah, air destilasi, FeCl<sub>3</sub> (merck), CaCl<sub>2</sub> (merck), MgSO<sub>4</sub> (merck), Buffer Fosfat (merck), MnSO<sub>4</sub> (merck), Alkali Azida (merck), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pa (merck), KI (merck), Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (merck), K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (merck), Indikator Amilum (merck), NaCl (merck), AgNO<sub>3</sub> (merck), Hidroksilamin (merck), Buffer pH 4, Fenantrolin (merck), HNO<sub>3</sub> pa (merck), HCl pa (merck), dan kertas saring *whattman* No. 40.

### 2.3. Prosedur penelitian

#### 2.3.1 Sintesis Katalis ZnO/Zeolit

##### 2.3.1.1 Aktivasi Zeolit clinoptilolit-Ca

Zeolit digerus sampai halus kemudian diayak menggunakan ayakan 450 mesh. Sebanyak 200 g zeolit 450 mesh dimasukkan kedalam gelas piala kemudian diaktivasi dengan HCl 0,2 M, lalu distirer selama 30 menit. Kemudian setelah 30 menit diukur pH kemudian dibilas dengan akuades sampai pH netral. Setelah pH netral zeolit disaring dan dipanaskan selama 1 jam dengan suhu 100°C, didapatkan zeolit yang sudah aktif.

##### 2.3.1.2 Penjenuhan Zeolit clinoptilolit-Ca

Zeolit yang telah aktif dijenuhkan dengan penambahan NaCl 0,01 M lalu diaduk selama 1 jam. Kemudian zeolit dipisahkan dari filtratnya dengan proses penyaringan, filtrat dari zeolit diuji dengan AgNO<sub>3</sub> apabila masih terbentuk endapan putih

maka zeolit dicuci dengan air destilasi hingga tidak terbentuk lagi endapan putih.

*2.3.1.3 Preparasi Katalis ZnO/Zeolit clipnotilolit-Ca*  
Zeolit yang telah dijenuhkan dimasukkan ke dalam air destilasi sebanyak 50 g dan diaduk selama 5 jam, kemudian ditambahkan ZnO dengan perbandingan (25:1) gram perlahan-lahan secara bertahap sambil diaduk. Hasil pencampuran dipisahkan dengan penyaringan vakum lalu dikeringkan dengan oven pada temperatur 100°C, kemudian digerus sampai halus lalu diayak menggunakan pengayak 160 mesh. Hasil ayakan dikalsinasi pada temperatur 400°C selama 24 jam.

### *2.3.2 Penentuan Kondisi Optimum Degradasi*

#### *2.3.2.1 Penentuan Pengaruh Waktu Terhadap Penurunan Konsentrasi Fe Tanpa Katalis*

Penentuan pengaruh waktu terhadap penurunan konsentrasi  $Fe^{3+}$  tanpa katalis dilakukan dengan mengambil 50 mL air muara dimasukkan ke dalam 7 petridis, difotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin 2 mL, dan air destilasi 5 mL. Lalu, dipanaskan perlahan hingga 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, fenantrolin 2 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

#### *2.3.2.2 Penentuan Pengaruh Penambahan Jumlah Katalis ZnO/Zeolit*

Penentuan pengaruh penambahan jumlah katalis ZnO/zeolit terhadap penurunan konsentrasi  $Fe^{3+}$  dilakukan dengan mengambil 50 mL air muara dimasukkan ke dalam gelas piala, dimasukkan kedalam 6 petridis. Lalu, ditambahkan katalis ZnO/Zeolit dengan variasi massa yaitu 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,2 gram. Kemudian difotolisis dengan waktu optimum yaitu 90 menit dibawah lampu UV. Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin 2 mL, dan air destilasi 5 mL. Lalu, dipanaskan perlahan hingga 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, fenantrolin 2 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan

menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

#### *2.3.2.3 Penentuan Pengaruh Waktu Setelah Penambahan Katalis ZnO/Zeolit*

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis ZnO/zeolit terhadap penurunan konsentrasi  $Fe^{3+}$  dilakukan dengan mengambil 50 mL air muara dimasukkan ke dalam 7 petridis, difotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin 2 mL, dan air destilasi 5 mL. Lalu, dipanaskan perlahan hingga 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, fenantrolin 2 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

#### *2.3.2.4 Penentuan Pengaruh Waktu Setelah Penambahan Katalis ZnO*

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis ZnO terhadap penurunan konsentrasi  $Fe^{3+}$  dilakukan dengan mengambil 50 mL air muara dimasukkan ke dalam 7 petridis, difotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin 2 mL, dan air destilasi 5 mL. Lalu, dipanaskan perlahan hingga 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, fenantrolin 2 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

#### *2.3.2.5 Penentuan Pengaruh Waktu Setelah Penambahan Katalis Zeolit*

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis zeolit terhadap penurunan konsentrasi  $Fe^{3+}$  dilakukan dengan mengambil 50 mL air muara dimasukkan ke dalam 7 petridis, difotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin 2 mL, dan air destilasi 5 mL. Lalu,



dipanaskan perlahan hingga 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, fenantrolin 2 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya, diukur absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

### 2.3.2.6 Penentuan Penurunan Konsentrasi Fe dengan disinari dan tanpa disinari UV

Penentuan penurunan konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  tanpa disinari dan dengan disinari UV dilakukan dengan mengambil 50 mL air muara dimasukkan ke dalam gelas piala, dimasukkan ke dalam 14 petridish, kemudian ditambahkan ZnO/zeolit sebanyak massa optimum yaitu 0,6 gram. Lalu, 7 petridish disinari dan 7 petridish lainnya tanpa disinari. Selama variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit. Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidrosilamin 2 mL, dan air destilasi 5 mL. Lalu, dipanaskan perlahan hingga 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, fenantrolin 2 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya, diukur absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

### 2.3.3 Penentuan Nilai COD, BOD, dan TSS

#### 2.3.3.1 Analisis Chemical Oxygen Demand (COD)

Senyawa organik dan anorganik, terutama organik, dalam sampel dioksidasi oleh  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  dalam refluks tertutup selama 2 jam menghasilkan  $\text{Cr}^{3+}$ . Kelebihan kalium dikromat yang tidak tereduksi, dititrasi dengan larutan Ferro Ammonium Sulfat (FAS) menggunakan indikator ferroin. Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen ( $\text{O}_2$  mg/L). Analisis COD dilakukan sebelum dan sesudah degradasi (SNI6989.73-2009)

#### 2.3.3.2 Analisis Biochemical Oxygen Demand (BOD)

Sampel ditambahkan kedalam larutan pengencer jenuh oksigen yang telah ditambah larutan nutrisi dan bibit mikroba, kemudian diinkubasi dalam ruang gelap pada suhu  $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  selama 5 hari. Nilai  $\text{BOD}_5$  dihitung berdasarkan selisish konsentrasi oksigen terlarut nol hari dan lima hari. Bahan kontrol standar uji BOD yang digunakan adalah larutan glukosa-asam glutamate. Analisis

BOD dilakukan sebelum dan sesudah degradasi (SNI06-6989.72-2009).

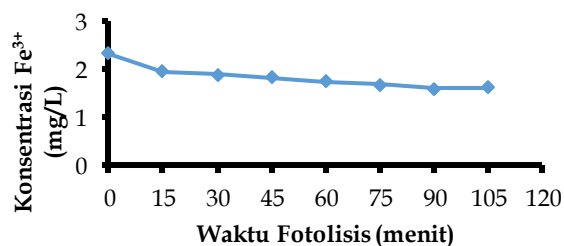
#### 2.3.3.3 Analisis Total Suspended Solid (TSS)

Sampel yang telah homogen disaring dengan kertas saring yang telah ditimbang. Residu yang tertahan pada saringan dikeringkan sampai mencapai berat konstan pada suhu  $103^\circ\text{C}$  sampai dengan  $105^\circ\text{C}$ . Kenaikan berat saringan mewakili padatan tersuspensi total (TSS). Untuk memperoleh estimasi TSS, dihitung perbedaan antara padatan terlarut total dan padatan total. Analisis TSS dilakukan sebelum dan sesudah degradasi (SNI06-6989.3-2004)

## 3. Hasil dan Diskusi

### 3.1 Penentuan pengaruh waktu terhadap penurunan konsentrasi ion $\text{Fe}^{3+}$ tanpa katalis

Air muara sebanyak 20 mL difotolisis dengan beberapa variasi waktu penyinaran yaitu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit di bawah lampu UV 365 nm. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Gambar 3.1.



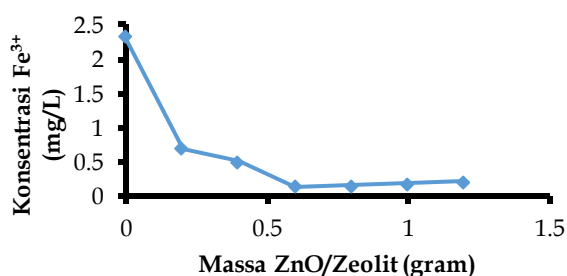
**Gambar 3.1** Kurva pengaruh waktu fotolisis terhadap konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  tanpa katalis

Gambar 3.1 menunjukkan hubungan antara waktu fotolisis dan konsentrasi ion  $\text{Fe}^{3+}$ . Gambar tersebut menunjukkan semakin lama waktu penyinaran penurunan konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  semakin meningkat. Semakin lama waktu yang digunakan untuk penyinaran maka jumlah radikal ( $\bullet\text{OH}$ ) yang terbentuk juga semakin banyak seiring dengan elektron-elektron yang dihasilkan pada saat fotolisis. Ketika elektron tersebut menyerang ion  $\text{Fe}^{3+}$ , bilangan oksidasi Fe berkurang dari +3 menjadi 0 atau terjadinya reaksi reduksi pada  $\text{Fe}^0$ . Pada penelitian ini waktu optimum didapatkan pada waktu 90 menit dengan konsentrasi Fe yaitu 1,611 mg/L, sedangkan untuk waktu yang selanjutnya tidak terjadi perubahan yang signifikan. Hal ini disebabkan radikal hidroksi tidak ada lagi

untuk memutuskan gugus-gugus pada air sungai Muara Padang<sup>8</sup>.

### 3.2 Penentuan pengaruh penambahan jumlah katalis ZnO/zeolit terhadap penurunan konsentrasi ion Fe<sup>3+</sup>

Penentuan pengaruh penambahan katalis ZnO/zeolit dengan membuat variasi massa dari katalis ZnO/zeolit yaitu 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,2 gram yang dimasukkan ke dalam 20 mL air muara. Dilakukan penyinaran selama waktu optimum yaitu 90 menit di bawa lampu UV. Hasil pengukuran konsentrasi ion Fe<sup>3+</sup> setelah penambahan katalis ZnO/Zeolit dapat dilihat pada Gambar 3.2.



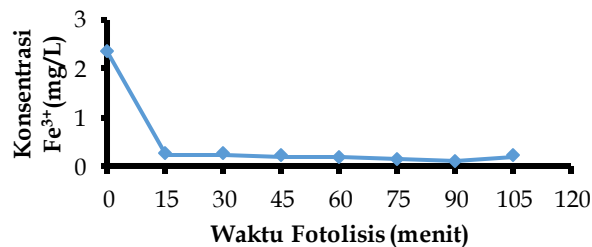
**Gambar 3.2** Kurva pengaruh penambahan katalis ZnO/Zeolit terhadap Konsentrasi Fe<sup>3+</sup>

Gambar 3.2 menunjukkan hubungan antara massa penambahan katalis ZnO/Zeolit dan konsentrasi ion Fe<sup>3+</sup>. Semakin banyak katalis yang ditambahkan semakin tinggi kemampuan reduksi ion Fe<sup>3+</sup>. Penurunan konsentrasi tertinggi pada massa katalis ZnO/zeolit 0,6 gram yaitu sebesar 0,132 mg/L. ZnO/zeolit merupakan katalis hasil kontribusi antara ZnO dengan zeolit, disini memperlihatkan terjadinya proses fotoreduksi yang bersinergi dengan penyerapan. Gambar di atas menunjukkan penambahan jumlah katalis ZnO/zeolit dapat meningkatkan kemampuan fotoreduksi ion Fe<sup>3+</sup> dalam limbah air<sup>9</sup>. Penambahan katalis dengan massa yang lebih besar dari 0,6 gram menyebabkan terjadinya kejenuhan larutan yang membuat larutan keruh yang berdampak pada penurunan konsentrasi larutan yang rendah<sup>8</sup>.

### 3.3 Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis ZnO/Zeolit terhadap penurunan konsentrasi ion Fe<sup>3+</sup>

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis ZnO/Zeolit sebanyak 0,6 gram ke dalam 20 mL air muara dilakukan dengan beberapa variasi waktu yaitu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit. Hasil penurunan konsentrasi Fe<sup>3+</sup> setelah

ditambahkan katalis ZnO/Zeolit dapat dilihat pada Gambar 3.3.

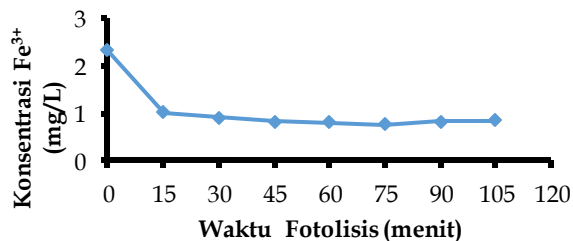


**Gambar 3.3** Kurva pengaruh waktu fotolisis terhadap konsentrasi Fe<sup>3+</sup> setelah penambahan katalis ZnO/Zeolit

Gambar 3.3 menunjukkan hubungan antara waktu fotolisis dan konsentrasi ion Fe<sup>3+</sup> setelah adanya penambahan katalis ZnO/Zeolit. Penurunan konsentrasi Fe<sup>3+</sup> tertinggi pada waktu penyinaran 90 menit yaitu 0,108 mg/L. Pada waktu penyinaran 105 menit kemampuan reduksi Fe<sup>3+</sup> menurun karena terjadinya kejenuhan larutan. Hal ini menandakan bahwa pada waktu 90 menit terjadi proses penyerapan energi foton (hv) yang efektif sehingga banyak elektron pada pita valensi yang tereksitasi pada pita konduksi. Elektron tersebut akan menyerang ion Fe<sup>3+</sup> sehingga terjadilah reaksi reduksi pada Fe<sup>3+</sup> pada air tersebut<sup>10</sup>.

### 3.4 Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis ZnO terhadap penurunan konsentrasi ion Fe<sup>3+</sup>

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis ZnO sebanyak 0,0231 gram ke dalam 20 mL air muara dilakukan dengan beberapa variasi waktu yaitu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit. Hasil reduksi Fe<sup>3+</sup> setelah ditambahkan ZnO dapat dilihat pada Gambar 3.4.

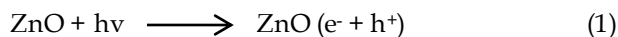


**Gambar 3.4** Kurva pengaruh waktu terhadap konsentrasi Fe<sup>3+</sup> setelah penambahan katalis ZnO

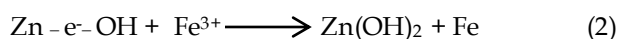
Gambar 3.4 menunjukkan hubungan antara waktu fotolisis dan konsentrasi Fe<sup>3+</sup> setelah adanya



penambahan katalis ZnO. Didapatkan penurunan konsentrasi Fe<sup>3+</sup> yang berbanding lurus dengan lamanya waktu penyinaran. Semakin lama penyinaran semakin besar kemampuan reduksinya. Dapat ditulis dalam persamaan berikut.



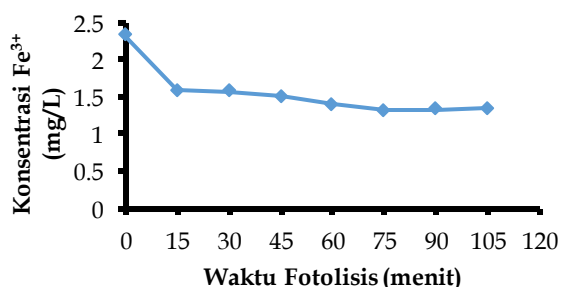
Terjadinya pelepasan elektron yang lebih mudah dibandingkan hanya dengan fotolisis molekul air saja, sehingga elektron untuk mereduksi ion Fe<sup>3+</sup> lebih banyak.



Ketika ion Fe<sup>3+</sup> di adsorpsi ke permukaan ZnO/Zeolit terjadi interaksi elektrostatis antara ion Fe<sup>3+</sup> dengan pasangan elektron bebas pada atom oksigen pada permukaan Zn(OH)<sub>2</sub>. Pada saat Fe<sup>3+</sup> menangkap elektron dari fotolisis air setelah terkena UV, terjadi reaksi reduksi pada ion Fe<sup>3+</sup> di dalam larutan. Kemampuan reduksi tertinggi pada waktu penyinaran 75 menit dengan konsentrasi Fe 0,770 mg/L. Namun, pada waktu penyinaran dinaikkan menjadi 90 menit kemampuan mereduksi Fe<sup>3+</sup> menurun karena terjadinya kejenuhan larutan yang diakibatkan karena elektron-elektron sudah habis bereaksi dengan Fe<sup>3+</sup>. Hal ini menandakan bahwa pada waktu 75 menit terjadi proses penyerapan energi foton (hν) yang efektif, sehingga banyak elektron pada pita valensi yang tereksitasi pada pita konduksi. Elektron tersebut akan menyerang ion Fe<sup>3+</sup> sehingga terjadilah reaksi reduksi pada Fe<sup>3+</sup> pada air tersebut<sup>11</sup>.

### 3.5 Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis zeolit terhadap penurunan konsentrasi ion Fe<sup>3+</sup>

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan zeolit sebanyak 0,5769 gram ke dalam 20 mL air muara dilakukan dengan beberapa variasi waktu yaitu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit. Hasil reduksi Fe<sup>3+</sup> setelah ditambahkan Zeolit dapat dilihat pada Gambar 3.5.

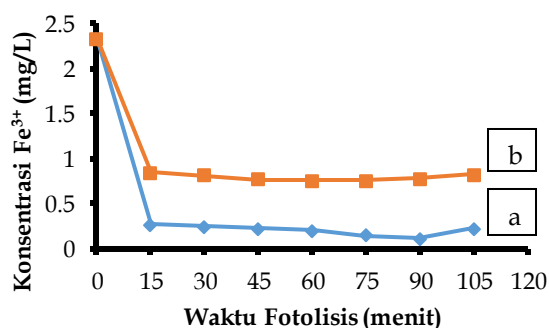


### Gambar 3.5 Kurva pengaruh waktu terhadap konsentrasi Fe<sup>3+</sup> setelah penambahan zeolit

Gambar 3.5 menunjukkan hubungan antara waktu fotolisis dan konsentrasi Fe<sup>3+</sup> setelah adanya penambahan Zeolit. Didapatkan kemampuan reduksi yang berbanding lurus dengan lamanya waktu penyinaran. Semakin lama penyinaran semakin besar kemampuan reduksinya. Pada waktu penyinaran 75 menit, zeolit mampu menurunkan konsentrasi Fe<sup>3+</sup> menjadi 1,322 mg/L. Pada waktu penyinaran 90 menit, kemampuan untuk mereduksi Fe<sup>3+</sup> menurun karena terjadinya kejenuhan larutan yang diakibatkan •OH sudah habis bereaksi dengan Fe<sup>3+</sup>. Hal ini disebabkan karena pada waktu 75 menit terjadi proses penyerapan energi foton (hν) yang efektif, sehingga banyak elektron pada pita valensi yang tereksitasi pada pita konduksi. Elektron tersebut akan menyerang ion Fe<sup>3+</sup> sehingga terjadilah reaksi reduksi pada Fe<sup>3+</sup> pada air tersebut<sup>12</sup>.

### 3.6 Perbandingan Penurunan Konsentrasi Fe<sup>3+</sup> dengan disinari dan tanpa disinari lampu UV

Penentuan pengaruh penyinaran lampu UV terhadap kemampuan reduksi dilakukan dengan menggunakan katalis ZnO/Zeolit sebanyak 0,6 gram dan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit. Sebanyak 7 petridis yang berisi 20 mL air muara diberikan perlakuan yaitu disinari UV, sedangkan 7 petridis lainnya tanpa diberi sinar UV. Hasil perbandingan persentase reduksinya dapat dilihat pada Gambar 3.6.

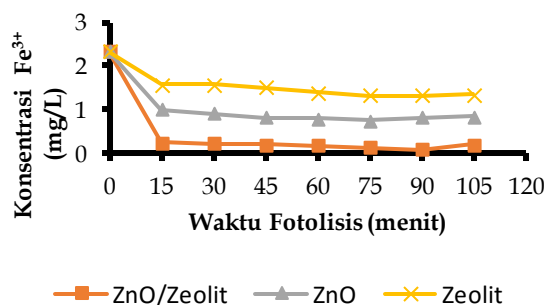


### Gambar 3.6 Kurva perbandingan penurunan konsentrasi Fe<sup>3+</sup> dengan disinari UV (a) dan tanpa disinari UV (b)

Gambar 3.6 memperlihatkan perbandingan kemampuan reduksi antara disinari UV dengan tanpa disinari UV. Pada kurva didapatkan penurunan konsentrasi Fe ketika disinari UV lebih besar dibandingkan dengan tanpa disinari UV. Ini

dikarenakan pada saat dilakukan fotoreduksi pada air sungai tersebut dengan UV, elektron yang dihasilkan dari fotolisis dapat memperbanyak  $\text{Fe}^{3+}$  yang tereduksi dibandingkan dengan reduksi tanpa bantuan sinar UV. Waktu optimum untuk yang disinari UV yaitu 90 menit dengan konsentrasi Fe 0,108 mg/L, sedangkan tanpa disinari UV waktu optimumnya pada 60 menit dengan konsentrasi Fe 0,748 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa adanya pengaruh pemberian sinar UV terhadap kemampuan reduksi karena katalis ZnO/zeolit memiliki aktivitas fotokatalitik dengan efisiensi tinggi di bawah iradiasi sinar UV<sup>13</sup>.

### 3.7 Perbandingan Penurunan Konsentrasi $\text{Fe}^{3+}$ setelah penambahan Katalis ZnO/zeolit, ZnO, dan Zeolit



**Gambar 3.7** Kurva perbandingan penurunan konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  setelah penambahan zeolit, ZnO, dan ZnO/zeolit

Gambar 3.7 memperlihatkan perbandingan kemampuan reduksi dengan beberapa variasi waktu terhadap konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  setelah penambahan katalis ZnO/Zeolit, ZnO, dan Zeolit.

Kemampuan reduksi meningkat seiring dengan meningkatkan waktu penyinaran. Penurunan konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  tertinggi pada penambahan katalis ZnO/Zeolit sebanyak 0,6 gram dengan waktu penyinaran 90 menit. ZnO didoping ke zeolit klinoptilolit, secara signifikan meningkatkan efisiensinya dalam degradasi limbah air. Luas permukaan nanopartikel yang lebih tinggi menyebabkan peningkatan fotoreaktivitas ZnO/Zeolit yang signifikan dibandingkan ZnO, dan Zeolit. Di sisi lain, zeolit mencegah agregat ZnO yang secara signifikan meningkatkan fotoreaktivitasnya. Dari hasil yang diperoleh reduksi ion  $\text{Fe}^{3+}$  pada waktu optimum dengan penambahan zeolit, ZnO, dan ZnO/zeolit secara berturut-turut yaitu 1,322 mg/L, 0,770 mg/L, dan 0,108 mg/L. Dari hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa zeolit mampu digunakan sebagai pendukung ZnO untuk mendegradasi limbah air yang berpengaruh terhadap reduksi ion  $\text{Fe}^{3+}$  yang terikat pada senyawa-senyawa organik dalam limbah air muara.

### 3.8 Analisis COD, BOD, dan TSS air sungai Muara Padang

Analisis COD, BOD, dan TSS pada air sungai Muara Padang sebelum dan sesudah degradasi dilakukan untuk mengetahui kemampuan katalis ZnO/Zeolit dalam mengurangi pencemaran limbah terhadap lingkungan, yang sesuai dengan baku mutu lampiran peraturan pemerintah nomor 82 tahun 2001. Nilai COD, BOD, dan TSS limbah air muara sebelum dan sesudah degradasi dapat diamati pada Tabel 3.8.

**Tabel 3.8** Analisis COD, BOD, dan TSS limbah air muara sebelum dan sesudah degradasi

No	Parameter	Acuan Metoda	Satuan	Baku Mutu Lampiran Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001	Hasil	
I	FISIKA				Sebelum	Sesudah
1	TSS	SNI 06.6989.3:2004	mg/L	50	53	47
2	TDS	SNI 6989.27:2019	mg/L	50	58,83	46,27
3	Suhu*	SNI 06.6989.23:2005	°C	Deviasi 3	28,0	26,5
4	DHL*	SNI 6989.1:2019	µS/cm	-	147	158
II	KIMIA					
1	pH*	SNI 6989.11:2019	-	6-9	7,30	7,18
2	COD	SNI 6989.73:2009	mg/L	25	37,9	21,0
3	BOD	SNI 06.6989.72:2009	mg/L	3	5,81	4,18
4	DO*	SNI 06.6989.14:2004	mg/L	4	5,96	4,23

Tabel 3.8 menunjukkan pengaruh degradasi terhadap nilai COD, BOD, dan TSS. Sebelum di degradasi dengan katalis ZnO/Zeolit, nilai COD, BOD, dan TSS dari air muara tinggi dan melampaui baku mutu. Setelah di degradasi nilai COD, BOD, dan TSS mengalami penurunan dan sudah memenuhi baku mutu, tetapi untuk parameter BOD belum memenuhi standar baku mutu dikarenakan nilai BOD limbah air muara sesudah degradasi yaitu 4,18 mg/L dibandingkan dengan baku mutu yaitu 3 mg/L. Degradasi menggunakan katalis ZnO/Zeolit sebanyak 0,6 gram pada waktu 90 menit sudah mampu menurunkan nilai BOD dari nilai sebelum degradasi walaupun belum memenuhi baku mutu. Nilai BOD mengalami penurunan dikarenakan nilai DO mengalami kenaikan sehingga jumlah oksigen didalam limbah semakin tinggi. Dimana semakin tinggi nilai oksigen maka semakin bagus kualitas air limbah tersebut. Sedangkan untuk nilai COD dan TSS sesudah degradasi berada di bawah baku mutu<sup>14-16</sup>. Dapat disimpulkan bahwa semakin rendah nilai COD dan TSS maka kualitas air semakin baik.

#### Referensi

1. Yuni, Dian Pratiwi. 2020. *Dampak Pencemaran Logam Berat (Timbal, Tembaga, Merkuri, Kadmium, Krom) Terhadap Organisme Perairan dan Kesehatan Manusia*. Jurnal Akuatek. Vol. 1, No. 1 : 59-65.
2. Badan Pengendalian Dampak Lingkungan Daerah (Bapedalda) Kota Padang, 28

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa Zeolit alam dapat digunakan sebagai support katalis ZnO. Penurunan konsentrasi ion Fe<sup>3+</sup> di dalam air sungai Muara Padang dengan prinsip fotoreduksi. Hasil reduksi ion Fe<sup>3+</sup> tanpa katalis adalah 1,611 mg/L dengan waktu iradiasi 90 menit. Dengan menggunakan 0,6 gram ZnO/zeolit dengan disinari lampu UV didapatkan konsentrasi Fe sebesar 0,108 mg/L dengan waktu iradiasi 90 menit dan tanpa disinari lampu UV konsentrasi Fe yang didapatkan adalah 0,748 mg/L selama 75 menit. Sedangkan dengan menggunakan 0,0231 gram ZnO didapatkan konsentrasi Fe 0,770 mg/L dan menggunakan zeolit sebanyak 0,5769 gram didapatkan konsentrasi Fe 1,322 mg/L dengan waktu iradiasi 75 menit. Nilai COD, BOD, dan TSS dari air sungai Muara Padang mengalami penurunan setelah degradasi yang menandakan bahwa metoda degradasi dapat digunakan untuk menanggulangi air sungai Muara Padang.

- Desember 2004. Sumatera Barat.
3. Zilfa, Rahmayeni, Upita, S, Novesar Jamarun, Muhammad Lucky Fajri. 2017. *Utilization Natural Zeolyte from West Sumatera for TiO<sub>2</sub> Support in Degradation of Congo Red and A Waste Simulation by Photolysis*. Der Pharmacia Lettre. 9 (5): 1-10.
4. Zilfa, H.S.Safni, N. J. J. R. K. 2009. *Degradasi*

- Senyawa Permetrin Dengan Menggunakan TiO<sub>2</sub>-Anatase dan Zeolit Alam Secara Sonolisis*. 2, 194-199.
5. Kundari, N.A., Prihatiningsih, M.C., Susanto, A. 2013. Adsorpsi Fe dan Mn dalam Limbah Cair dengan Zeolit Alam. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. 9 (4): 166-172.
  6. Supriyantini, E; Endrawati, H. 2015. Kandungan Logam Berat Besi (Fe) Pada Air, Sedimen, Dan Kerang Hijau (*Perna Viridis*) di
  9. Zilfa, Safni, dan Febi Rahm. 2015. Degradasi Tartrazin Menggunakan Katalis ZnO/Zeolit secara Fotolisis. *Prosiding SEMIRATA*. Hal. 239-247.
  11. Mujiyanti, dkk. 2016. Sintesis Dan Karakterisasi Silika Gel Dari Abu Sekam Padi Yang Diimobilisasi Dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. 4, 150-167.
  12. Kroschwitz, J. I. 1990. *Polymers: fibers and textiles, a Compendium*; Wiley New York. *Polymer Science & Technology General*. Vol. 7: 867.
  13. Chen, J.; Wen, X.; Shi, X.; Pan, R. J. Synthesis of zinc oxide/activated carbon nano-composites and photodegradation of rhodamine B. *Environmental Engineering Science*. 2012, 29, 392-398.
  - Perairan Tanjung Emas Semarang. *Jurnal Kelautan Tropis*, 18(1): 38-45.
  7. Khaira Kuntum. 2013. Penentuan Kadar Besi (Fe) Air Sumur dan Air PDAM dengan Metode Spektrofotometri. *Jurnal Saintek*. Vol. V No.1: 17-23.
  8. Zilfa, Yulizar Yusuf, Safni, Ayu Permata Deli. 2013. *Degradasi Pestisida (Permetri) dengan Metode Ozonolisis Menggunakan ZnO/Zeolit sebagai Katalis*.
  10. Hamdila, J. 2012. Pengaruh Variasi Massa Terhadap Karakteristik Fungsionalitas dan Termal Komposit MgO-SiO<sub>2</sub> Berbasis Silika Sekam Padi Sebagai Katalis. *Skripsi*.
  14. SNI 6989.73-2009. Cara Uji Kebutuhan Oksigen Kimia (Chemical Oxygen Demand/ COD). Badan Standardisasi Nasional. ICS.13.060.50.
  15. SNI 6989.72:2009. Cara Uji Kebutuhan Oksigen Biokimia (Biochemical Oxygen Demand/ BOD). Badan Standardisasi Nasional. ICS.13.060.50.
  16. SNI 06-6989.3-2004. Cara uji padatan tersuspensi total (Total Suspended Solid, TSS) secara gravimetric. Badan Standardisasi Nasional. ICS 13.060.50.

# KARAKTERISASI KARBON AKTIF AMPAS TEBU (*Saccharum officinarum L.*) DENGAN AKTIVATOR NaOH SEBAGAI ELEKTRODA SUPERKAPASITOR

Ronnie Ichsanul Irsal\*, Olly Norita Tetra, Hermansyah Aziz

Laboratorium Kimia Fisika, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

\*Email: [ronnieirsal88@gmail.com](mailto:ronnieirsal88@gmail.com)

**Abstrak** : Karbon aktif dari ampas tebu dengan aktivator NaOH sebagai elektroda superkapasitor yang ramah lingkungan telah dikarakterisasi dan dipelajari sifat listriknya. Karbon aktif dibuat melalui proses karbonisasi pada 400°C selama 2 jam dan diaktivasi dengan NaOH pada perbandingan massa NaOH dengan karbon adalah 3 : 1. Hasil karakterisasi *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) didapatkan persen massa C sebesar 73,57 %, sedangkan dari hasil SAA berdasarkan metode BET luas permukaan karbon aktif adalah 17,0376 m<sup>2</sup>/g, dari metode BJH didapatkan volume pori dan ukuran pori karbon aktif sebesar 0,055209 cm<sup>3</sup>/g dan 12,96167 nm dengan struktur mesopori. Superkapasitor dirakit seperti *sandwich* dan dipisahkan menggunakan separator Polivinil Alkohol (PVA) yang mengandung larutan elektrolit H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Sifat-sifat listrik dari elektroda berbahan karbon aktif ampas tebu pada kondisi massa karbon aktif 0,9019 gram, luas elektroda 3 × 9 cm<sup>2</sup>, frekuensi 100 Hz, konsentrasi elektrolit H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 0,3 N pada waktu pengisian 30 menit memberikan nilai kapasitansi sebesar 19,23 Mf dan nilai konduktivitas 15,9442 × 10<sup>-6</sup> Ω<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>.

**Kata kunci** : aktivator NaOH, kapasitansi, karbon aktif ampas tebu, superkapasitor

## 1. Pendahuluan

Beberapa tahun terakhir telah diteliti secara mendalam mengenai perangkat penyimpanan energi seperti : baterai ion lithium[1], kapasitor[2], baterai lithium sulfur[3]. Namun dari beberapa pilihan tersebut superkapasitor bisa dijadikan sebagai perangkat yang lebih unggul dibandingkan yang lainnya dikarenakan superkapasitor memiliki kinerja dengan siklus yang panjang sehingga dapat digunakan dalam jangka waktu yang lama[4]. Berbeda dengan baterai, yang umumnya memiliki kinerja dan ketahanan yang kurang lama. Baterai juga mengandung dan menghasilkan limbah yang kurang ramah terhadap lingkungan. Oleh karena itu, perangkat penyimpanan energi baterai tidak bisa dijadikan sebagai perangkat penyimpanan energi yang lebih unggul.

Superkapasitor yang biasa disebut dengan EDLCs (*Electrochemical Double-Layer Capacitors*) dapat memberikan rapat daya dengan proses pengisian dan pengosongan muatan yang cepat dengan tingkat kestabilan yang tinggi, sehingga dapat digunakan dalam waktu yang lama[5]. Komponen utama dari superkapasitor adalah permukaan elektroda yang luas, elektrolit yang memberikan muatan ion, dan separator sebagai pemisah antara permukaan elektroda yang meningkatkan nilai kapasitansi[6].

Superkapasitor adalah salah satu perangkat penyimpan energi yang ramah lingkungan dengan memanfaatkan karbon aktif sebagai elektrodanya. Selain itu karbon aktif yang

dijadikan elektroda superkapasitor memiliki kelebihan lainnya seperti bahan dasar yang mudah didapat dari berbagai jenis bahan alam, mudah dalam mensintesa, bisa diperoleh dalam bentuk bubuk, fiber/serat, dan komposit, luas permukaan yang besar dan porinya yang bisa diatur. Elektroda karbon mudah terpolarisasi, stabil dalam larutan yang berbeda (asam, basa dan aprotik) dan stabil dalam rentang temperatur tertentu, serta dari segi ekonomis bahan dasar karbon aktif juga terbilang murah[5].

Beberapa tahun silam elektroda superkapasitor berbahan dasar karbon telah memanfaatkan limbah biomassa untuk menghasilkan karbon aktif. Seperti bio polimer rumput laut[7], limbah biji kopi[8], kayu bakar[9], biji jagung[10], serat pisang[11] dan ampas tebu[12]. Namun sampai saat ini belum ada penelitian menggunakan ampas tebu sebagai bahan karbon aktif dengan aktivator NaOH sebagai elektroda superkapasitor. Hal ini dikarenakan ampas tebu atau *bagasse* memiliki kandungan karbon yang sangat tinggi, yang berasal dari kandungan hemiselulosa, selulosa dan lignin[13]. Hal tersebut mampu mengindikasikan bahwa ampas tebu berpotensi untuk dijadikan sebagai bahan dasar pembuatan karbon aktif. Selain itu yang menjadi motivasi untuk memproduksi bahan yang bernilai tambah dari limbah tebu yaitu dengan mengolah limbah tebu menjadi alternatif untuk penyimpanan energi tambahan yang berkapasitas besar.



Di Indonesia produksi tanaman tebu yang sangat luas, hampir di seluruh daerah memproduksi tanaman tebu. Salah satunya berada di Kecamatan Matur Kabupaten Agam, Sumatera barat yang memiliki luas lahan tebu lebih kurang 700 Hektar[14]. Sampai saat ini limbah tebu belum dimanfaatkan secara optimal sehingga membawa masalah bagi industri gula dan lingkungan sekitar karena dianggap sebagai limbah[15]. Pemanfaatan ampas tebu sebagian besar digunakan sebagai bahan bakar pada boiler pabrik gula, media tanaman, bahan tambahan pupuk dan sisanya dibuang tanpa mengalami pengolahan sehingga menyebabkan pencemaran lingkungan, serta berkurang nilai estetikanya. Dari paparan tersebut diperlukan solusi agar ampas tebu dapat dimanfaatkan menjadi sesuatu yang lebih ramah lingkungan dan memiliki daya ekonomis yang tinggi, salah satunya menjadi karbon aktif[16].

Sejauh ini karbon aktif dari limbah tebu banyak dimanfaatkan sebagai adsorben oleh peneliti. Hal ini terjadi karena kandungan karbon yang melimpah dari limbah tebu dan memiliki struktur pori yang bagus sehingga dapat dimanfaatkan untuk menyerap zat padat seperti yang dilakukan oleh Yafei Guo, (2020)[17]. Karbon aktif ampas tebu sebagai elektroda superkapasitor juga sudah ada dilakukan sebelumnya, namun aktivator yang digunakan yaitu  $ZnCl_2$ [18]. Oleh sebab itu pada penelitian ini dilakukan pembuatan rangkaian penyimpanan elektroda superkapasitor berbahan dasar limbah tebu menggunakan NaOH sebagai aktivator dengan tujuan untuk mendapatkan karbon aktif yang memiliki luas permukaan yang tinggi dan volume pori yang besar sehingga mampu meningkatkan nilai kapasitansi dari rangkaian elektroda penyimpan energi superkapasitor.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu *stirrer* (IKA'C-MAGHS4), *furnace* (Nabertherm), oven (Nabertherm), plat tembaga, kaca, kabel buaya, neraca analitis (Mettler PM4000), penjepit kertas (Joyko), jangka sorong digital (Krisbow 06000780678) dan peralatan gelas laboratorium lainnya. Peralatan instrumen yang digunakan adalah *charger* (*charger handphone* Nokia 5 V), LCR-Meter (SANWA LCR700), Multimeter (SANWA CD800a), SEM-EDX (Jeol JSM-6510LA), SAA (*Surface Area Analyzer*) (Autosorb-1) dan FTIR (Shimadzu8400).

### 2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah ampas tebu, Natrium Hidroksida (NaOH)

(Merck), asam klorida (HCl) (Merck), asam pospat ( $H_3PO_4$ ) (Merck), Polivinil Alkohol (PVA), plat tembaga, lem kertas (*glue stick*), aluminium foil, amplas dan akuades.

### 2.3 Prosedur Penelitian

#### 2.3.1 Preparasi Karbon Aktif Ampas Tebu

Ampas tebu dicuci dan dibersihkan dari pengotor, kemudian dikeringkan pada suhu ruang. Setelah itu dipanaskan dalam oven dengan suhu  $105^\circ C$  selama kurang lebih 4 jam (sampai massa konstan). Ampas tebu yang telah kering, dihaluskan dengan grinder, kemudian dikarbonisasi dengan suhu  $300^\circ C$  selama 3 jam. Setelah proses karbonisasi selesai, karbon ampas tebu didinginkan kemudian dihaluskan dengan lumping alu dan diayak menggunakan ayakan berukuran  $45 \mu m$ . Selanjutnya karbon disiapkan untuk proses aktivasi. Proses aktivasi dilakukan dengan menambahkan butiran NaOH yang digunakan sebagai zat pengaktivasi, dengan perbandingan massa karbon dan NaOH yaitu 1 : 3. Karbon dicampurkan dengan butiran NaOH kemudian diaduk sampai karbon terendam oleh NaOH dan dikeringkan dengan oven. Campuran karbon dan NaOH didinginkan, lalu dikarbonisasi pada suhu  $400^\circ C$  selama 2 jam. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan menambahkan HCl 1 M dan pencucian dengan akuades sampai pH 7 serta disaring dengan kertas saring. Karbon aktif yang dihasilkan, dipanaskan pada suhu  $\pm 105^\circ C$  dan siap untuk dijadikan sebagai bahan elektroda superkapasitor.

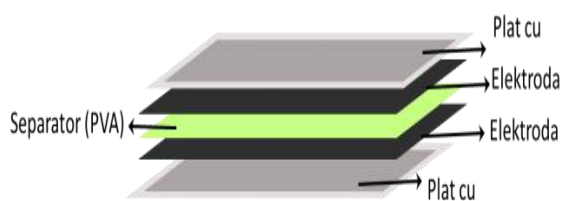
#### 2.3.2 Karakterisasi Karbon Aktif Ampas Tebu

Karbon aktif ampas tebu dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *Surface Area Analyzer* (SAA) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

#### 2.3.3 Pembuatan Plat Elektroda Superkapasitor

Plat tembaga dipotong dengan ukuran  $3 \times 3 \text{ cm}^2$ ,  $3 \times 5 \text{ cm}^2$ ,  $3 \times 7 \text{ cm}^2$  dan  $3 \times 9 \text{ cm}^2$  (sebanyak 2 buah untuk masing-masing ukuran), lalu dibersihkan dengan amplas dan dicuci agar tidak ada pengotor yang menempel. Setelah itu karbon aktif dengan berat tertentu ditempelkan pada tembaga menggunakan lem kertas dan dikeringkan pada suhu ruang. Rangkaian superkapasitor dengan plat elektroda disusun seperti Gambar 1.





**Gambar 1.** Rangkaian Supercapacitor Metoda Plat

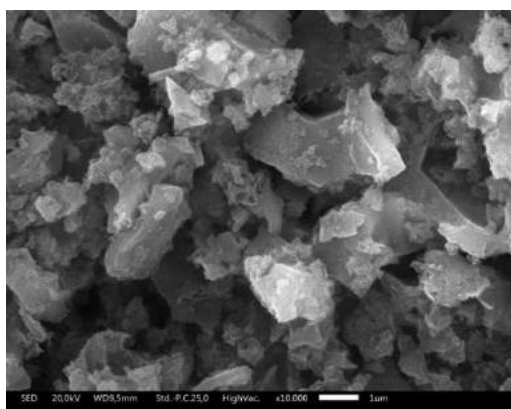
### 2.3.4 Pengukuran Sifat-sifat Listrik dari Rangkaian Supercapacitor

Pengukuran sifat listrik dilakukan dengan menggunakan LCR-Meter untuk mengetahui nilai kapasitansi (C), induktansi (L), resistansi (R) dari rangkaian superkapasitor.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Karakterisasi Karbon Aktif Ampas Tebu

#### 3.1.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)



**Gambar 2.** Hasil karakterisasi SEM Karbon aktif ampas tebu dengan perbesaran 1000 kali pada suhu karbonisasi 400°C selama 2 jam ukuran 45  $\mu\text{m}$ .

Dari Gambar 2. dapat dilihat karbon aktif ampas tebu memiliki pori-pori yang masih sedikit, hal ini dikarenakan karbon aktif belum terdekomposisi sempurna, sehingga bahan dasar pembuat karbon terikat satu sama lain yang menyebabkan morfologi karbon membentuk rongga pori yang sedikit dan dapat dilihat bahwa struktur pori yang dihasilkan terlihat tidak homogen. Struktur pori tersebut memiliki fungsi untuk menyimpan muatan, jika kemampuan karbon aktif dalam menyimpan muatan semakin besar, maka nilai kapasitansi yang akan dihasilkan juga semakin besar.

#### 3.1.2 Energi Dispersive X-Ray (EDX)

Hasil analisis menggunakan EDX pada Tabel 1 menunjukkan bahwa dari unsur-unsur yang terkandung dalam karbon aktif ampas tebu

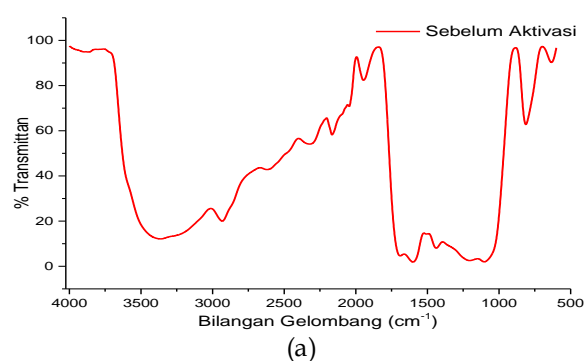
didominasi oleh unsur karbon. Hal ini terjadi karena ampas tebu mengandung lignin yang memiliki kandungan karbon dengan kadar yang sangat tinggi[19]. Unsur silikon yang terkandung kemungkinan berasal dari mineral yang terdapat dalam ampas tebu, karena bahan dasar karbon berasal dari bahan alam. Sedangkan kandungan lain seperti oksigen, natrium dan aluminium berasal dari bahan-bahan yang masih tersisa, karena proses aktivasi maupun proses karbonasi yang kurang sempurna.

Pada penelitian ini kadar karbon yang terkandung dalam karbon aktif ampas tebu yang dikarbonasi pada suhu 400°C selama 2 jam sebesar 73,57 %. Berdasarkan analisis ultimate standar mutu arang aktif Standar Nasional Indonesia (SNI) 06-3730-1995 khususnya karbon (C) yaitu 65%, sehingga karbon yang berbahan dasar ampas tebu ini memenuhi syarat untuk dijadikan sebagai bahan pembuatan karbon aktif. Karena semakin banyak unsur karbon yang terkandung di dalam karbon aktif, maka semakin banyak pula muatan yang akan tersimpan[20].

**Tabel 1.** Komposisi unsur yang terkandung didalam karbon aktif ampas tebu

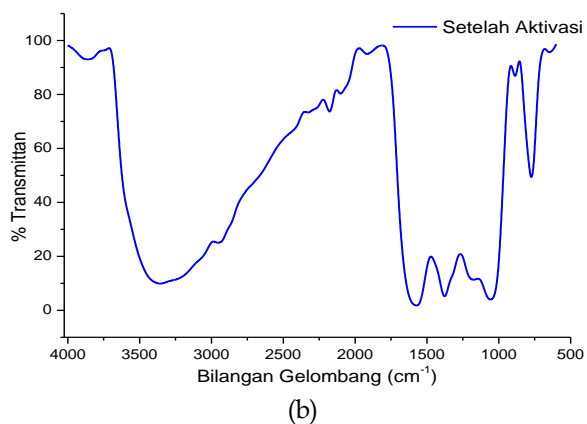
Unsur	(%) Massa
C	73,57
O	22,44
Na	2,53
Al	0,24
Si	1,22

#### 3.1.3. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)



Spektrum FTIR pada karbon ampas tebu menunjukkan adanya gugus fungsi stretching ikatan H pada -OH hidroksil yang berada pada bilangan gelombang 3363,01  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan pada bilangan gelombang 2932,87  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan daerah pita serapan stretching gugus fungsi C-H, pada bilangan gelombang 1601,10  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan daerah pita serapan gugus fungsi C=C cincin aromatik dan

pada bilangan gelombang 1021,78  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan daerah pita serapan bending C-H

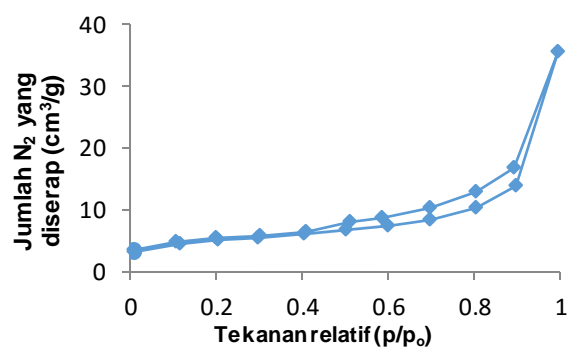


**Gambar 3.** Spektrum FTIR dari (a) karbon ampas tebu sebelum diaktivasi dan (b) karbon aktif ampas tebu setelah diaktivasi pada suhu 400°C 2 jam

Spektrum FTIR karbon aktif ampas tebu pada suhu karbonasi 400°C 2 jam pada angka gelombang 3356,52  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan daerah pita serapan stretching ikatan H pada -OH hidroksil. Di angka gelombang 1575,05  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan daerah pita serapan cincin aromatik C=C. Angka gelombang 1377,43  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan daerah pita serapan bending (tekukan) C-H. Sedangkan pada angka gelombang 1175,79  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan pita serapan vibrasi atau getaran gugus fungsi C-H. Serta yang terakhir dapat dilihat pada angka gelombang 1056,87  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan daerah pita serapan vibrasi pada cincin sikloheksana[21]

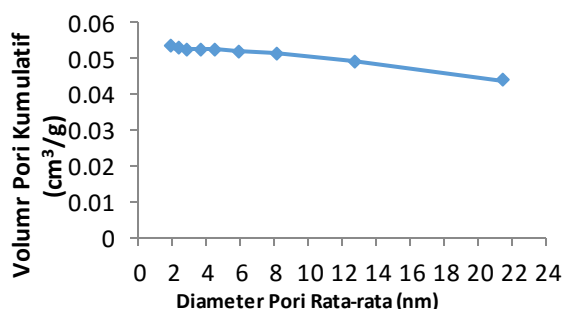
Adanya gugus fungsi pada karbon aktif ampas tebu memiliki peran dalam pembentukan lapis rangkap listrik pada permukaan elektroda. Dari spektrum angka gelombang yang ditunjukkan perbedaan spektrum pada angka gelombang yang dihasilkan disebabkan karena adanya pengaruh perlakuan aktivasi, dimana saat proses aktivasi dan karbonisasi terjadi perbesaran pori yaitu dengan cara memecahkan ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul-molekul permukaan sehingga karbon mengalami perubahan sifat, baik fisika maupun kimia, yaitu luas permukaannya bertambah besar dan berpengaruh terhadap daya adsorpsinya.

### 3.1.4 Surface Area Analyzer (SAA)



**Gambar 4.** Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> karbon aktif ampas tebu

Berdasarkan hasil BET yang didapatkan dari isotherm adsorpsi-desorpsi nitrogen adalah sebesar 17,0376  $\text{m}^2/\text{g}$ . Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa tipe kurva yang dihasilkan dari isotherm adsorpsi-desorpsi yang didapatkan berupa tipe IV yang menandakan karakteristik untuk karbon aktif yang mengandung sebagian besar mesopori[22]. Ukuran mesopori ini dapat dilihat dari kurva yang menunjukkan loop histeresis pada tekanan relatif menengah ( $0,4 < p/p_0 < 1$ ). Selain mesopori, kurva ini juga menunjukkan adanya struktur pori yang lebih kecil yaitu mikropori, hal ini dilihat dari adanya serapan pada tekanan relatif  $< 1 p/p_0$ . Dengan adanya kombinasi antara kedua pori ini akan memberikan hasil yang bagus terhadap penyimpanan muatan dalam elektroda superkapasitor dikarenakan mikropori berperan untuk menyimpan muatan sedangkan struktur mesopori akan mempermudah terjadinya perpindahan muatan, dengan kata lain mesopori berperan untuk tempat terdistribusinya muatan sebelum mencapai struktur mikropori.



**Gambar 5.** Kurva isoterm metode BJH karbon aktif ampas tebu

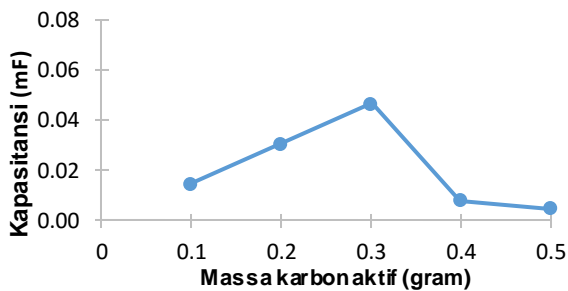
Berdasarkan hasil metoda BJH karbon aktif dari ampas tebu mempunyai volume pori 0,055209  $\text{cm}^3/\text{g}$  dan ukuran pori 12,96167 nm, yang menunjukkan bahwa karbon aktif ampas tebu dengan aktivator NaOH memberikan stuktur mesopori. Hal ini diperkirakan adanya efek

perendaman dengan aktivator NaOH yang mengubah struktur pori makropori menjadi struktur mesopori dan meningkatkan volume pori total.

### 3.2 Pengukuran Sifat-Sifat Listrik

#### 3.2.1 Pengaruh variasi massa karbon aktif ampas tebu terhadap nilai kapasitansi dari elektroda superkapasitor

Massa karbon aktif yang digunakan yaitu jumlah massa karbon aktif dari kedua plat elektroda superkapasitor yang simetris, dengan variasi massa karbon 0,1075; 0,2131; 0,3077; 0,4014 dan 0,5024 gram pada masing-masing elektroda.



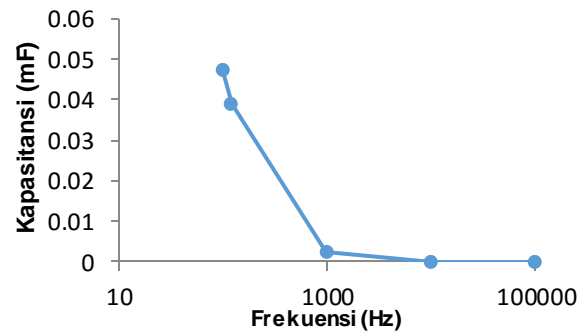
**Gambar 6.** Pengaruh variasi massa karbon aktif terhadap nilai kapasitansi dari elektroda superkapasitor

Pada Gambar 6. nilai kapasitansi optimum didapatkan pada massa karbon aktif 0,3077 gram dengan nilai kapasitansi 0,047 mF. Pada dasarnya pengukuran sifat-sifat listrik dengan variasi massa karbon aktif ini bertujuan untuk melihat tingkat optimum nilai kapasitansi yang dihasilkan dari perbedaan variasi massa tersebut. Banyaknya masa karbon aktif yang digunakan maka akan mempengaruhi ketebalan dari elektroda. Ketebalan elektroda adalah salah satu faktor yang menyebabkan ion-ion dapat menyerap atau masuk secara efektif ke dalam semua pori-pori karbon aktif. Semakin diperbesar massa karbon maka plat elektroda akan semakin tebal dan jarak tempuh muatan dari separator ke elektroda akan semakin jauh, sehingga nilai kapasitansi akan semakin kecil setelah melewati nilai optimumnya[23].

#### 3.2.2 Pengaruh frekuensi terhadap nilai kapasitansi dari elektroda superkapasitor

Gambar 7 menunjukkan nilai kapasitansi pada elektroda superkapasitor semakin berkurang seiring dengan bertambahnya frekuensi yang digunakan. Hal ini karena semakin besar frekuensi yang diberikan maka semakin kecil gelombang yang ditransmisikan. Kondisi ini menyebabkan proses pembentukan lapisan rangkap listrik pada permukaan elektroda menjadi berkurang dimana ion tidak dapat meresap jauh kedalam pori sehingga kemampuan

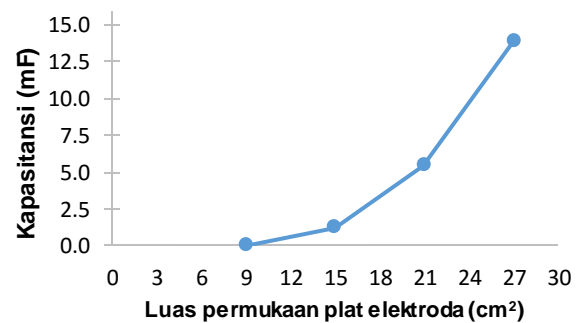
pori untuk menyimpan muatan menjadi lebih kecil mengakibatkan nilai kapasitansi menjadi menurun[24]. Nilai kapasitansi optimum yang didapatkan yaitu sebesar 0,0476 mF berada pada frekuensi 100Hz.



**Gambar 7.** Pengaruh variasi frekuensi LCR meter terhadap nilai kapasitansi dari elektroda superkapasitor

#### 3.2.3 Pengaruh luas plat elektroda terhadap nilai kapasitansi elektroda superkapasitor

Luas permukaan plat elektroda merupakan salah satu parameter yang digunakan untuk melihat sifat-sifat listrik elektroda superkapasitor. Hal ini dilakukan untuk melihat pengaruh luas ukuran plat elektroda terhadap nilai kapasitansi dari superkapasitor tersebut. Luas plat dan massa karbon yang digunakan berbeda-beda, yaitu 3 x 3 cm<sup>2</sup> (masa karbon 0,3077 gram), 3 x 5 cm<sup>2</sup> (masa karbon 0,5012 gram), 3 x 7 cm<sup>2</sup> (masa karbon 0,7017 gram) dan 3 x 9 cm<sup>2</sup> (masa karbon 0,9019 gram).



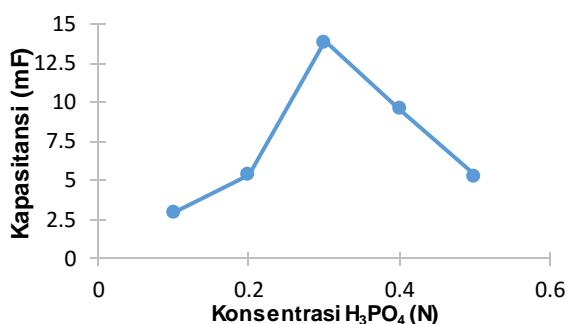
**Gambar 8.** Pengaruh variasi luas plat elektroda terhadap nilai kapasitansi dari elektroda superkapasitor

Pada gambar 8 dapat dilihat bahwa semakin besar ukuran plat elektroda yang digunakan maka akan memberikan nilai kapasitansi yang semakin besar[25]. Hal ini dikarenakan semakin luas permukaan plat maka jumlah karbon aktif yang bekerja pada plat tersebut untuk membentuk lapisan rangkap listrik juga akan semakin banyak, sehingga muatan yang

tersimpan di dalam pori-pori karbon tersebut menjadi lebih banyak. Pada kondisi ini distribusi ukuran pori menjadi lebih banyak dan mempengaruhi distribusi muatan yang akan tersimpan di dalam karbon aktif. Nilai kapasitansi paling tinggi didapatkan pada luas permukaan elektroda  $3 \times 9 \text{ cm}^2$  dengan nilai kapasitansi 13,873 mF.

### 3.2.4 Pengaruh elektrolit terhadap nilai kapasitansi elektroda superkapasitor

Variasi konsentrasi elektrolit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dilakukan untuk mengetahui nilai kapasitansi optimum dari superkapasitor. Konsentrasi larutan elektrolit berbanding lurus dengan nilai kapasitansi yang dihasilkan sampai pada saat elektrolit tersebut mencapai nilai optimumnya, setelah mencapai nilai optimum tersebut nilai kapasitansi elektroda superkapasitor akan menurun.

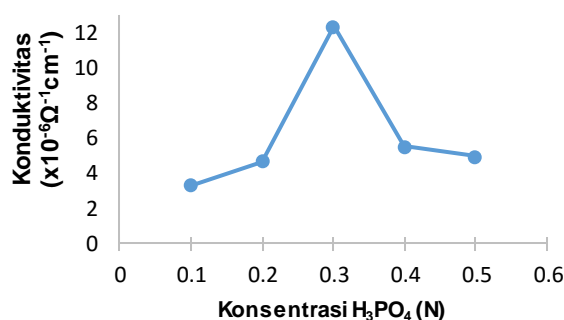


**Gambar 9.** Pengaruh konsentrasi larutan elektrolit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  terhadap nilai kapasitansi dari elektroda superkapasitor.

Berdasarkan Gambar 9, nilai kapasitansi optimum berada pada konsentrasi elektrolit 0,3 N yaitu sebesar 12,3768 mF. Setelah konsentrasi larutan elektrolit 0,3 N, nilai kapasitansi menurun pada konsentrasi elektrolit 0,4 N dan 0,5 N. Hal ini terjadi karena pada konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  lebih besar maka jumlah ion-ion yang akan membentuk lapis rangkap listrik semakin banyak sehingga rapat arus akan semakin tinggi ke permukaan elektroda yang menyebabkan penumpukan muatan pada permukaan elektroda. Penumpukan muatan pada permukaan elektroda akan mengganggu *charge-discharge* sehingga akan menghasilkan nilai kapasitansi yang kecil[26]. Selain itu pada konsentrasi yang lebih besar dari 0,3 N menyebabkan larutan elektrolit menjadi lebih asam. Tingkat keasaman larutan elektrolit yang tinggi dapat merubah struktur mekanik dari membran PVA yang digunakan sebagai separator sehingga terjadi penumpukan muatan dan mengganggu mobilitas ion-ion pada proses pembentukan lapisan rangkap listrik pada permukaan elektroda.

### 3.2.5 Pengaruh konsentrasi elektrolit $\text{H}_3\text{PO}_4$ terhadap konduktivitas elektroda superkapasitor

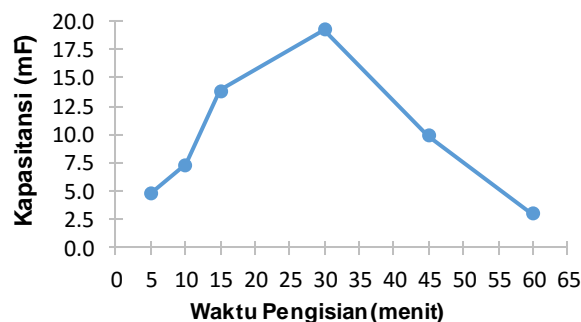
Konsentrasi elektrolit dapat mempengaruhi nilai kapasitansi elektroda superkapasitor sekaligus juga berpengaruh terhadap nilai konduktivitas yang bervariasi[25]. Hal tersebut dapat terjadi karena peningkatan elektrolit akan memperbesar kemampuan dalam menghantarkan ion-ion ke permukaan elektroda sehingga akan membentuk lapis rangkap listrik yang juga mengalami peningkatan. Selain itu peningkatan konduktivitas juga dipengaruhi oleh peningkatan kadar keasaman elektrolit[27]. Hasil pengukuran variasi konsentrasi elektrolit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  terhadap nilai konduktivitas dilampirkan pada gambar 10.



**Gambar 10.** Pengaruh konsentrasi larutan elektrolit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  terhadap nilai konduktivitas.

### 3.2.6 Pengaruh variasi waktu pengisian terhadap nilai kapasitansi dari elektroda superkapasitor

Gambar 11 menunjukkan waktu pengisian optimum pada waktu 30 menit dengan nilai kapasitansi 19,23 mF. Setelah waktu pengisian 30 menit terjadi penurunan nilai kapasitansi karena semakin lama waktu pengisian maka semakin banyak muatan yang menumpuk pada elektroda[28]. Selain itu juga terjadi kenaikan suhu yang dapat merubah struktur mekanik dari separator sehingga menyebabkan terjadinya perubahan bentuk pada polimer PVA yang berfungsi sebagai separator dan terjadinya penumpukan muatan sehingga menurunkan nilai kapasitansi[29].

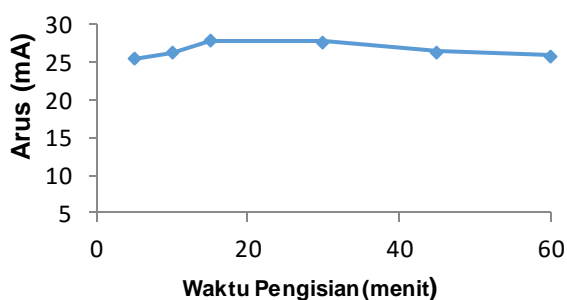


**Gambar 11.** Pengaruh variasi waktu pengisian terhadap nilai kapasitansi dari elektroda superkapasitor

3.2.7 Pengaruh variasi waktu pengisian terhadap sifat listrik superkapasitor

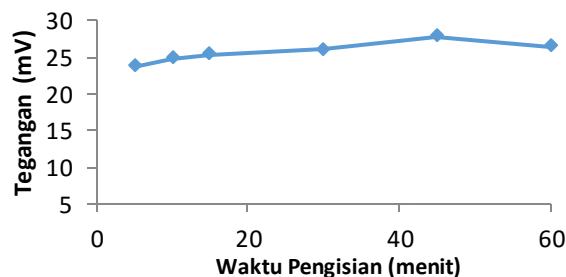
3.2.7.1 Pengaruh waktu pengisian terhadap arus listrik

Lama waktu pengisian akan mempengaruhi nilai kapasitansi pada proses pembentukan lapis rangkap listrik, namun tidak memberikan perbedaan nilai arus yang besar atau relatif konstan[30]. Hal ini menandakan bahwa resistansi pada superkapasitor dapat menjaga arus yang keluar konstan. Diketahui juga bahwa superkapasitor tidak mengeluarkan arus sekaligus melainkan secara konstan.



**Gambar 12.** Pengaruh waktu pengisian terhadap jumlah arus yang mengalir pada superkapasitor

3.2.7.2 Pengaruh waktu pengisian terhadap tegangan listrik



**Gambar 11.** Pengaruh variasi waktu pengisian terhadap nilai tegangan pada superkapasitor

Waktu pengisian mempengaruhi nilai tegangan pada superkapasitor. Gambar 4.12 menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengisian maka nilai tegangan superkapasitor akan meningkat secara perlahan. Setelah 45 menit terjadi penurunan nilai tegangan namun tidak signifikan. Nilai tegangan optimum pada saat waktu pengisian 45 menit. Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi dipol yang baik antara dua elektroda pada superkapasitor dalam membentuk lapis rangkap listrik[31].

3.2.8 Hubungan kapasitansi, jumlah muatan dan jumlah elektron pada variasi konsentrasi elektrolit  $H_3PO_4$  dari elektroda superkapasitor

Kapasitansi merupakan kemampuan dari suatu kapasitor untuk menyimpan muatan. Pada dasarnya, nilai kapasitansi memiliki nilai yang berbanding lurus dengan muatan dan jumlah elektron pada superkapasitor, semakin banyak muatan yang disimpan oleh sebuah superkapasitor maka kapasitansi semakin besar. Sumber muatan tersebut berasal dari ion-ion pada elektrolit yang ada pada separator, dengan adanya arus maka akan menyebabkan aliran muatan dari separator ke permukaan elektroda[32].

**Tabel 3.** Hubungan kapasitansi, jumlah muatan dan jumlah elektron pada variasi konsentrasi elektrolit  $H_3PO_4$  dari elektroda superkapasitor.

Konsentrasi Elektrolit (N)	Kapasitansi (mF)	Jumlah muatan ( $\times 10^3$ Coulomb)	Jumlah elektron ( $\times 10^{20}$ e <sup>-</sup> )
0,1	2,9667	286,28655	1,78655
0,2	5,3934	520,4631	3,24791
0,3	13,8734	1338,7831	8,35456
0,4	9,6067	927,04655	5,78515
0,5	5,3367	514,99155	3,21376

**4. Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa karbon aktif berbahan dasar ampas tebu yang diaktivasi dengan aktivator NaOH dapat digunakan sebagai bahan

elektroda superkapasitor. Dari hasil karakterisasi Energy Dispersive X-Ray (EDX), didapatkan persen massa C dari karbon aktif berbahan ampas tebu sebesar 73,57 %. Berdasarkan metoda BET dan BJH didapatkan bahwa luas permukaan



spesifik karbon aktif adalah 17,0376 m<sup>2</sup>/g, volume pori sebesar 0,055209 cm<sup>3</sup>/g dan ukuran pori 12,96167 nm yang menunjukkan bahwa karbon aktif didominasi dengan struktur mesopori. Karbon aktif ampas tebu memiliki kinerja yang baik sebagai elektroda superkapasitor dilihat dari hasil LCR meter, di mana nilai kapasitansi maksimum sebesar 19,23 mF dengan nilai konduktivitas sebesar 15,9442 x10<sup>-6</sup> Ω<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>. Nilai kapasitansi dan nilai konduktivitas optimum didapatkan dengan ukuran partikel karbon 45 μm, luas permukaan elektroda 3 x 9 cm<sup>2</sup>, dengan ketebalan plat 0,117 cm, konsentrasi larutan 0,3 N serta dalam waktu pengisian 30 menit.

### Referensi

- [1] Y. Wang, J. Yi, and Y. Xia, "Recent progress in aqueous lithium-ion batteries," *Advanced Energy Materials*, vol. 2, no. 7, pp. 830–840, 2012.
- [2] J. Yang, X. Zhou, D. Wu, X. Zhao, and Z. Zhou, "S-Doped N-Rich Carbon Nanosheets with Expanded Interlayer Distance as Anode Materials for Sodium-Ion Batteries," *Advanced Materials*, vol. 29, no. 6, pp. 1–5, 2017.
- [3] A. Manthiram, S. H. Chung, and C. Zu, "Lithium-sulfur batteries: Progress and prospects," *Advanced Materials*, vol. 27, no. 12, pp. 1980–2006, 2015.
- [4] X. Song, X. Ma, Y. Li, L. Ding, and R. Jiang, "Tea waste derived microporous active carbon with enhanced double-layer supercapacitor behaviors," *Applied Surface Science*, vol. 487, no. February, pp. 189–197, 2019.
- [5] O. N. Tetra, H. Aziz, S. Ibrahim, and A. Alif, "Review: Superkapasitor Berbahan Dasar Karbon Aktif Dan Larutan Ionik Sebagai Elektrolit," *Jurnal Zarah*, vol. 6, no. 1, pp. 39–46, 2018.
- [6] E. Frackowiak, "Supercapacitors based on carbon materials and ionic liquids," *Journal of the Brazilian Chemical Society*, vol. 17, no. 6, pp. 1074–1082, 2006.
- [7] E. Raymundo-Piñero, F. Leroux, and F. Béguin, "A high-performance carbon for supercapacitors obtained by carbonization of a seaweed biopolymer," *Advanced Materials*, vol. 18, no. 14, pp. 1877–1882, 2006.
- [8] T. E. Rufford, D. Hulicova-Jurcakova, Z. Zhu, and G. Q. Lu, "Nanoporous carbon electrode from waste coffee beans for high performance supercapacitors," *Electrochemistry Communications*, vol. 10, no. 10, pp. 1594–1597, 2008.
- [9] F. C. Wu, R. L. Tseng, C. C. Hu, and C. C. Wang, "Effects of pore structure and electrolyte on the capacitive characteristics of steam- and KOH-activated carbons for supercapacitors," *Journal of Power Sources*, vol. 144, no. 1, pp. 302–309, 2005.
- [10] M. S. Balathanigaimani, W. G. Shim, M. J. Lee, C. Kim, J. W. Lee, and H. Moon, "Highly porous electrodes from novel corn grains-based activated carbons for electrical double layer capacitors," *Electrochemistry Communications*, vol. 10, no. 6, pp. 868–871, 2008.
- [11] V. Subramanian, C. Luo, A. M. Stephan, K. S. Nahm, S. Thomas, and B. Wei, "Supercapacitors from activated carbon derived from banana fibers," *Journal of Physical Chemistry C*, vol. 111, no. 20, pp. 7527–7531, 2007.
- [12] T. Y. Katsuya Konno, Yuya Ohba, Kaoru Onoe, "Preparation activation of activated with NaOH, carbon and having the structure for electric derived from biomass capacitor by alkali its application," *Tanso*, pp. 2–7, 2008.
- [13] E. Hermiati, D. Mangunwidjaja, T. C. Sunarti, and O. Suparno, "Pemanfaatan biomassa lignoselulosa ampas tebu untuk produksi bioetanol," *Jurnal Penelitian dan Pengembangan Pertanian*, vol. 29, no. 4, pp. 121–130, 2017.
- [14] Nusyirwan, "Kajian Proses Pembuatan Gula Merah di Lawang Kabupaten Agam," *Jurusan Teknik Mesin, Universitas Andalas*, vol. 1, no. 28, 2007.
- [15] I. Nurhayati, J. Sutrisno, and M. S. Zainudin, "Pengaruh Konsentrasi Dan Waktu Aktivasi Terhadap Karakteristik Karbon Aktif Ampas Tebu Dan Fungsinya Sebagai Adsorben Pada Limbah Cair Laboratorium," *Jurnal Teknik Waktu*, vol. 16, no. 1, pp. 62–71, 2018.
- [16] I. Nurhayati, J. Sutrisno, A. Tebu, and K. Aktif, "Arang Aktif Ampas Tebu Sebagai Media Adsorpsi Untuk Meningkatkan Kualitas Air Sumur Galian," *Teknik Waktu*, vol. 13, no. 2, 2015.
- [17] Y. Guo, C. Tan, J. Sun, W. Li, J. Zhang, and C. Zhao, "Porous activated carbons derived from waste sugarcane bagasse for CO<sub>2</sub> adsorption," *Chemical Engineering Journal*, vol. 381, no. September 2019, p. 122736, 2020.
- [18] T. E. Rufford, D. Hulicova-Jurcakova, K. Khosla, Z. Zhu, and G. Q. Lu, "Microstructure and electrochemical double-layer capacitance of carbon



- electrodes prepared by zinc chloride activation of sugar cane bagasse," *Journal of Power Sources*, vol. 195, no. 3, pp. 912-918, 2010.
- [19] A. Ramadona, "Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Ampas Tebu Sebagai Adsorben Senyawa Polycyclic Aromatic Hydrocarbon (PAH) Fenantrena," 2018.
- [20] M. Chaudhuri and S. N. B. Saminal, "Coconut coir activated carbon: an adsorbent for removal of lead from aqueous solution," vol. 148, pp. 95-104, doi: 10.2495/RAV110101.
- [21] Dachriyanus, *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK), Universitas Andalas, 2004.
- [22] M. Thommes *et al.*, "Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report)," vol. 87, pp. 1051-1069, 2015.
- [23] R. Ko and M. Carlen, "Principles and applications of electrochemical capacitors," vol. 45, pp. 2483-2498, 2000.
- [24] B. A. Sutrisno, "Studi Pengukuran Kapasitansi dan Konstanta Dielektrik pada Cabe Merah (*Capsicum annum* L.) Giling," *Physics Student Journal*, vol. 2, no. 1, pp. 2-4, 2014.
- [25] H. . Pradana, "Sintesis RGO/GLUKOSA Variasi Perbandingan Massa dan Proses Eksfoliasi Secara Kimia Untuk Bahan Elektroda Superkapasitor," 2017.
- [26] D. Qu and H. Shi, "Studies of activated carbons used in double-layer capacitors," pp. 99-107, 1998.
- [27] P. W. Atkins, "Kimia Fisika Edisi Keempat," *Erlangga*, vol. 17, no. 2, pp. 97-102, 2010.
- [28] H. Aziz, O. N. Tetra, A. Alif, and Y. Azli, "Performance Karbon Aktif dari Limbah Cangkang Kelapa Sawit sebagai Bahan Elektroda Superkapasitor," vol. 5, no. 2, pp. 1-6, 2017.
- [29] K. Zheng, Y. Li, M. Zhu, X. Yu, M. Zhang, and L. Shi, "The porous carbon derived from water hyacinth with well-designed hierarchical structure for supercapacitors," vol. 366, pp. 270-277, 2017.
- [30] A. Rosdianty, "Pengaruh Suhu Pembakaran Terhadap Performance TiO<sub>2</sub>/C Berpendukung Keramik Sebagai Elektroda Superkapasitor," *Skripsi : FMIPA Universitas Andalas*, 2015.
- [31] R. Aliza, O. N. Tetra, and A. Admin, "Pengaruh Suhu Pembakaran Terhadap Performance Tio<sub>2</sub>/C Berpendukung Keramik Sebagai Elektroda Superkapasitor," *Skripsi : FMIPA Universitas Andalas*, 2015.
- [32] N. R. Permatasri and M. Prisma, "Kapasitansi dan karakteristik superkapasitor," *Prodi D3 Metrologi dan Instrumen: Universitas Gajah Maada*.

# N-DOPED TiO<sub>2</sub> BERPORI DENGAN CTAB SEBAGAI ZAT PEMBENTUK PORI DAN AKTIVITAS FOTOKATALITIKNYA: REVIEW

Diana Vanda Wellia, Syukri Arief, Jovanka Rahma Prasetya\*

Laboratorium Material, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

\*Email: ekajopanka@gmail.com

**Abstrak:** TiO<sub>2</sub> merupakan fotokatalis yang paling banyak digunakan dalam berbagai reaksi fotokatalitik karena kestabilannya yang baik, non-toksik dan biaya yang rendah. Namun, kinerja TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis dinilai kurang optimal karena nilai energi celah pita dari TiO<sub>2</sub> yang tinggi (3,2 eV) yang hanya aktif dibawah sinar UV. Sehingga perlu dilakukan pendopingan dengan nitrogen untuk memodifikasi TiO<sub>2</sub> yang dapat menurunkan nilai energi celah pita dari TiO<sub>2</sub>. Selain itu juga perlu dilakukan modifikasi pada TiO<sub>2</sub> dengan meningkatkan luas permukaan aktifnya melalui pembentukan pori. CTAB bisa digunakan sebagai salah satu zat pembentuk pori karena mampu membentuk misel yang akan mencetak pori setelah dikalsinasi. Pengaruh dari pendopingan nitrogen dan penambahan CTAB sebagai zat pembentuk pori pada TiO<sub>2</sub> diamati dengan karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Brunauer-Emmett-Teller* (BET), *Scanning Electron Microscope* (SEM), *UV-vis Diffuse Reflectance Spectra* (DRS UV-Vis). Berdasarkan spektrum FTIR, muncul puncak serapan pada bilangan gelombang 1000-1500 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan bahwa nitrogen berhasil terdoping pada TiO<sub>2</sub>. Pola XRD menunjukkan puncak yang khas dari TiO<sub>2</sub> *anatase* dengan kristalinitas yang tinggi. Sampel berpori terdoping nitrogen menunjukkan pergeseran merah pada absorbansi dan meningkatkan absorbansi pada sinar tampak dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> tanpa doping. Hal ini dikaitkan dengan penyempitan celah pita karena nitrogen berhasil didoping ke TiO<sub>2</sub>. Analisis SEM menunjukkan morfologi permukaan yang halus dan seragam dari sampel dengan penambahan CTAB. Luas permukaan spesifik sampel dengan penambahan CTAB lebih tinggi dibandingkan sampel tanpa CTAB seperti yang diamati pada analisis BET. Peningkatan kinerja aktivitas fotokatalitik cahaya tampak dari sampel N-doped TiO<sub>2</sub> berpori disebabkan oleh peningkatan absorbansi cahaya karena doping nitrogen dan peningkatan luas permukaan aktif karena pembentukan pori.

**Kata Kunci:** Fotokatalis, N-doped TiO<sub>2</sub> berpori, CTAB, Aktivitas fotokatalitik

## 1. Pendahuluan

TiO<sub>2</sub> dianggap fotokatalis semikonduktor yang cocok digunakan karena memiliki sifat optik, sifat elektronik, aktifitas fotokatalitik tingkat tinggi, biaya rendah dan tidak beracun[1]. TiO<sub>2</sub> telah disintesis melalui beberapa pendekatan untuk aplikasi potensial yang sangat besar dalam fotokatalisis, sensor, dan bahan elektroda karena sifat katalitik, optik, dan elektroniknya yang baik terutama dalam aplikasi fotokatalitik[2].

TiO<sub>2</sub> memiliki nilai *band gap* 3.2 eV (untuk *anatase*) yang hanya memberikan respon di bawah sinar UV, karena hanya memiliki efisiensi fotokatalitik sebesar 8% dengan panjang gelombang kisaran <380 nm. Untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub> dilakukan beberapa upaya salah satunya adalah dengan melakukan modifikasi menggunakan dopan agar dapat mengaktifkan penggunaan sinar matahari dengan memperlebar spektrum penyerapan di bawah sinar tampak ( $\lambda=400-700$  nm)[3].

Modifikasi dengan dopan banyak dilakukan dengan menggunakan doping logam maupun non-logam. Logam yang biasa digunakan diantaranya Fe dan Ni, namun doping menggunakan logam cenderung meningkatkan situs rekombinasi[4]. Oleh karena itu, pendopingan dengan non-logam lebih diminati untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub>. Beberapa dopan non-logam yang biasa digunakan diantaranya C, F, N, S, P, dan B. Nitrogen dinilai sebagai dopan yang efektif karena memiliki sifat yang mirip dengan oksigen seperti ukuran atom, potensi ionisasi yang rendah, dan stabilitas yang baik[5].

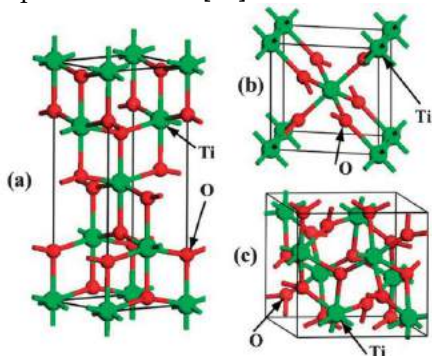
Selain menggunakan dopan untuk memodifikasi TiO<sub>2</sub>, upaya peningkatan aktivitas fotokatalitik juga dapat dilakukan dengan memperluas permukaan fotokatalisis dengan pembentukan pori<sup>6</sup> salah satunya dengan menggunakan CTAB sebagai zat pembentuk pori[4,6-8]. Templat yang telah digunakan pada sintesis TiO<sub>2</sub> harus dihilangkan untuk mencetak

pori pada material yang menjadi tahap akhir dari proses sintesis material berpori. Tahap penghilangan templat ini dapat dilakukan dengan beberapa cara diantaranya kalsinasi[9], penambahan asam asetat[10], dan fotodegradasi dengan sinar UV[11].

## 2. Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>)

Titanium dioksida merupakan semikonduktor oksida yang memiliki kinerja yang sangat baik dalam aplikasi fotokatalitik, beberapa tahun terakhir. Senyawa titanium pertama kali ditemukan pada tahun 1821 dan baru dikomersialkan sebagai zat warna pada tahun 1916[3]. TiO<sub>2</sub> banyak digunakan dalam penanganan masalah pencemaran lingkungan oleh logam berat. Pengolahan air limbah untuk pelestarian lingkungan berbasis fotokatalitik TiO<sub>2</sub> telah terbukti mendegradasi banyak polutan secara efektif. TiO<sub>2</sub> banyak digunakan sebagai fotokatalitik karena stabilitas dan aktivitas fotokatalitiknya yang baik. Nanomaterial TiO<sub>2</sub> banyak digunakan dalam beberapa bentuk seperti nanopartikel, *nanotube*, *nanofiber*, dan *nanosheet*[12].

TiO<sub>2</sub> memiliki tiga bentuk polimorf diantaranya *anatase*, *brookite* dan *rutile*. Bentuk Kristal yang paling umum dari TiO<sub>2</sub> yaitu tetragonal pada bentuk *anatase* dan *rutile* serta orthorombik pada bentuk *brookite*, sebagaimana terlihat pada Gambar 1[13].

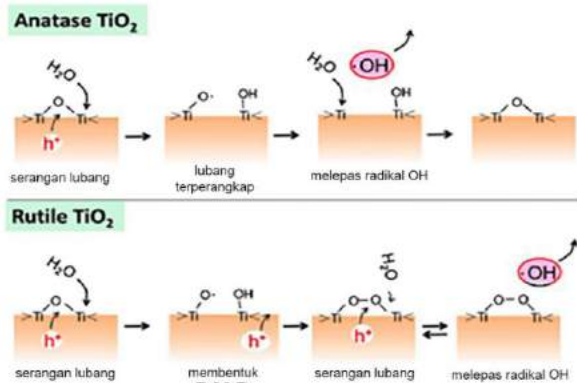


**Gambar 1.** Struktur TiO<sub>2</sub> (a) *anatase* (b) *brookite* (c) *rutile*[13]

TiO<sub>2</sub> dalam bentuk *anatase* memiliki *band gap* yang lebih besar (3,2 eV) sehingga hanya dapat diaktivasi di bawah sinar UV. *Anatase* memiliki partikel yang lebih kecil, sehingga mempunyai efek yang lebih ringan, dan *electron-hole photoexcited* yang lebih panjang, sehingga fase *anatase* mempunyai aktivitas fotokatalitik yang lebih baik dibandingkan *rutile* dan *brookite*[13]. Bentuk *rutile* lebih stabil dibandingkan dengan bentuk *anatase* secara termodinamika, sedangkan

berdasarkan aktivitas fotokatalitiknya, bentuk *anatase* lebih reaktif dibandingkan dengan bentuk *rutile*[14].

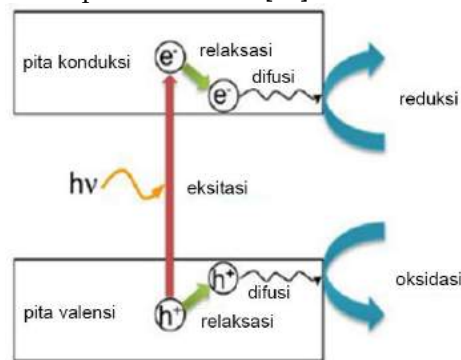
Gambar 2 mengilustrasikan pembentukan OH radikal pada permukaan TiO<sub>2</sub> bentuk *anatase* melalui konversi *hole* yang terperangkap. Sedangkan pada bentuk *rutile*, terjadi pembentukan Ti-OO-Ti oleh kombinasi 2 *hole* yang terperangkap kemudian menghasilkan radikal OH. Oleh karena itu bentuk *rutile* menghasilkan OH radikal yang lebih sedikit dibandingkan dengan bentuk *anatase*[14].



**Gambar 2.** Mekanisme pembentukan OH radikal[14]

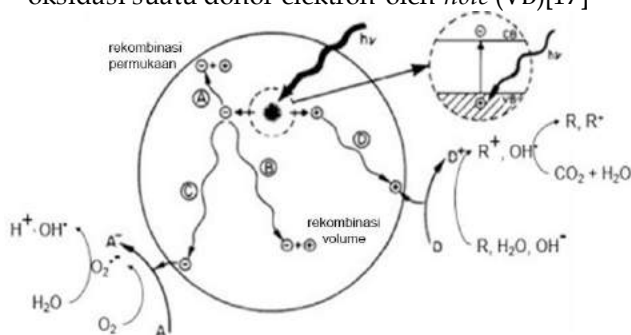
## 3. Fotokatalis dan Fotokatalisis

Fotokatalis didefinisikan sebagai zat yang dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksikan oleh cahaya[15]. Kombinasi dari proses fotokimia dengan katalis untuk melangsungkan suatu reaksi transformasi kimia dikenal dengan fotokatalisis. Proses transformasi kimia ini terjadi pada permukaan katalis semikonduktor yang terinduksi oleh sinar[16]. Proses oksidasi terjadi ketika molekul berkontak dengan *hole* (h<sup>+</sup>) begitu pula sebaliknya, proses reduksi terjadi ketika molekul melakukan kontak dengan elektron (e<sup>-</sup>) yang tereksitasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3[15].



**Gambar 3.** Pembentukan pembawa muatan fotogenerasi[15]

Pada Gambar 4 terlihat pembentukan elektron-hole yang menjadi awal dari proses fotokatalisis. Semikonduktor menyerap energi setara atau lebih besar dari energi celah pitaanya, sehingga menyebabkan elektron pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi. Eksitasi elektron inilah yang menyebabkan terbentuknya *hole* pada pita valensi. Peristiwa eksitasi elektron ini diikuti oleh beberapa proses seperti rekombinasi elektron dan *hole* di dalam semikonduktor (*Volume Recombination*) atau di permukaan semikonduktor (*Surface Recombination*), masing-masingnya disertai pelepasan energi panas serta reduksi suatu akseptor elektron oleh elektron (CB) dan oksidasi suatu donor elektron oleh *hole* (VB)[17]



**Gambar 4.** Mekanisme fotokatalisis[17]

#### 4. Modifikasi TiO<sub>2</sub> dengan Dopan

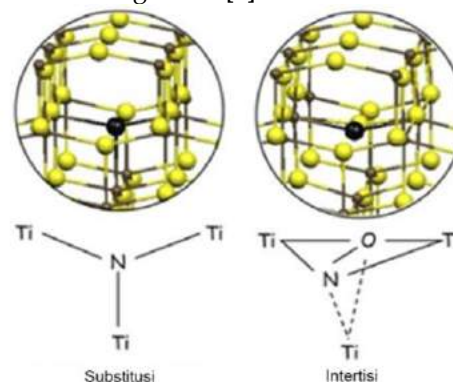
TiO<sub>2</sub> dalam bentuk *anatase* memiliki nilai *band gap* 3.2 eV yang hanya memberikan respon di bawah sinar UV, hal ini tentunya membatasi aplikasi dari fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub>. Oleh karena itu, dilakukan beberapa upaya salah satunya adalah dengan melakukan modifikasi menggunakan dopan[6]. Pendopongan dapat dilakukan dengan menggunakan logam (misal: Fe dan Ni) ataupun non-logam (misal: C, F, N, S, P, dan B). Dopan logam dinilai kurang efektif karena ketidakstabilan termal, meningkatnya pusat rekombinasi pembawa, pembentukan fase sekunder atau agregasi permukaan dibandingkan substitusi, dll. Oleh karena itu, dopan non-logam dianggap lebih efektif untuk memodifikasi fotokatalis TiO<sub>2</sub>[5].

Di antara beberapa dopan non-logam, nitrogen merupakan salah satu elemen yang efektif sehingga TiO<sub>2</sub> dapat memberikan respon di bawah sinar tampak[8]. Hal ini dikarenakan nitrogen memiliki ukuran atom yang sebanding dengan oksigen, potensi ionisasi yang rendah dan stabilitas yang baik. Selain itu, nitrogen juga memberikan persentase degradasi yang paling baik sebagaimana ditunjukkan oleh Tabel 1.

**Tabel 1.** Perbandingan metode sintesis, fase kristal yang terbentuk, energi celah pita dan persentase degradasi dari beberapa dopan non-logam

Metode	Dopan	Fase Kristal	Band Gap	Sampel	% Deg.	Ref.
Hydro-thermal	P	Anatase	2,95 eV	RhB	80%	18
Hydro-thermal	F	Anatase	2,8 eV	RhB	60%	19
Hydro-thermal	N	Anatase	2,5 eV	RhB	98%	8

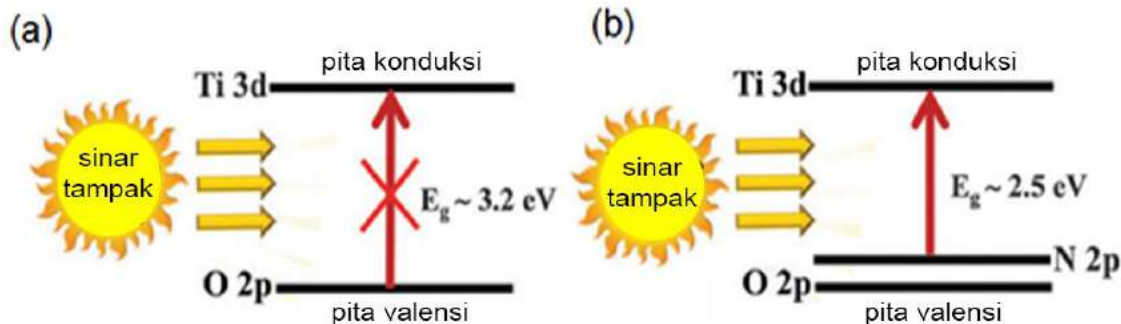
Atom nitrogen dapat terdoping secara intertisi maupun substitusi seperti yang terlihat pada Gambar 5[5]. Pada model substitusi (Ti-N-Ti), atom nitrogen terikat dengan tiga atom Ti dan menggantikan oksigen kisi pada TiO<sub>2</sub>. Sedangkan model intertisi (Ti-O-Ti), atom nitrogen terikat dengan satu oksigen kisi[3].



**Gambar 5.** Model ikatan nitrogen dengan TiO<sub>2</sub>[3]

Nitrogen intertisi terbukti meningkatkan penyerapan pada cahaya tampak, namun tidak mengurangi energi celah pita karena membentuk keadaan energi diskrit antara pita valensi dan pita konduksi keadaan ini disebut dengan keadaan midgap. Proses pendopongan nitrogen terhadap TiO<sub>2</sub> secara substitusi menunjukkan bentuk aktif utama yang dapat mengurangi energi celah pita dan meningkatkan respon fotokatalis pada sinar tampak[5]. Sebagaimana yang diilustrasikan pada Gambar 6, nilai energi celah pita dari TiO<sub>2</sub> berkurang dari kisaran 3,2 eV sebelum dilakukan pendopongan menjadi kisaran 2,5 eV setelah dilakukan pendopongan menggunakan nitrogen[20]. Sumber nitrogen yang digunakan sebagai dopan yang banyak digunakan adalah urea dan amonia. Perbandingan antara penggunaan urea dan amonia sebagai sumber nitrogen untuk dopan ditampilkan pada Tabel 2 berikut.





Gambar 6. TiO<sub>2</sub> (a) tanpa pendopingan (b) TiO<sub>2</sub> didoping nitrogen[20]

Tabel 2. Perbandingan metode sintesis, fase kristal yang terbentuk, energi celah pita dan persentase degradasi dari beberapa dopan non-logam

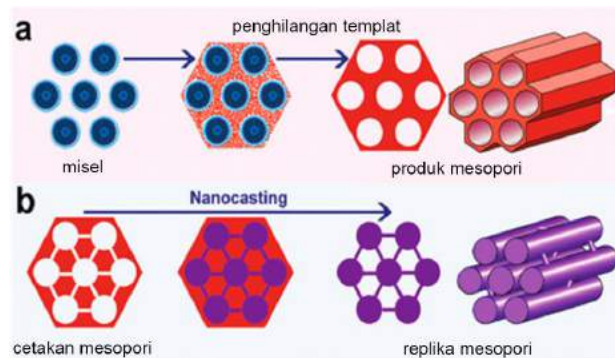
Metode	Sumber N	% Nitrogen	Band Gap	Sampel	% Degradasi	Ref.
Solvotermal	Urea	1,43%	3,09 eV	RhB	44,9%	21
Hidrotermal	Amonia	1,31%	2,5 eV	RhB	98%	8

### 5. Zat Pembentuk Pori

Selain melakukan modifikasi dengan dopan, untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub> juga dapat dilakukan dengan membentuk pori pada material untuk meningkatkan luas permukaan spesifiknya. Hal ini dapat dilakukan menggunakan metode *template* dengan menambahkan zat sebagai pencetak pori pada material.

Metode ini biasa digunakan dalam sintesis material berpori karena dapat mengontrol ukuran, morfologi, dan struktur dari material yang disintesis. Secara umum *template* dibagi menjadi (a) templat lunak (*soft template*) dan (b) templat keras (*hard template*) sebagaimana terlihat pada Gambar 7[22].

Gambar 7. Metode templat untuk sintesis material berpori (a) templat lunak (b) templat keras[22]



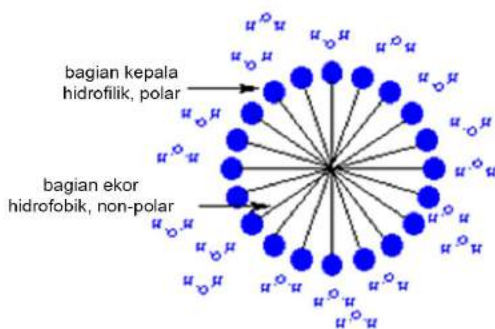
#### 5.1 Templat Lunak (*Soft Template*)

Templat lunak sering dikaitkan dengan surfaktan maupun molekul organik sebagai zat pencetak pori yang berperan penting dalam pembentukan struktur berpori dari material atau disebut juga dengan *structure-directing agents* (SDA) atau agen pengarah struktur. Metode templat lunak ini berlangsung dengan melibatkan ikatan antara prekursor dengan templat[22]. Beberapa templat lunak yang sering kali digunakan dalam sintesis TiO<sub>2</sub> berpori diantaranya CTAB (*cetyltrimethylammoniumbromide*), pluronik P123, F127, dan SDS[22].

Surfaktan memiliki dua bagian dengan polaritas yang berbeda yaitu bagian non-polar (hidrofobik) dan bagian polar (hidrofilik). Ketika surfaktan dilarutkan dalam suatu pelarut, maka energi permukaan larutan tersebut akan berkurang dengan meningkatnya konsentrasi surfaktan yang diberikan. Pengurangan energi permukaan tersebut akan berhenti ketika konsentrasi kritis atau *Critical Micellar Concentration* (CMC) dari surfaktan tercapai, energi permukaan akan cenderung konstan dengan penambahan konsentrasi surfaktan. Ketika konsentrasi kritis telah tercapai, maka



surfaktan-surfaktan akan membentuk kumpulan surfaktan yang disebut misel (Gambar 8) [23].



**Gambar 8.** Bentuk misel

## 5.2 Templat Keras (*Hard Template*)

Metode templat keras secara proses pembuatan mirip dengan metode casting tradisional, hanya saja metode templat keras ini digunakan untuk sintesis material berskala nano sehingga disebut juga nano-casting[22]. Metode ini biasanya menggunakan ikatan kovalen untuk mempertahankan bentuk tertentu dari templat. Beberapa templat keras yang biasa digunakan yaitu polimer, karbon *nanotube*, dan mineral[22]. Tahapan dalam penggunaan templat keras sebagai zat pembentuk pori diawali dengan prekursor yang mengisi bagian dalam templat dan morfologi akan disalin ke produk target. Kemudian, templat dihilangkan dengan dilarutkan menggunakan asam-basa dan pirolisis[22].

Metode templat banyak digunakan dalam sintesis beberapa material berukuran nano, salah satunya  $\text{TiO}_2$  berpori dengan ukuran, morfologi, dan struktur yang dapat dikontrol. Tahap terakhir dalam proses ini adalah penghilangan templat yang dapat dilakukan dengan beberapa cara diantaranya kalsinasi[9], penambahan asam asetat[10], dan fotodegradasi dengan sinar UV[11].

## 6. Metode Sintesis

Sintesis N-doped  $\text{TiO}_2$  berukuran nano dapat dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya metode hidrotermal, solvotermal, sol-gel, oksidasi langsung, *Chemical Vapor Deposition* (CVD), elektrodeposisi, dan sonokimia[24].

Li, Xiao *et al.*[8] melakukan sintesis bola  $\text{TiO}_2$  mesopori dengan memodifikasi doping nitrogen dan menambahkan CTAB sebagai zat pembentuk porinya. Proses sintesis diawali dengan pembuatan  $\text{TiO}_2$  berpori dengan  $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$  sebagai prekursor  $\text{TiO}_2$  dan CTAB sebagai templat lunak atau zat pencetak pori, proses ini dilakukan

dengan metode *sol-gel*. Sampel  $\text{TiO}_2$  mesopori diberi label m- $\text{TiO}_2$  sedangkan  $\text{TiO}_2$  tanpa penambahan CTAB diberi label p- $\text{TiO}_2$ . Tahapan selanjutnya yaitu melakukan pendopingan dengan nitrogen menggunakan metode hidrotermal. Sebanyak 0,2 gram sampel  $\text{TiO}_2$  yang telah disintesis dicampurkan dengan 8 mL air deionisasi dan 12 mL etanol, kemudian ditambahkan ammonia sambil diaduk selama 2 jam. Campuran dimasukkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan pada suhu  $180^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Produk yang diperoleh disentrifugasi, dicuci, dan dikeringkan pada suhu  $80^\circ\text{C}$ . Sampel dikalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Langkah diulangi untuk variasi rasio mol ammonia terhadap  $\text{TiO}_2$  yaitu 2; 1; 0,8; 0,5; 0,2 dan 0[8].

Pada tahun 2016, Li, Hongliang *et al.*[6] telah melakukan sintesis bola berongga N-doped  $\text{TiO}_2$  berpori dengan menggunakan MF (melamin formaldehid) sebagai templat pembentuk bola berongga pada sampel dan CTAB sebagai pembentuk pori pada permukaan bola berongga N-doped  $\text{TiO}_2$ . Pada prosesnya, ia menggunakan metode *sol-gel* dengan mencampurkan larutan formaldehida dan melamin, kemudian pH diatur menjadi 4,2 untuk membentuk MF. MF yang terbentuk ditambahkan CTAB yang telah dicampurkan dengan air dan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Setelah itu, larutan etanol TBOT 1,0 vol% (0,15 mL TBOT dilarutkan ke dalam 15 mL etanol) ditambahkan ke dalam campuran di atas secara bertahap dan diaduk secara kontinyu. Suspensi disentrifugasi dan dicuci tiga kali, kemudian dikeringkan. Serbuk putih yang diperoleh diberi nama MF@C- $\text{TiO}_2$ . Sebagai pembandingan, digunakan PVT untuk menggantikan CTAB sebagai zat pembentuk pori diberi nama MF@P- $\text{TiO}_2$  dan MF@B- $\text{TiO}_2$  untuk sampel tanpa penambahan zat pembentuk pori. Semua sampel dikalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

Toe *et al.*[4] juga telah melakukan penelitian tentang sintesis N-doped  $\text{TiO}_2$  mesopori dengan penambahan CTAB, hanya saja dalam proses sintesisnya Toe *et al.*[4] menggunakan metode solvotermal dengan TTIP sebagai prekursor  $\text{TiO}_2$  dan CTAB sebagai zat pencetak pori. Proses sintesis diawali dengan mencampurkan 1 mL TTIP dengan 10 mL etanol, 0,185 gram CTAB, dan 1 mL HCl kemudian diaduk selama 30 menit. Etilendiamin ditambahkan sebagai sumber nitrogen dengan variasi rasio mol N:Ti yaitu 0:1, 1:2, 1:1, 3:2, dan 2:1, pengadukan dilanjutkan selama 60 menit. Campuran dimasukkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan pada suhu  $200^\circ\text{C}$

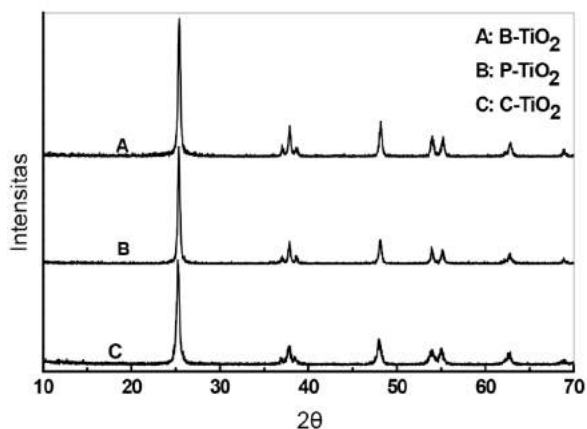
selama 16 jam. Endapan yang diperoleh disaring, dicuci, dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 24 jam. Produk berbentuk bubuk kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C selama 3 jam.

## 7. Karakterisasi

Beberapa teknik karakterisasi dilakukan untuk mengetahui karakteristik dari material N-doped TiO<sub>2</sub> berpori. Karakterisasi yang dilakukan yaitu *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Diffuse Reflectance Spectra UV-Vis (DRS UV-Vis)*, *Brunaur, Emmett, and Teller (BET)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan Spektrofotometer UV-Vis.

### 7.1 Analisis Struktur Kristal

Analisis struktur kristal dapat dilakukan dengan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*. Li, Hongliang *et al.*[6] melakukan sintesis bola berongga N-doped TiO<sub>2</sub> berpori dengan menggunakan MF (melamin formaldehid) sebagai templat pembentuk bola berongga pada sampel dan CTAB serta PVT sebagai pembentuk pori pada permukaan bola berongga N-doped TiO<sub>2</sub> menggunakan metode *sol-gel*. Pola XRD dari bola berongga B-TiO<sub>2</sub>, P-TiO<sub>2</sub>, dan C-TiO<sub>2</sub> disajikan pada gambar 9. Puncak difraksi utama yang diamati pada sudut 2θ = 25° (101), 38° (004), 48° (200), 54° (105), dan 55° (211) yang menunjukkan puncak khas dari fase *anatase*.



**Gambar 9.** Pola XRD dari (a) B-TiO<sub>2</sub> (b) P-TiO<sub>2</sub> (c) C-TiO<sub>2</sub>[6]

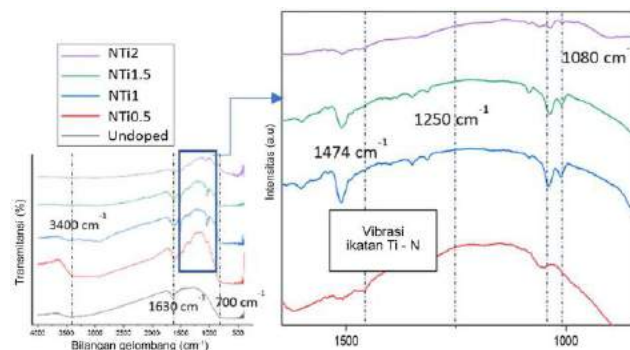
Li, Xiao *et al.*[8] melakukan sintesis bola TiO<sub>2</sub> mesopori dengan memodifikasi doping nitrogen lebih lanjut sehingga menghasilkan material berpori dengan doping yang homogen, seragam, dan konsentrasi tinggi untuk mempersempit energi celah pita dari TiO<sub>2</sub> sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> pada sinar tampak untuk degradasi polutan. Pada prosesnya, Li, Xiao *et al.* [8] memodifikasi metode

sintesis yaitu menggunakan metode *sol-gel* pada sintesis TiO<sub>2</sub> berpori dan menggunakan metode hidrotermal pada proses pendopingan nitrogen. Kristalinitas bola TiO<sub>2</sub> dengan doping nitrogen lebih baik dibandingkan tanpa doping nitrogen, dibandingkan dengan sampel m-TiO<sub>2</sub> yang memberikan fase amorf, semua sampel n-N-TiO<sub>2</sub> memberikan puncak pada sudut 2θ 25,4°, 37,9°, 48,0°, 54,1°, dan 63,0° yang merupakan puncak khas dari fase *anatase*. Sampel N-doped TiO<sub>2</sub> memberikan fase *anatase* tanpa ada fase lainnya.

Pada tahun 2018, Toe *et al.*[4] juga telah melakukan penelitian tentang sintesis N-doped TiO<sub>2</sub> mesopori dengan TTIP sebagai prekursor TiO<sub>2</sub> dan CTAB sebagai zat pencetak pori, hanya saja dalam proses sintesisnya Toe *et al.*[4] menggunakan metode solvotermal. Difraktogram juga menunjukkan bahwa semua sampel tersusun dari fase *anatase* dengan sudut 2θ 25,4°, 37,8°, dan 48,3° yang sesuai dengan bidang (101), (004), dan (200). Hal ini menunjukkan bahwa penambahan CTAB sebagai zat pembentuk pori dan pendopingan dengan nitrogen serta metode sintesis yang berbeda sekalipun tidak mengubah dimensi sel unit rata-rata.

### 7.2 Karakterisasi FTIR

Pada tahun 2018, Toe *et al.*[4] melakukan sintesis N-doped TiO<sub>2</sub> mesopori dengan TTIP sebagai prekursor TiO<sub>2</sub> dan CTAB sebagai zat pencetak pori dengan menggunakan metode solvotermal. Spektrum FTIR memberikan puncak serapan yang lebar pada bilangan gelombang 3400 cm<sup>-1</sup> untuk semua sampel yang disintesis (gambar 10). Hal ini menunjukkan adanya gugus hidroksil permukaan dari air yang teradsorpsi. Selain itu, semua sampel juga memberikan puncak serapan pada bilangan gelombang 1630 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya ikatan O-H dan N-H. Hal yang sama dari semua sampel juga ditunjukkan oleh munculnya puncak serapan pada bilangan gelombang 700 cm<sup>-1</sup> yang menandakan adanya vibrasi regangan dari Ti-O.



**Gambar 10.** Spektrum FTIR dari sampel[4]

Perbedaan antara sampel terdoping dan tanpa doping nitrogen terlihat pada rentang bilangan gelombang 1000-1500  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak serapan ini mengindikasikan bahwa nitrogen telah berhasil terdoping pada  $\text{TiO}_2$ .

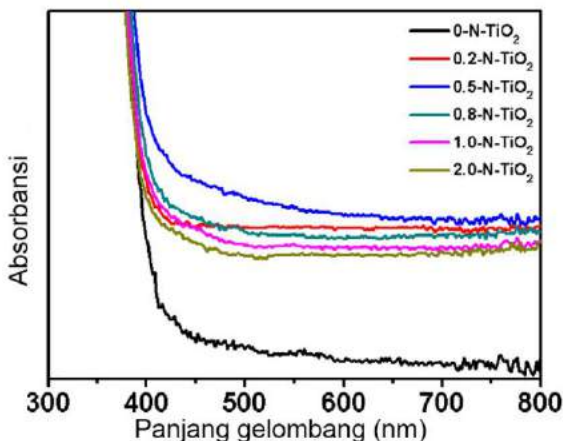
Yang *et al.*[25] melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  terdoping nitrogen menggunakan metode solvotermal. Spektrum FTIR dari semua sampel  $\text{TiO}_2$  terdoping nitrogen dengan variasi rasio mol dari N: $\text{TiO}_2$  menunjukkan adanya ikatan Ti-O-Ti pada bilangan gelombang kisaran 700  $\text{cm}^{-1}$  sedangkan pada bilangan gelombang 1080  $\text{cm}^{-1}$ , 1250  $\text{cm}^{-1}$  dan 1474  $\text{cm}^{-1}$  muncul puncak serapan dari ikatan Ti-N.

Hasil yang sama untuk analisis FTIR dari N-doped  $\text{TiO}_2$  berpori juga dilaporkan oleh Li, Hongliang *et al.*[6] yang melakukan sintesis bola berongga N-doped  $\text{TiO}_2$  berpori menggunakan metode *sol-gel*. Puncak serapan juga muncul pada bilangan gelombang 1390  $\text{cm}^{-1}$  dan 1630  $\text{cm}^{-1}$ , masing-masing menandakan keberadaan nitrogen dalam sampel C- $\text{TiO}_2$ .

### 7.3 Analisis UV-Vis

Belakangan ini, telah banyak peneliti yang menyadari bahwa parameter struktural material berukuran nano dari struktur, ukuran, bentuk, kristalinitas, dan porositas memiliki pengaruh yang signifikan pada aktivitas fotokatalitiknya. Kemampuan dari  $\text{TiO}_2$  sebagai fotokatalis dapat diamati dengan DRS UV-Vis dan Spektrofotometer UV-Vis. Telah dilaporkan bahwa melakukan pendopingan pada  $\text{TiO}_2$  dapat mempersempit celah pita dan menggeser respon optiknya dari ultraviolet ke daerah sinar tampak.

Li, Xiao *et al.*[8] melaporkan sifat penyerapan cahaya dari sampel bola  $\text{TiO}_2$  yang diamati dari spektrum DRS UV-Vis. Sebagai pembandingan, spektrum DRS UV-Vis dari sampel bola  $\text{TiO}_2$  mesopori tanpa doping nitrogen juga ditampilkan pada gambar 11.



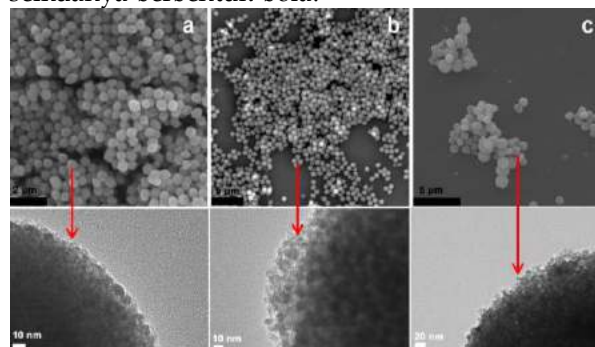
**Gambar 11.** Spektrum DRS UV-Vis dari sampel[8]

Tian *et al.*[7] melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  terdoping nitrogen dengan luas permukaan spesifik dan kristalinitas yang tinggi. Pada proses sintesisnya Tian *et al.*[7] menggunakan CTAB sebagai zat pembentuk pori. Sampel diberi nama SLH  $\text{TiO}_2$  untuk sampel  $\text{TiO}_2$  yang disintesis tanpa doping nitrogen, N-SLH  $\text{TiO}_2$  untuk sampel  $\text{TiO}_2$  terdoping nitrogen, P25  $\text{TiO}_2$  komersial sebagai pembandingan dan N-P25  $\text{TiO}_2$  untuk  $\text{TiO}_2$  komersial yang didoping nitrogen. Tepi pita absorpsi sampel N-SLH  $\text{TiO}_2$  yang dikalsinasi pada suhu 600°C dan 650°C menunjukkan pergeseran bertahap dari tepi penyerapan ke arah panjang gelombang sinar tampak dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  yang tidak didoping.

Pada tahun 2016, Li, Hongliang *et al.* [6] melakukan sintesis N-doped  $\text{TiO}_2$  berpori menggunakan MF sebagai sumber nitrogen. Sampel  $\text{TiO}_2$  yang didoping nitrogen memberikan pita serapan antara 400 dan 700 nm, yang merupakan rentang panjang gelombang dari sinar tampak. Hal ini mendukung data spektrum FTIR yang menunjukkan bahwa berbagai metode sintesis yang digunakan, telah berhasil membuat nitrogen terdoping ke  $\text{TiO}_2$  berpori sehingga memberikan penyerapan pada sinar tampak.

### 7.4 Analisis Morfologi Permukaan

Morfologi permukaan dari suatu material yang telah disintesis dapat diamati dengan karakterisasi menggunakan SEM. Li, Xiao *et al.* [8] melakukan sintesis N-doped  $\text{TiO}_2$  dengan menambahkan CTAB sebagai zat pembentuk pori. Pada proses sintesisnya, templat CTAB dihilangkan melalui kalsinasi pada suhu 400°C sehingga menghasilkan pori-pori seperti cacing. Morfologi bola  $\text{TiO}_2$  dikarakterisasi menggunakan SEM yang disajikan pada gambar 12. Dari gambar 12 terlihat bahwa sampel p- $\text{TiO}_2$  ( $\text{TiO}_2$  murni), m- $\text{TiO}_2$  ( $\text{TiO}_2$  berpori) dan N-doped  $\text{TiO}_2$  mesopori semuanya berbentuk bola.





**Gambar 12.** Foto SEM dari sampel (a) p-TiO<sub>2</sub> (b) m-TiO<sub>2</sub> (c) N-doped TiO<sub>2</sub>[8]

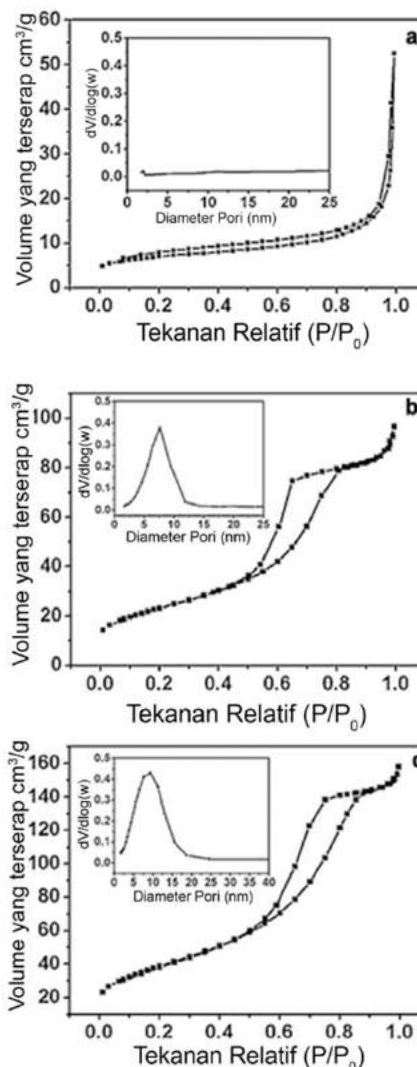
Pada tahun 2016, Li, Hongliang *et al.*[6] juga melakukan sintesis bola berongga N-doped TiO<sub>2</sub> berpori dengan menggunakan MF (melamin formaldehid) sebagai templat pembentuk bola berongga pada sampel dan CTAB sebagai pembentuk pori pada permukaan bola berongga N-doped TiO<sub>2</sub>. Morfologi permukaan dari sampel bola berongga N-doped TiO<sub>2</sub> berpori setelah dikalsinasi pada suhu 500°C menunjukkan bentuk bola dengan permukaan berpori yang halus dengan ukuran relatif seragam. Berdasarkan data SEM dari penelitian yang dilakukan oleh beberapa ilmuwan, terbukti bahwa CTAB mampu mencetak pori pada material N-doped TiO<sub>2</sub> setelah sampel melalui proses kalsinasi.

### 7.5 Analisis Luas Permukaan Spesifik

Nanokristal TiO<sub>2</sub> dengan luas permukaan tinggi sangat penting untuk meningkatkan efisiensi fotokatalisis. Dalam mengembangkan sistem katalis baru, sangat penting untuk mengembangkan material dengan luas permukaan yang tinggi, salah satunya dengan penambahan zat pembentuk pori pada sintesis material.

Li, Xiao *et al.* [8] melakukan sintesis bola TiO<sub>2</sub> mesopori dengan memodifikasi doping nitrogen lebih lanjut dengan penambahan CTAB sebagai zat pembentuk pori, sehingga menghasilkan material berpori yang memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi, homogen, seragam, dan konsentrasi tinggi untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> dalam mendegradasi polutan.

Peran CTAB sebagai pembentuk pori dapat diamati melalui luas permukaan spesifik dan porositas dari sampel yang ditunjukkan oleh gambar 13. Gambar 13b dan c menunjukkan pola kurva isothermal adsorpsi *multilayer* yang merupakan kurva adsorpsi tipe IV. Hal ini menunjukkan bahwa sampel m-TiO<sub>2</sub> dan 0,5-N-TiO<sub>2</sub> memiliki mesopori yang seragam. Berbeda dengan gambar 13a yang menandakan bahwa tidak terbentuk pori pada sampel p-TiO<sub>2</sub> karena tidak adanya penambahan CTAB.



**Gambar 13.** Kurva N<sub>2</sub> adsorpsi-desorpsi dari sampel (a) p-TiO<sub>2</sub> (b) m-TiO<sub>2</sub> (c) 0,5-N-TiO<sub>2</sub>[8]

Pernyataan ini juga didukung oleh data yang telah diringkas dalam tabel 3 untuk semua sampel yang disintesis. Berdasarkan data pada tabel 3, dapat kita bandingkan luas permukaan spesifik sampel p-TiO<sub>2</sub> yaitu sebesar 24,9 m<sup>2</sup>/g dengan sampel m-TiO<sub>2</sub> sebesar 83,1 m<sup>2</sup>/g. Hal ini membuktikan bahwasannya penambahan CTAB dapat meningkatkan luas permukaan spesifik serta membentuk pori setelah proses kalsinasi sampel. Modifikasi menggunakan nitrogen menunjukkan bahwa sampel 0,5-N-TiO<sub>2</sub> memiliki ukuran pori relatif rendah sebesar 7,0 nm dengan luas permukaan spesifik yang tinggi yaitu sebesar 139,6 m<sup>2</sup>/g.

**Tabel 3.** Data ukuran kristal, luas permukaan spesifik, dan ukuran pori dari sampel<sup>8</sup>

Sampel	Ukuran	Luas	Ukuran Pori
--------	--------	------	-------------

	Kristal (nm)	Permukaan (m <sup>2</sup> /g)	(nm)
p-TiO <sub>2</sub>	25,7	24,9	-
m-TiO <sub>2</sub>	13,4	83,1	7,2
0-N-TiO <sub>2</sub>	13,9	84,8	8,8
0,2-N-TiO <sub>2</sub>	12,1	94,9	7,8
0,5-N-TiO <sub>2</sub>	11,4	139,6	7,0
0,8-N-TiO <sub>2</sub>	12,3	129,0	9,3
1,0-N-TiO <sub>2</sub>	11,2	122,0	9,1
2,0-N-TiO <sub>2</sub>	11,9	127,0	9,2

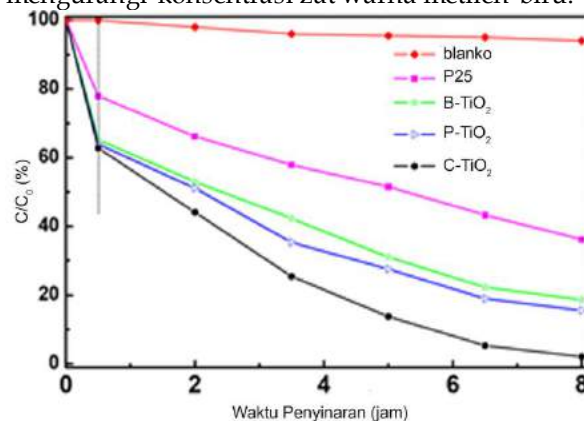
Li, Hongliang *et al.*[6] melakukan sintesis N-doped TiO<sub>2</sub> berpori dengan membandingkan templat CTAB (C-TiO<sub>2</sub>) dan PVT (P-TiO<sub>2</sub>) sebagai zat pembentuk pori. Ketiga sampel menunjukkan kurva adsorpsi tipe IV yang menunjukkan pori berjenis mesopori. Luas permukaan spesifik dari mesopori B-TiO<sub>2</sub> (TiO<sub>2</sub> sintesis), P-TiO<sub>2</sub> (TiO<sub>2</sub>+PVT), dan bola berongga C-TiO<sub>2</sub> (TiO<sub>2</sub>+CTAB) masing-masing sebesar 98, 128 dan 131 m<sup>2</sup>/g. Di antara ketiga sampel, C-TiO<sub>2</sub> menunjukkan luas permukaan spesifik yang paling tinggi diantara semua sampel. Hal ini menunjukkan bahwa CTAB memiliki kemampuan yang jauh lebih baik dalam mengarahkan pori karena dapat dengan mudah membentuk misel yang akan mencetak pori pada sampel setelah dikalsinasi.

Toe *et al.*[4] juga melaporkan bahwa hasil karakterisasi fisisorpsi N<sub>2</sub> dari TiO<sub>2</sub> tanpa pendopingan dan TiO<sub>2</sub> yang didoping dengan nitrogen menunjukkan adsorpsi multilayer yang diikuti oleh kondensasi kapiler, yaitu dari kurva adsorpsi tipe IV umumnya ditemukan dalam bahan mesopori. Pada fotokatalis komersial TiO<sub>2</sub> (Wako) dan P25 masing-masing memiliki luas permukaan sebesar 15 m<sup>2</sup>/g dan 50 m<sup>2</sup>/g. Sedangkan sampel NTi1 yang telah ditambahkan CTAB memiliki luas permukaan spesifik kisaran 130-150 m<sup>2</sup>/g. Hal ini menunjukkan bahwa CTAB telah berhasil memainkan peran sebagai zat pembentuk pori pada sampel, sehingga dapat meningkatkan luas permukaan spesifik dari sampel dan mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari sampel.

#### 7.6 Analisis Aktivitas Fotokatalitik

Li, Hongliang *et al.*[6] melakukan sintesis N-doped TiO<sub>2</sub> berpori untuk mendegradasi zat warna metilen biru. Gambar 14 menunjukkan plot adsorpsi dan degradasi C/C<sub>0</sub> terhadap waktu iradiasi sinar tampak. Penurunan konsentrasi metilen biru sebelum iradiasi sinar tampak dapat dikaitkan dengan efek adsorpsi partikel TiO<sub>2</sub> terhadap metilen biru. Terlihat bahwa sampel B-TiO<sub>2</sub> (TiO<sub>2</sub> sintesis), P-TiO<sub>2</sub> (TiO<sub>2</sub>+PVT), C-TiO<sub>2</sub>

(TiO<sub>2</sub>+CTAB) dan P25 masing-masing memberikan persen degradasi sebesar 81%, 85%, 98% dan 64% di bawah iradiasi sinar tampak selama 8 jam. Sampel C-TiO<sub>2</sub> memberikan persentase degradasi paling tinggi dibandingkan sampel lainnya. Hal ini dikaitkan dengan luas permukaan sampel yang meningkat setelah ditambahkan CTAB sebagai zat pembentuk pori. Pori yang tercetak pada sampel setelah dikalsinasi, akan memberikan fungsi sebagai adsorban pada sampel, sehingga mampu mengurangi konsentrasi zat warna metilen biru.



Gambar 14. Fotodegradasi metilen biru oleh sampel[6]

Tian *et al.*<sup>7</sup> juga melaporkan kemampuan sampel dalam mendegradasi fenol di bawah sinar tampak. Persen degradasi fenol yaitu sebesar 62% dan 55% untuk sampel N-SLH TiO<sub>2</sub> (TiO<sub>2</sub> didoping nitrogen yang disintesis) yang dikalsinasi pada suhu 600 dan 650°C berturut-turut.

#### 8. Kesimpulan

Aktivitas fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub> dapat ditingkatkan melalui penambahan zat pembentuk pori CTAB untuk menghasilkan pori yang banyak dan seragam dengan cara membentuk misel ketika dilarutkan, misel akan mencetak pori pada fotokatalis N-doped TiO<sub>2</sub> setelah dikalsinasi. Hal ini meningkatkan luas permukaan spesifik dari sampel N-doped TiO<sub>2</sub> berpori dan aktivitas fotokatalitiknya juga meningkat. Selain itu, pendopingan juga diperlukan untuk menurunkan energi celah pita TiO<sub>2</sub> dari kisaran 3,2 eV menjadi kisaran 2,8 eV. Sehingga TiO<sub>2</sub> mampu mengoptimalkan kinerjanya sebagai fotokatalis dengan peran ganda yaitu melakukan adsorpsi dan fotodegradasi sekaligus.

#### Referensi

1. Mohamed A, Osman TA, Toprak MS,



- Muhammed M, Yilmaz E, Uheida A. Visible light photocatalytic reduction of Cr(VI) by surface modified CNT/titanium dioxide composites nanofibers. *J Mol Catal A Chem.* 2016;424:45-53. doi:10.1016/j.molcata.2016.08.010
2. Yin Q, Xiang J, Wang X, Guo X, Zhang T. Preparation of highly crystalline mesoporous TiO<sub>2</sub> by sol – gel method combined with two-step calcining process. *J Exp Nanosci.* 2016;11(14):1127-1137. doi:10.1080/17458080.2016.1189097
  3. Karim S, Pardoyo, Subagiyo A. Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi Sintesis dan Karakterisasi TiO<sub>2</sub> Terdoping Nitrogen ( N-Doped. *J Kim Sains dan Apl.* 2016;19(2):63-67.
  4. Toe ED, Kurniawan W, Mariquit EG, Hinode H. Synthesis of N-doped Mesoporous TiO<sub>2</sub> by Facile One-step Solvothermal Process for Visible Light Photocatalytic Degradation of Organic Pollutant Journal of Environmental Chemical Engineering Synthesis of N-doped mesoporous TiO<sub>2</sub> by facile one-step solvothermal. *J Environ Chem Eng.* 2018;6(4):5125-5134. doi:10.1016/j.jece.2018.08.005
  5. Islam SZ, Nagpure S, Kim DY, Rankin SE. Synthesis and Catalytic Applications of Non-Metal Doped Mesoporous Titania. *Inorganic.* 2017;5(15):1-43. doi:10.3390/inorganics5010015
  6. Li H, Liu H, Fu A, et al. Synthesis and characterization of N-doped porous TiO<sub>2</sub> hollow spheres and their photocatalytic and optical properties. *Materials (Basel).* 2016;9(10):1-15. doi:10.3390/ma9100849
  7. Tian G, Chen Y, Pan K, et al. Efficient visible light-induced degradation of phenol on N-doped anatase TiO<sub>2</sub> with large surface area and high crystallinity. *Appl Surf Sci.* 2010;256(12):3740-3745. doi:10.1016/j.apsusc.2010.01.016
  8. Li X, Liu P, Mao Y, Xing M, Zhang J. Preparation of homogeneous nitrogen-doped mesoporous TiO<sub>2</sub> spheres with enhanced visible-light photocatalysis. *Appl Catal B Environ.* 2015;164:352-359. doi:10.1016/j.apcatb.2014.09.053
  9. Shibata H, Ogura T, Mukai T, Ohkubo T, Sakai H, Abe M. Direct Synthesis of Mesoporous Titania Particles Having a Crystalline Wall. *J Am Chem Soc.* 2005;127(47):16396-16397.
  10. Endo T, Okada S, Torigoe K, Koshikawa N. Removal of surfactant template from mesoporous titania. *Colloids Surfaces A Physicochem Eng Asp.* 2015;464:52-56. doi:10.1016/j.colsurfa.2014.10.004
  11. Zi SC, Chandren S, Yuan LS, et al. New method to synthesize mesoporous titania by photodegradation of surfactant template. *Solid State Sci.* 2016;52:83-91. doi:10.1016/j.solidstatesciences.2015.12.016
  12. Nasikhudin, Diantoro M, Kusumaatmaja A, Triyana K. Study on Photocatalytic Properties of TiO<sub>2</sub> Nanoparticle in various pH condition. *J Phys Conf Ser.* 2018;1011(1):1-7. doi:10.1088/1742-6596/1011/1/012069
  13. Zhang J, Zhou P, Liu J, Yu J. New understanding of the difference of photocatalytic activity among anatase, rutile and brookite TiO<sub>2</sub>. *Phys Chem Chem Phys.* 2014;16(38):20382-20386. doi:10.1039/c4cp02201g
  14. Etacheri V, Di C, Schneider J, Bahnemann D, Pillai SC. Visible-light activation of TiO<sub>2</sub> photocatalysts: Advances in theory and experiments. *J Photochem Photobiol C Photochem Rev.* 2015;25:1-29. doi:10.1016/j.jphotochemrev.2015.08.003
  15. Aini ZN. Artikel Review : Studi Variasi Metode Pada Sintesis Komposit Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Artikel Review : Studi Variasi Metode Pada Sintesis Komposit Fotokatalis. Published online 2019:1-8.
  16. Slamet, Syakur R, Danumulyo W. PengolahanLimbah Logam Berat Chromium (VI) dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>. *MAKARA Technol Ser.* 2003;7(1):1-7. doi:10.7454/mst.v7i1.132
  17. Linsebigler AL, Lu G, Yates JT. Photocatalysis on TiO<sub>2</sub> Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chem Rev.* 1995;95(3):735-758.
  18. Asapu R, Palla VM, Wang B, Guo Z, Sadu R, Chen DH. Phosphorus-doped titania nanotubes with enhanced photocatalytic activity. *J Photochem Photobiol A Chem.* 2011;225(1):81-87. doi:10.1016/j.jphotochem.2011.10.001
  19. Parthasarathy P, Narayanan SK. Effect of Hydrothermal Carbonization Reaction Parameters on. *Environ Prog Sustain Energy.* 2014;33(3):676-680. doi:10.1002/ep
  20. Ansari SA, Khan M, Ansari O. Nitrogen-doped titanium dioxide (N-doped TiO<sub>2</sub>) for visible light photocatalysis. *New J Chem.* 2016;40:3000-3009. doi:10.1039/C5NJ03478G
  21. Shao GS, Zhang XJ, Yuan ZY. Preparation and

- photocatalytic activity of hierarchically mesoporous-macroporous TiO<sub>2</sub>-xNx. *Appl Catal B Environ.* 2008;82(3-4):208-218. doi:10.1016/j.apcatb.2008.01.026
22. Niu B, Wang X, Wu K, He X, Zhang R. Mesoporous Titanium Dioxide : Synthesis and Applications in Photocatalysis , Energy and Biology. *Materials (Basel)*. 2018;11:1-23. doi:10.3390/ma11101910
  23. Fahyuan HD, Dahlan D, - A. Pengaruh Konsentrasi CTAB Dalam Sintesis Nanopartikel Tio<sub>2</sub> Untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sol Gel. *J Ilmu Fis.* 2013;5(1):16-23. doi:10.25077/jif.5.1.16-23.2013
  24. Byranvand MM, Kharat AN, Fatholahi L, Beiranvand ZM. A Review on Synthesis of Nano-TiO<sub>2</sub> via Different Methods. *J Nanostructures.* 2013;3:1-9.
  25. Yang G, Jiang Z, Shi H, Xiao T, Yan Z. Preparation of highly visible-light active N-doped TiO<sub>2</sub> photocatalyst. *J Mater Chem.* 2010;20(25):5301-5309. doi:10.1039/c0jm00376j

# EKSTRAK DAUN SERI (*Muntingia calabura* L.) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA DALAM MEDIUM HCl 1 M

Yeni Stiadi, Emriadi, Lombardo\*

Laboratory of Electrochemical/Photochemical, Chemistry Department of Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Andalas University, Campus of Limau Manis, Padang

\*Email : [militerarmy@gmail.com](mailto:militerarmy@gmail.com)

**Abstrak:** Leaf extract (*Muntingia calabura* L) was studied as a steel corrosion inhibitor in HCl 1 M medium. It was studied using the weight loss method, potentiodynamic polarization, Fourier Transform Infra Red (FT-IR) analysis and characterization using optical microscopy. Measurement using the weight loss method showed that the corrosion rate decreased with increasing concentration of the leaf extract series and increased with increasing temperature. The highest inhibition efficiency value was 81.41% at the addition of the extract concentration of 5 g/L at 30 ° C. The adsorption of leaf extract seri on the steel surface follows the Langmuir adsorption isotherm. Potentiodynamic polarization measurements showed that the leaf extract was a mixture of cathodic and anodic inhibitors. The morphological analysis of steel using optical microscopy showed differences in the steel before immersion and after immersion in 1 M HCl medium with and without the addition of leaf seri extracts.

**Keywords:** *Muntingia calabura* L, corrosion inhibitor, adsorption, weight loss

## 1. Pendahuluan

Indonesia mulai memasuki era industri 4.0 yang mana banyak industri dari berbagai bidang sedang gencar dalam membangun Indonesia kedepannya. Baja merupakan salah satu komponen penting dalam industri karena baja mudah diperoleh, harga yang murah dan baja bersifat kokoh. Tidak hanya itu, baja pun biasa dijadikan sebagai bahan baku oleh industri otomotif, industri peralatan dan lain-lain. Dalam bidang industri, asam memiliki peranan yang penting seperti dalam pemurnian minyak, proses petrokimia dan pengawetan. Akan tetapi, baja dalam media asam mudah mengalami korosi[1].

Korosi baja merupakan salah satu masalah utama dalam banyak industri terutama yang menggunakan baja sebagai komponen utama maupun produk yang dihasilkan. Hal ini menyebabkan banyak biaya yang dikeluarkan oleh pihak industri untuk mengatasi masalah korosi. Sebelumnya berbagai cara telah dilakukan untuk mengatasi masalah korosi ini dengan inhibitor anorganik dengan menggunakan senyawa sintesis seperti *coating*, proses elektrokimia, dan proteksi katodik. Namun, ketiga cara itu membutuhkan biaya yang tidak sedikit, kebanyakan dapat merusak lingkungan karena beracun dan berbahaya bagi kelangsungan makhluk hidup. Inhibitor korosi dengan menggunakan ekstrak bagian tanaman merupakan cara yang efektif sebagai penghambat korosi dengan biaya relatif lebih murah, tidak beracun dan ramah lingkungan. Inhibitor dapat mengubah laju reaksi konsumsi logam dalam asam dan mempengaruhi kinetika

reaksi elektrokimia yang mengatur proses korosi. Inhibitor ini teradsorpsi pada permukaan logam dan mengubah struktur lapisan rangkap listrik[1,2].

Beberapa tahun terakhir, banyak peneliti fokus terhadap inhibitor organik yang memiliki kelebihan seperti bahan yang tidak merusak lingkungan, prosedur pembuatan yang simpel, mudah didapat di alam dan dapat didaur ulang seperti ekstrak tanaman. Banyak inhibitor organik memiliki struktur dari atom N, O dan S yang dapat berinteraksi dalam lingkungan asam. Sebelumnya, beberapa ekstrak tanaman telah digunakan sebagai inhibitor korosi seperti ekstrak *Petroselinum sativum*, *Ircinia strobilina*, *Manihot esculenta*, *Theobroma cacao*, *Palicourea guianensis*, *Xanthium strumarium*, *Psidium guajava* Linn, *Phaleria macrocarpa*, *Naphelium lappaceum* Linn, dan *Sida acuta*[1-10].

Ekstrak bagian tanaman dapat dijadikan sebagai inhibitor korosi karena mengandung senyawa metabolit sekunder terutama senyawa flavonoid dan steroid. Senyawa metabolit sekunder dapat mengendalikan laju korosi dengan cara membentuk lapisan pelindung melalui interaksi gugus fungsinya dengan permukaan baja. Tanaman seri (*Muntingia calabura*) mengandung beberapa senyawa metabolit sekunder seperti senyawa fenolik, steroid dan flavonoid. Dengan demikian ekstrak tanaman seri mempunyai potensi yang tinggi untuk digunakan sebagai inhibitor korosi baja ramah lingkungan[10].

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian adalah neraca analitik, jangka sorong digital, amplas besi, oven, *rotary evaporator* (Heidolph Laborota 4000), *waterbath* (Innotech BJP X RockFord), gerinda, termometer, *hot plate*, potensiostat (eDAq), FTIR (PerkinElmer), Mikroskop Optik Olympus CX 43.

### 2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah lempengan baja, daun sambung nyawa (*Gynura procumbens* (Lour.) Merr.), asam klorida (*smart lab*), akuades, metanol, aseton, elektroda Pt, elektroda Ag/AgCl, kloroform, sebuk Mg, anhidrida asetat, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a, pereaksi Mayer dan kertas saring.

### 2.3 Prosedur Percobaan

#### 2.3.1 Persiapan Spesimen Baja

Baja berbentuk lempeng dipotong dengan diameter 3 × 1,5 cm. Kemudian dibersihkan dan dihaluskan permukaannya menggunakan ampelas besi dan dibilas dengan akuades. Dibilas dengan aseton untuk menghilangkan lemak yang mungkin menempel pada spesimen. Selanjutnya, baja dikeringkan dengan oven suhu 60°C. Setelah kering, baja ditimbang dan hasil penimbangan dinyatakan sebagai berat awal (m<sub>1</sub>).

#### 2.3.2 Pembuatan Ekstrak Daun Seri

Daun seri dikering anginkan sampai kering lalu dihaluskan dengan gerinda dan timbang sebanyak 500 g. Sampel tersebut dimaserasi dengan metanol sebanyak ± 1500 mL selama 3 hari. Ekstrak yang didapat disaring dan diuapkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator* sehingga didapatkan ekstrak pekat daun seri. Ekstrak pekat disimpan ke dalam gelas kaca untuk dibuat larutan inhibisi dengan konsentrasi yang berbeda-beda.

#### 2.3.3 Uji Fitokimia

Ekstrak pekat daun seri dilarutkan dengan pelarut metanol dan dimasukan ke dalam tabung. Setelah itu ditambahkan akuades dan kloroform dengan perbandingan 1:1 kemudian dikocok. Setelah didiamkan beberapa saat, akan terbentuk dua lapisan dan kemudian dipisahkan. Lapisan air digunakan untuk uji kandungan fenolik, flavonoid dan saponin, sedangkan lapisan kloroform digunakan untuk uji kandungan triterpenoid dan steroid. Selanjutnya ekstrak dilarutkan dengan metanol, kemudian akan terbentuk filtrat dan endapan.

Filtrat tersebut digunakan untuk uji kandungan alkaloid.

#### 2.3.4 Pembuatan Medium Korosif

Medium korosif dibuat dari larutan induk HCl 5 M dengan cara memipet 103,7 mL HCl 37% dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. Medium korosif HCl 1 M dibuat dari larutan induk HCl 5 M dengan cara memipet larutan induk HCl 5 M sebanyak 10 mL kemudian diencerkan dengan akuades dan ekstrak inhibitor sampai volume 50 mL pada gelas piala[25].

#### 2.3.5 Pembuatan Larutan Medium Korosif dengan Penambahan Ekstrak Daun Seri

Ekstrak pekat daun seri yang telah didapatkan selanjutnya dibuat larutan induk 20 gL<sup>-1</sup> dengan menimbang 2 g ekstrak daun seri dilarutkan dalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas. Selanjutnya larutan induk ekstrak divariasikan konsentrasinya (1, 2, 3, 4, 5)gL<sup>-1</sup>. Variasi konsentrasi tersebut dicampur dengan larutan HCl 5 M. Selanjutnya ditambahkan dengan akuades sampai volume 50 mL sehingga didapatkan larutan ekstrak inhibitor daun seri.

#### 2.3.6 Penentuan Laju Korosi Berdasarkan Metode Kehilangan Berat

Baja direndam dalam 50 mL larutan medium korosif HCl 1 M dengan ada dan tanpa adanya ekstrak daun seri pada berbagai konsentrasi dengan variasi suhu 30°C, 40°C, 50°C, dan 60°C selama 7 jam menggunakan *waterbath*. Kemudian baja dibersihkan dengan *brush*, dibilas dan dikeringkan menggunakan oven. Setelah kering, baja ditimbang dan hasil penimbangan dinyatakan sebagai berat akhir (m<sub>2</sub>) sehingga didapatkan kehilangan berat (Δm) dengan mengurangkan berat awal dengan berat baja akhir setelah perendaman.

#### 2.3.7 Polarisasi Potensiodinamika

Pengukuran polarisasi potensiodinamik digunakan lempeng baja lunak sebagai elektroda kerja dengan ukuran 3,36 × 1,91 mm dan luas permukaan 0,06417 cm<sup>2</sup>, elektroda Pt sebagai elektroda pembantu dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Pengukuran polarisasi potensiodinamik dilakukan dalam medium HCl 1 M yang mengandung campuran konsentrasi inhibitor 1, 2, 3, 4, dan 5 gL<sup>-1</sup>. Ketiga elektroda dicelupkan ke dalam bejana berisi medium korosif tanpa dan dengan adanya inhibitor. Kemudian dihubungkan dengan potensiometer dan diukur potensial sehingga

diperoleh kurva hubungan antara potensial (mV) dengan log arus (mA/cm<sup>3</sup>). Potensial yang digunakan adalah dari 1000 mV sampai 500 mV sehingga diperoleh kurva polarisasi potensiodinamik

### 2.3.7 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Pengukuran FTIR dilakukan dengan mengambil produk korosi yang menempel pada baja yang direndam selama 6 hari dalam medium korosif HCl 1 M dengan menggunakan ekstrak daun seri konsentrasi 5 gL<sup>-1</sup>, kemudian produk korosi tersebut dikeringkan dan dianalisis dengan FTIR menggunakan plat pellet KBr, dilakukan juga pengukuran FTIR untuk ekstrak daun seri.

### 2.3.8 *Mikroskop Optik*

Analisis mikroskop optik dilakukan pada baja yang direndam selama 6 hari dalam medium korosif HCl 1 M tanpa dan dengan penambahan ekstrak daun seri 5 gL<sup>-1</sup>, baja kemudian dikeringkan dan dilakukan analisis permukaan dengan mikroskop optik. Analisis juga dilakukan untuk baja tanpa perendaman. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui permukaan baja dilapisi oleh ekstrak inhibitor atau tidak.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 *Uji Fitokimia*

Uji fitokimia ekstrak daun seri dilakukan bertujuan untuk mengetahui kandungan senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada ekstrak. Tabel 4.1 menunjukkan bahwa ekstrak daun seri memiliki beberapa senyawa metabolit sekunder diantaranya steroid, flavonoid dan fenolik (+). Sedangkan steroid, alkaloid, saponin, triterpenoid tidak terdapat pada ekstrak (-). Kandungan senyawa metabolit sekunder dalam ekstrak berperan dalam mengambat laju korosi dengan membentuk lapisan pelindung pada permukaan baja. Interaksi senyawa metabolit sekunder yang ada dalam ekstrak pada baja dapat dianalisa lebih lanjut pada analisis *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy (FTIR)*.

**Table 3.1** Hasil uji fitokimia ekstrak daun seri

Senyawa	Hasil uji
Fenolik	+
Steroid	+
Alkaloid	-
Flavonoid	+
Triterpenoid	-
Saponin	-

Keterangan : + (ada) - (tidak ada)

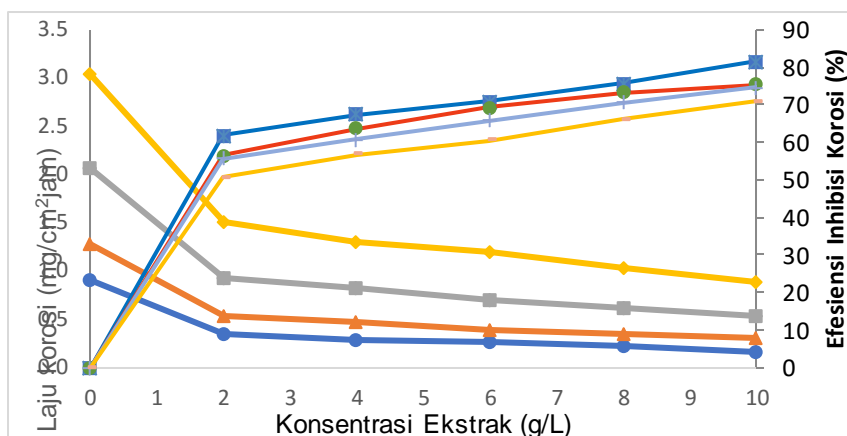
### 3.2 *Analisis Kehilangan Berat*

Analisis dengan metode kehilangan berat dilakukan untuk mengetahui perubahan laju korosi pada baja dengan cara penambahan ekstrak daun seri dalam medium HCl 1 M. Baja direndam dengan ada dan tanpa penambahan ekstrak menggunakan variasi konsentrasi ekstrak 1, 2, 3, 4 dan 5 g/L dengan variasi suhu 30, 40, 50 dan 60 °C. Inhibisi laju korosi ditandai dengan kehilangan berat baja lebih kecil dengan adanya penambahan ekstrak daun seri.

#### 1. *Penentuan Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi*

Gambar 3.1 menunjukkan laju korosi baja ada dan tanpa adanya ekstrak daun seri, dimana laju korosi meningkat dengan adanya kenaikan suhu dan menurun dengan semakin tinggi konsentrasi ekstrak dalam larutan medium korosif. Laju korosi dapat dipengaruhi oleh perubahan massa baja sebelum dan setelah perendaman, luas permukaan baja, dan waktu. Laju korosi meningkat pada kenaikan suhu karena energi kinetik antar partikel semakin besar. Penambahan ekstrak inhibitor ke larutan korosif dapat mengurangi kekorosifan larutan. Laju korosi menurun dengan peningkatan konsentrasi ekstrak inhibitor karena adanya interaksi adsorpsi molekul pada permukaan baja. Interaksi yang terjadi merupakan interaksi adsorpsi fisika dikarenakan pada kenaikan suhu nilai laju korosi meningkat. Hal itu membuktikan ekstrak daun seri terbukti dapat digunakan sebagai inhibitor korosi pada baja dalam medium HCl 1 M [11-13].



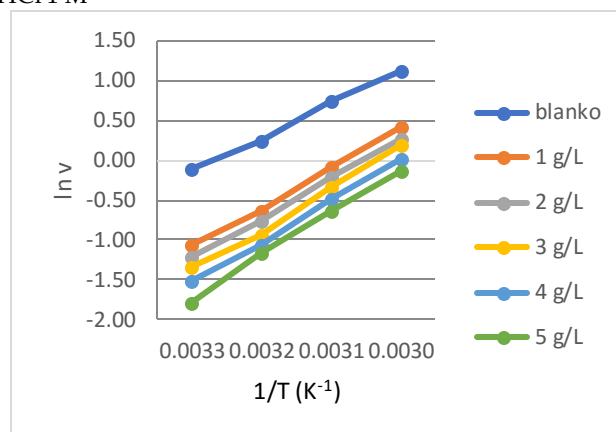


**Gambar 3.1.** Pengaruh konsentrasi inhibitor terhadap laju korosi dan Efisiensi inhibisi korosi baja dalam larutan HCl 1 M

Selain itu, pada Gambar 3.1 Efisiensi inhibisi korosi adalah suatu nilai yang menunjukkan kemampuan dari ekstrak daun seri sebagai inhibitor korosi baja dalam medium asam HCl 1 M. Pada Gambar 4.2. dapat dilihat bahwa efisiensi inhibisi meningkat secara signifikan dengan penambahan konsentrasi ekstrak dan penurunan suhu pada perendaman. Hal ini karena adanya interaksi ekstrak daun seri dengan permukaan baja yang membentuk lapisan pelindung pada permukaan baja sehingga menghambat reaksi korosi oleh larutan asam. Penambahan konsentrasi ekstrak menyebabkan nilai efisiensi inhibitor korosi yang dihasilkan meningkat[14]. Efisiensi inhibisi menurun pada peningkatan suhu, karena sebagian molekul ekstrak pada suhu tinggi mengalami desorpsi, sehingga logam lebih terbuka ke media agresif yang mengakibatkan penurunan efisiensi inhibisi[15]. Efisiensi ekstrak paling tinggi yaitu pada suhu 30°C konsentrasi 5 g/L yaitu sebesar 81.41%.

## 2. Penentuan Energi Aktivasi, Entalpi Aktivasi dan Entropi Aktivasi

Gambar 3.2. menunjukkan hubungan antara  $1/T$  dan  $\ln v$  yang mana nilai slop dari persamaan garis lurus tersebut dapat digunakan untuk menentukan nilai energi aktivasi dengan mengasumsikan  $\ln v = \ln k$ .



**Gambar 3.2.** Aluran Arrhenius untuk korosi baja dalam larutan HCl 1 M yang mengandung beberapa variasi konsentrasi ekstrak daun seri

Pada Tabel 3.2 terlihat nilai energi aktivasi meningkat dengan meningkatnya penambahan ekstrak daun seri dalam medium korosif. Hal ini dikarenakan nilai energi aktivasi berbanding terbalik dengan konsentrasi pembentuk  $Fe_2O_3$ . Hal ini didasarkan dari persamaan Arrhenius bahwa nilai energi aktivasi ( $E_a$ ) berbanding lurus dengan konstanta laju reaksi ( $k$ ), sedangkan nilai  $k$  berbanding lurus dengan konsentrasi pembentuk  $Fe_2O_3$ . Nilai energi aktivasi yang terendah adalah pada konsentrasi ekstrak 1 g/L sebesar 40,78 kJ/molK.

**Table 3.2** Nilai energi aktivasi( $E_a$ ), nilai entalpi ( $\Delta H^*$ ) dan entropi ( $\Delta S^*$ ) tanpa dan dengan penambahan ekstrak daun seri

Konsentrasi Ekstrak (g/L)	Energi Aktivasi (kJ/molK)	$\Delta H^*$ (kJ/mol)	$\Delta S^*$ (J/mol)
0	34,17	31,56	-141,88
1	40,78	38,17	-127,96
2	41,86	39,25	-125,81
3	42,49	39,88	-124,85
4	43,29	40,68	-123,65
5	45,56	42,95	-117,84

**Tabel 3.3.** Parameter termodinamik untuk adsorpsi ekstrak daun sambung nyawa pada baja dalam larutan HCl 1 N pada masing-masing suhu berdasarkan hasil langmuir isoterm

Suhu (°K)	$K_{ads}$	$\Delta G_{ads}^{\circ}$ (kJ/mol)	$\Delta H_{ads}^{\circ}$ (kJ/mol)	$\Delta S_{ads}^{\circ}$ (J/mol)
303	3,2713	-20,3848		
313	3,2388	-21,1979		
323	2,7975	-21,3101	-9,888	35,062
333	2,3108	-21,4407		

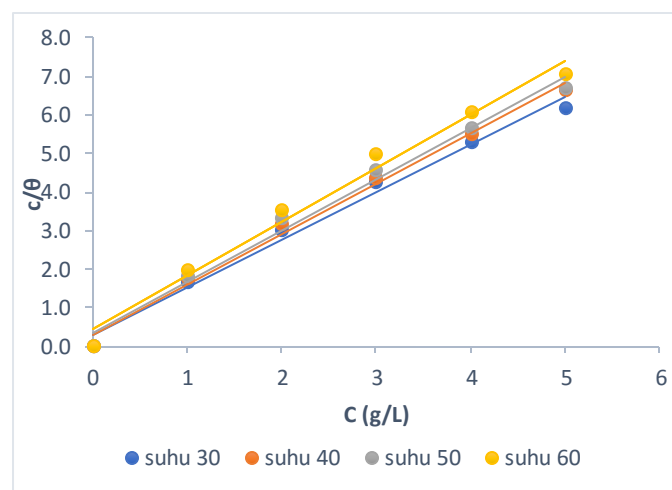
Nilai entalpi ( $\Delta H^*$ ) dan entropi aktivasi ( $\Delta S^*$ ) pada korosi baja dalam medium HCl 1 M dengan dan tanpa adanya penambahan ekstrak daun seri dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Arrhenius. Nilai entalpi ( $\Delta H^*$ ) mengindikasikan energi yang diperlukan untuk mengaktifkan molekul-molekul dalam medium korosif sedangkan nilai entropi aktivasi ( $\Delta S^*$ ) merupakan suatu derajat ketidakteraturan suatu partikel dalam larutan. Tabel 4.2. menunjukkan bahwa nilai entalpi ( $\Delta H^*$ ) bernilai positif dan berbanding lurus dengan penambahan ekstrak daun seri. Nilai positif menunjukkan reaksi terjadi secara endoterm pada reaksi korosi. Nilai entalpi ( $\Delta H^*$ ) blanko lebih kecil daripada nilai entalpi ( $\Delta H^*$ ) setelah penambahan ekstrak daun seri. Hal ini membuat proses korosi sulit terjadi karena energi yang diperlukan untuk berinteraksi dengan permukaan logam membutuhkan energi yang besar. Nilai entropi aktivasi ( $\Delta S^*$ ) pada Tabel 4.2. menunjukkan tanpa dan dengan penambahan ekstrak daun seri nilai entropi aktivasi ( $\Delta S^*$ ) negatif. Dengan penambahan ekstrak daun seri nilai entropi aktivasi ( $\Delta S^*$ ) semakin besar. Hal ini menunjukkan bahwa dengan penambahan ekstrak daun seri maka semakin banyak pula ekstrak yang berikatan dengan ion  $Fe^{2+}$  yang akan membentuk lapisan pelindung sehingga gerakan dari partikel lain menjadi lebih cepat dan membuat ketidakteraturan molekul meningkat[16-18]

### 3.3 Penentuan Isoterm Adsorpsi

Metode penentuan isoterm adsorpsi merupakan salah satu metode yang dapat menentukan mekanisme inhibisi korosi dari ekstrak daun seri pada permukaan baja dalam medium larutan asam. Mekanisme inhibisi korosi ekstrak daun seri menghasilkan efek proteksi pada permukaan baja karena terjadi adsorpsi ekstrak pada permukaan baja yang akan membentuk lapisan pelindung sehingga memperlambat terjadinya korosi. Metode isoterm adsorpsi

dapat dilakukan dengan menggunakan perhitungan persamaan isoterm Langmuir dan Freundlich[16].

Gambar 4.4. menunjukkan terjadinya isoterm adsorpsi Langmuir yang membuat adanya adsorpsi dari gugus fungsi senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam ekstrak daun seri dengan permukaan baja yang diteliti. Dari perhitungan didapatkan nilai korelasi ( $R^2$ ) dari ekstrak daun seri 0,9 mendekati 1. Hal ini menunjukkan bahwa adsorpsi ekstrak daun seri pada permukaan baja membentuk satu lapisan tunggal (monolayer) sehingga ikatan antara molekul didalam ekstrak daun seri dengan logam yang ada didalam baja lebih kuat sehingga tidak adanya interaksi antara molekul adsorbat.



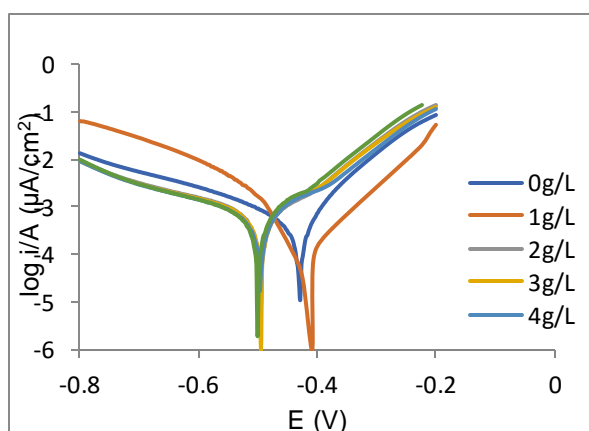
**Gambar 3.3** Grafik isoterm adsorpsi Langmuir korosi baja dalam medium HCl 1 M dengan waktu perendaman 7 jam berdasarkan pengukuran kehilangan berat.

Pada Tabel 3.3. Terlihat nilai  $K_{ads}$  menurun dengan meningkatnya suhu. Hal ini membuktikan pada suhu tinggi kemampuan ekstrak daun seri dalam mengadsorpsi permukaan baja semakin rendah, karena pada suhu tinggi ekstrak mengalami desorpsi[19]. Nilai energi Gibbs ( $\Delta G_{ads}$ ) yang didapat dari

penelitian ini bernilai negatif yang menunjukkan reaksi kimia yang terjadi spontan. Berdasarkan nilai energi bebas standar Gibbs sekitar -20 kJ/mol atau lebih ke arah positif menunjukkan interaksi elektrostatik antara adsorben dan adsorbat sehingga adsorpsi yang

### 3.4 Polarisasi Potensiodinamik

Dalam menentukan efek dari ekstrak daun seri dalam reaksi korosi dapat digunakan polarisasi potensiodinamik. Gambar 4.5. menunjukkan pengaruh tanpa dan dengan penambahan ekstrak daun seri pada kurva polarisasi katodik dan anodik[20]. Perubahan yang tercatat pada kurva setelah penambahan ekstrak inhibitor untuk menentukan jenis inhibitor katodik, anodik atau campuran. Dan titik ini yang menunjukkan  $I_{corr}$  dan  $E_{corr}$  dari spesimen.



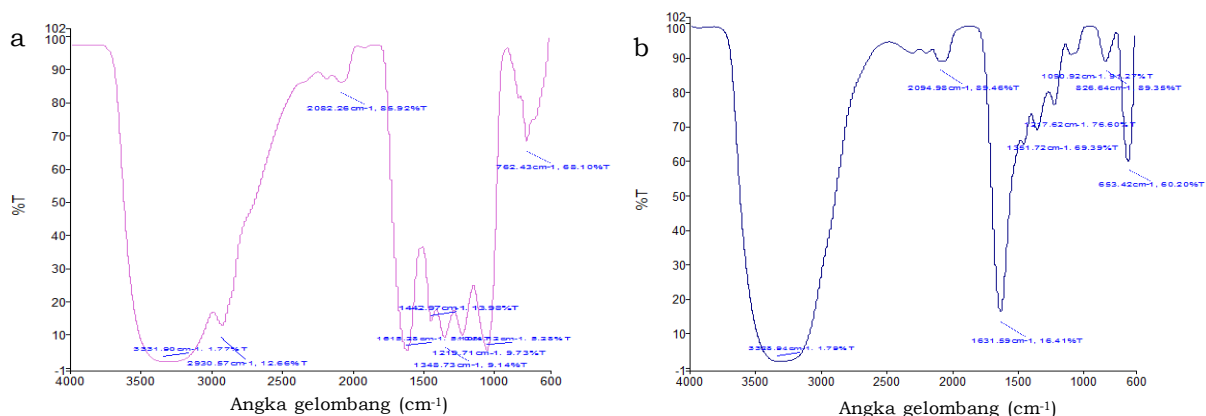
Gambar 3.4 Plot Tafel dari baja yang direndam dalam medium 1 HCl 1 M dengan variasi konsentrasi ekstrak daun seri

Dari Gambar 3.4. menunjukkan hasil dari  $E_{corr}$  kurang dari  $\pm 85$  mV, hal ini membuktikan bahwa ekstrak daun seri merupakan inhibitor campuran. Dari tabel dapat dilihat semakin besar konsentrasi ekstrak daun seri maka nilai arus korosi ( $I_{corr}$ ) semakin kecil. Hal ini dikarenakan terbentuknya lapisan pelindung dari proton gugus fungsi ekstrak daun seri yang teradsorpsi pada permukaan baja dengan mekanisme adsorpsi elektrostatik pada anodik melalui muatan negatif yang dibuktikan ion  $Cl^-$  pada daerah tersebut. Molekul yang teradsorpsi memiliki peluang untuk membentuk ikatan kimia pada permukaan baja.

### 3.5 Analisis FTIR

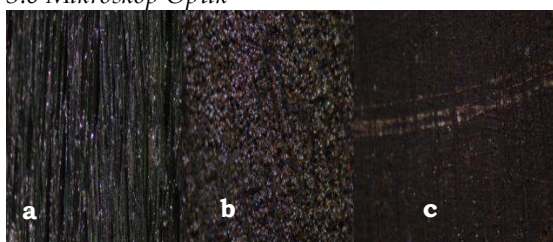
terjadi adalah adsorpsi fisika[11,13]. Jika nilai energi bebas standar Gibbs mendekati -40 kJ/mol atau lebih negatif maka adsorpsi yang terjadi adalah adsorpsi kimia[21]. Nilai  $\Delta H_{ads}$  didapatkan negatif hal ini menunjukkan proses adsorpsi molekul eksoterm[22].

Gambar 3.5 (a) spektrum menunjukkan spektrum infra merah ekstrak daun seri yang mengandung adanya beberapa gugus fungsi yang terkandung dalam ekstrak daun seri diantaranya gugus C-H alifatik pada angka gelombang 2930,57  $cm^{-1}$ , gugus O-H pada angka 3331,90  $cm^{-1}$  menunjukkan adanya kandungan senyawa fenolik, gugus C=C dari cincin aromatik pada spektrum terletak pada angka gelombang 1442,97  $cm^{-1}$ , gugus C=O mengindikasikan senyawa flavonoid pada angka gelombang 1675,26  $cm^{-1}$ , dan gugus -CO- pada angka gelombang 1024,12  $cm^{-1}$  yang mengindikasikan senyawa steroid. Sedangkan pada Gambar 4.6. (b) spektrum infra merah dari lapisan ekstrak daun seri yang menempel pada permukaan baja dalam medium asam dengan penambahan ekstrak daun seri konsentrasi 5 g/L. Spektrum pada gambar memperlihatkan adanya pergeseran angka gelombang dan kurang tajamnya pita serapan dari gugus fungsi senyawa yang terkandung dalam ekstrak daun seri. Seperti gugus fungsi C=O mengalami pergeseran ke angka gelombang 1631,59  $cm^{-1}$  serta O-H bergeser ke angka gelombang 3323,24  $cm^{-1}$ . Pita mengalami pergeseran menuju ke daerah frekuensi lebih tinggi menunjukkan bahwa terjadi interaksi atau adsorpsi antara gugus C=O dan O-H dengan permukaan baja yang diteliti sehingga memperlambat terjadinya reaksi korosi pada permukaan baja. Selain itu gugus fungsi yang mengalami penurunan ketajaman puncak serapan gugus fungsi -CO- dari senyawa steroid pada spektrum infra red dari hasil reaksi korosi menunjukkan bahwa kemungkinan gugus fungsi senyawa steroid berikatan dengan Fe pada permukaan baja membentuk ikatan kovalen koordinasi sehingga menghambat laju dari reaksi korosi. Dari hasil analisis spektrum infra red didapatkan kemungkinan senyawa steroid pada ekstrak daun seri berperan aktif dalam dalam menghambat laju korosi pada permukaan baja[3,23].



Gambar 3.5. Spektrogram FTIR dari ekstrak daun seri dan hasil produk korosi

### 3.6 Mikroskop Optik



Gambar 3.7 Foto optik permukaan baja dengan pembesaran 100x (a) Baja (b) Baja + HCl dan (c) Baja + HCl dengan penambahan ekstrak daun seri

Gambar 3.7 (a) memperlihatkan permukaan baja pada perbesaran 4x tanpa penambahan HCl 1 M dan belum terkorosi. Baja terlihat tidak mengalami perkaratan dan berpori. Gambar (b) menunjukkan foto optik baja yang telah direndam larutan HCl 1 M selama 6 hari. Dari foto dapat dilihat permukaan baja yang berpori serta berwarna coklat akibat reaksi korosi yang terjadi. Gambar (c) menunjukkan foto optik baja yang telah direndam larutan HCl 1 M dengan penambahan ekstrak daun seri konsentrasi 5 g/L selama 6 hari. Dari hasil foto dapat dilihat permukaan baja yang halus dan tidak kasar. Hal ini membuktikan ekstrak daun seri melindungi permukaan baja dengan membentuk lapisan sehingga menghambat laju korosi[24,25].

### 4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa ekstrak daun seri dapat digunakan sebagai inhibitor baja dalam medium HCl 1 M yang efektif serta ramah lingkungan. Nilai efisiensi tertinggi pada metode kehilangan berat dari ekstrak daun seri didapatkan sebesar 81,41% pada suhu perendaman 30 °C konsentrasi 5 g/L. Nilai laju korosi menurun setelah penambahan konsentrasi ekstrak daun seri kedalam larutan medium asam. Adsorpsi inhibisi dari ekstrak daun seri mengikuti prinsip isoterm Langmuir. Adsorpsi terjadi secara spontan dan jenis inhibisi dari ekstrak daun seri yaitu

physisorption. Pengukuran polarisasi potensiodinamik menunjukkan bahwa ekstrak daun merupakan jenis inhibitor campuran. Karakterisasi menggunakan mikroskop optik menunjukkan morfologi dari permukaan baja yang terproteksi dengan baik oleh ekstrak daun seri.

### Referensi

- [1] Benarioua, M.; Mihi, A.; Bouzeighaia, N.; Naoun, M.: Mild steel corrosion inhibition by Parsley (*Petroselinum Sativum*) extract in acidic media. *Egyptian Journal of Petroleum* 2019, 28, 155-159.
- [2] Fernandes, C.M.; Fagundes, T.; Santos, N.E.; Rocha, T.S.; Garret, R.; Borges, R.M.; Muricy, G.; Valverde, A.L.; Ponzio, E.A.: *Ircinia Strobilina* Crude Extract as Corrosion Inhibitor for Mild Steel in Acid Medium. *Electrochimica Acta* 2019, 312, 137-148.
- [3] Gusti, D.R.; Emriadi.; Alif, A.; Efdi, M.: Corrosion inhibition of ethanol extract of cassava (*Manihot esculenta*) leaf on mild steel in sulfuric acid. *International Journal of ChemTech Research* 2017, 10(2), 163-171.
- [4] Yetri, Y.; Emriadi.; Jamarun, N.; Gunawarman.: Inhibitory Action of *Theobroma cacao* Peels Extract on Corrosion of Mild Steel in Different Media. *Rasayan J.Chem* 2016, 9(4), 716-727.
- [5] Lebrini, M.; Robert, F.; Ross, C.: Alkaloids extract from *Palicourea guianensis* plant as corrosion of C38 steel in 1 m hydrochloric acid medium. *International Journal of Electrochemical Science* 2011, 6, 847-859.
- [6] Khadom, A.A.; Abd, A.N.; Ahmed, N.G.: *Xanthium strumarium* leaf extracts as a friendly corrosion inhibitor of low carbon steel in hydrochloric acid: Kinetics and mathematical studies. *South African*

- Journal of Chemical Engineering 2018, 25, 13-21.
- [7] Ali, F.; D. Saputri.; R.F. Nugroho.: Pengaruh waktu perendaman dan konsentrasi ekstrak daun jambu biji (*Psidium Guajava*, Lin) sebagai inhibitor terhadap laju korosi. *Jurnal Teknik Kimia* 2014, 1(20), 28- 37.
- [8] Rahmi, A.; Emriadi.; Alif, A.: Ekstrak Metanol dari Daun Mahkota Dewa (*Phaleria Macrocarpa*) sebagai Inhibitor Korosi Baja dalam Asam Klorida. *Jurnal Riset Kimia* 2014,7(2), 116-124.
- [9] Nurdin, N.B.; Emriadi.; Stiadi, Y.: Inhibisi korosi baja oleh ekstrak kulit buah rambutan (*Nephelium Lappaceum* Linn) dalam medium asam sulfat. *Jurnal Kimia Unand* 2013,2 (2), 133-143.
- [10] Umoren, S.A.; U.M, Eduok.; M.M.; Solomon, A.P.:Corrosion inhibition by leaf and stem extracts of *Sida acuta* for mild steel in 1 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solutions investigated by chemical and spectroscopic techniques. *Arabian Journal of Chemistry* 2016, (9), S209-S224.
- [11] Fakiha, E.H.; Ayman, E.; Elkholy.: Gemini surfactant as corrosion inhibitors for carbon steel. *Journal of Molecular Liquid*, 2017.
- [12] M. Zakiyeh.; R. Mansour.: the use of green *Bistorta Officinalis* extract for effective inhibition of corrosion and scale formation problems in cooling system. *Journal of alloys and Compounds*. 2019, 669-678.
- [13] Soltani, N.; Tavakkoli, N.; Kashani, M.K.; Mosavizadeh, A.; Oguzie, E.E.; dan Jalali, M.R.: *Silybum marianum* extract as a natural source inhibitor for 304 stainless steel corrosion in 1.0 M HCl. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 2014,20(5), 3217-3227.
- [14] Emriadi.; Santon, A.; Stiadi, Y.: Adsorptive and thermodynamic properties of methanol extract of *Toona sinensis* Leaves for the corrosion of mild steel in HCl medium. *Der Pharma Chemica* 2016,8(18),266-273.
- [15] Kumar, P.; Mohana, K.N.: Phytochemical screening and corrosion inhibitive behavior of *Pterelobium hexapetalum* and *Celosia argentea* plant extracts on mild steel in industrial water medium. *Egyptian Journal of Petroleum* 2014, (23) , 201-211.
- [16] Mourya, P.; Banerjee, S.; Singh, M.M.: Corrosion inhibitor of mild steel in acidic solution by *Tagetes erecta* (Marigold flower) extract as a green inhibitor. *Corrosion Science* 2014,85:352-363.
- [17] Muthukrishnan, P.; Jeyaprabha, B.; Prakash, P.: Adsorption and corrosion inhibiting behavior of *Lansea coromandelica* leaf astract on mild steel corrosion. *Arabian Journal of Chemistry* 2017, (10), S2343- S2354.
- [18] Adejoro, I.A.; Ojo, F.K.; and Obafemi, S.K.: Corrosion inhibition potensials of ampicillin for mild steel in hydrochloric acid solution. *Journal of Taibah University for Science* 2015,9, 196-202.
- [19] Anbarasi, C.Mary.; Divya, G.: A green Approach to corrosion inhibition of aluminium in acid medium using azwain seed extract. *Materials Today* 2017, (4), 5190-5200.
- [20] Mahmoud, N.; Haddad, E.: Chitosan as green inhibitor for copper corrosion in acidic medium. *International Journal of Biological Macromolecules* 2013, 55, 142-149.
- [21] Chaubey, N.; Singh, V. K.; Quraish, M. A.: Papaya peel extract as potential corrosion inhibitor for aluminium alloy in 1 M HCl: Electrochemical and quantum chemical study. *Ain shams Engineering Journal* 2016,1-10.
- [22] Zarrok, H.; Zarrouk, A.; Salghi, R.; Assouag, M.; Hammouti, B.; Oudda, H.; Boukhris, S.; Al Deyab, S.; Warad, I.: Inhibitive properties and thermodynamic characterization of quinoxaline derivative on carbon steel corrosion in acidic medium. *Der Pharmacia Lettre* 2013, 5, 43-53.
- [23] Liu, Y.; Song, J.; Wang, W.; Jiang, L.; Zhang, Y.; Guo, M.; Song, F.; Su, N.: Effect of ginger extract as green inhibitor on chloride-induced corrosion of carbon steel in simulated concrete pore solutions. *Journal of Cleaner Production* 2019, 214, 298-307.
- [24] Bribri, A. E.; Tabyaoui, M.; Tabyaoui, B.; El Attari, H.; Bentiss, F.: The use of *Euphorbia falcata* extract as eco-friendly corrosion inhibitor of carbon steel in hydrochloric acid solution. *Materials Chemistry and Physics* 2013,141, 240-247.
- [25] Stefansson, S.; Lemke, K.H.; Seward, T.M.: Iron (II) Complexation in hydrithermal solution-An experimental and theoretical study. *Journal ICPWS XV* 2008.



# PENGARUH INTENSITAS CAHAYA TERHADAP PERTUMBUHAN DAN PRODUKSI FIKOSIANIN DARI *Spirulina platensis*

Armaini, Abdi Dharma, Rima Anggraini Akhnes\*

Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas  
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163  
\*E-mail: [rimaanggraini92@gmail.com](mailto:rimaanggraini92@gmail.com)

**Abstrak:** Fikosianin adalah pigmen biru alami yang memiliki berbagai manfaat. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan intensitas cahaya, penambahan sodium glutamat dan asam suksinat optimum yang dapat menghasilkan fikosianin tertinggi. Mikroalga *Spirulina platensis* dikultivasi ke dalam Medium Zarrouk dengan intensitas cahaya LED putih 2000 lux, 4000 lux, 6000 lux dan tanpa menggunakan lampu LED putih (hanya menggunakan cahaya matahari dan cahaya lampu laboratorium) dengan intensitas cahaya rata-rata di bawah 2000 lux. Ekstraksi fikosianin dalam ekstrak kasar dilakukan dengan menggunakan akuades dan buffer fosfat pH 7. Penentuan kandungan fikosianin dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Visible pada panjang gelombang 615 dan 652 nm. Hasil ekstrak dengan buffer fosfat pH 7 menunjukkan bahwa *Spirulina platensis* yang dikultivasi dengan intensitas cahaya LED putih 6000 lux memiliki kandungan fikosianin tertinggi yaitu 0,237 mg mL<sup>-1</sup>, dengan persen peningkatan sebesar 99,16%, sementara biomassa yang diperoleh yaitu 0,63 g dalam 500 mL medium.

**Kata Kunci :** Fikosianin, *Spirulina platensis*, Medium Zarrouk

## 1. Pendahuluan

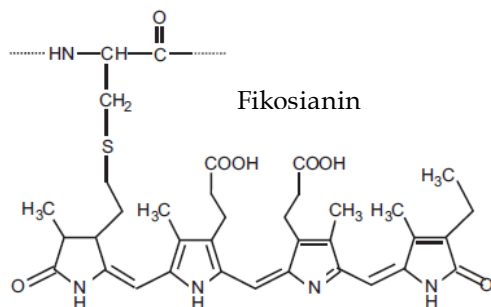
Mikroalga merupakan sumber bahan baku menjanjikan dan memadai karena kemampuannya untuk tumbuh di tanah yang tidak subur, pertumbuhan yang cepat dan efisien, produktivitas tinggi serta memiliki daya tahan untuk lingkungan yang ekstrim meliputi nutraceuticals, farmasi, kosmetik, aditif makanan dan biofuel. Biorefereries didefinisikan sebagai pengolahan biomassa yang berkelanjutan menjadi spektrum produk dan energi yang dapat dipasarkan. Biorefereries mikroalga bisa menghasilkan berbagai produk bernilai untuk kesehatan, pangan, dan lain-lain. Produksi mikroalga dianggap sebagai salah satu teknologi hijau yang kompeten menanggapi tantangan lingkungan hidup modern karena mikroalga telah diidentifikasi sebagai pabrik sel untuk produksi berbagai produk alami di masa depan[1]. Minat penelitian bioteknologi yang berfokus pada peningkatan kecepatan dan efisiensi untuk memperoleh produk alami melalui penghapusan faktor pembatas utama, seperti misalnya musim panen mengalami peningkatan karena permintaan pasar global yang tinggi terhadap produk-produk alami. Penggunaan biomassa cyanobacteria yang

menunjukkan produktivitas biomassa tinggi menjadi salah satu peluang untuk memperoleh senyawa alami. Dalam hal komposisi biomassa, cyanobacteria dari spesies *Spirulina platensis* patut mendapat perhatian khusus karena memiliki kandungan protein, asam  $\gamma$ -linolenat, polisakarida,  $\beta$ -karoten, klorofil dan fikosianin yang tinggi[2].

*Spirulina plantensis* merupakan alga hijau berfilamen yang mudah dicerna oleh manusia maupun hewan sehingga digunakan sebagai bahan pangan sejak 400 tahun lalu dan telah dikembangkan di berbagai negara. Mikroalga ini mudah dibudidayakan dan dipanen serta memiliki rentang hidup yang luas di media tumbuhnya[3],[4]. Spesies *Spirulina platensis* dibudidayakan pada skala komersial untuk produksi fikosianin yang memiliki nilai tambah tinggi dan digunakan dalam berbagai industri.

Fikosianin adalah kompleks pigmen-protein yang digunakan dalam produk makanan untuk meningkatkan nilai gizi serta banyak digunakan sebagai pewarna alami dalam makanan, kosmetik dan juga digunakan untuk produksi obat-obatan[2],[3],[5]. Telah dilaporkan bahwa fikosianin memiliki banyak efek fisiologis, di antaranya anti-bakteri[6], antioksidan[7] anti-inflamasi[8],

imunomodulator[9], dan lain-lain. Selain itu, di berbagai sel kanker, seperti kanker payudara[10], kanker pankreas[11], kanker ovarium[12], kanker usus besar,[13] dan melanoma ganas[14] menunjukkan nilai antineoplastik yang baik, tanpa efek samping pada sel-sel jaringan normal[15]. Fikosianin sering digunakan sebagai suplemen gizi, dan memiliki potensi manfaat yang besar bagi kesehatan manusia, karena mengandung semua asam amino esensial. Fikosianin juga banyak digunakan sebagai pewarna alami dalam makanan, kosmetik dan produksi obat-obatan karena memiliki antioksidan, anti-inflamasi, dan penghilangan sifat radikal[16].



Gambar 2.2 Struktur Fikosianin[17]

Biosintesa dari suatu metabolit dipengaruhi oleh beberapa faktor cekaman seperti kekurangan atau pengayaan nutrisi, salinitas, intensitas cahaya, dan lain-lain. Penggunaan jenis dan intensitas sumber cahaya mempengaruhi kandungan metabolit mikroalga. Untuk meningkatkan kelayakan komersial, LED digunakan sebagai sumber cahaya karena hemat energi dan panjang gelombang yang dipancarkan dapat dikontrol[18]. Cekaman metabolit dapat digunakan untuk mempengaruhi proses metabolisme mikroalga, sehingga mengarah pada pencapaian produksi produk turunan mikroalga yang hemat biaya dan berkelanjutan. Di antara cekaman metabolik dalam lajur biosintesis fikosianin adalah sodium glutamat dan asam suksinat. Sodium glutamat dan asam suksinat memiliki struktur yang terkait erat dengan asam dikarboksilat, yang dapat mengubah jalur biosintesis tetrapyrrole, sehingga memicu akumulasi fikosianin sebagai akibat dari cekaman metabolik. Penggunaannya membuat seluruh proses produksi menjadi efektif karena substrat ini tersedia dan murah[1].

Mengingat peran strategis fikosianin dalam berbagai industri, maka untuk meningkatkan produksi fikosianin dari *Spirulina platensis*, penggunaan sumber dan intensitas cahaya yang sesuai serta perlakuan penambahan sodium glutamat dan asam suksinat pada proses kultur perlu dilakukan agar harga fikosianin bisa diturunkan karena biaya produksi yang murah sehingga banyak terjangkau oleh berbagai industri.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan kultivasi yaitu aerator, autoclave (GEA YX-18LD), peralatan gelas, petridish, lampu LED putih 5 Watt, nylon mesh, lumpang dan alu. Alat pengujian meliputi luxmeter (LX-1010B), neraca analitis (KERN ABJ 220-4NM), mikroskop cahaya (Olympus CX43), dan spektrofotometer genesys-20.

### 2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu inokulum mikroalga *Spirulina platensis* yang diperoleh dari laboratorium Biokimia Universitas Andalas, Media Zarrouk yang terdiri dari (per liter) : NaHCO<sub>3</sub> (Merck-Pro Analyst), K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> (Merck-Pro Analyst), NaNO<sub>3</sub> (Merck-Pro Analyst), K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Merck-Pro Analyst), NaCl (Merck-Pro Analyst), MgSO<sub>4</sub> 2H<sub>2</sub>O (Merck-Pro Analyst), CaCl<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O (teknis), FeSO<sub>4</sub> 7H<sub>2</sub>O (Merck-Pro Analyst), EDTA (Merck-Pro Analyst), dan 1 mL trace metal solution (trace metal solution terdiri dari (per liter) : H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> (Merck-Pro Analyst), MnCl<sub>2</sub> 4H<sub>2</sub>O (Merck-Pro Analyst), ZnSO<sub>4</sub> 4H<sub>2</sub>O (Merck-Pro Analyst), Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> (Merck-Pro Analyst), CuSO<sub>4</sub> 5H<sub>2</sub>O (Merck-Pro Analyst)), akuades, dan larutan buffer fosfat pH 7.

### 2.3 Prosedur penelitian

#### 2.3.1 Pembuatan Medium Pertumbuhan

##### *Spirulina platensis*

Mikroalga *Spirulina platensis* ditumbuhkan pada medium Zarrouk. Pembuatan medium dilakukan dengan melarutkan nutrisi yang terdiri dari (per liter) : 16,8g NaHCO<sub>3</sub>, 0,5g K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, 2,5g NaNO<sub>3</sub>, 1g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1g NaCl, 0,2g MgSO<sub>4</sub> 2H<sub>2</sub>O, 0,04g CaCl<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O, 0,01g FeSO<sub>4</sub> 7H<sub>2</sub>O, 0,08g EDTA dan 1 mL trace metal solution (trace metal solution terdiri dari (per liter) : 2,86g H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 1,81g MnCl<sub>2</sub> 4H<sub>2</sub>O, 0,222g

ZnSO<sub>4</sub> 4H<sub>2</sub>O, 0,0177g Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>, 0,079g CuSO<sub>4</sub> 5H<sub>2</sub>O). Larutan dipindahkan ke dalam wadah botol steril lalu dipanaskan terlebih dahulu agar nutrisi larut setelah itu disterilkan dengan *autoclave* untuk pencegahan kontaminasi.

Kultur inokulum mikroalga *Spirulina platensis* dimasukkan ke dalam botol kultur yang mengandung 500 mL medium Zarrouk. Kultur diinkubasi selama 14 hari dengan pencahayaan terus menerus dengan cahaya matahari di laboratorium sebagai standar dengan intensitas cahaya rata-rata di bawah 2000 lux dan lampu LED putih 5 Watt dengan variasi intensitas cahaya 2000, 4000, dan 6000 lux pada 28 ± 2 °C. Selama masa inkubasi, labu kultur diaduk dua hari sekali untuk distribusi nutrisi yang konsisten[1].

### 2.3.2 Pemanenan dan Pengeringan Biomasa *Spirulina platensis*

Saat OD mencapai nilai tertinggi yaitu OD ≥ 0,5 dilakukan pemanenan dengan cara disaring menggunakan *nylon mesh*. Biomassa yang dihasilkan dikeringkan pada suhu ruang[19].

### 2.3.3 Ekstraksi Fikosianin

Untuk mengekstrak fikosianin dari sel *Spirulina platensis*, ditambahkan 4 mL akuades dan atau 4 mL buffer fosfat pH 7,0 ke 0,4 g biomassa kering (1:10). Dihomogenkan selama ±1 menit, didinginkan pada suhu 4°C selama ±24 jam, dibiarkan selama 1 jam pada suhu ruang, disaring dengan menggunakan kertas saring whatman nomor 1 dan filtratnya dianalisis dengan spektrofotometri[18].

### 2.3.4 Penentuan Konsentrasi Fikosianin

Setelah diperoleh filtrat, kepadatan optiknya diukur menggunakan spektrofotometer Visible. Kandungan fikosianin (PC, mg / mL) dihitung menurut persamaan berikut[2] :

$$PC = OD_{615} - 0.474 (OD_{652})/5.34$$

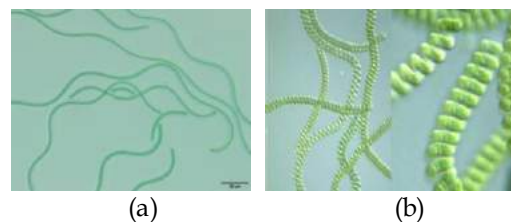
di mana OD<sub>615</sub> adalah kepadatan optik sampel pada 615 nm, dan OD<sub>652</sub> adalah kepadatan optik sampel pada 652 nm[2].

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Morfologi Mikroalga *Spirulina platensis*

Uji morfologi bertujuan untuk memastikan bahwa kultur yang akan dikultivasi adalah kultur murni dimana hanya terdiri dari

mikroalga dengan spesies sama tanpa adanya kontaminan. Identifikasi morfologi *Spirulina platensis* diamati menggunakan mikroskop cahaya dengan perbesaran 400x. Kemurnian kultur mikroalga *Spirulina platensis* dapat dilihat dari perbandingan antara morfologi kultur dengan literatur dan dari keseragaman bentuk sel secara visual. Adanya kontaminan di dalam kultur dapat mengakibatkan kesalahan data pada saat proses pengekstrakan fikosianin pada mikroalga, dikarenakan tidak hanya ekstrak dari *Spirulina platensis* saja yang didapat.



Gambar 3.1 (a) Morfologi *Spirulina platensis* hasil pengamatan 400x (b) Morfologi *Spirulina platensis*[20].

Dari gambar 3.1 dapat dilihat bahwa mikroalga dari gambar a dan b adalah mikroalga dari spesies yang sama yaitu mikroalga *Spirulina platensis*. Lebar sel dari *Spirulina platensis* antara 26-36 µm dan panjangnya antara 4-57 µm. Identifikasi dilakukan sebelum mikroalga ditumbuhkan, terlihat jelas dari identifikasi bahwa mikroalga *Spirulina platensis* merupakan kultur tunggal. Berdasarkan hasil uji morfologi mikroalga, maka dapat disimpulkan bahwa isolat mikroalga yang dikultur adalah isolat murni *Spirulina platensis*, karena dari pengamatan tersebut hanya ditemukan mikroalga dengan bentuk spiral kumparan bergabung menjadi satu, tidak bercabang, autotrof, dan berwarna biru kehijauan[20].

### 3.2 Pengaruh Variasi Intensitas Cahaya terhadap Pertumbuhan *Spirulina platensis*

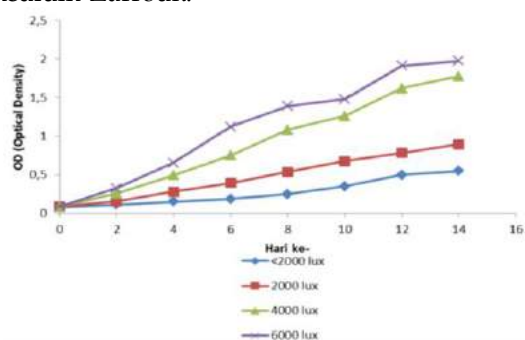
Mikroalga *Spirulina platensis* dikultur pada medium pertumbuhan Zarrouk. Pertumbuhan mikroalga ditandai dengan meningkatnya jumlah produksi sel. Secara fisiologi, cahaya berpengaruh langsung maupun tidak langsung terhadap pertumbuhan mikroalga. Pengaruh secara langsung adalah

pada proses fotosintesis dalam proses metabolisme, sedangkan pengaruh tidak langsung pada perkembangan dan pertumbuhan. Kurangnya intensitas cahaya yang diperlukan oleh mikroalga untuk berfotosintesis dapat menyebabkan proses fotosintesis tidak berlangsung normal sehingga mengganggu biosintesis sel selanjutnya. Pasokan cahaya yang optimal adalah faktor utama untuk mengatur fotosintesis sehingga dapat meningkatkan pertumbuhan sel. Intensitas cahaya dan panjang gelombang cahaya secara signifikan mempengaruhi pertumbuhan sel dan komposisi sel (misalnya lipid atau pigmen) dalam mikroalga dan *cyanobacteria*. Sumber cahaya yang biasa digunakan dalam fotobioreaktor konvensional adalah lampu neon (misalnya TL5) yang biasanya mengkonsumsi lebih banyak energi daripada sumber cahaya LED. Mengganti lampu neon dengan LED dapat mengurangi konsumsi energi dan dapat dengan mudah mempertahankan suhu di sekitar kultur berbeda dengan lampu neon yang mengkonsumsi lebih banyak listrik dan menghasilkan lebih banyak panas saat menggunakannya. Dalam penelitian ini, *Spirulina platensis* dibudidayakan dengan menggunakan berbagai intensitas cahaya lampu LED putih dengan pita panjang gelombang representatif 410–610 nm. Intensitas cahaya optimum bagi pertumbuhan fitoplankton adalah kisaran 2000 – 8000 lux[18].

Pengamatan pertumbuhan mikroalga dilakukan setiap dua hari sekali dengan mengukur OD pada panjang gelombang 680 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengukur kerapatan optik dari suatu zat yang berwarna. Tujuan dari pengukuran OD adalah untuk menentukan kepadatan sel yang berkaitan dengan penentuan waktu inokulasi pada media perlakuan dan penentuan waktu pemanenan. Semakin besar nilai OD maka semakin tinggi kepadatan sel mikroalga. Pengamatan pertumbuhan mikroalga dapat terlihat juga dari perubahan fisik selama pertumbuhannya, seperti perubahan warna kultur dari masing-masing perlakuan. Dari warna hijau cerah pada fase awal (lag)

berubah menjadi hijau yang agak pekat pada fase stasioner.

Pada pertumbuhan mikroalga *Spirulina platensis*, kerapatan Optik (OD) digunakan sebagai tolak ukur daya dukung media terhadap pertumbuhan mikroalga. Dari kurva pertumbuhan yang didapatkan, terlihat bahwa sel mengalami fase lag pada semua perlakuan dan mikroalga masuk ke fase logaritmik secara cepat. Hal ini mengindikasikan bahwa *Spirulina platensis* mampu beradaptasi dengan cepat dalam medium Zarrouk.



Gambar 3.2 Kurva Pertumbuhan *Spirulina platensis* dalam Medium Zarrouk dengan Variasi Intensitas Cahaya

Selama pertumbuhan berlangsung, mikroalga akan melalui empat fase yaitu fase lag (awal pertumbuhan), fase eksponensial, fase stasioner, dan fase kematian. Fase lag terjadi pada hari 0-2 dimana sel menyesuaikan diri dengan media kultur yang diberi nutrisi. Pada fase ini terjadi perubahan ukuran sel sesaat setelah inokulasi ke dalam media. Namun kepadatan sel belum meningkat dan populasi tidak mengalami perubahan karena pembelahan belum terjadi. Selanjutnya fase eksponensial terjadi pada hari 3-12. Pada fase ini, periode pertumbuhan terjadi dengan cepat, laju pembelahan sel konstan, aktivitas metabolik konstan, dan keadaan pertumbuhan antara *supply* makanan dan kenaikan mikroalga seimbang. Kemudian fase stasioner pada hari ke-12, pada fase ini pertumbuhan dengan laju lebih lambat dibandingkan dengan fase eksponensial, pada fase ini terjadi akumulasi racun akibat metabolisme mikroalga, kekurangan nutrisi, dan perubahan kondisi lingkungan. Akibatnya terjadi perombakan metabolit primer menjadi metabolit sekunder, sehingga



*Spirulina platensis* mengandalkan metabolit sekunder untuk tumbuh. Pada fase inilah dilakukan pemanenan biomassa *Spirulina platensis* yaitu pada hari ke-14, karena pada fase stasioner inilah terbentuknya metabolit sekunder.

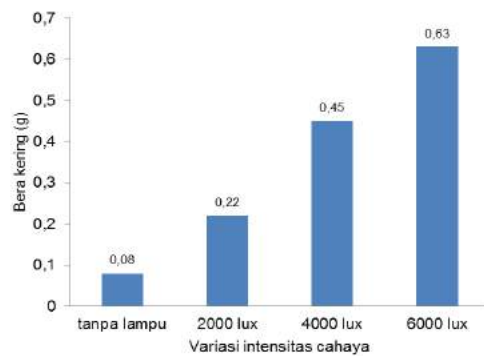
Pertumbuhan *Spirulina platensis* pada penelitian ini ditandai dengan semakin banyaknya sel yang ditunjukkan dengan perubahan warna dari hijau cerah menjadi hijau pekat pada media kultivasi. Kultur yang dikultivasi dengan cahaya matahari dan cahaya lampu laboratorium mengalami laju pertumbuhan yang lambat, sedangkan kultur yang dikultivasi dengan intensitas cahaya lampu LED putih 6000 lux mengalami laju pertumbuhan yang terus meningkat dengan cepat karena intensitas cahaya yang cukup untuk fotosintesis yang mengakibatkan pertumbuhan sel menjadi cepat.

### 3.3 Biomassa *Spirulina platensis*

Intensitas cahaya tidak hanya mempengaruhi pertumbuhan *Spirulina platensis*, namun juga produksi biomassa yang dihasilkan. Penggunaan intensitas yang terlalu rendah menghasilkan berat kering mikroalga yang rendah juga, sebaliknya penggunaan intensitas cahaya yang tinggi dapat menghasilkan berat kering yang tinggi juga. Biomassa mikroalga *Spirulina platensis* diperoleh setelah panen pada fase stasioner yang ditandai dengan warna kultur yang semakin hijau. Warna hijau yang terbentuk berasal dari pigmen hijau (klorofil) yang disintesis oleh mikroalga, dimana pada fase stasioner ini warna yang ditimbulkan menjadi semakin pekat karena kepadatan sel kultur mulai mencapai masa jenuhnya. Pemanenan dilakukan pada fase stasioner karena pada masa itu telah terbentuk metabolit sekunder, pada fase ini laju produksi sama dengan laju kematian. Metabolit sekunder banyak terbentuk dikarenakan kompetisi yang terjadi untuk bertahan hidup bagi mikroalga sehingga jumlah kehidupan dan kematian berbanding lurus.

Pada gambar 3.3 dapat dilihat berat kering paling rendah didapatkan pada kultur yang dikultivasi dengan cahaya matahari dan cahaya lampu laboratorium dengan rata-rata intensitas di bawah 2000 lux yaitu 0,08 g sel mikroalga dalam 500 mL. Rendahnya nilai

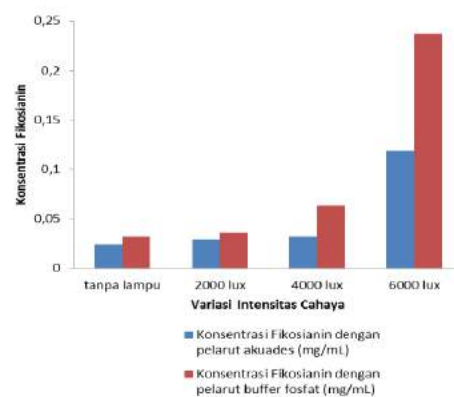
berat kering sel mikroalga disebabkan karena kekurangan intensitas cahaya sehingga mengakibatkan lambatnya laju fotosintesis yang mengakibatkan pertumbuhan sel menjadi lambat. Sementara berat kering tertinggi didapatkan kultur yang dikultivasi dengan kultur yang dikultivasi dengan yaitu 0,63 g sel mikroalga dalam 500 mL. Tingginya nilai berat kering sel mikroalga disebabkan karena intensitas cahaya yang cukup untuk fotosintesis yang mengakibatkan pertumbuhan sel menjadi cepat.



Gambar 3.3 Berat Kering *Spirulina platensis* dalam Medium Zarrouk dengan Variasi Intensitas Cahaya

### 3.4 Kandungan Fikosianin dalam Ekstrak Kasar *Spirulina platensis*

Telah dilaporkan bahwa cahaya LED putih dapat meningkatkan kandungan Fikosianin *Spirulina platensis*[18]. Fikosianin adalah protein yang ada pada biomassa yang dihasilkan oleh reaksi fotosintesis[21]. Pengaruh penggunaan intensitas cahaya LED putih terhadap kadar fikosianin dalam ekstrak kasar terlihat pada gambar 3.4.



Gambar 3.4 Kandungan Fikosianin *Spirulina platensis* dalam Medium Zarrouk dengan



### Akuades dan Buffer Fosfat Menggunakan Spektrofotometer Visible (615 dan 652 nm)

Hasil penelitian menunjukkan bahwa penggunaan intensitas cahaya yang semakin besar akan meningkatkan konsentrasi fikosianin *Spirulina platensis*, hal ini disebabkan karena intensitas cahaya berpengaruh terhadap jumlah biomassa yang terbentuk. Pada gambar 3.4 dapat dilihat bahwa kandungan fikosianin terendah didapat pada kultivasi *Spirulina platensis* dengan menggunakan sumber cahaya matahari dan lampu laboratorium dengan intensitas kurang dari 2000 lux yaitu sebesar 0,024 mg mL<sup>-1</sup>. Hal ini tidak jauh berbeda dengan kandungan fikosianin yang diperoleh pada kultivasi menggunakan lampu LED putih intensitas 2000 lux yaitu sebesar 0,029 mg mL<sup>-1</sup>. Rendahnya konsentrasi yang diperoleh karena kurangnya pasokan cahaya yang diterima untuk melangsungkan fotosintesis dari mikroalga tersebut. Sedangkan kandungan fikosianin tertinggi diperoleh pada kultivasi *Spirulina platensis* yang dikultivasi dengan sumber cahaya lampu LED putih intensitas 6000 lux yaitu 0,12 mg mL<sup>-1</sup> untuk ekstrak kasar yang diekstraksi dengan akuades dan 0,237 mg mL<sup>-1</sup> untuk ekstrak kasar yang diekstraksi dengan buffer fosfat pH 7. Fikosianin merupakan pigmen polar sehingga dapat larut dalam pelarut polar juga, seperti air dan buffer fosfat. Hasil ekstraksi menggunakan buffer fosfat pH 7 menghasilkan kandungan fikosianin yang lebih tinggi daripada menggunakan akuades sehingga pemecahan sel menggunakan buffer fosfat lebih stabil dibandingkan pelarut lainnya. Hal ini diarekan aktivitas enzim seperti karboksilase, fumarase, dan pospoglucomutase yang dapat mendegradasi dan mencegah molekul protein mengalami perubahan pada ekstraksi fikosianin karena dihambat oleh buffer fosfat.

Pada tabel 3.1 dapat dilihat pengaruh pelarut air dengan air+buffer fosfat pH 7 terhadap kandungan fikosianin *Spirulina platensis*. Kandungan fikosianin yang diekstraksi menggunakan air+buffer fosfat pH 7 lebih tinggi dibandingkan hanya menggunakan air. Hal ini disebabkan karena pH buffer fosfat lebih stabil sehingga pigmen

fikosianinnya juga stabil dan tidak mudah rusak. Peningkatan kandungan fikosianin tertinggi yaitu pada intensitas 6000 lux sebesar 99,16 %. Hal ini terjadi karena semakin tinggi intensitas maka semakin tinggi juga kandungan fikosianin yang dihasilkan.

Tabel 3.1 Pengaruh Pelarut Air dengan Air+Buffer Fosfat pH 7 terhadap Kandungan Fikosianin *Spirulina platensis*

No	Intensitas cahaya (lux)	Air pH 7 (mg mL <sup>-1</sup> )	Air pH 7 (mg mL <sup>-1</sup> )	% peningkatan
1	<2000	0,024	0,032	33,3 %
2	2000	0,029	0,036	24 %
3	4000	0,032	0,063	96,9 %
4	6000	0,119	0,237	99,16 %

#### 4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa intensitas cahaya berpengaruh terhadap pertumbuhan, berat kering, dan kandungan fikosianin *Spirulina platensis*. Pertumbuhan *Spirulina platensis* semakin tinggi pada intensitas cahaya 6000 lux. Berat kering tertinggi dihasilkan pada *Spirulina platensis* yang dikultivasi pada intensitas cahaya 6000 lux yaitu sebesar 0,63 g dalam 500 mL medium. Hasil ekstrak dengan buffer fosfat pH 7 menunjukkan bahwa *Spirulina platensis* yang dikultivasi dengan intensitas cahaya LED putih 6000 lux memiliki kandungan fikosianin tertinggi yaitu 0,237 mg mL<sup>-1</sup>, dengan persen peningkatan sebesar 99,16%, sementara biomassa yang diperoleh yaitu 0,63 g dalam 500 mL medium.

#### 5. Ucapan terima kasih

Terimakasih kepada Dosen Pembimbing yang telah membimbing hingga selesainya penelitian, Analis Laboratorium Biokimia serta Laboratorium Dasar dan Sentral Universitas Andalas yang telah memberikan fasilitas, dan Rekan-rekan yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

#### Referensi

1. Manirafasha, E. *et al.*: Enhancement of Cell Growth and Phycocyanin Production in *Arthrospira (Spirulina)*

- platensis* by Metabolic Stress and Nitrate Fed-batch. *Bioresour. Technol* 2018, 255, 293-301.
- Szwarc, D.; Zieliński, M.: Effect of Lighting on the Intensification of Phycocyanin Production in a Culture of *Arthrospira platensis*. *Proceedings* 2018, 2(20), 1305.
  - Addini, I.; Saputra, D.; Ilhamdy, A.F.; Julianto, T.: Pertumbuhan Mikroalga *Spirulina platensis* yang Dikultur dengan Media Teknis. *Intek Akuakultur* 2017, 1(1), 51-55.
  - Asthary, P.B.; Setiawan, Y.; Surachman, A.; Saepulloh.: Pertumbuhan Mikroalga *Spirulina platensis* dalam Efluen Industri Kertas. *J. Selulosa* 2016, 03 (02), 97-102.
  - J. Zheng *et al.*: Phycocyanin and Phycocyanobilin from *Spirulina platensis* Protect Against Diabetic Nephropathy by Inhibiting Oxidative Stress. *Am. J. Physiol. - Regul. Integr. Comp. Physiol* 2013, 304(2), 110-120, 2013.
  - Abd El-Baky, H.H.; El-Baroty, G.S. Characterization and bioactivity of phycocyanin isolated from *Spirulina maxima* grown under salt stress. *Food Funct.* 2012, 3, 381-388.
  - Wu, X.J.; Yang, H.; Chen, Y.T.; Li, P.P. Biosynthesis of fluorescent beta subunits of C-phycocyanin from *Spirulina subsalsa* in *Escherichia coli*, and their antioxidant properties. *Molecules* 2018, 23, 6.
  - Mitra, S.; Siddiqui, W.A.; Khandelwal, S. C-Phycocyanin protects against acute tributyltin chloride neurotoxicity by modulating glial cell activity along with its anti-oxidant and anti-inflammatory property: A comparative efficacy evaluation with N-acetyl cysteine in adult rat brain. *Chem. Biol. Interact.* 2015, 238, 138-150.
  - Cian, R.E.; Lopez-Posadas, R.; Drago, S.R.; De Medina, F.S.; Martinez-Augustin, O. Immunomodulatory properties of the protein fraction from *Phorphyra columbina*. *J. Agric. Food Chem.* 2012, 60, 8146-8154.
  - Ravi, M.; Tentu, S.; Baskar, G.; Prasad, S.R.; Raghavan, S.; Jayaprakash, P.; Jeyakanthan, J.; Rayala, S.K.; Venkatraman, G. Molecular mechanism of anti-cancer activity of phycocyanin in triple-negative breast cancer cells. *BMC Cancer* 2015, 15, 768.
  - Liao, G.; Gao, B.; Gao, Y.; Yang, X.; Cheng, X.; Ou, Y. Phycocyanin inhibits tumorigenic potential of pancreatic cancer cells: Role of apoptosis and autophagy. *Sci. Rep.* 2016, 6, 34564.
  - Ying, J.; Wang, J.; Ji, H.; Lin, C.; Pan, R.; Zhou, L.; Song, Y.; Zhang, E.; Ren, P.; Chen, J.; et al. Transcriptome analysis of phycocyanin inhibitory effects on SKOV-3 cell proliferation. *Gene* 2016, 585, 58-64.
  - Saini, M.K.; Sanyal, S.N. Targeting angiogenic pathway for chemoprevention of experimental colon cancer using C-phycocyanin as cyclooxygenase-2 inhibitor. *Biochem. Cell Biol.* 2014, 92, 206-218.
  - Hao, S.; Li, S.; Wang, J.; Zhao, L.; Zhang, C.; Huang, W.; Wang, C.T. Phycocyanin reduces proliferation of melanoma cells through downregulating GRB2/ERK signaling. *J. Agric. Food Chem.* 2018, 66, 10921-10929.
  - Ravi, M.; Tentu, S.; Baskar, G.; Prasad, S.R.; Raghavan, S.; Jayaprakash, P.; Jeyakanthan, J.; Rayala, S.K.; Venkatraman, G. Molecular mechanism of anti-cancer activity of phycocyanin in triple-negative breast cancer cells. *BMC Cancer* 2015, 15, 768.
  - J. Zheng *et al.*: Phycocyanin and Phycocyanobilin from *Spirulina platensis* Protect Against Diabetic Nephropathy by Inhibiting Oxidative Stress. *Am. J. Physiol. - Regul. Integr. Comp. Physiol* 2013, 304(2), 110-120, 2013.
  - Zheng, J. *et al.*: Autotrophic Cultivation of *Spirulina platensis* for CO<sub>2</sub> Fixation and Phycocyanin Production. *Bioresour. Technol.* 2018, 1(2), 221-228.
  - Ho, S. H.; Liao, J. F.; Chen, C. Y.; Chang, J. S.: Combining Light Strategies with Recycled Medium to Enhance the Economic Feasibility of Phycocyanin Production with *Spirulina platensis*. *Bioresour. Technol.* 2018, 247, 669-675.
  - Afriani, S.; Uju; Setyaningsih, I.: Komposisi Kimia *Spirulina platensis* Yang Dikultivasi dalam with Different

- Photoperiodes. *Jphpi* 2018, 21(3), 471-479.
20. de Fretes, H.; Susanto, A.; Prasetyo, B.; Limantara, L.: Karotenoid dari Makroalgae dan Mikroalgae: Potensi Kesehatan Aplikasi dan Bioteknologi. *J. Teknol. dan Ind. Pangan* 2012, 23(2)221-228.
21. Rahmawati, S. I.; Hidayatullah, S.; Suprayatmi, M.: Ekstraksi Fikosianin dari *Spirulina Plantesis* sebagai Biopigmen dan Antioksidan. *J. Pertan.* 2017,8(1)36.