

JURNAL KIMIA UNAND

ISSN No. 2303-3401

Volume 10 Nomor 4

November, 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
Corresponding E-mail: salim_emil17@yahoo.com
syukri@fmipa.unand.ac.id

DAFTAR ISI

JUDUL ARTIKEL	Halaman
1. PENGUJIAN KUALITAS SEMEN DENGAN PENAMBAHAN POZZOLAN, LIMESTONE DAN EP DUST KERING TERHADAP SEMEN TIPE I (OPC) Yulizar Yusuf, Humaira Faradilla, Zilfa	1-11
2. PENGARUH PROSES EKSTRAKSI DAN KONDISI PENYIMPANAN TERHADAP KANDUNGAN ANTIOKSIDAN TOTAL DALAM DAUN TANAMAN OBAT Yefrida, Refinel, Julira Isnan Nisa	12-17
3. PEMURNIAN LEMPUNG KAOLIN BONJOL PASAMAN DARI PENGOTOR ANORGANIK KUARSA Upita Septiani, Yetria Rilda, Resfal Junaidi	18-20
4. UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERI DAN ANTIJAMUR DARI EKSTRAK BATANG BUNGA BANGKAI (<i>Amorphophallus paeoniifolius</i> (Dennst.) Nicolson) Bustanul Arifin, Mai Efdi, Familia Resti	21-26
5. SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA MESOPORI BERBENTUK MCM-41 DENGAN MENGGUNAKAN Na₂SiO₃ SEBAGAI SUMBER SILIKAT Admi, Sry Wahyuni, Syukri	27-33

PENGUJIAN KUALITAS SEMEN DENGAN PENAMBAHAN POZZOLAN, LIMESTONE DAN EP DUST KERING TERHADAP SEMEN TIPE I (OPC)

Yulizar Yusuf^{1,*}, Humaira Faradilla¹, Zilfa¹

¹Laboratorium Kimia Analisis Terapan, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

*Email : yulizaryusuf59@gmail.com

Abstrak: Semen merupakan suatu perekat hidrolis terhadap material anorganik dan kemampuan rekat semen tersebut timbul setelah direaksikan dengan air, yang mana bahan baku semen terdiri dari klinker, gipsum dan/ material tambahan. Penggunaan material aditif pada semen berupa pozzolan, limestone dan Ep (Electrostatic Precipitator) Dust memberikan pengaruh terhadap kualitas semen. Kualitas semen tersebut sangat ditentukan oleh kuat tekan sebagai parameter alat ukur. Penelitian ini mengkaji pengaruh penambahan pozzolan, limestone dan Ep Dust dengan adanya variasi konsentrasi 5%, 10%, 15% terhadap sifat fisika dan kimia Semen Tipe I (OPC), meliputi uji kehalusan, waktu pengikatan, kuat tekan, sedangkan sifat kimia yaitu uji Bagian Tak Larut, SO₃, Hilang Pijar dan uji CaO bebas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kuat tekan yang tertinggi terdapat pada penambahan pozzolan konsentrasi 10%, limestone konsentrasi 5% dan Ep Dust konsentrasi 5%. Secara umum dapat dinyatakan bahwa dengan penambahan material aditif tersebut terhadap semen OPC memiliki sifat fisika dan kimia yang masih berada dalam range standar sifat semen PCC (Portland Composite Cement).

Kata Kunci: Pozzolan, Limestone, Ep Dust, Semen OPC, Kuat Tekan.

1. Pendahuluan

Bergeraknya pembangunan nasional dipengaruhi oleh adanya perkembangan dalam bidang infrastruktur. Dalam melakukan proses tersebut, dibutuhkannya suatu material penunjang yaitu semen (Portland Cement)[1].

Semen Portland atau OPC (Ordinary Portland Cement) atau sering disebut Semen Tipe I merupakan semen yang diperoleh dari penggilingan bersama secara kontinu antara klinker dan gipsum[2]. Klinker adalah suatu material hidrolis yang dibentuk dari batu kapur, tanah liat, pasir silika dan bijih besi melalui proses pembakaran pada temperatur tinggi kisaran 1450°C dan menyebabkan terjadinya reaksi kimia, sehingga diperolehnya senyawaan kimia yaitu kalsium silikat (3CaO.SiO₂ (alite) dan 2CaO.SiO₂ (belite)), aluminium (kalsium aluminat), besi (kalsium aluminoforit)[3],[4],[5]. Sedangkan istilah gipsum mengarah pada kalsium sulfat dihidrat yang sangat dibutuhkan dalam memproduksi semen dan digunakan dalam mengatur waktu pengikatan semen (setting time)[4].

Perkembangan industri semen pada zaman sekarang mengeluarkan lebih banyak jenis produk dengan kualitas beton mutu tinggi tanpa mengurangi mutunya yang dihasilkan seperti semen PCC (Portland Composite Cement)[6]. Semen jenis ini didefinisikan sebagai suatu material pengikat hidrolis yang diperoleh dari penggilingan bersama klinker, gipsum dan satu/lebih material anorganik tambahan[7]. Industri semen merupakan industri padat energi yang proses pembuatannya selalu menghasilkan limbah seperti Ep Dust yang digunakan sebagai material aditif dengan 2 keuntungan meliputi keuntungan ekologis yaitu perlindungan pada lingkungan dan pengurangan polusi; dan keuntungan ekonomis yaitu pengurangan jumlah dalam penggunaan klinker dan peningkatan kondisi tanah[8]. Pengurangan jumlah dalam penggunaan klinker dapat dilakukan melalui penggantian sejumlah klinker dengan material aditif yang akan mempengaruhi kualitas semen[9]. Material aditif tersebut yaitu limestone[10], pozzolan[11] dan Ep dust[12].

1. Limestone

Merupakan batu sedimen berkapur dengan adanya kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) yang dipergunakan sebagai mineral tambahan pada beton[10],[13].

2. Pozzolan

Merupakan material yang memiliki kandungan silika dengan sedikit atau tidak memiliki nilai sementit, dan apabila bereaksi dengan kalsium hidroksida (Ca(OH)_2) pada temperatur ruang akan membentuk senyawa yang memiliki sifat *cementitious*[11]. Material pozzolan dalam industri semen dipergunakan dalam meningkatkan kuat tekan mortar atau beton[8]. Industri semen menggunakan material aditif yang diklasifikasikan menjadi 2 jenis ialah senyawa reaktif dan *inert*. Pozzolan termasuk material aditif reaktif yang akan mengisi rongga atau ruang kosong antara partikel yang berukuran besar, yaitu rongga yang tidak ditempati oleh air[8].

3. Ep Dust

Permasalahan utama dalam produksi semen yaitu debu kiln semen atau *Cement Kiln Dust* (CKD) atau biasa disebut *Ep dust*, ialah produk sampingan yang dihasilkan dalam jumlah yang banyak dari produksi semen yang akan berdampak pada lingkungan sekitar[14].

Proses penangkapan *Ep dust* dilakukan oleh suatu perangkat partikulat yaitu *electrostatic precipitator*[12]. *Ep dust* yang didapatkan tersebut berupa padatan dengan ukuran partikel yang halus dan dikeluarkan dari suatu sumber yaitu tempat produksi semen ialah *kiln rotary*[14]. Kandungan utama pada material ini yaitu kalsium yang berpotensi melengkapi kandungan silika dan alumina yang terdapat dalam semen Portland[12].

Ketiga material tersebut dilakukan pengujian sifat fisika dan kimia yakni pada sifat fisika dilakukan uji kehalusan menggunakan alat *Blaine Automatic*[15], uji kehalusan berdasarkan sisa di atas ayakan (*sieving*)[16], konsistensi normal[17], waktu pengikatan (*setting time*)[18] dan kuat tekan[5]. Sifat kimia yang ditentukan meliputi uji Hilang Pijar, uji Bagian Tak Larut (BTL)[19], uji SO_3 [10], uji CaO bebas (*freelime*)[20].

2. Metodologi Penelitian

3.1 Bahan

Pada penelitian ini bahan yang digunakan adalah klinker, gipsum kering yang dikering anginkan, pozzolan kering, *limestone* kering yang telah dioven pada suhu 110°C , *Ep Dust*, akuades, Stronsium Nitrat ($\text{Sr(NO}_3)_2$), Gliserol:Etanol (1:5), Ammonium Asetat 0,2 N, HCl 1:1, NaOH 1%, indikator Metil Merah (MM), BaCl 10%.

2.2 Instrumen

Alat yang digunakan meliputi oven, *jaw crusher*, *cement mill mini* (kapasitas maks. 5 kg), kantong plastik, ayakan $850\mu\text{m}$, neraca analitik digital, *stopwatch*, alat *blaine automatic* lengkap dengan bagian-bagiannya, alat ayakan $45\mu\text{m}$, alat vicat beserta cincin, mesin pengaduk lengkap dengan mangkuk dan pengaduk, pisau aduk segitiga, alat uji kuat tekan, cetakan ($5\times 5\times 5\text{cm}^3$), tamper, ruang lembab atau *curing chamber*, alat *X-Ray Fluorescence* (XRF), cawan porselen, *furnace* 800°C dan 1000°C , *magnetic bar*, peralatan gelas, *hot plate*, kertas saring, cawan platina, penangas.

2.3 Prosedur Penelitian

a) Persiapan Sampel

Kedua material ini yaitu *limestone* dan klinker dihancurkan menggunakan *jaw crusher* untuk memperkecil ukuran material tersebut. Kemudian gipsum dikering anginkan, sedangkan *limestone* dan pozzolan dioven pada suhu 110°C . Proporsi sampel dan blangko dibuat sesuai Tabel 1. dan disimpan pada kantong plastik berlabel dengan massa total 5000 gram/kantong plastik.

Tabel 1. Proporsi Sampel Percobaan

No.	Material	Variasi Proporsi			
		5% (g)	10% (g)	15% (g)	Blangko (g)
1.	Klinker	4550	4300	4050	4800
2.	Gypsum	200	200	200	200
3.	Limestone/Pozzolan/Ep Dust	250	500	750	

Sampel yang telah ditimbang sebanyak 5000 gram dan digiling menggunakan *cement mill mini*. Kemudian digiling, sampel kemudian di-*dumping* selama 10 menit. Setelah proses *dumping* selesai maka sampel siap dianalisis.

b) Analisis Sifat Fisika

1. Pengujian Kehalusan dengan Alat *Blaine Automatic*

Pengujian ini dilakukan untuk menentukan kehalusan yang dinyatakan dalam luas permukaan spesifik semen Portland, yaitu dihitung sebagai jumlah permukaan total cm²/gram.

2. Pengujian Kehalusan berdasarkan Sisa di atas Ayakan (*Sieving*)

Merupakan pengujian yang dilakukan dengan mengukur banyaknya semen yang tertinggal di atas ayakan 45 µm menggunakan alat *Alphine Jet Sieving*. Sisa di atas ayakan dinyatakan sebagai perbandingan antara berat yang tertinggal di atas ayakan terhadap berat semen semula.

Nilai sisa di atas ayakan didapatkan dengan menggunakan rumus :

$$\text{Sisa di atas ayakan} = \frac{\text{berat yang tertinggal di ayakan}}{\text{berat semen semula}} \times 100\%$$

3. Pengujian Konsistensi Normal dan Waktu Pengikatan

Pengujian Konsistensi Normal berguna untuk menentukan jumlah air yang dibutuhkan dalam penyiapan pasta semen hidrolisis. Pengujian tersebut dilakukan di sebuah meja dimana merupakan tempat untuk pencampuran semen pada suhu udara, sedangkan cetakan dan plat yaitu antara suhu 20-27,5°C.

Konsistensi normal tercapai jika batang peluncur menembus sampai batas 10±1 mm di bawah permukaan pasta dalam

waktu 30 detik setelah dilepaskan.

Proses pengerjaan dilakukan secara berulang-ulang dengan persentase air yang berbeda-beda, sehingga tercapainya nilai konsistensi normal.

$$\text{Konsistensi Normal} = \frac{\text{jmh pemakaian air}}{\text{berat semen (gram)}} \times 100\%$$

Tahap pengikatan semen dengan air dinyatakan sebagai gejala terjadinya kekakuan pada adonan semen tersebut. Sifat pengikatan (*setting*) ditunjukkan dengan Waktu Pengikatan (*Setting Time*) ialah waktu mulai dari adonan terbentuk hingga mulai terjadinya kekakuan. Waktu pengikatan awal (satuan menit) apabila jarum vicat menembus 25 mm dan waktu pengikatan akhir (satuan menit) apabila jarum vicat tidak menembus dan tidak berbekas.

4. Pengujian Kuat Tekan

Kuat tekan adalah sifat yang paling penting dan harus dimiliki oleh suatu produk. Pengujian ini dilakukan apabila benda uji telah dikeluarkan dari wadah perendaman untuk pengujian 3, 7 dan 28 hari. Setelah permukaan benda uji dikeringkan, dilakukannya pengujian kuat tekan dan didapatkan nilainya dalam satuan kg/cm².

c) Analisis Sifat Kimia

1.) Pengujian Bagian Tak Larut

Pengujian ini merupakan penentuan bagian tak larut dari semen setelah dilakukannya penambahan HCl dan NaOH. Residu yang didapatkan tersebut dipijarkan dan ditimbang.

Tahap pengujiannya terlebih dahulu ditimbang semen sebanyak 1 gram dan dimasukkan kedalam gelas piala 250mL, lalu ditambahkan 10 mL HCl 1:1 yang dilanjutkan pengenceran hingga volume larutan menjadi 100 mL. Kemudian dididihkan larutan yang terbentuk, selanjutnya disaring dengan kertas saring;

dan dicuci kertas saring yang berisi endapan tersebut beserta gelas piala 250 mL menggunakan akuades panas hingga volumenya menjadi 200 mL, sehingga didapatkan filtrat yang digunakan dalam pengujian SO_3 .

Sedangkan kertas saring yang berisi endapan dimasukkan kedalam gelas piala yang telah berisi 100 mL NaOH 1%, kemudian dihancurkan kertas saringnya dan larutan di-*digest* selama 15 menit sambil diaduk sesekali. Selanjutnya diasamkan dengan HCl setetes demi setetes dan digunakan indikator metil merah (MM) hingga larutan berwarna merah muda. Larutan yang didapatkan lalu disaring dan dicuci endapannya dengan akuades panas. Kertas saring beserta endapannya dimasukkan kedalam cawan platina yang telah diketahui beratnya, kemudian dipijarkan menggunakan suhu 1000°C selama 30 menit, didinginkan dan ditimbang berat abu.

$$\% \text{ BTL} = \frac{\text{berat abu}}{\text{berat semen}} \times 100\%$$

2.) Pengujian SO_3

Sulfat diendapkan dari asam pada semen dan barium klorida (BaCl_2) yang dipijarkan lalu ditimbang sebagai barium sulfat (BaSO_4) dan dihitung sebagai kesetaraan SO_3 .

Pengujian ini dilakukan pada filtrat yang diperoleh dari proses pengujian Bagian Tak Larut. Sebanyak 200 mL larutan dipanaskan hingga mendidih dan dimasukkan setetes demi setetes 10 mL BaCl_2 10% sampai terbentuknya endapan. Lalu endapan disaring dan dicuci dengan akuades panas. Kertas saring beserta endapannya dimasukkan kedalam cawan platina yang beratnya telah diketahui. Selanjutnya dipijarkan pada suhu 800°C selama 30 menit, didinginkan dan ditimbang berat abu.

$$\% \text{ SO}_3 = \frac{\text{berat abu}}{\text{berat semen}} \times 100\%$$

3.) Pengujian Hilang Pijar

Semen dilakukan proses pemijaran pada suhu 1000°C dengan menyatakan bahwa bagian yang hilang diasumsikan sebagai jumlah CO_2 dan air dalam semen tersebut.

Pengujiannya yaitu sebanyak 1 gram semen ditimbang dalam cawan porselen yang telah diketahui beratnya, lalu dipijarkan pada suhu 1000°C selama 30 menit, didinginkan dan ditimbang berat abu.

$$\% \text{ HP} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\%$$

W_1 = berat awal semen

W_2 = berat sisa pijar semen

4.) Pengujian CaO Bebas (*Freelime*)

Uji ini merupakan cara untuk menentukan CaO bebas yang terdapat pada terak segar. Tahapnya dilakukan dari penimbangan semen sebanyak 1 gram yang dimasukkan kedalam erlenmeyer, ditambahkan 1-2 gram stronsium nitrat dan 45 mL gliserol:etanol (1:5). Kemudian direfluks selama 30 menit hingga terbentuk larutan berwarna merah. Selanjutnya dilakukan proses titrasi dengan ammonium asetat 0,2 N hingga warna merah tepat hilang.

$$\% \text{ Freelime} = f_{\text{ammonium asetat}} \times \text{mL a.asetat terpakai}$$

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisis Sifat Fisika

3.1.1 Uji Kehalusan dengan Alat *Blaine Automatic*

Uji ini memiliki prinsip yaitu berdasarkan penentuan luas permukaan dengan cara menarik sejumlah udara melalui alas semen Portland.

Tabel 2. Hasil Kehalusan Semen dengan Alat *Blaine Automatic*

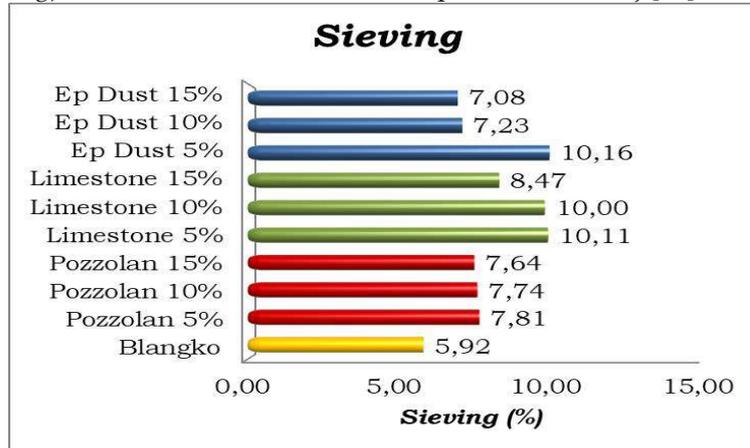
No.	Sampel	Blaine (cm^2/g)
1.	Blangko	3881
2.	Pozzolan 5%	4008
3.	Pozzolan 10%	4077
4.	Pozzolan 15%	4083
5.	Limestone 5%	3908
6.	Limestone 10%	3928
7.	Limestone 15%	4016
8.	Ep Dust 5%	4031
9.	Ep Dust 10%	3972
10.	Ep Dust 15%	3987

Tabel di atas menunjukkan bahwa, kehalusan semen pada masing-masing penambahan bahan aditif kedalam semen

tipe I yaitu berada dalam range yang telah ditetapkan PT. Semen Padang yang menandakan nilai kehalusan semen yang diuji sesuai standar.

3.1.2 Uji Kehalusan berdasarkan Sisa di atas Ayakan (*Sieving*)

Pengujian Sisa di atas Ayakan dilakukan atas dasar besarnya persentase perbedaan ayakan antara pengujian sisa yang diperoleh terhadap sisa yang dihasilkan yang dispesifikasikan untuk contoh standar dan dinyatakan dalam persentase sisa uji[16].



Gambar 1. Grafik Kehalusan Semen berdasarkan Uji Sisa di atas Ayakan (*Sieving*)

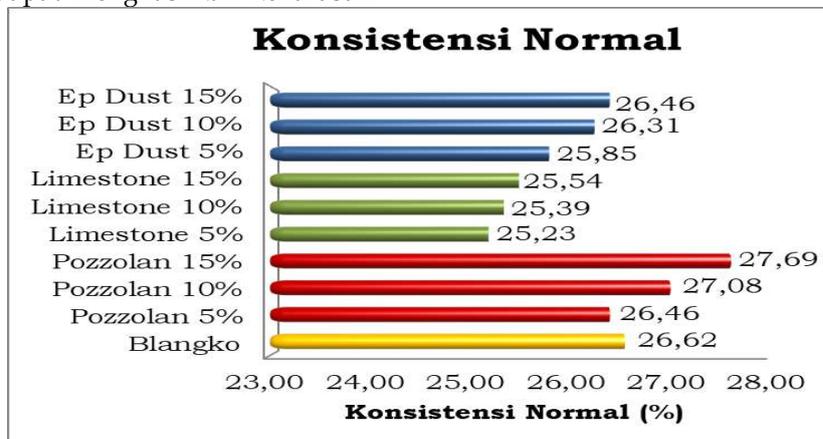
Berdasarkan Gambar 1, adanya penambahan material aditif berupa pozzolan, limestone dan *Ep Dust* didapatkan kehalusan semen berdasarkan sisa di atas ayakan (*sieving*) yang semakin menurun. Penggunaan pozzolan sebagai material aditif dapat menghasilkan kehalusan semen berdasarkan *sieving* yang rendah dibandingkan penggunaan limestone dan *Ep Dust*. Hal ini menunjukkan bahwa semen tersebut semakin halus dikarenakan semakin banyaknya jumlah semen yang dapat lolos dari ayakan 45 μ m, yaitu semakin kecil ukuran partikel semen, maka sisa yang tertinggal di atas ayakan semakin sedikit dan dapat menghasilkan kehalusan

semen yang tinggi dengan luas permukaan yang besar[21].

Dapat disimpulkan bahwa dengan penambahan masing-masing material aditif memberikan pengaruh terhadap kehalusan semen diakibatkan ukuran partikel dari material aditif yang telah halus[20].

3.1.3 Uji Konsistensi Normal dan Waktu Pengikatan

Semen memiliki fungsi sebagai material perekat hidrolis apabila direaksikan dengan air. Jumlah air yang diperlukan untuk membuat pasta semen disebut Konsistensi Normal.

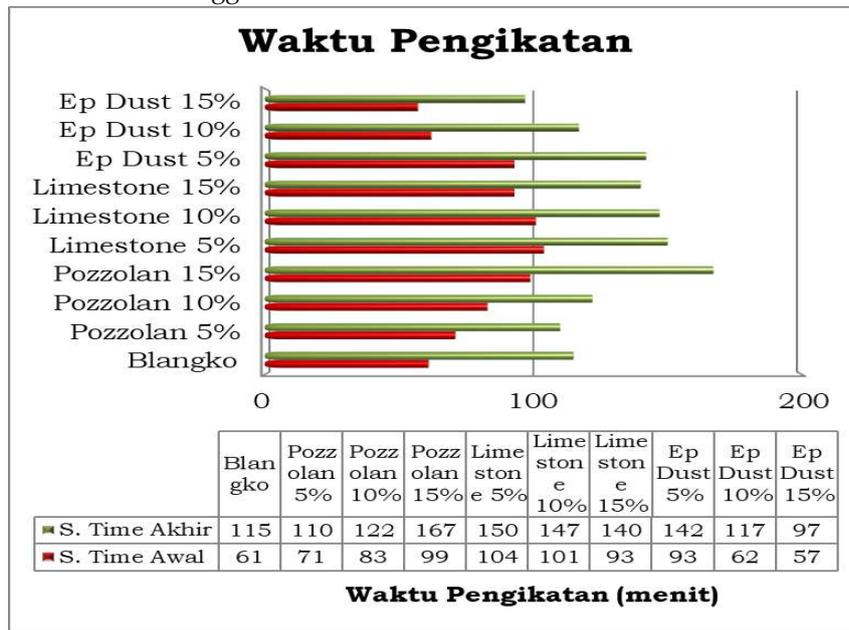


Gambar 2. Grafik Konsistensi Normal

Gambar di atas menunjukkan bahwa dengan penggunaan pozzolan pada konsentrasi 5% (26,46%) hingga konsentrasi 15% (27,69%) mengindikasikan semakin banyaknya penggunaan pozzolan dalam campuran semen akan meningkatkan Konsistensi Normal[22]. Hal ini juga berlaku pada *limestone*[9]. Peningkatan konsistensi normal tersebut disebabkan oleh adanya pengaruh dari kehalusan pozzolan dan *limestone*, yaitu semakin tinggi kehalusan

suatu material yang digunakan dalam campuran semen akan semakin banyak jumlah air yang dibutuhkan dalam membentuk pasta semen[23],[21].

Sedangkan penambahan *Ep Dust* dalam semen juga akan meningkatkan jumlah air yang dibutuhkan, yang dikaitkan dengan jumlah alkali, sulfat, kapur (CaO) dan garam-garam volatil yang membutuhkan banyak air[24].



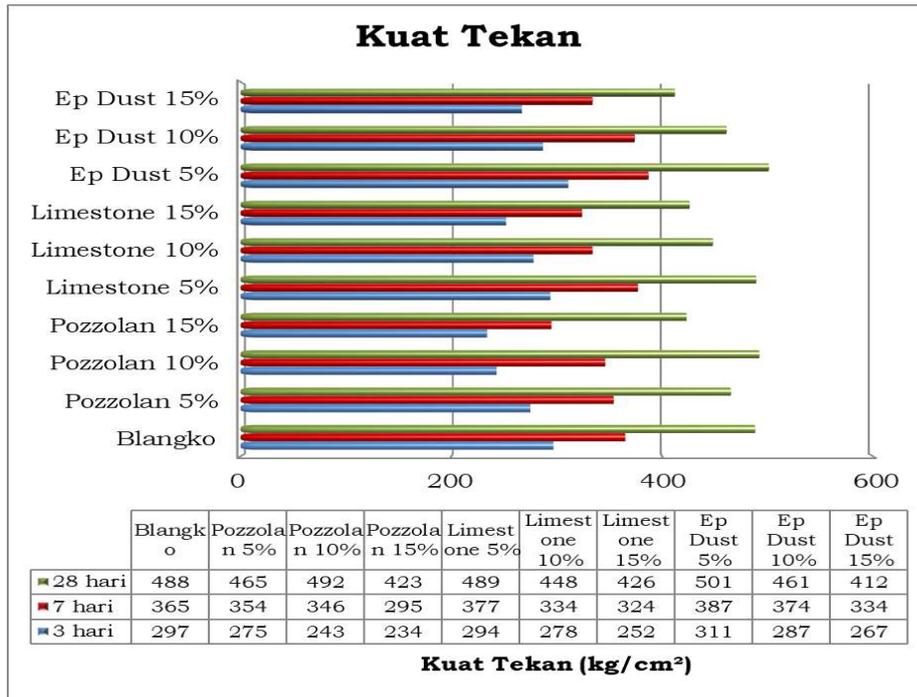
Gambar 3. Grafik Waktu Pengikatan

Sedangkan waktu pengikatan didefinisikan sebagai proses kekakuan dari suatu semen Portland segar[23]. Pengujian ini dilakukan menggunakan alat Vicat manual. Waktu pengikatan yang diukur adalah waktu pengikatan awal dan waktu pengikatan akhir.

Waktu pengikatan pada keseluruhan material aditif (pozzolan, *limestone* dan *Ep Dust*) berada dalam range standar SNI 15-7064-2004. Gambar 3, menunjukkan bahwa dengan penggunaan pozzolan yang semakin banyak dapat meningkatkan nilai konsistensi normal, sehingga mengakibatkan waktu pengikatan yang dibutuhkan semakin meningkat[22]. Sedangkan pada penambahan *limestone* akan menurunkan waktu pengikatan, hal ini

juga berlaku pada penambahan *Ep Dust* dalam campuran semen[13],[24]. Waktu pengikatan yang menurun pada kedua material ini disebabkan jumlah kapur (CaO) dan alkali yang tinggi dalam *limestone* dan *Ep Dust* dan dapat dikaitkan dengan percepatan reaksi hidrasi yang mengarah pada waktu pengikatan yang cepat[24].

3.1.4 Uji Kuat Tekan



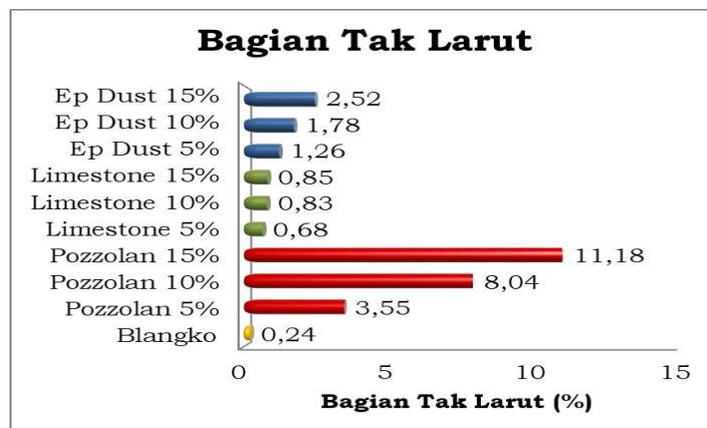
Gambar 4. Grafik Kuat Tekan

Gambar di atas menunjukkan hasil pengujian kuat tekan yang dilakukan ketika mortar berumur 3, 7 dan 28 hari. Nilai kuat tekan yang tertinggi terdapat pada penambahan pozzolan dibandingkan penggunaan limestone maupun Ep dust dalam campuran semen. Penggunaan pozzolan dapat meningkatkan kuat tekan yang dikarenakan pozzolan memiliki kandungan SiO₂ yang tinggi dengan ukuran partikel yang halus

berfungsi sebagai *filler* atau pengisi. SiO₂ akan mengisi ruang-ruang kosong yang terdapat di antara agregat dan pasta semen, dengan terisinya ruang-ruang kosong tersebut lapisan ini akan mengalami penenuhan (lebih rapat) sehingga akan meningkatkan kuat tekan[24]. Sedangkan penggunaan limestone akan menurunkan kuat tekan, dan begitu juga pada penggunaan Ep dust[13],[24].

3.2 Analisis Sifat Kimia

3.2.1 Uji Bagian Tak Larut



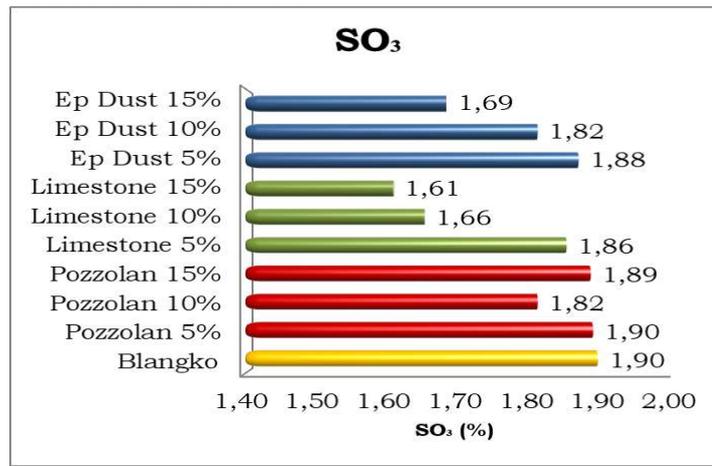
Gambar 5. Grafik Uji Bagian Tak Larut

Pengujian Bagian Tak Larut berguna untuk mengetahui senyawaan yang tidak larut dalam asam maupun basa, biasanya senyawaan tersebut berupa silika non reaktif. Pozzolan yang digunakan pada penelitian ini ialah pozzolan alam yang banyak mengandung silika[25]. Hal ini menunjukkan bahwa dengan semakin banyaknya pozzolan dalam campuran semen akan meningkatkan nilai bagian tak larut. Kenaikan tersebut diakibatkan oleh

adanya mineral-mineral yang tak larut dalam asam klorida (HCl) dan natrium hidroksida (NaOH).

3.2.2 Uji SO₃

Berdasarkan literatur bahwa kandungan SO₃ sebanding dengan jumlah penggunaan gipsum, yaitu semakin banyaknya gipsum yang digunakan dalam campuran semen maka semakin tinggi kadar SO₃[4].

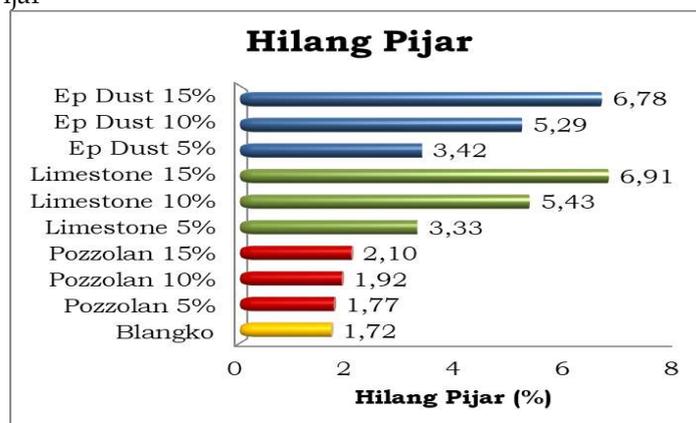


Gambar 6. Grafik Uji SO₃

Pada penelitian ini jumlah gipsum yang digunakan dalam pembuatan semen berjumlah sama yaitu 5% dari berat total semen. Pada Gambar 6, menunjukkan bahwa nilai SO₃ yang terkandung dalam

campuran semen memiliki perbedaan yang tidak terlalu signifikan. Kadar SO₃ yang didapatkan masih berada dalam range standar SNI 15-7064-2004.

3.2.3 Uji Hilang Pijar



Gambar 7. Grafik Uji Hilang Pijar

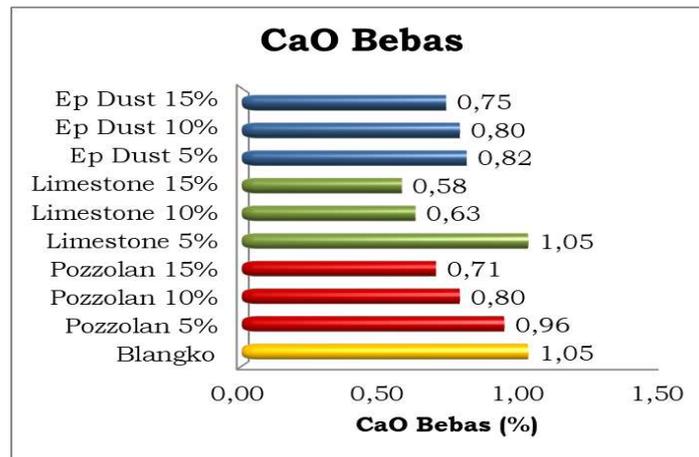
Pengujian ini menunjukkan adanya pelepasan CO₂ dan H₂O dari semen yang

diuji setelah dilakukan pemanasan pada suhu tinggi. Gambar di atas menunjukkan

dengan kenaikan nilai hilang pijar tersebut dapat menurunkan kuat tekan[10]. Nilai hilang pijar yang tertinggi terdapat pada penggunaan *limestone*, hal ini dikarenakan

limestone yang dipanaskan akan melepaskan banyak gas CO_2 dan H_2O dari senyawaan CaCO_3 .

3.2.4 Uji CaO Bebas



Gambar 8. Uji CaO Bebas

Uji CaO bebas merupakan pengujian kapur (*lime*) yang tersisa di dalam semen dalam keadaan bebas yang berakibat pada semen yang mudah retak dan rapuh[20]. Pengujian ini menggunakan ammonium asetat sebagai pentiter, dengan semakin besar volume ammonium asetat yang digunakan dalam mentitrasi maka semakin besar nilai CaO bebas (*freelime*) yang terdapat pada semen. Nilai CaO bebas tersebut berasal dari penggunaan klinker yang lebih banyak dibandingkan jumlah gipsum dan material aditif lainnya[26]. Oleh karena itu, penggunaan pozzolan 5%/limestone 5%/Ep dust 5% menunjukkan bahwa kadar CaO bebas lebih besar dibandingkan konsentrasi lainnya[25].

4. Kesimpulan

Penggunaan material aditif memberikan pengaruh terhadap kualitas semen. Kualitas tersebut ditentukan oleh kuat tekan yang berperan sebagai parameter alat ukur. Kuat tekan tertinggi yang diperoleh pada penggunaan pozzolan 10%, limestone 5% dan Ep dust 5%. Dapat disimpulkan bahwa

penambahan material aditif seperti pozzolan, limestone dan Ep dust terhadap semen OPC memberikan pengaruhnya pada sifat fisika dan kimia yang masih berada dalam range standar sifat semen PCC.

5. Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada segenap Staff dan karyawan/i Laboratorium Quality Assurance PT. Semen Padang yang telah memfasilitasi dan memberikan bantuan dalam penelitian ini.

Referensi

1. Nur, R.R.; Hartanti, F.D.; Sutikno, J.P.: Studi Awal Desain Pabrik Semen Portland dengan Waste Paper Sludge Ash sebagai Bahan Baku Alternatif. *Jurnal Teknik ITS* 2015, Vol 4, No 2, 164-168.
2. Novotny, Radoslav; Bartonickova, Eva; Svec, Jiri; Moncekova, Miroslava: Influence of Active Alumina on the Hydration Proses of Portland Cement. *Procedia Engineering* 2016, Volume 151, pp. 80-86.

3. Gaharwar, Anoop Singh; Gaurav, Naveen; Singh, AP; Gariya, Hira Singh; Bhoora: A Review Article on Manufacturing Process of Cement, Enviromental Attributes, Topography and Climatological Data Station: IMD, Sidhi M.P. *Journal of Medicinal Plants Studies* 2016, 4(4), 47-53.
4. Mohammed, Siline; Safiullah, Omary: Optimization of the SO₃ Content of an Algerian Portland Cement: Study on the Effect of Various Amounts of Gypsum on Cement Properties. *Construction and Building Materials* 2018, Volume 164, pp. 362-370.
5. Shafeek, Ahmed M.; Salah, Hamdy; Shehata, Nabila; Saddek, A.B.: The Impact of Cooling Water Types on the Cement Clinker Properties. *Egyptian Journal of Petroleum* 2017.
6. Irfan, Istighfar; Kurniawandy, A.; Ermiyati: Analisa Perbandingan Kuat Tekan Beton Semen PCC dan Semen Tipe 1 terhadap Pemakaian Sikament Tipe NN. *Jurusan Teknik Sipil: Fakultas Teknik Universitas Riau. Pekanbaru*.
7. Refnita, Gifyul; Zuki, Zamzibar; Yusuf, Yulizar: Pengaruh Penambahan Abu Terbang (*fly ash*) terhadap Kuat Tekan Mortar Semen Tipe PCC serta Analisis Air Laut yang Digunakan untuk Perendaman. *Jurnal Kimia Unand* 2012, Vol 1, No 1, 1-7.
8. Kaminskas, Rimvydas; Cesnauskas, V; Kubiliute, R.: Influence of Different Artificial Additives on Portland Cement Hydration and Hardening. *Construction and Building Materials* 2015, Volume 95, pp. 537-544.
9. Ferreiro, S.; Canut, M.M.C.; Lund, J.; Herfort, D.: Influence of Fineness of Raw Clay and Calcination Temperature on the Performance of Calcined Clay-Limestone Blended Cements. *Applied Clay Science* 2019, Volume 169, pp. 81-90.
10. Irawati, Nelvi; Putri, N.T; BA, Alexie Herryandie: Strategi Perencanaan Jumlah Material Tambahan dalam Memproduksi Semen dengan Pendekatan Taguchi untuk Meminimalkan Biaya Produksi (Studi Kasus Semen Padang). *Jurnal Optimalisasi Sistem Industri* 2015, Vol 14, No 1, 176-191.
11. Bediako, Mark: Pozzolanic Potentials and Hydration Behavior of Ground Waste Clay Brick Obtained from Clamp-Firing Technology. *Case Studies in Construction Materials* 2018, Volume 8, pp. 1-7.
12. Arulrajah, Arul; Mohammadinia, Alireza; D'Amico, Angelo; Horpibulsuk, Suksun: Cement Kiln Dust and Fly Ash Blended as an Alternative Binder for the Stabilization of Demolition Aggregates. *Construction and Building Materials* 2017, Volume 145, pp. 218-225.
13. Moon, Gyu Don; Oh, Sungwoo; Jung, Sang Hwa; Choi, Young Cheol: Effects of the Fineness of Limestone Powder and Cement on the Hydration and Strength Development of PLC Concrete. *Construction and Building Materials* 2017, Volume 135, pp. 129-136.
14. Barnat-Hunek, Danuta; Gora, Jacek; Suchorab, Zbigniew; Lagod, Grzegorz: Cement Kiln Dust. *Waste and Supplementary Cementitious Materials in Concrete* 2018. Lubin University of Techology. Lubin, Poland.
15. Pratama, S.W.I.; Rauf, N.; Juarlin, Eko: Pembuatan dan Pengujian Kualitas Semen Portland yang Diperkaya Silikat Abu Ampas Tebu. *Jurnal Fisika FMIPA Unhas*. Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin.
16. SNI 15-2049-2004. Semen Portland. *Badan Standarisasi Nasional*. Jakarta, 2004.
17. Lecomte, Andre; Mechling, Jean-Michel; Diliberto, Cecile: Compaction Index of Cemen Paste of Normal Consistency. *Construction and Buliding Materials* 2009, Volume 23, pp. 3279-3286.
18. Yaphary, Yohannes L.; Yu, Zechuan; Lam, Raymond H.W.; Lau, Denvid: Effect of Triethanolamine on Cement Hydration Toward Initial Setting Time.

- Construction and Building Materials* 2017, Volume 141, pp. 94-103.
19. Rafi, M.M.; Nasir, M.M.: Experimental Investigation of Chemical and Physical Properties of Cements Manufactured in Pakistan. *Journal of Testing and Evaluation* 2014, 42(3), 1-13.
 20. Ningsih, Triyulia; Chairunnisa, Rahmi; Miskah, Siti: Pemanfaatan Bahan Additive Abu Sekam Padi pada Semen Portland PT. Semen Baturaja (PERSERO). *Jurnal Teknik Kimia* 2012, Vol 18, No 4, 59-67.
 21. Purnawan, Irfan; Prabowo, Andi: Pengaruh Penambahan Limestone terhadap Kuat Tekan Semen Portland Komposit. *Jurnal Rekayasa Proses* 2017, Vol 11, No 2, 86-93.
 22. Celik, K; Hay, Rotana; Hargis, Craig W.; Moon, Juhyuk: Effect of Volcanic Ash Pozzolan or Limestone Replacement on Hydration of Portland Cement. *Construction and Building Materials* 2019, Volume 197, pp. 803-812.
 23. Hu, Jiong; Ge Zhi; Wang, Kejin: Influence of Cement Fineness and Water-to-Cement Ratio on Mortar Early Age Heat of Hydration and Set Times. *Construction and Building Materials* 2014, Volume 50, pp. 657-663.
 24. Farhan, Salah; Sharif, A.: Influence of Cement Kiln Dust as Partial Replacement on Some Properties of Ordinary and White Portland Cement. *Tikrit Journal of Eng. Science* 2011, 18(3), 23-32.
 25. Yetgin, Sukru; Cavdar, Ahmet: Study of Effect of Natural Pozzolan on Properties of Cement Mortars. *Journal of Materials in Civil Engineering* 2006, 18(6), 813-816.
 26. Marzouki, A.; Lecomte, A.; Beddey, A.; Diliberto, C.; Ouezdou, M. Ben: The Effects of Grinding on the Properties of Portland-Limestone Cement. *Construction and Building Materials* 2013, Volume 48, pp. 1145-1155.

PENGARUH PROSES EKSTRAKSI DAN KONDISI PENYIMPANAN TERHADAP KANDUNGAN ANTIOKSIDAN TOTAL DALAM DAUN TANAMAN OBAT

Ye Frida^{1,*}, Refinel², Julira Isnani Nisa¹

¹Laboratorium Kimia Analisis Terapan, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas, 25163

²Laboratorium Kimia fisika, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas, 25163

*E-mail: yefanwar@gmail.com

Abstrak: Kandungan antioksidan dalam beberapa sampel daun tanaman obat telah ditentukan dengan parameter suhu dan waktu ekstraksi sampel serta waktu dan kondisi penyimpanan ekstrak sampel. Metode yang digunakan adalah Metode Fenantrolin Modifikasi (MFM). Berdasarkan data hasil penelitian, didapatkan kondisi optimum ekstraksi pada suhu 100°C dan waktu 90 menit dengan waktu penyimpanan ekstrak selama 0 menit pada suhu 20 ± 2°C di dalam kulkas. Kandungan antioksidan optimum yang didapatkan pada daun badotan (*Ageratum conyzoides*), daun jambu biji (*Psidium guajava*), daun sirsak (*Annona muricata*), daun singkong (*Manihot esculenta*), dan daun serih (*Cymbopogon citratus*) adalah 0,9603; 0,6109; 0,5486; 0,3092; dan 0,1451 mmol Fe/g sampel kering, berturut-turut.

Kata Kunci: Aktivitas Antioksidan Total, Daun Tanaman Obat, Metode Fenantrolin Modifikasi

1. Pendahuluan

Radikal bebas adalah atom atau molekul yang mempunyai elektron tidak berpasangan, bersifat sangat reaktif dan tidak stabil. Radikal bebas menimbulkan kerusakan oksidatif dan mengakibatkan berbagai penyakit. Penyakit yang ditimbulkan oleh radikal bebas dapat dicegah oleh senyawa antioksidan. Antioksidan merupakan senyawa yang dapat mencegah terjadinya reaksi oksidasi oleh radikal bebas [1]. Antioksidan seperti antioksidan alami dan antioksidan sintetik. Antioksidan alami dapat ditemui pada buah, akar, batang, sayur, dan daun. Adapun antioksidan sintetik seperti *butylated hydroxyanisole* (BHA), *butylated hydroxytoluene* (BHT), dan *tert-butyl hydroquinone* (TBHQ) [2].

Antioksidan yang terdapat pada daun salah satunya pada daun tanaman obat. Tanaman obat banyak digunakan oleh masyarakat sebagai obat tradisional untuk pencegahan berbagai penyakit. Beberapa daun tanaman obat yang digunakan seperti daun badotan (*Ageratum conyzoides*), daun jambu biji (*Psidium guajava*), daun serih (*Cymbopogon citratus*), daun singkong (*Manihot esculenta*), dan daun sirsak (*Annona muricata*). Daun badotan (*Ageratum conyzoides*) mengandung

senyawa flavonoid, fenolik, terpenoid, dan tanin [4]. Daun jambu biji (*Psidium guajava*) mengandung senyawa tanin, triterpen, flavonoid, fenolik, dan triterpenoid [4]. Daun serih (*Cymbopogon citratus*) mengandung senyawa flavonoid, terpen, dan aldehyd [5]. Daun singkong (*Manihot esculenta*) mengandung senyawa flavonoid, α -karoten, zat besi, dan tanin [6]. Dan daun sirsak (*Annona muricata*) mengandung senyawa tanin, terpenoid, fenolik, dan flavonoid [7].

Beberapa metode dalam penentuan kandungan antioksidan seperti Metode FRAP, DPPH, CUPRAC, ORAC, dan Fenantrolin. Pada penelitian ini menggunakan Metode Fenantrolin Modifikasi. Metode Fenantrolin Modifikasi adalah bagian dari Metode Fenantrolin dengan memodifikasi Metode FRAP dan mengganti pelarut metanol dengan pelarut air untuk mengurangi limbah metanol dan biaya analisis [2].

Melihat banyaknya masyarakat menggunakan daun tanaman obat sebagai obat tradisional dan untuk mengetahui kandungan antioksidan total dalam daun tanaman obat, pada penelitian ini dilakukan penentuan kandungan antioksidan total dengan Metode Fenantrolin Modifikasi

berdasarkan variasi suhu ekstraksi, waktu ekstraksi, waktu penyimpanan ekstrak pada suhu kamar dan dalam kulkas terhadap sampel daun badotan (*Ageratum conyzoides*), daun jambu biji (*Psidium guajava*), daun sereh (*Cymbopogon citratus*), daun singkong (*Manihot esculenta*), dan daun sirsak (*Annona muricata*).

2. Metodologi Penelitian

2.1 Alat

Spektrofotometer UV/Vis (PD-303S *Spectrophotometer*), neraca analitis Mettler AE 200, beberapa peralatan gelas, *hotplate*, botol gelap, aluminium foil, kertas saring, tisu, tabung reaksi, labu ukur, termometer, corong, pipet tetes, desikator, dan oven.

2.2 Bahan

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,10-fenantrolin klorida monohidrat, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dan air distilasi.

Sampel yang digunakan yaitu daun badotan (*Ageratum conyzoides*), daun jambu biji (*Psidium guajava*), daun sereh (*Cymbopogon citratus*), daun singkong (*Manihot esculenta*), dan daun sirsak (*Annona muricata*). Sampel diambil dalam bentuk segar di sekitaran Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas, Padang

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Penentuan Kadar Air

Cawan porselen dioven ± 1 jam pada suhu 105°C , didesikator selama 15 menit, dan ditimbang. Untuk sampel basah ditimbang ± 5 g, dimasukkan ke dalam cawan porselen, dan dioven ± 1 jam pada suhu 105°C . Selanjutnya didesikator selama 15 menit, ditimbang dan dioven serta didesikator lagi sampai didapatkan berat konstan. Dihitung kadar air dari masing-masing sampel.

2.3.2 Pengaruh suhu ekstraksi sampel

Air distilasi dimasukkan ke dalam masing-masing gelas piala dan dipanaskan di atas *hotplate* dengan variasi suhu berkisar $30-100^\circ\text{C}$. Sampel daun segar dipotong-potong, dihomogenkan, ditimbang ± 1 g dan dimasukkan kedalam masing-masing gelas

piala. Setelah itu ditambahkan 50 mL akuades dengan suhu masing-masing berkisar $30-100^\circ\text{C}$ ke dalam masing-masing gelas piala yang berisi sampel daun segar. Kemudian didiamkan ± 15 menit, disaring dengan kertas saring, dan didapatkan ekstrak.

2.3.3 Pengaruh waktu ekstraksi sampel

Untuk variasi waktu ekstraksi sama dengan cara kerja pada variasi suhu ekstraksi, namun pada variasi ini menggunakan suhu ekstraksi optimum dengan variasi waktu ekstraksi berkisar 5 - 120 menit dengan jarak masing-masing waktu 15 menit. Ekstrak yang didapatkan ditentukan kandungan antioksidannya.

2.3.4 Pengaruh waktu penyimpanan ekstrak pada suhu kamar ($27 \pm 2^\circ\text{C}$)

Untuk variasi waktu penyimpanan ekstrak pada suhu kamar sama dengan variasi suhu dan waktu ekstraksi, namun pada variasi ini menggunakan suhu dan waktu ekstraksi optimum. Setelah didapatkan ekstrak, ekstrak dimasukkan ke dalam botol gelap dan disimpan pada suhu $27 \pm 2^\circ\text{C}$ dengan variasi waktu berkisar 0 - 240 menit dengan jarak masing-masing waktu 30 menit. Ekstrak yang didapatkan ditentukan kandungan antioksidannya.

2.3.5 Pengaruh waktu penyimpanan ekstrak pada kulkas ($20 \pm 2^\circ\text{C}$)

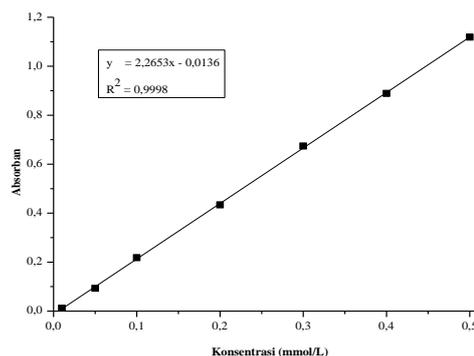
Ekstrak dimasukkan ke dalam botol gelap dan disimpan pada suhu $20 \pm 2^\circ\text{C}$ dalam kulkas dengan variasi waktu berkisar 0 - 240 menit dengan jarak masing-masing waktu 30 menit. Ekstrak yang didapatkan ditentukan kandungan antioksidannya.

2.3.6 Penentuan kandungan antioksidan total

Air distilasi dipipet sebanyak 2 mL dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 1 mL standar/ekstrak sampel, 1 mL $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1% dan 1 mL ortho-fenantrolin 0,1%. Larutan diinkubasi selama 20 menit. Absorbans diukur pada panjang gelombang 510 nm dengan spektrofotometer PD-303S.

2.3.7 Pembuatan kurva kalibrasi standar besi(II)

Air distilasi dipipet 2 mL ke dalam masing-masing tabung reaksi, ditambahkan 1 mL larutan standar besi(II) dengan masing-masing konsentrasi (0,01; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5) mM, 1 mL FeCl₃.6H₂O 0,1% dan 1 mL larutan ortho-Fenantrolin 0,1%. Larutan diinkubasi selama 20 menit, kemudian absorbansi diukur pada panjang gelombang 510 nm dengan spektrofotometer PD-303S dan dibuat kurva kalibrasi standar besi(II).



Gambar 1. Kurva Kalibrasi Standar Fe²⁺

3. Hasil dan Diskusi

Kadar Air Sampel

Hasil kadar air masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 1. Berdasarkan Tabel 1 dapat diketahui bahwa kadar air paling tinggi yaitu pada daun badotan sebesar 83,74%, sedangkan kadar air paling rendah pada daun jambu biji sebesar 54,46%.

Tabel 1. Kadar air sampel daun tanaman obat

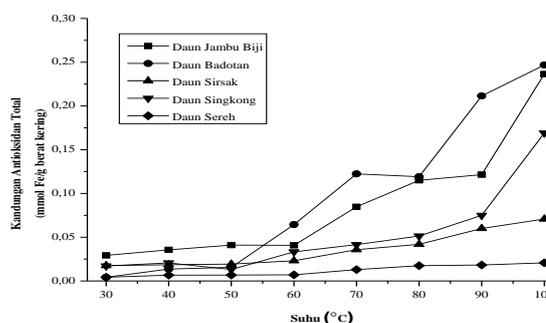
No	Sampel	Kadar Air (% b/b)
1	Daun Jambu Biji	54,46
2	Daun Badotan	83,74
3	Daun Sirsak	72,86
4	Daun Singkong	70,12
5	Daun Sereh	72,83

Kurva Kalibrasi Larutan Standar Besi(II)

Bentuk kurva kalibrasi standar dapat dilihat pada Gambar 1. Persamaan regresi yang didapatkan yaitu $y = 2,2653x - 0,0136$ dengan $R^2 = 0,9998$ dan $r = 0,9999$. Hal ini menunjukkan bahwa kurva kalibrasi standar Fe²⁺ memenuhi Hukum Lambert - Beer yang mana sesuai dengan yang dikemukakan oleh Anderson et al. bahwa intensitas sinar monokromatik akan berkurang seiring bertambahnya konsentrasi zat penyerap secara linier. Anderson et al. juga menambahkan bahwa semakin nilai r mendekati 1, maka semakin linier hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi pada kurva kalibrasi standar [8].

Kandungan Antioksidan Total dengan Variasi Suhu Ekstraksi

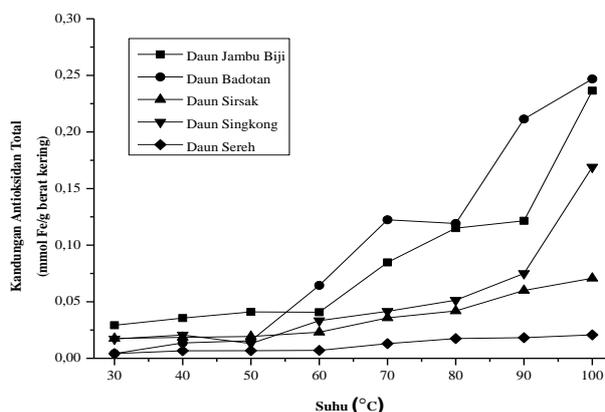
Hasil kandungan antioksidan total dengan variasi suhu dapat dilihat pada Gambar 2. Berdasarkan Gambar 2, memperlihatkan bahwa kandungan antioksidan total paling tinggi didapatkan pada suhu 100°C untuk masing-masing ekstrak sampel segar dengan warna ekstrak yang semakin pekat. Jovanovic *et al.* (2017) mengemukakan bahwa semakin tinggi suhu, energi kinetik menjadi lebih cepat untuk terjadinya pelunakan, pemecahan, pelepasan, dan pemisahan sel daun tanaman sehingga senyawa antioksidan banyak terekstrak [9]. Selain itu, sesuai prinsip "like dissolves like" pelarut akuades bersifat polar dan senyawa antioksidan yang terekstrak pada daun tanaman banyak bersifat polar. Kandungan antioksidan total pada daun badotan, daun jambu biji, daun singkong, daun sirsak, dan daun sereh yaitu 0,2468; 0,2364; 0,1690; 0,0709; dan 0,0208 mmol Fe/g berat kering sampel.



Gambar 2. Pengaruh suhu terhadap kandungan antioksidan total

Kandungan Antioksidan Total dengan Variasi Waktu Ekstraksi.

Kandungan antioksidan total dengan variasi waktu maserasi dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasarkan Gambar 3, memperlihatkan bahwa kandungan antioksidan total paling tinggi pada waktu ekstraksi 90 menit terhadap masing-masing ekstrak sampel segar dengan warna ekstrak yang semakin pekat. Jovanovic *et al.* (2017) mengemukakan bahwa lama waktu ekstraksi mengakibatkan semakin lama pelarut untuk melunakkan sel dan memecah partikel-partikel pada sel daun tanaman, sehingga semakin banyak senyawa antioksidan terekstrak pada daun tanaman [9]. Selanjutnya Dvorackova *et al.* (2015) menambahkan bahwa waktu ekstraksi yang terlalu lama juga dapat menyebabkan senyawa antioksidan teroksidasi oleh cahaya dan oksigen di udara sehingga kandungan senyawa antioksidan menjadi berkurang [10]. Kandungan antioksidan total pada daun badotan, daun jambu biji, daun sirsak, daun singkong, dan daun sereh yaitu 0,5586; 0,4532; 0,2799; 0,1750; dan 0,0524 mmol Fe/g berat kering sampel.

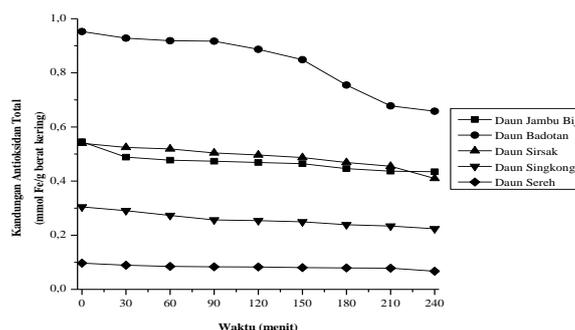


Gambar 3. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap kandungan antioksidan total

Kandungan Antioksidan Total dengan Variasi Waktu Penyimpanan Ekstrak Pada Suhu 27 ± 2°C.

Kandungan antioksidan total dengan variasi waktu penyimpanan ekstrak pada suhu 27 ± 2°C dapat dilihat pada Gambar 4. Berdasarkan Gambar 4, memperlihatkan bahwa kandungan antioksidan total paling tinggi yaitu waktu penyimpanan

ekstrak 0 menit pada suhu 27 ± 2°C terhadap masing-masing ekstrak sampel segar, dan warna ekstrak semakin berkurang selama perpanjangan waktu penyimpanan ekstrak. Ali *et al.* (2018) mengemukakan bahwa semakin lama waktu penyimpanan ekstrak mengakibatkan kandungan senyawa antioksidan semakin menurun. Ali *et al.* (2018) juga mengemukakan bahwa cahaya dan oksigen di udara selama perpanjangan waktu penyimpanan ekstrak dapat mengakibatkan senyawa antioksidan teroksidasi dan terdegradasi sehingga kandungan senyawa antioksidan semakin berkurang [11]. Kandungan antioksidan total dengan waktu penyimpanan ekstrak 0 menit pada suhu 27 ± 2°C terhadap daun badotan, daun jambu biji, daun sirsak, daun singkong, dan daun sereh yaitu 0,9526; 0,5454; 0,5399; 0,3048; dan 0,0969 mmol Fe/g berat kering sampel.

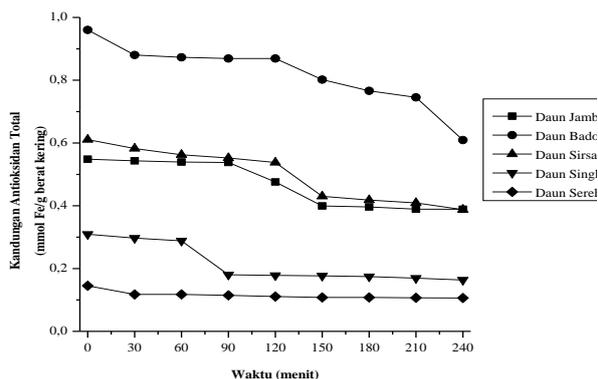


Gambar 4. Pengaruh waktu penyimpanan ekstrak pada suhu 27 ± 2°C terhadap kandungan antioksidan total

Kandungan Antioksidan Total dengan Variasi Waktu Penyimpanan Ekstrak Pada Suhu 20 ± 2°C.

Kandungan antioksidan total dengan variasi waktu penyimpanan ekstrak pada suhu 20 ± 2°C di dalam kulkas dapat dilihat pada Gambar 5. Berdasarkan Gambar 5, memperlihatkan bahwa kandungan antioksidan total paling tinggi untuk masing-masing ekstrak sampel segar yaitu waktu penyimpanan 0 menit pada suhu 20 ± 2°C di dalam kulkas dan warna ekstrak sampel segar semakin berkurang dengan perpanjangan waktu penyimpanan ekstrak. Zoric *et al.* (2017) mengemukakan bahwa semakin lama waktu penyimpanan ekstrak pada suhu 20 ± 2°C di dalam kulkas dapat mengakibatkan semakin lama laju

degradasi dan senyawa antioksidan mengendap ke dasar permukaan, sehingga kandungan senyawa antioksidan yang didapatkan semakin berkurang [12]. Kandungan antioksidan total dengan waktu 0 menit pada suhu $20 \pm 2^\circ\text{C}$ di dalam kulkas terhadap daun badotan, daun sirsak, daun jambu biji, daun singkong, dan daun sereh yaitu 0,9603; 0,6109; 0,5486; 0,3092; dan 0,1451 mmol Fe/g berat kering sampel.



Gambar 5. Pengaruh waktu penyimpanan ekstrak pada suhu $20 \pm 2^\circ\text{C}$ terhadap kandungan antioksidan total

4. Kesimpulan

Berdasarkan data hasil penelitian didapatkan kondisi optimum ekstraksi terhadap kandungan antioksidan total yaitu pada suhu 100°C selama 90 menit dengan waktu penyimpanan ekstrak yaitu waktu 0 menit pada suhu $20 \pm 2^\circ\text{C}$ di dalam kulkas. Kandungan antioksidan total pada daun badotan (*Ageratum conyzoides*), daun sirsak (*Annona muricata*), daun jambu biji (*Psidium guajava*), daun singkong (*Manihot esculenta*), dan daun sereh (*Cymbopogon citratus*) berturut-turut yaitu 0,9603; 0,6109; 0,5486; 0,3092; dan 0,1451 mmol Fe/g berat sampel kering.

5. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada analis Laboratorium Analisa Terapan dan Laboratorium Instrumen yang telah memberikan bantuan dan fasilitas dalam penyelesaian penelitian ini.

Referensi

[1] Meydani, Sn., Wu, D., Santos, Ms., Hayek, Mg., 1995. Antioxidants and immune response in

aged persons: overview of present evidence. American Journal Clinical Nutrition. 62.

- [2] Yefrida, Suyani, H., Alif, A., Efdi, M., Aziz, H., 2018. Modification of phenanthroline method to determine antioxidant content in tropical fruit methanolic extract. Research Journal of Chemistry and Environment. 22(4), 28-35.
- [3] Oyewole, O.I., Tolulope, Akinbamijo, O., 2015. Antioxidative potential of *Ageratum conyzoides* and *Zanthoxylum zanthoxyloides* extracts in cadmium-induced oxidative stress in rat tissues. American Journal of Biomedical Research. 3(4), 71-74.
- [4] Biswas, Bipul., Rogers K., McLaughlin, F., Daniels, D., Yadau, A., 2013. Antimicrobial activities of leaf extracts of guava (*Psidium guajava* L.) on two gram-negative and gram-positive bacteria. International Journal of Microbiology. 1-8.
- [5] Manvitha, K., Bidya, B., 2014. Review on pharmacological activity of *Cymbopogon citratus*. International Journal of Herbal Medicine. 1(6), 5-7.
- [6] Thambi, M., Cherian, T., 2015. Pesticidal activity of the leaves of manihot esculenta against the pest *Sitophilus oryzae*. The Pharma Innovation Journal. 4(6), 15-18.
- [7] Kedari, T.S., Khan, A.A., 2014. Guyabano (*Annona muricata*): A review of its traditional uses phytochemistry and pharmacology. American Journal of Research Communication. 2(10), 247-268.
- [8] Anderson, R.L. 1987. Practical statistic for analytical chemist. Van Nostrand Reinhold Company, New York.
- [9] Jovanovic, A., Petrovic, P., Dordevic, V., Zdunic, G., Savikin, K., Bugarski, B., 2017. Polyphenols extraction from plant sources. Lekovite Sirovine: Vol. 37.
- [10] Dvorackova, E., Snoblova, M., Chromova, L., Hrdlicka, P., 2015. Effects of extraction methods on the phenolic compounds contents and antioxidant capacities of *Cinnamon extracts*. Journal of Food Science Biotechnology. 24(4), 1201-1207.

[11] Ali, A., Chong, C.H, Siau, Luqman, L.M., Luqman, C.A., Shean, T., Choong, Y., Bee, L.C., 2018. Impact of storage conditions on the stability of predominant phenolic constituents and antioxidant activity of dried piper betle extracts. *Molecules*. 23: 84.

[12] Zoric, Z., Pelaic, Z., Pedisic, S., Garofulic, I.E., Kovacevic, D.B., Dragovic-Uzelac, V., 2017. Effect of storage conditions on phenolic content and antioxidant capacity of spray dried sour cherry powder. *Journal LWT-Food Science and Technology*. 251-259.

PEMURNIAN LEMPUNG KAOLIN BONJOL PASAMAN DARI PENGOTOR ANORGANIK KUARSA

Upita Septiani^{1*}, Yetria Rilda¹, Resfal Junaidi¹

^aLaboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Andalas
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

*Email: upitas@yahoo.com

Abstract: The kaolin mineral purification has been carried out from the Bonjol Pasaman clay. The purpose of this study was to purify kaolin minerals from clay using hydrofluoric acid (HF) as an acid solvent. Pasaman kaolin clay can be purified from inorganic impurities, namely quartz (SiO₂) by using hydrofluoric acid. The purified kaolin clay was characterized by X-Ray Fluorescence (XRF) and X-Ray Diffraction (XRD). Pasaman kaolin clay can be purified from inorganic impurities, namely quartz (SiO₂) by using hydrofluoric acid. The XRF data shows that the greater the concentration of hydrofluoric acid used, the lower the percentage of silica (SiO₂), where with concentrations of HF (0.1; 0.5 and 0.9)N the percentage of silica respectively (52.36; 52,23; 46.47 and 46.03)%. The results of XRD data obtained with increasing concentrations of HF (0.1; 0.5 and 0.9)N, the percentage of kaolin minerals increased (40.4; 47.5; 55.0 and 59.4)%, while the percentage of quartz minerals and bentonite increased decreased (37.4; 31.7; 22.0 and 20.8)% and (22.2; 20.8; 23.0 and 19.8)%. This proves that the silica lost from the kaolin clay by processing using hydrofluoric acid is silica from the quartz mineral which is an inorganic impurity mineral from the Bonjol Pasaman kaolin clay.

Keywords: Clay, Kaolin, XRF and XRF

1. Pendahuluan

Lempung merupakan salah satu komponen tanah yang tersusun atas senyawa alumina silikat dengan ukuran partikel kecil dari 2 µm[1]. Klasifikasi struktur kristal dan variasi komposisinya lempung dapat dibedakan antara lain kaolin, ilit, klorit, smektit dan lain-lain[2]. Kaolin yaitu mineral lempung berwarna putih yang terbentuk dari aluminium silikat hidrat dengan struktur umum (Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O). Komposisi kaolin berupa 46.54% SiO₂, Al₂O₃ 39.50%, dan H₂O 13.96%.[2]

Pada mineral kaolin terdapat pengotor antara lain adalah kuarsa, oksida besi, oksida titanium, mika dan lainnya. Mineral utama pengotor kaolin yaitu kuarsa mempunyai komposisi SiO₂ dan berukuran hampir sama dengan kaolin sehingga sulit dilakukan pemurnian dengan menggunakan pengayakan[3].

Untuk menurunkan kadar pengotor pada mineral kaolin dilakukan pengolahan yang bertujuan untuk menurunkan kadar pengotor, mendapatkan butir-butir halus, tingkat keputihan (brightness) yang tinggi, kadar air dan pH tertentu. Pada penelitian ini akan dilakukan pengolahan mineral kaolin dari lempung Bonjol Pasaman Sumatera Barat dengan menggunakan metode pelarutan dengan asam yaitu menggunakan asam florida. Dimana konsentrasi asam florida divariasikan (0,1; 0,5; dan 0,9)N dan waktu kontak yang terkontrol, agar tidak merusak kristal kaolin.

2. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu lempung alam pasaman, akuades, kertas saring, Asam florida (Merck)

2.2. Peralatan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas, *magnetic stirrer*, oven,

neraca analitik (Shimadzu), kertas saring. Instrumen karakterisasi yang digunakan adalah XRF (PANalytical Epsilon 3) dan XRD (X'Port PAN Analytical)

2.3. Pengambilan Sampel

Lempung yang digunakan pada penelitian ini adalah lempung kaolin dari Bonjol Pasaman. Pengambilan sampel lempung dilakukan dengan metode simple random sampling pada lahan, diambil pada kedalaman ≥ 50 cm, kemudian diambil di lima titik yang berbeda. Sampel tanah yang didapat kemudian dimasukkan ke plastik dan segera dibawa ke laboratorium.

2.4. Preparasi Sampel Lempung Kaolin Pasaman

Sebanyak 200 gram lempung kaolin kemudian dicuci dengan akuades 250 mL untuk menghilangkan tanah, daun, bekas batang yang menutupi permukaan lempung kaolin, kemudian lempung kaolin yang sudah dicuci disaring. Selanjutnya lempung kaolin dipanaskan dalam oven pada suhu 120°C selama 3 jam, kemudian dihaluskan dengan alu dan lumpang, kemudian diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Lempung kaolin yang sudah dipreparasi dikarakterisasi dengan XRD dan XRF.

2.5. Pemurnian Lempung Kaolin Bonjol Pasaman dengan Perendaman Asam Florida

Pengolahan lempung kaolin menggunakan asam florida dengan variasi konsentrasi yaitu (0,1; 0,5 dan 0,9) N. Sebanyak 50 gram lempung kaolin yang telah dihaluskan direndam dalam asam florida 75 ml, kemudian diaduk selama 10 menit dengan *magnetic stirrer* dan disaring dengan kertas saring, diambil endapan dan dicuci dengan aquades hingga bebas asam, setelah itu dikeringkan dalam oven dengan suhu 120°C . Setelah kering digerus sampai halus, lempung kaolin yang didapat dikarakterisasi dengan menggunakan XRF dan XRD.

3. Hasil Dan Pembahasan

3.1. Pengambilan dan Preparasi Sampel Lempung Kaolin

Lempung kaolin diambil di Bonjol, Pasaman Timur, Sumatera Barat. Lempung kaolin diambil pada dataran tinggi yang ada pada daerah tersebut tepatnya pada pembuatan batu bata. Warna lempung yang ada pada daerah tersebut berwarna coklat tua dan jika ditambahkan air

3.2. Pengolahan Lempung Kaolin

Pengolahan dengan metode pelarutan dengan asam menggunakan asam florida ini diharapkan pengotor dari lempung kaolin berupa kuarsa (SiO_2) akan berkurang sehingga akan meningkatkan kemurnian dari lempung kaolin itu sendiri. Sampel lempung kaolin yang digunakan berasal dari daerah Bonjol, Pasaman. Proses pengolahan dengan menggunakan asam florida yang telah dilakukan pada lempung kaolin pasaman akan berdampak pada perubahan pada struktur dari lempung kaolin, sehingga proses preparasi dilakukan menggunakan asam florida dengan konsentrasi yang rendah, serta waktu kontak yang tidak terlalu lama, sekitar 10 menit agar struktur utamanya tidak rusak.

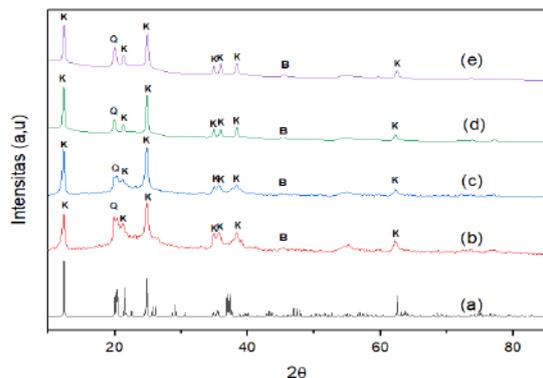
3.3. Analisis XRF

Analisis untuk mengetahui komposisi senyawa yang terdapat pada lempung kaolin. Hasil dari analisis XRF didapatkan tanpa perendaman HF yaitu komposisi oksida silika 52,36% dan alumina (Al_2O_3) sebanyak 34,5%. Oksida utama lainnya adalah Fe_2O_3 yang terdapat 11,37%. Setelah perendaman dengan HF 0,1 N komposisi silika mengalami penurunan sebesar 0,13%. Begitupun pada lempung kaolin hasil perendaman dengan HF 0,5 N mengalami penurunan 5,888%. Untuk lempung kaolin hasil perendaman dengan HF 0,9 N mengalami penurunan sebesar 6,333%. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi asam florida yang digunakan semakin besar penurunan kadar SiO_2 pada lempung kaolin pasaman.

3.4. Analisis XRD

Analisis XRD bertujuan untuk mengetahui jenis mineral penyusun lempung kaolin tanpa perendaman dan setelah perendaman dengan

asam florida beberapa variasi konsentrasi (0,1; 0,5 dan 0,9)N.



Gambar 3.4 Pola XRD dari lempung kaolin Pasaman (a) standar mineral kaolin (b) lempung kaolin pasaman (c) lempung kaolin dengan perendaman HF 0,1 N (d) lempung kaolin dengan perendaman HF 0,5 N (e) lempung kaolin dengan perendaman HF 0,9 N

Pada gambar didapatkan lempung kaolin yang digunakan mengandung beberapa mineral yaitu kaolin, kuarsa dan bentonit puncak dominan yang muncul dan memiliki intensitas puncak tertinggi adalah kaolin diikuti oleh kuarsa dan bentonit. Berdasarkan difraktogram yang dihasilkan puncak yang muncul pada 2θ : 12,26°; 21,2°; 24,78°; 35,0°; 35,7°; 38,32° dan 62,2° adalah puncak dari mineral kaolin, sesuai dengan data standar (ICDD: 01-089-6538). Dari difraktogram juga didapatkan puncak yang muncul pada 2θ : 20,03° adalah puncak dari mineral kuarsa, memenuhi data standar (ICDD: 01-070-2516) dari kuarsa. Pada difraktogram lain juga muncul puncak 2θ : 45,6° yaitu mineral bentonit yang memiliki puncak sesuai dengan standar (ICDD: 01-076-7629).

Mineral dengan komposisi terbanyak adalah kaolin. Puncak tertinggi yang muncul pada difraktogram yaitu pada mineral kaolin, seingga jenis dari lempung ini termasuk ke dalam lempung kaolin. Setelah dilakukan perendaman dengan asam florida dari difraktogram dapat terlihat semakin tinggi konsentrasi asam florida yang digunakan puncak yang muncul semakin jelas dan tajam, yang menandakan kristalinilitas yang tinggi dengan hilangnya pengotor amorf.

4. Kesimpulan

lempung kaolin Bonjol Pasaman dapat dimurnikan dari pengotor anorganik yaitu kuarsa (SiO_2) dengan menggunakan metode pelarutan dengan asam yaitu menggunakan asam florida. Dari hasil XRF menunjukkan semakin besar konsentrasi asam florida yang digunakan maka semakin menurun persentase silika (SiO_2), dimana dengan konsentrasi HF (0,1; 0,5 dan 0,9)N persentase silika berturut-turut (52,36; 52,23; 46,47 dan 46,03)%. Sedangkan dari hasil XRD dengan meningkatnya konsentrasi HF (0,1; 0,5 dan 0,9)N, maka persentase mineral kaolin meningkat (40,4; 47,5; 55,0 dan 59,4)%, silika yang hilang dari mineral kaolin dengan proses pengolahan menggunakan asam florida adalah silika dari mineral kuarsa yang merupakan mineral pengotor anorganik.

Referensi

1. Estiaty, M. L. & Fatimah, D. Pengolahan Kaolin Alam Cipatujah dan Bangka Belitung: Pengurangan Pengotor Silika dengan Pelarutan HF. *Pros. Pemaparan Has. Penelit. Pus. Penelit. Geoteknologi LIPI Tahun 2014* 463–474 (2014).
2. Mangara P. Pohan, Denni Widhiyatna, A. A. S. Pendataan dan Evaluasi Pemanfaatan Bahan Galian Pada Bekas Tambang dan Wilayah Peti Daerah Pasaman. 1–13 (2005).
3. Wiyantoko, B., Andri, P. N. & Anggarini, D. Pengaruh Aktivasi Fisika pada Zeolit Alam dan Lempung Alam terhadap Daya Adsorpsinya. *Pros. Semin. Nas. Kim. dan Pembelajarannya* 120–128 (2017).
4. Di, I. & Analysis, X. D. Untuk Operasi Pemboran Panasbumi. (2001).
5. Fatimah, D. & Estiaty, L. M. Signifikansi Mineral Pengotor Kaolin: Studi Kasus Kaolin Karangnunggal. *J. Litbang Pertan.* **4**, 329–337 (2014).
6. Sunardi, Utami Irawati & Wianto, T. Karakterisasi Kaolin Lokal Kalimantan Selatan Hasil Kalsinasi. *J. Fis. FLUX Vol 8*, 59–65 (2011).
7. Darwanta, Suwito, dan H. F. Karakterisasi Lempung Alam Asal Distrik Tanah Miring Kabupaten Merauke sebagai Adsorben Bleaching CPO (Crude Palm Oil). **3**, 274–282 (2019).

UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERI DAN ANTIJAMUR DARI EKSTRAK BATANG BUNGA BANGKAI (*Amorphophallus paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson)

Bustanul Arifin^{1,*}, Mai Efdi¹, Familia Resti¹

¹Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163
E-mail: ba_arifin@yahoo.co.id

Abstract: The antibacterial and antifungal activity test of the stem extract of *Amorphophallus paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson was carried out using the disc diffusion method. The highest antibacterial activity of the three extracts was produced by hexane extract with a concentration of 30%, namely 18.5 mm against *Staphylococcus aureus* and 13.3 mm against *Escherichia coli* bacteria. The highest antifungal activity was produced by ethyl acetate extract with a concentration of 30%, namely 18.98 mm against *Candida albicans*. In general, hexane extract has greater antibacterial activity than dichloromethane and ethyl acetate. The antibacterial activity of the extract was still much lower than the positive control of amoxicillin, both on *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. Ethyl acetate had greater antifungal activity against *Candida albicans* compared to hexane and dichloromethane extracts. The antifungal activity ability of the extract was still very much lower when compared to the positive control of ketoconazole.

Keyword: antibacterial, antifungal, *Amorphophallus paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson, disc diffusion

I. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara *megadiversity*, yaitu negara yang memiliki keanekaragaman hayati yang cukup tinggi. Keanekaragaman hayati Indonesia berada pada peringkat kedua setelah Brazil¹. Salah satu keanekaragaman hayati yang ada di Indonesia yaitu tumbuhan *Amorphophallus*. Tumbuhan *Amorphophallus* adalah termasuk famili Araceae yang jarang ditemui dan sebagian termasuk tanaman langka².

Amorphophallus paeoniifolius (Dennst.) Nicolson merupakan salah satu diantara spesies *Amorphophallus* yang telah banyak digunakan sebagai bahan pengganti makanan pokok³. Tumbuhan *Amorphophallus paeoniifolius* memiliki umbi yang dapat dimakan dan telah banyak negara yang membudidayakan tumbuhan ini seperti India, Indonesia, Filipina, Vietnam dan Malaysia⁴. *Amorphophallus paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson merupakan tanaman yang banyak digunakan untuk pengobatan tradisional di India⁵. Umbi bunga bangkai memiliki nutrisi yang tinggi⁶, serta kaya akan energi, pati, mineral, glukosa dan protein⁴. Parutan dari umbi bunga

bangkai telah digunakan sebagai obat luka secara tradisional.

Umbi bunga bangkai mengandung kristal kalsium oksalat yang dapat menyebabkan rasa gatal. Kristal kalsium oksalat pada umbi dapat dihilangkan dengan cara direbus⁷. Senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada umbi bunga bangkai diantaranya riboflavin, tiamin, sitosterol, stigmasterol⁵, beta-sitosterol, lupeol dan saponin⁸.

Berdasarkan studi pustaka, peneliti hanya fokus pada bagian umbi namun pada bagian lain seperti batang dan daun belum banyak dilakukan penelitian. Beberapa penelitian sebelumnya telah melaporkan bahwa ekstrak umbi bunga bangkai memiliki bioaktivitas seperti antibakteri dan antijamur. Maka pada penelitian ini akan dilakukan penentuan bioaktivitas yaitu uji antibakteri dan antijamur pada batang *Amorphophallus paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini

yaitu neraca analitik, labu ukur, erlenmeyer, kertas cakram, jangka sorong, cawan petri, jarum ose, plastik *wrap*, dan *aluminium foil*.

Bahan yang digunakan yaitu ekstrak batang bunga bangkai dengan pelarut heksana, diklorometana, dan etil asetat, *Nutrient Agar* (NA), medium *Potato Dextrose Agar* (PDA), *Mueller-Hinton Agar* (MHA), larutan NaCl fisiologi 0,9%, bakteri *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, jamur *Candida albicans*, *amoxicillin* dan ketokonazol.

2.2 Prosedur Percobaan

2.2.1 Identifikasi Tumbuhan

Tumbuhan bunga bangkai diperoleh di Kelurahan Kubu Dalam Parak Karakah, Kota Padang, Provinsi Sumatra Barat. Sampel diidentifikasi di Laboratorium Herbarium Andalas (ANDA) Jurusan Biologi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas.

2.2.2 Persiapan Sampel

Sampel yang digunakan merupakan ekstrak batang bunga bangkai, yang diekstrak menggunakan pelarut heksana, diklorometana dan etil asetat dengan metoda maserasi bertingkat berdasarkan tingkat kepolaran pelarut.

2.2.3 Uji Aktivitas Antibakteri

2.2.3.1 Sterilisasi alat

Semua alat gelas yang akan digunakan disterilkan dalam autoklaf pada suhu 121°C selama 15 menit.

2.2.3.2 Pembuatan NA miring

Bubuk *Nutrient Agar* sebanyak 1 gram dilarutkan dengan 50 mL akuades. Dipanaskan sampai mendidih pada suhu 121°C sambil diaduk dengan *magnetic bar*. Larutan disterilisasi dalam autoklaf selama 15 menit pada suhu 121°C. Kemudian, dituangkan ke tabung reaksi, dimiringkan dan dibiarkan hingga padat.

2.2.3.3 Peremajaan dan Pembuatan Suspensi Bakteri

Stok bakteri uji yaitu bakteri *Escherichia coli*

dan *Staphylococcus aureus* diambil dengan jarum ose, digores pada *Nutrient Agar* miring dan diinkubasi pada suhu 37°C selama 24 jam dalam inkubator. Bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* diambil masing-masing 2-4 jarum ose dari bakteri yang telah diremajakan, lalu dimasukkan kedalam botol vial yang berisi 10 mL larutan NaCl fisiologi 0,9%. Disamakan tingkat kekeruhan suspensi bakteri dengan standar Mc Farland 0,5⁹.

2.2.3.4 Pembuatan Media MHA

Bubuk MHA sebanyak 9,5 gram dilarutkan dengan 250 mL akuades dan dipanaskan sampai mendidih pada suhu 121°C sambil diaduk dengan *magnetic bar*. Larutan disterilisasi dalam autoklaf selama 15 menit pada suhu 121°C, dituangkan ke dalam cawan petri masing-masing 25 mL dan dibiarkan hingga padat.

2.2.3.5 Pembuatan Larutan Uji dan Kontrol Positif

Sebanyak 0,6 gram sampel uji dilarutkan dalam labu ukur 2 mL dengan masing-masing pelarut heksana, diklorometana dan etil setat, sehingga diperoleh larutan induk masing-masingnya dengan konsentrasi 30% (b/v). Kemudian, dibuat larutan uji dengan variasi konsentrasi yaitu 15; 7,5; 3,75; 1,875% dengan pengenceran bertingkat. Kontrol positif *amoxicillin* 1,875% dibuat dengan melarutkan 520,65 mg tablet *amoxicillin* dalam labu 20 mL dengan akuades.

2.2.3.6 Pengujian Aktivitas Antibakteri

Suspensi bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* dipipet masing-masing sebanyak 250 µL ke permukaan cawan petri yang berisi media *Mueller-Hinton Agar* padat dan diratakan dengan *cotton bud*. Dibasahi kertas cakram dengan 20 µL masing-masing larutan sampel uji dan diletakkan di atas permukaan media. Kemudian, cawan petri ditutup dan dilapisi dengan plastik *wrap*. Diinkubasi selama 24 jam pada suhu 37°C dalam inkubator bakteri. Zona bening yang terbentuk di sekitar kertas cakram diukur menggunakan jangka sorong.

2.2.4 Uji Aktivitas Antijamur

2.2.4.1 Sterilisasi alat

Semua alat gelas yang akan digunakan disterilkan dalam autoklaf pada suhu 121°C selama 15 menit.

2.2.4.2 Pembuatan PDA miring

Bubuk PDA sebanyak 1,95 gram dilarutkan dengan 50 mL akuades. Dipanaskan sampai mendidih pada suhu 121°C sambil diaduk dengan *magnetic bar*. Larutan disterilisasi dalam autoklaf selama 15 menit pada suhu 121°C. Kemudian, dituangkan ke tabung reaksi, dimiringkan dan dibiarkan hingga padat.

2.2.4.3 Peremajaan dan Pembuatan Suspensi Jamur

Stok jamur *Candida albicans* diambil dengan jarum ose, digores pada PDA miring dan diinkubasi pada suhu 37°C selama 3x24 jam dalam inkubator. Jamur diambil 2-4 jarum ose dari yang telah diremajakan, lalu dimasukkan ke dalam botol vial yang berisi 10 mL larutan NaCl fisiologi 0,9%. Disamakan tingkat kekeruhan suspensi jamur dengan standar Mc Farland 0,5⁹.

2.2.4.4 Pembuatan Media PDA

Bubuk PDA sebanyak 9,75 gram dilarutkan dengan 250 mL akuades dan dipanaskan sampai mendidih pada suhu 121°C sambil diaduk dengan *magnetic bar*. Larutan disterilisasi dalam autoklaf selama 15 menit pada suhu 121°C, dituangkan ke dalam cawan petri masing-masing 25 mL dan dibiarkan hingga padat.

2.2.4.5 Pembuatan Larutan Uji dan Kontrol Positif

Sebanyak 0,6 gram sampel uji dilarutkan dalam labu ukur 2 mL dengan masing-masing pelarutnya dan diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 30% (b/v). Kemudian, dibuat larutan uji dengan variasi konsentrasi yaitu 15; 7,5; 3,75; 1,875% dengan pengenceran bertingkat. Kontrol positif ketokonazol 1,875% dibuat dengan melarutkan 86,60 mg tablet ketokonazol dalam labu 2 mL dengan akuades.

2.2.4.6 Pengujian Aktivitas Antijamur

Suspensi jamur dipipet sebanyak 250 µL ke permukaan cawan petri yang berisi media PDA padat dan diratakan dengan *cotton bud*. Dibasahi kertas cakram dengan 20 µL masing-masing larutan sampel uji dan diletakkan di atas permukaan media. Kemudian, cawan petri ditutup dan dilapisi dengan plastik *wrap*. Diinkubasi selama 3x24 jam pada suhu 37°C dalam inkubator. Zona bening yang terbentuk di sekitar kertas cakram diamati dan diukur.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Identifikasi Tumbuhan

Hasil identifikasi tumbuhan di Herbarium Andalas (ANDA) Jurusan Biologi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, berdasarkan surat Nomor 024/K-IDE/ANDA/I/2020 diketahui bahwa sampel termasuk famili Araceae dan spesies *Amorphophallus paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson.

3.2 Aktivitas Antibakteri Ekstrak Batang Bunga Bangkai

Masing-masing ekstrak dengan variasi konsentrasi menghasilkan besar zona bening yang berbeda-beda. Kekuatan respon penghambatan pertumbuhan bakteri dapat dikelompokkan berdasarkan pada Tabel 1¹⁰.

Tabel 1. Respon Penghambatan Pertumbuhan Bakteri

Diameter Zona Bening (mm)	Kriteria Hambatan Pertumbuhan
≥21	Sangat Kuat
11-20	Kuat
6-10	Sedang
≤5	Lemah

Hasil uji aktivitas antibakteri ekstrak batang bunga bangkai tertera pada Tabel 2.

Secara umum ekstrak heksana memiliki aktivitas antibakteri lebih besar dibandingkan dengan diklorometana dan etil asetat. Kemampuan aktivitas antibakteri dari ekstrak

masih jauh lebih rendah jika dibandingkan dengan kontrol positif *amoxicillin*, baik pada bakteri *Escherichia coli* maupun *Staphylococcus aureus*. Aktivitas antibakteri pada bakteri *Staphylococcus aureus* lebih besar dibandingkan pada bakteri *Escherichia coli*. Bakteri *Staphylococcus aureus* adalah bakteri gram positif dengan struktur dinding sel yang

sederhana (lapisan tunggal). Sedangkan *Escherichia coli* merupakan bakteri gram negatif dengan struktur dinding sel ganda, lipopolisakarida pada lapisan luar dan peptidoglikan pada lapisan dalam, sehingga mampu melindungi sel dari pengaruh luar atau lingkungannya¹¹.

Tabel 2. Hasil uji aktivitas antibakteri ekstrak batang bunga bangkai

Ekstrak	Konsentrasi (%)	Bakteri			
		<i>Escherichia coli</i>		<i>Staphylococcus aureus</i>	
		Zona Bening (mm)	Kriteria	Zona Bening (mm)	Kriteria
Heksana	30	13,30	Kuat	18,50	Kuat
	15	12,55	Kuat	12,84	Kuat
	7,5	9,87	Sedang	11,08	Kuat
	3,75	7,47	Sedang	10,80	Kuat
	1,875	5,50	Lemah	9,10	Sedang
Diklorometana	30	11,82	Kuat	13,93	Kuat
	15	10,05	Kuat	11,92	Kuat
	7,5	8,42	Sedang	11,37	Kuat
	3,75	6,55	Sedang	9,90	Sedang
	1,875	4,88	Lemah	7,65	Sedang
Etil Asetat	30	11,60	Kuat	13,78	Kuat
	15	10,17	Kuat	10,83	Kuat
	7,5	8,80	Sedang	9,23	Sedang
	3,75	7,50	Sedang	7,72	Sedang
	1,875	6,30	Sedang	6,43	Sedang
Kontrol (-) Heksana	-	0,00		0,00	
Kontrol (-) Diklorometana	-	0,00		0,00	
Kontrol (-) Etil Asetat	-	0,00		0,00	
Kontrol (+) <i>Amoxicillin</i>	1,875	16,90	Kuat	24,30	Sangat Kuat

Keterangan : pengujian dilakukan dengan tiga kali pengulangan (triplo)

Aktivitas antibakteri yang dihasilkan oleh ekstrak batang bunga bangkai, karena adanya metabolit sekunder sebagai senyawa bioaktif yang berpotensi sebagai antibakteri. Senyawa metabolit sekunder yang terkandung dalam ekstrak batang bunga bangkai yaitu senyawa fenolik, triterpenoid, alkaloid dan steroid¹². Senyawa fenolik dapat menghambat pertumbuhan sel dan mematikan sel dengan merusak membran sitoplasma serta menghambat sintesis protein

dan asam nukleat pada sel bakteri¹³. Senyawa alkaloid dapat mengganggu komponen penyusun peptidoglikan, sehingga terjadi kematian pada sel bakteri karena dinding sel tidak terbentuk dengan utuh¹⁴. Senyawa triterpenoid bereaksi dengan porin membentuk senyawa kompleks yang menyebabkan berkurangnya permeabilitas dinding sel pada bakteri¹⁵.

3.3 Aktivitas Antijamur Ekstrak Batang

Bunga Bangkai

Zona bening yang dihasilkan pada setiap ekstrak dengan variasi konsentrasi berbeda-beda. Respon penghambatan pertumbuhan jamur dapat dikategorikan berdasarkan pada Tabel 3¹⁶.

Tabel 3. Respon Penghambatan Pertumbuhan Jamur

Diameter Zona Bening (mm)	Kriteria Hambatan Pertumbuhan
>20	Sangat Kuat
16-20	Kuat
10-15	Sedang
<10	Lemah

Secara umum ekstrak etil asetat memiliki aktivitas antijamur lebih besar terhadap jamur *Candida albicans* dibandingkan dengan ekstrak heksana dan diklorometana. Kemampuan aktivitas antijamur dari ekstrak

masih sangat jauh lebih rendah jika dibandingkan dengan kontrol positif ketokonazol. Aktivitas antijamur disebabkan karena efek sinergisme senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam ekstrak batang bunga bangkai. Senyawa fenolik dapat menyebabkan dinding sel jamur menjadi rapuh, sehingga zat aktif lain yang memiliki sifat antijamur lebih mudah untuk menembusnya¹⁷. Steroid mampu menghambat perbanyakan miselium dan proses perkecambahan pada jamur. Senyawa triterpenoid dapat menghambat kerja enzim di dalam sel sehingga terjadi kerusakan organel sel dan proses pertumbuhan jamur akan terganggu¹⁸.

Tabel 4. Hasil uji aktivitas antijamur ekstrak batang bunga bangkai

Konsentrasi (%)	Ekstrak					
	Heksana		Diklorometana		Etil Asetat	
	Zona Bening (mm)	Kriteria	Zona Bening (mm)	Kriteria	Zona Bening (mm)	Kriteria
30	8,03	Lemah	12,42	Sedang	18,98	Kuat
15	6,02	Lemah	10,07	Sedang	11,15	Sedang
7,5	3,23	Lemah	6,70	Lemah	7,57	Lemah
3,75	2,65	Lemah	4,49	Lemah	6,22	Lemah
1,875	1,90	Lemah	2,23	Lemah	4,85	Lemah
Kontrol -	0,00		0,00		0,00	
Kontrol + (ketokonazol 1,875%)			11,80	Sedang		

Keterangan : pengujian dilakukan dengan tiga kali pengulangan (triplo)

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa ekstrak heksana, diklorometana dan etil asetat batang *Amorphophallus paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson memiliki aktivitas antibakteri dan antijamur. Aktivitas antibakteri terbesar dihasilkan oleh ekstrak heksana pada konsentrasi 30% yaitu 18,5 mm terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan 13,3 mm terhadap bakteri *Escherichia coli*. Aktivitas antijamur terbesar terhadap jamur *Candida*

albicans dihasilkan oleh ekstrak etil asetat pada konsentrasi 30% yaitu 18,98 mm. Jika dibandingkan dengan kontrol positif *amoxicillin* dan ketokonazol kemampuan aktivitas antibakteri dan antijamur ekstrak batang bunga bangkai jauh lebih rendah.

Referensi

- Raharjo, B. A.; Wayan, N.; Dewi, S.; Haryani, K. Pemanfaatan Tepung Glukomanan Dari Umbi Iles-Iles (*Amorphophallus oncophyllus*) Sebagai

- Bahan Baku Pembuatan Edible Film. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. 2012, 1 (1), 401-411.
- Ekowati, G.; Praptomo Dwi, W.; Rodliyati, A. The Phenetic Relationships of *Amorphophallus* sp. Based on Their Morphological Characteristics in Laren Subdistrict, Lamongan Regency. *AIP Conference Proceedings*. 2017, 1908.
 - Singh, A. Oxalate Content in Elephant Foot Yam (*Amorphophallus paeoniifolius* Dennst-Nicolson) Dry and Fry Cubes. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*. 2018, 7 (2), 2905-2909.
 - Handayani, T.; Yuzammi; Hadiah, J. T. Inflorescence Morphology and Development of Suweg (*Amorphophallus paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson). *Biodiversitas*. 2020, 21 (12), 5835-5844.
 - Hurkadale, P. J.; Shelar, P. A.; Palled, S. G.; Mandavkar, Y. D.; Khedkar, A. S. Hepatoprotective Activity of *Amorphophallus Paeoniifolius* Tubers against Paracetamol-Induced Liver Damage in Rats. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*. 2012, 2 (1), S238-S242.
 - Singh, A.; Wadhwa, N. A Review on Multiple Potential of Aroid: *Amorphophallus paeoniifolius*. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*. 2014, 24 (1), 55-60.
 - Richana, N.; Sunarti, T. C. Karakterisasi Sifat Fisikokimia tepung Umbi dan Tepung Pati Dari Umbi Ganyong, Suweg, Ubi kelapa dan Gembili. *Jurnal Pascapanen*. 2004, 1 (1), 29-37.
 - Nelly Suryani, M.Yanis Musdja, A. S. Penggunaan Amilum Umbi Suweg (*Amorphophallus campanulatus* Bl. Decne) Sebagai Pengikat Tablet Ibuprofen dengan Metode Granulasi Basah. *Prosiding Seminar Nasional Perkembangan Terkini Sains Farmasi dan Klinik III*. 2013, 122-127.
 - Andrews, J. M. BSAC Standardized Disc Susceptibility Testing Method (Version 5). *Journal of Antimicrobial Chemotherapy*. 2006, 58 (3), 511-529.
 - Susanto, D. S. Studi Kandungan Bahan Aktif Tumbuhan Meranti Merah (*Shorea Leprosula* Miq) Sebagai Sumber Senyawa Antibakteri. *Journal Mulawarman Science*. 2012, 11 (2).
 - Purwinda Anggrella, D.; Waluyo, J.; Wahyuni, D. Perbedaan Daya Hambat Ekstrak Etanol Biji Alpukat (*Persea americana* Mill.) Terhadap Pertumbuhan Bakteri *Escherichia coli* Dengan *Staphylococcus aureus*. *Artikel Ilmiah Hasil Penelitian*. 2014, 1-5.
 - Arifin, B.; Suryati; Oksadela, S. W. Penentuan Kandungan Fenolik Total, Uji Aktivitas Antioksidan dan Sitotoksik Ekstrak Heksana dan Etil Asetat Batang Semu Tumbuhan Bunga Bangkai (*Amorphophallus Paeoniifolius* (Dennst.) Nicolson). *Jurnal Kimia Unand*. 2021, 10 (2), 34-42.
 - Ngazizah, F. N.; Ekowati, N.; Septiana, A. T. Potensi Daun Trembilungan (*Begonia hirtella* Link) Sebagai Antibakteri dan Antifungi. *Biosfera*. 2016, 33 (3), 126.
 - Ibrahim, A.; Kuncoro, H. Identifikasi Metabolit Sekunder dan Aktivitas Antibakteri Ekstrak Daun Sungkai (*Peronema canescens* Jack.) Terhadap Beberapa Bakteri Patogen. *Journal Tropical Pharma Chemistry*. 2012, 2 (1), 8-18.
 - Rasyid, A.; Wahyuningsih, T.; Ardiansyah, A. Profil Metabolit Sekunder, Aktivitas Antibakteri dan Komposisi Senyawa yang Terkandung dalam Ekstrak Metanol Teripang *Stichopus horrens*. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis*. 2018, 10 (2), 333-340.
 - Alfiah, R.; Rieska, K.; Siti, M. Efektifitas Ekstrak Metanol Daun Sembung Rambat (*Mikania micrantha* Kunth) Terhadap Pertumbuhan Jamur *Candida albicans*. *Jurnal Protobiont*. 2015, 4 (2), 52-57.
 - Septiadi, T.; Pringgenies, D.; Radjasa, O. K. Uji Fitokimia dan Aktivitas Antijamur Ekstrak Teripang Keling (*Holoturia atra*) Dari Pantai Bandengan Jepara Terhadap Jamur *Candida albicans*. *Journal of Marine Research*. 2013, 2 (2), 76-84.
 - Lutfiyanti, R; Ma'ruf, W. F.; Dewi, E. N. Aktivitas Antijamur Senyawa Bioaktif Ekstrak *Gelidium latifolium* Terhadap *Candida albicans*. *Jurnal Pengolahan dan Bioteknologi Hasil Perikanan*. 2012, 1, 26-33.

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA MESOPORI BERBENTUK MCM-41 DENGAN MENGGUNAKAN Na_2SiO_3 SEBAGAI SUMBER SILIKAT

Admi, Sry Wahyuni, Syukri*

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

*Email: syukridarajat@sci.unand.ac.id

Abstrak: Silika mesopori telah disintesis dengan menggunakan natrium silikat (Na_2SiO_3) sebagai sumber silika dan setiltrimetilammonium bromida (CTAB) sebagai *molecular template agent*. Silika mesopori disintesis pada pH 11 dengan rasio mol SiO_2 dengan CTAB adalah 1:0,53 melalui metode hidrotermal. Karakterisasi sampel dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa silika mesopori telah berhasil disintesis dengan munculnya pola yang khas untuk material mesopore. Spektra *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) memperlihatkan masih terdapatnya molekul surfaktan CTAB pada silika sebelum proses kalsinasi. Isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 mengindikasikan bahwa jenis isotermnya adalah tipe IV yang merupakan karakteristik untuk material mesopori. Data luas permukaan BET dan distribusi ukuran pori dengan metoda BJH yang diperoleh adalah $773,281\text{m}^2/\text{g}$, $3,425\text{ nm}$ masing-masingnya. Hasil dari *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) menunjukkan morfologi permukaan berbentuk serik dengan distribusi ukuran partikel yang seragam serta pori yang berbentuk heksagonal.

Kata kunci: silika, material mesopori, surfaktan, *molecular templating agent*, MCM-4.

1. Pendahuluan

Material berpori menjadi kajian menarik dewasa ini dikarenakan aplikasinya yang luas. Material berpori telah digunakan sebagai ayakan molekular (*molecular sieves*), *support* katalis, penyerap molekul organik, penyimpan energi, *drug delivery*, biosensor, industri penyulingan, degradasi polimer dan fasa diam pada kromatografi¹. Material ini difabrikasi untuk mendapatkan pori dalam ukuran meso dengan keteraturan pori yang tinggi. Dua karakter ini sangat penting dan diharapkan dalam sintesis material berpori. Aplikasi pori yang berukuran meso berperan pada proses katalitik, yakni memperbesar luas permukaan spesifik. Rekayasa ukuran pori *support* katalis juga diharapkan akan memberikan keseragaman ukuran pori sehingga dapat meningkatkan aktivitas dan selektifitas produk dari katalis yang digunakan².

Salah satu material berpori yang telah umum digunakan adalah silika (SiO_2). Dua tipe silika mesopori dengan pori seragam yang telah berhasil disintesis dan dikenal luas sebagai *support* adalah MCM (*mobile crystalline of material*), SBA (*santa barbara amorphous*)³. Masing-masing material mesopori ini memiliki struktur dan karakter mesopori yang berbeda. Beberapa parameter yang mempengaruhi pembentukan pori dan keteraturan pori adalah jenis sumber silika, jenis surfaktan, jenis ko-surfaktan, temperatur proses, waktu pematangan, aditif, pelarut, metode penghilangan surfaktan dan komposisi rasio molar surfaktan dengan silikanya⁴.

Berbagai metode teknik modifikasi silika telah digunakan namun semuanya tidak lepas dari penggunaan dua bahan penting, *molecular templating agent* dan *mineralizer*. *Molecular templating agent* berguna sebagai cetakan molekuler sehingga bisa diperoleh ukuran pori yang

diinginkan sedangkan *mineralizer* berkaitan dengan kelarutan silika dalam sistem larutannya. Sampai saat ini, MCM-41 dan MCM-48 merupakan dua jenis material silika yang memiliki ukuran pori dan luas permukaan paling sesuai digunakan sebagai *support*⁵. Senyawa silikat yang larut seperti tetraetil orto silikat (TEOS) dan natrium silikat (Na_2SiO_3) telah banyak digunakan sebagai sumber silika pada sintesis silika mesopori. Pada penelitian kali ini digunakan garam silikat (natrium silikat) sebagai sumber silika. Natrium silikat (Na_2SiO_3) dapat larut sehingga relatif efisien karena tidak membutuhkan *mineralizer*. Natrium silikat (Na_2SiO_3) dipilih sebagai sumber silika karena Na_2SiO_3 memiliki harga yang relatif murah dibandingkan dengan sumber silika lain yang biasa digunakan yaitu tetraetil orto silikat (TEOS). TEOS dapat dihidrolisis untuk mendapatkan grup silanol sedangkan larutan Na_2SiO_3 telah menyediakan gugus ini. Namun, kehadiran ion Na selama proses tidak dapat diabaikan, karena dapat mengganggu pembentukan kerangka dasar (*framework*) dari silika mesopori⁶. Pemilihan metode penghilangan surfaktan juga mempengaruhi struktur kristalinitas dan struktur pori dari silika mesopori. Karena kehadiran *template* yang merupakan senyawa organik pada silika mesopori dapat mempengaruhi sifat dan strukturnya, sehingga diharapkan pada proses ini semua senyawa organik dari *template* dapat dihilangkan dari silika mesopori yang dihasilkan⁷.

2. Metodologi penelitian

2.1. Alat dan bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah natrium silikat (Merck) dengan perbandingan Na_2O dan SiO_2 adalah 25,5:7,5, setiltrimetilammonium bromida (Merck), asam asetat glasial (Merck), metanol (Merck), asam klorida (Merck), natrium hidroksida (Merck), kertas saring (Whatmann 1) dan akuades. Peralatan yang

digunakan adalah peralatan gelas *hotplate magnetic stirrer*, oven, *autoclave*, pH meter, timbangan analitis, *furnace*, FTIR (Perkin Elmer 1600 Series), SEM-EDX (S-3400 Hitachi), XRD (Philips X-pert powder diffractometer), *Surface Area Analyzer*, SAA (Quantachrome version 2.0) dan TEM (JEOL JEM 1400).

2.2. Sintesis silika mesopori

Bahan-bahan disiapkan dengan perbandingan mol Na_2SiO_3 :CTAB:akuades 1:0,53:120. Ke dalam gelas piala yang telah diisi dengan sejumlah akuades ditambahkan perlahan-lahan sejumlah CTAB dengan pengadukan yang lambat. CTAB dilarutkan sampai didapatkan larutan bening. Larutan bening ini adalah larutan *template*. Kedalam larutan *template* ditambahkan sejumlah natrium silikat (Na_2SiO_3) dengan rasio mol Na_2SiO_3 :CTAB:akuades 1:0,53:120. Larutan Natrium silikat (Na_2SiO_3) ditambahkan secara perlahan-lahan sampai terbentuk suspensi koloid berwarna putih, pH larutan dicek menggunakan pH-meter. pH larutan diatur menjadi 11 dengan penambahan asamasetat glasial (CH_3COOH) atau NaOH. Campuran ini dimasukkan ke dalam *autoclave* dan dioven pada temperatur 110 °C selama 72 jam. Padatan yang didapatkan disaring menggunakan kertas saring whattmann no 1, dan dikeringkan pada temperatur kamar selama 12 jam. Padatan dioven selama 12 jam pada temperatur 100° C. Padatan yang diperoleh disebut produk as-sintesis. Produk as-sintesis ini dikalsinasi pada temperatur 500 °C selama 1 jam. Padatan yang diperoleh adalah silika mesopori yang selanjutnya akan dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, SEM-EDX, SAA dan TEM.

2.3 Karakterisasi

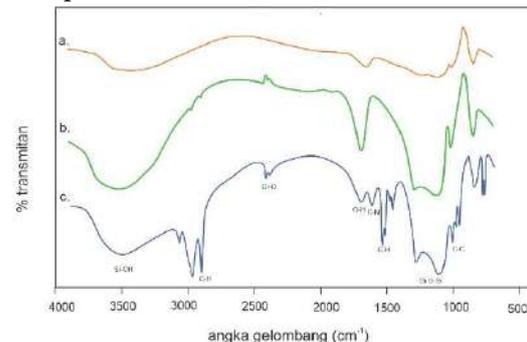
Untuk karakterisasi sampel dengan FTIR, sampel yang akan dianalisis terlebih dahulu digerus dengan KBr dan dibentuk menjadi pelet yang akan diukur nilai transmisi

dengan menggunakan FTIR (Perkin Elmer 1600 Series). Analisis struktur kristal dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD dengan difraksi Philips X-pert powder diffractometer dengan menggunakan radiasi Cu K α . Pengukuran dilakukan dari rentang $2\theta = 1-8^\circ$. Analisis SEM dilakukan menggunakan SEM-EDX (S-3400 Hitachi). Sampel disebar pada selotip yang ditempelkan pada permukaan plat dan akan dilakukan *scanning* untuk melihat morfologi permukaan dari sampel. Analisis sifat permukaan dilakukan dengan menggunakan Quantochrome version 2.0. Isoterm adsorpsi menggunakan gas nitrogen dengan *outgas temperature* 300 °C dan *bath temperature* 77.3 K. Luas permukaan dihitung dengan menggunakan metode Brunauer-Emmet-Teller (BET) berdasarkan pada data adsorpsi tekanan parsial (P/P₀) di rentang 0,01-0,99. Distribusi ukuran pori ditentukan dengan model barret-Joyner-Halenda (BJH). Volume pori ditentukan dengan menggunakan metode t-plot. Pengukuran TEM dilakukan dengan mengiris sampel menggunakan *microtome* dan didispersikan dalam etanol kemudian diteteskan ke atas grid TEM. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan TEM (JEOL JEM 1400) untuk melihat bentuk dan struktur pori dari sampel.

3. Hasil dan Pembahasan

Silika mesopori disintesis dengan menggunakan metoda hidrotermal dengan menggunakan natrium silikat sebagai sumber silika dan cetiltrimetilammonium bromida (CTAB) sebagai *template* atau zat pengarah struktur mesopori dari silika dan akuades sebagai pelarut. Rasio mol Na₂SiO₃:CTAB:akuades yang digunakan adalah 1:0,53:120. Perbandingan mol Na₂O dengan SiO₂ pada Na₂SiO₃ yang digunakan adalah 25,5:7,5. Rasio mol ini telah dilaporkan oleh Hector (2013) merupakan rasio mol optimum untuk sintesis silika mesopori dengan menggunakan Na₂SiO₃ dan CTAB⁸. Perbandingan mol Na dengan

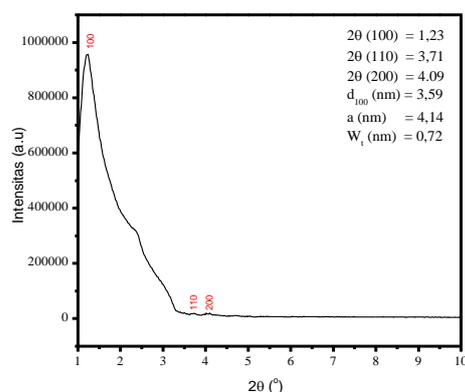
SiO₂ dapat mempengaruhi struktur silika mesopori. Untuk itu dipilih larutan Na₂SiO₃ yang memiliki mol Na yang sedikit. Mol Na₂SiO₃ diletakkan dari mol CTAB karena ion-ion silikat akan membentuk jaringan SiO₂. Jika mol SiO₂ sedikit maka silika mesopori yang dihasilkan akan memiliki dinding pori yang tipis, sehingga akan mengurangi sifat mekanik dari silika mesopori tersebut.



Gambar 1. Analisis FTIR sampel:(a) Silika gel murni (b) Silika mesopore (c) silika as-sintesis

Analisis FTIR dilakukan untuk menentukan keberhasilan penghilangan molekul *template* (surfaktan) pada silika mesopori yang dihasilkan. Analisis dilakukan dengan membandingkan pita spektrum produk as-sintesis dengan silika mesopori yang sudah dilakukan proses penghilangan surfaktan. Dari spektrum yang didapatkan pada Gambar 1. terlihat masih terdapat senyawa-senyawa organik yang berasal dari surfaktan yang digunakan pada silika as-sintesis dibandingkan silika yang telah dihilangkan surfaktannya, hal ini memperlihatkan bahwa masih terdapatnya senyawa organik. Pada daerah 3017 cm⁻¹, 2849 cm⁻¹, 1560 cm⁻¹, 1487cm⁻¹, 1463 cm⁻¹, 1408 cm⁻¹, 911 cm⁻¹, dan 730cm⁻¹ merupakan pita serapan masing-masing dari vibrasi *stretching* C-H untuk CH₃ simetris, *stretching* C-H pada CH₂ simetris, *stretching* C-N, *bending* C-H pada CH₃ asimetris, CH₂ *scissoring*, *bending* C-H pada CH₃ simetris, *stretching* C-C, dan CH₂ *rocking*⁹. Gugus-gugus tersebut merupakan gugus yang berasal dari surfaktan yang digunakan yakni CTAB yang akan dihilangkan dengan

metoda kalsinasi sehingga pada produk silika mesopori diharapkan gugus-gugus tersebut hilang. Daerah pita serapan untuk *stretching* Si-OH atau gugus silanol muncul pada daerah 3438 cm⁻¹, *stretching* O-H yang berasal molekul H-O-H yang terserap pada permukaan silika nampak muncul pada daerah 1640 cm⁻¹, daerah 1230-1065 cm⁻¹ merupakan daerah pita serapan untuk siloksan (Si-O-Si) asimetris. Pada daerah 960 cm⁻¹ merupakan pita serapan *bending* Si-OH dan daerah 796 cm⁻¹ merupakan daerah *stretching* Si-O-Si simetris. Pita serapan yang muncul pada angka gelombang 2359,10 merupakan *stretching* C=O dari molekul CO₂ yang terserap pada permukaan material¹⁰. Dari spektrum silika murni tampak munculnya pita serapan yang berada pada angka gelombang yang sama dengan silika mesopori yang disintesis, namun nilai transmittan untuk pita serapan silika mesopori lebih tajam dibandingkan pita serapan dari silika murni (silika gel).



Gambar 2. Diffraktogram Silika Mesopori

Pola difraksi XRD untuk silika mesopori sudah dilaporkan pada banyak literatur yang mempelajari tentang pembuatan silika mesopori. Material yang dikarakterisasi dengan XRD dapat ditentukan dengan melihat kesesuaian hasil diffraktogram dengan standar material yang akan diukur, baik dari posisi puncak yang muncul pada 2θ, maupun pola puncak diffraktogram yang dihasilkannya. Untuk material mesopori biasanya dengan mencocokkan pola difraktogram

pengukuran dengan pola standar yang dihasilkan dari penelitian terdahulu. Puncak untuk material mesopori akan muncul pada nilai 2θ yang rendah yaitu 1°-10°. Gambar 2. memperlihatkan bentuk difraktogram dari silika mesopori yang telah disintesis, pada difraktogram tampak bahwa silika mesopori yang dihasilkan memiliki struktur semikristalin dengan munculnya puncak yang tidak terlalu tajam. Puncak ini mengindikasikan adanya keteraturan dari struktur silika yang dihasilkan. Keteraturan yang dimaksud adalah pori-pori satu arah yang berukuran seragam. Pada difraktogram silika mesopori ekstraksi pelarut terlihat tiga puncak khas silika mesopori yang merupakan bidang 100, 110, dan 200 yang berada pada sudut masing-masing 1,21°, 3,70° dan 4,03° dari 2θ¹¹. *Shoulder* yang muncul pada puncak bidang 100 juga merupakan salah satu karakter dari silika mesopori. Dengan mengaplikasikan hukum Bragg dapat ditentukan d₁₀₀ atau jarak interplanar (nm) dari semikristalin silika mesopori, sehingga dapat ditentukan unit sel (a) dari silika mesopori [20]. Hukum Bragg¹²:

$$d_{100} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

d₁₀₀ merupakan jarak interplanar (nm), λ adalah panjang gelombang Cu Kα (0,154056 nm), dan θ adalah posisi sudut dari puncak pertama yang muncul. Untuk bentuk pori yang diasumsikan heksagonal, unit sel dapat ditentukan dengan persamaan:

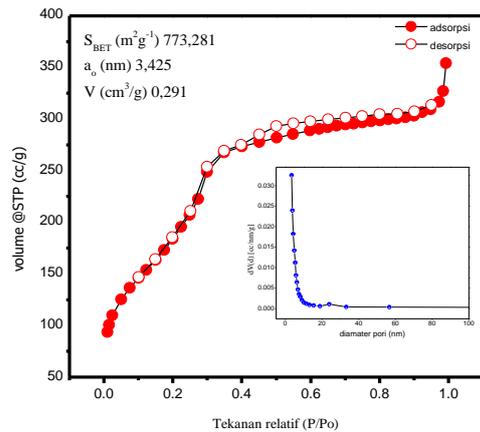
$$a = \frac{2d_{100}}{\sqrt{3}}$$

Jika unit sel dan ukuran pori diketahui maka dapat dihitung ketebalan dinding pori (W_t) dari silika mesopori dengan persamaan:

$$W_t = a - \text{ukuran pori rata-rata}$$

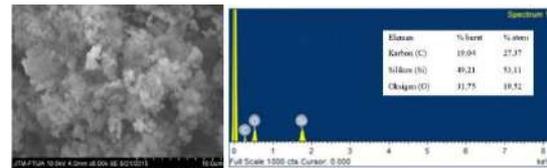
Jika dibandingkan dengan difraktogram silika mesopori yang disintesis menggunakan prekursor TEOS dan *fumed silica*, silika mesopori yang disintesis menggunakan natrium silikat memiliki kristalinitas yang relatif rendah, karena adanya adanya ion Na yang dihasilkan dari

natrium silikat yang dapat mengganggu struktur kerangka dari silika mesopori¹³.



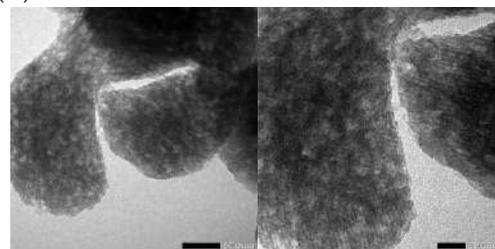
Gambar 3. Analisis N₂ adsorpsi-desorpsi

Metoda karakterisasi *Surface Area Analyzer* dengan adsorpsi-desorpsi gas nitrogen digunakan pada material berpori untuk mendapatkan beberapa data. Dengan menggunakan metoda isoterm BET dapat diperoleh luas permukaan spesifik material. Sedangkan metoda BJH dapat menentukan ukuran pori rata-rata, dan volume pori. Dari kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ yang diperoleh pada Gambar 3. tampak bahwa kurva isoterm yang dihasilkan, menurut IUPAC merupakan kurva isoterm tipe IV yang menunjukkan bahwa material tersebut merupakan material mesopori, dan tipe histeresis dari kurva yang dihasilkan adalah tipe H1 yang menunjukkan bahwa pori-pori dari silika mesopori yang didapatkan memiliki distribusi ukuran pori yang relatif sempit atau memiliki ukuran pori yang seragam¹³. Keseragaman pori dalam katalis sangat mempengaruhi selektifitas dari suatu katalis, semakin seragam pori dari suatu katalis makin selektif produk yang akan terbentuk. Karena silika mesopori ini akan digunakan sebagai *support* pada katalis, maka luas permukaan spesifik dari *support* sangat mempengaruhi aktivitas katalitik dari katalis. Karena dengan semakin luasnya permukaan spesifik *support* akan menyebabkan sisi aktif katalis semakin banyak dan akhirnya memiliki aktivitas katalitik yang bagus¹⁴.



Gambar 4. Foto analisis SEM dan analisis elemental SEM-EDX

Karakterisasi silika mesopori menggunakan SEM untuk melihat struktur dan morfologi permukaan dari silika mesopori. Pengukuran SEM dilakukan pada pembesaran 5000 kali. Dari hasil SEM yang terlihat bentuk partikel dari silika mesopori berbentuk sperik dengan ukuran yang relatif seragam. SEM-EDX digunakan untuk menganalisis elemen yang ada material, pada penelitian ini digunakan untuk melihat apakah masih terdapat atom Na yang ada pada silika mesopori yang dihasilkan. Selain itu dapat mengukur persentase komposisi dari masing-masing elemen pada silika mesopori yang dihasilkan Atom Na berasal dari larutan natrium silikat yang digunakan sebagai prekursor silika. Kehadiran dari atom Na pada silika mesopori dapat mengganggu kerangka silika mesopori yang dihasilkan¹⁵. Dari hasil pengukuran pada Gambar 4. tampak tidak muncul puncak untuk atom Na sehingga dapat disimpulkan bahwa silika mesopori yang dihasilkan tidak mengandung atom Na dan hanya terdapat atom karbon (C), Silikon (Si) dan Oksigen (O).



Gambar 5. Foto analisis TEM

Berdasarkan analisis karakterisasi TEM pada Gambar 5. yang diperoleh terlihat bahwa silika mesopori telah berhasil disintesis. Pori dari silika yang disintesis tersusun secara teratur dengan bentuk dan

ukuran yang seragam. Bentuk dan struktur pori menyerupai bentuk dari pori silika MCM-41 yakni dengan bentuk pori heksagonal yang menyerupai sarang lebah (*honeycomb*) dengan *channel* yang tersusun secara paralel¹⁶. Hal ini memperlihatkan bahwa CTAB telah berhasil meregulasi pori dari ion-ion silikat menjadi silika homopori dan berukuran meso.

4. Kesimpulan

Silika mesopori telah berhasil disintesis dengan rute yang sederhana yakni dengan menggunakan natrium silikat sebagai sumber silika dan CTAB sebagai *molecular templating agent* dengan perbandingan 1:0,53. Dari hasil karakterisasi terlihat bahwa silika yang disintesis merupakan silika mesopori, yaitu dari pola puncak XRD dan kurva isoterm BET adsorpsi-desorpsi N₂ yang menunjukkan isoterm tipe IV. Silika mesopori yang dihasilkan memiliki diameter pori 3,425 nm dan luas permukaan spesifik 773,281 m²/g. Hasil SEM memperlihatkan morfologi silika mesopori yang memiliki bentuk sferik yang bergranula. Foto TEM memperlihatkan silika mesopori yang telah berhasil disintesis dengan struktur pori yang seragam dengan bentuk heksagon.

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi melalui Program Kreativitas Mahasiswa bidang penelitian (PKM/P) pada tahun 2015.

Referensi

1. Lee C, Liu S, Juang L, Wang C, Lin K, Lyu M. Application of MCM-41 for dyes removal from wastewater. *J Hazard Mater.* 2007;147:997-1005. doi:10.1016/j.jhazmat.2007.01.130
2. Zhao XS, Lu GQM, Millar GJ. Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41. *Ind Eng Chem Res.* 1996;35(9):2075-2090.
3. Ryoo R, Kim JM. Structural Order in MCM-41 controlled by Shifting Silicate Polymerization Equilibrium. *J Chem Soc.* 1995;(6):711-712.
4. Cho MS, Choi HJ, Ahn W. Enhanced Electrorheology of Conducting Polyaniline Confined in MCM-41 Channels. *Langmuir.* 2004;(23):202-207.
5. Kierys A, Luque R. Thermal degradation of CTAB in as-synthesized MCM-41. *J Therm Anal Calorim.* 2009;96(2):375-382.
6. Alba MD, Luan Z, Klinowski J. Titanosilicate Mesoporous Molecular Sieve MCM-41: Synthesis and Characterization. *J Phys Chem C.* 1996;100:2178-2182.
7. Selvaraj M, Pandurangan A, Seshadri KS, Sinha PK, Lal KB. Synthesis, characterization and catalytic application of MCM-41 mesoporous molecular sieves containing Zn and Al. *Appl Catal A Gen.* 2003;242:347-364.
8. Meléndez-ortiz HI, Mercado-silva A, García-cerda LA, Castruita G, Perera-mercado YA. Hydrothermal Synthesis of Mesoporous Silica MCM-41 Using Commercial Sodium Silicate. *J Mex Chem Soc.* 2013;57(2):73-79.
9. Ma Y, Chen H, Shi Y, Yuan S. Low cost synthesis of mesoporous molecular sieve MCM-41 from wheat straw ash using CTAB as surfactant. *Mater Res Bull.* 2016. doi:10.1016/j.materresbull.2016.01.052
10. Jentys A, Kleestorfer K, Vinek H. Concentration of surface hydroxyl groups on MCM-41. *Microporous Mesoporous Mater.* 1999;27:321-328.
11. Chen LY, Jaenicke S, Chuah GK. Thermal and hydrothermal stability of framework-substituted MCM-41 mesoporous materials. *Microporous Mater.* 1997;12:323-330.
12. Sohrabnezhad S, Jafarzadeh A. Synthesis and characterization of MCM-41 ropes. *Mater Lett.* 2017;(October). doi:10.1016/j.matlet.2017.10.059
13. García LA, Castruita G, Mele HI. Preparation of spherical MCM-41 molecular sieve at room temperature :

- Influence of the synthesis conditions in the structural properties. *Ceram Int.* 2012;38:6353-6358. doi:10.1016/j.ceramint.2012.05.007
14. Liu D, Lau R, Borgna A, Yang Y. Applied Catalysis A: General Carbon dioxide reforming of methane to synthesis gas over Ni-MCM-41 catalysts. *Appl Catal A Gen.* 2009;358:110-118. doi:10.1016/j.apcata.2008.12.044
15. Ren N, Yang W, Tang Y. Chiral Mesoporous Silica Nanofibers of MCM-41. *Angew Chemie.* 2006;(118):2142-2144. doi:10.1002/ange.200504191
16. Yang G, Deng Y, Ding H, Lin Z, Shao Y, Wang Y. Applied Clay Science A facile approach to synthesize MCM-41 mesoporous materials from iron ore tailing: Influence of the synthesis conditions on the structural properties. *Appl Clay Sci.* 2015;111:61-66. doi:10.1016/j.clay.2015.04.005