

# **JURNAL KIMIA UNAND**

**ISSN No. 2303-3401**

**Volume 3 Nomor 3**  
**Agustus, 2014**



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

**Jurusan Kimia**

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**Universitas Andalas**

# Tim Editorial Jurnal Kimia Unand

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

## Sekretariat

Sri Mulya

## Alamat Sekretariat

Jurusan Kimia FMIPA Unand  
Kampus Unand Limau Manis, Padang-25163  
PO. Box 143, Telp./Fax. : (0751) 71 681  
Website Jurnal Kimia Unand = [www.jurnalsain-unand.com](http://www.jurnalsain-unand.com)  
Corresponding e-mail = [syukri@fmipa.unand.ac.id](mailto:syukri@fmipa.unand.ac.id)  
[srimulya@rektorat.unand.ac.id](mailto:srimulya@rektorat.unand.ac.id)

DAFTAR ISI

JUDUL ARTIKEL	Halaman
1. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA KUMARIN DARI EKSTRAK ETIL ASETAT DAUN TABAT BARITO ( <i>Ficus deltoideus</i> Jack) Suryati, Mai Efdi dan Dona Juita	1-5
2. UJI PENDAHULUAN AKTIVITAS KATALITIK KATALIS MANGAN (II) YANG DIAMOBILISASI PADA SILIKA MODIFIKASI DALAM REAKSI TRANSESTERIFIKASI Asda Munawan, Syukri, Emdeniz, dan Mai Efdi	6-11
3. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA ALKALOID DARI FRAKSI AKTIF ANTI BAKTERI DAUN SIRIH MERAH ( <i>Piper betle</i> Linn) Fadhila Utari, Mai Efdi dan Adlis Santoni	12-18
4. PENGARUH Co(II) PADA TRANSPOR Ni(II) MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH DENGAN DIMETILGLIOKSIM SEBAGAI ZAT PEMBAWA Jumada Rachmat, Djufri Mustafa, dan Olly Norita Tetraa	19-23
5. SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKRISTAL NIKEL MENGGUNAKAN PEREDUKSI ALAMI DAN HIDRAZIN Melisa Weno Gusthia, Syukri Arief, Syukri	24-29
6. ANALISIS KANDUNGAN C-ORGANIK BIOMATERIAL DENGAN METODA INSINERASI (PEMBAKARAN SEMPURNA) Rora Natalia Susanty, Admin Alif, dan Olly Norita Tetra	30-37
7. SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS LAPIS EMPAT, SrBi <sub>4-x</sub> La <sub>x</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> DENGAN METODE HIDROTERMAL Zulhadjri, Hermis, dan Syukri Arief	38-41

# ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA KUMARIN DARI EKSTRAK ETIL ASETAT DAUN TABAT BARITO (*Ficus deltoideus* Jack)

Suryati, Mai Efdi dan Dona Juita

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: suryati\_chemua@yahoo.co.id

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

## Abstract

Secondary metabolites of coumarin compound has been isolated from leaves Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack). The powder of leaves extracted by maceration using hexane and ethyl acetate solvent. The ethyl acetate extract was by column chromatography using silica gel as stationary phase and amobile phase of hexane and ethyl acetate in with Step Gradient Polarity (SGP). Isolated compound has the shape of white amorphous (32.9 mg), decomposed at 167°C and test on TLC gave a blue fluorescence at  $\lambda$  365 nm. Based on the UV and IR spectra of the isolated compound showed ring lactone chromophore and functional group -OH at 3412  $\text{cm}^{-1}$ , -CH stretching at 2850  $\text{cm}^{-1}$ , C=O stretching at 1708  $\text{cm}^{-1}$ , C=C stretching 1464  $\text{cm}^{-1}$  and C-O stretching at 1051  $\text{cm}^{-1}$ . Using the specific test reagent  $\text{NH}_4\text{OH}$  and NaOH showed fluorescence indicating that the isolated compound as coumarin group. The results of test antibacterial showed that the extract ethyl acetate and isolated compound, active against the bacteria *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*.

Keywords : Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack), Coumarin, Antibacterial

## I. Pendahuluan

Penggunaan obat-obatan yang berasal dari tumbuhan Indonesia cukup diminati saat ini dalam pengobatan tradisional karena tidak menimbulkan efek samping, relatif aman, mudah diperoleh dan relatif murah. Setiap tumbuhan obat mempunyai berbagai manfaat untuk pengobatan karena kandungan senyawa aktif yang dimilikinya [1,2].

Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack) merupakan salah satu tumbuhan yang mengandung senyawa aktif dan digunakan sebagai bahan baku jamu terutama bagi kaum wanita. Bagian tumbuhan Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack) yang dimanfaatkan sebagai obat tradisional adalah daunnya. Secara tradisional ekstrak daun Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack) digunakan untuk pencegahan dan penyembuhan berbagai penyakit seperti

paru-paru basah, diabetes, darah tinggi, diare, melancarkan peredaran darah, mencegah infeksi kulit, keputihan, mengencangkan otot rahim setelah melahirkan [3].

Berdasarkan penelitian sebelumnya telah dilaporkan kandungan metabolit sekunder yang terdapat pada tumbuhan Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack). Senyawa kimia yang telah diisolasi dari tanaman ini diantaranya moretenol, germanikol sinamat,  $\beta$ -sitosterol, lupeol,  $\alpha$ -amirin,  $\beta$ -amirin, vitexin dan isovitexin yang juga telah diuji bioaktivitasnya [3-7]. Aktivitas antioksidan ekstrak daun dan buah juga telah dilaporkan dari tumbuhan ini dimana menunjukkan aktivitas yang meningkat sesuai dengan peningkatan kepolaran pelarut dari ekstrak heksana ke ekstrak metanol. Penelitian-penelitian terdahulu

juga telah melaporkan bioaktivitas seperti anti bakteri dan anti jamur dari ekstrak tumbuhan ini [5].

Berdasarkan manfaat dan kandungan senyawa aktif yang terdapat pada daun tumbuhan Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack) tersebut, maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengisolasi senyawa metabolit sekunder lain khususnya golongan senyawa kumarin dari fraksi etil asetat dan menguji bioaktivitasnya. Bioaktivitas yang di uji terhadap ekstrak dan senyawa hasil isolasi berupa uji antibakteri yang terkait dengan kegunaan ekstrak daun Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack) sebagai obat diare dan mencegah infeksi kulit. Oleh karena itu digunakan bakteri gram positif *Staphylococcus aureus* dan gram negatif *Escherichia coli* sebagai bakteri uji yang dapat mewakili dari mikroorganisme yang menyebabkan penyakit tersebut serta menggunakan antibiotik amoxicillin sebagai pembanding (kontrol positif) karena memiliki spektrum yang luas sebagai antibakteri.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan yaitu seperangkat alat destilasi, alat *rotary evaporator* (Heidolph Laborota 4000), oven, kolom kromatografi, neraca analitik, *chamber*, pipa kapiler, plat KLT, Lampu UV ( $\lambda$  254 dan 356 nm), *Melting Point* (Stuart SMP10), spektrofotometer ultraviolet visible (Shimadzu PharmaSpec UV-1700), spektrofotometer inframerah (Thermo Scientific Nicolet iS10), autoklaf, inkubator, *laminar air flow*, cawan petri, jarum ose, tabung reaksi, spiritus dan beberapa peralatan gelas yang umum digunakan.

Bahan-bahan yang digunakan adalah daun Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack), heksana (Merck), etil asetat (Merck), metanol (Merck), silika gel 60 F<sub>254</sub> (Merck), plat KLT DC-Alufolien Kieselgel 60 F<sub>254</sub> Merck (20x20 cm), pereaksi Mayer, pereaksi *Liebermann*

*Burchard* yaitu anhidrida asetat (Merck) dan asam sulfat pekat (Merck), magnesium (Merck), asam klorida pekat (Merck), besi(III)klorida (Merck), natrium hidroksida (Merck), akuades (Merck), kertas saring, aluminium foil. Bahan yang digunakan untuk uji antibakteri yaitu bakteri uji *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*, medium Nutrient Agar (Merck), dan kertas saring Whatman sebagai kertas cakram.

### 2.2. Prosedur Penelitian

#### 2.2.1. Ekstraksi

Sebanyak 1050 gram sampel yang telah berupa serbuk halus, diekstrak dengan metode maserasi berturut-turut dengan menggunakan pelarut heksana dan etil asetat. Maserasi (perendaman) dengan pelarut heksana dilakukan selama 3-4 hari (sambil digoncang sekali-kali) kemudian disaring dan dilakukan berulang kali hingga maserat tidak lagi memberikan warna yang keruh. Hasil dari maserasi kemudian digabungkan dan diuapkan pelarutnya dengan menggunakan *rotary evaporator* dengan suhu 40°C hingga didapatkan ekstrak kental heksana (49,095 g).

Ampas yang didapat dari maserasi pertama yaitu dari heksana, di maserasi lagi menggunakan etil asetat selama 3-4 hari. Banyaknya pengulangan ekstraksi yang dilakukan sama dengan banyaknya pengekstrakan menggunakan heksana. Hasil dari maserasi kemudian digabungkan dan diuapkan pelarutnya dengan menggunakan *rotary evaporator* dengan suhu 40°C hingga didapatkan ekstrak kental etil asetat (38,036 g).

#### 2.2.2. Kromatografi

Pemisahan senyawa dari ekstrak kental etil asetat dilakukan dengan kromatografi kolom dengan fasa diam silika gel dan fasa gerak heksana dan etil asetat. Fraksi etil asetat yang akan di kromatografi sebanyak 10 g dan dicampur dengan silika gel dengan perbandingan 1 : 1. Kemudian dimasukkan secara hati-hati ke dalam kolom kromatografi yang sebelumnya telah disiapkan. Selanjutnya kolom dielusai secara *Step Gradient Polarity* (SGP) dimulai dari

heksana 100% hingga etil asetat 100%. Hasil elusi dari kolom ditampung kedalam vial-vial yang kemudian di KLT untuk mengetahui pola pemisahan nodanya sehingga didapatkan 25 Fraksi (A-Y). Fraksi dengan pola noda sederhana (Fraksi I) direkromatografi kolom dan hasilnya di KLT kembali sehingga didapatkan lima subfraksi (I<sub>1</sub>-I<sub>5</sub>). Selanjutnya, terhadap subfraksi I<sub>4</sub> dilakukan pemurnian dengan cara rekristalisasi hingga didapatkan noda tunggal pada plat KLT dengan menggunakan beberapa penngungkap noda.

### 2.2.3. Uji Kemurnian dan Karakterisasi

Kemurnian senyawa hasil isolasi diuji dengan kromatografi lapis tipis (KLT) yang dielusi dengan beberapa perbandingan eluen. Hasil elusi dilihat dengan menggunakan pengungkap noda lampu UV  $\lambda$  254 nm dan  $\lambda$  365 nm, amonia dan natrium hidroksida. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektroskopi UV dan IR.

### 2.2.4. Pengujian aktifitas antibakteri

Aktifitas antibakteri diuji terhadap bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* dengan metoda difusi cakram. Pembuatan suspensi bakteri dilakukan dengan mengambil satu ose masing-masing biakan murni *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* kemudian disuspensikan kedalam 10 mL akuades steril [8].

Pada metoda ini, kedalam media nutrient agar yang telah dituang kedalam petridish dan telah padat diolesi suspensi bakteri uji yaitu bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*. Kertas saring cakram (diameter 5 mm) yang telah steril direndam ke dalam ekstrak etil asetat dan senyawa hasil isolasi dengan beberapa konsentrasi tertentu dan diletakkan ke dalam petridish tersebut. Pelarut digunakan sebagai kontrol negatif dan antibiotik Amoxicillin sebagai pembanding atau kontrol positif. Uji aktivitas ditentukan setelah 24 jam inkubasi pada 37°C.

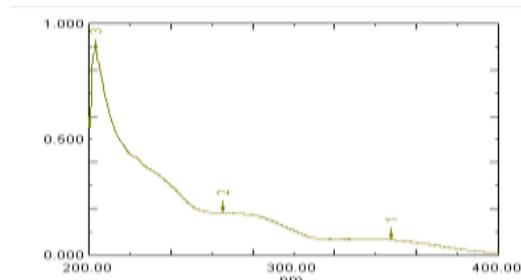
## III. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Analisis senyawa hasil isolasi

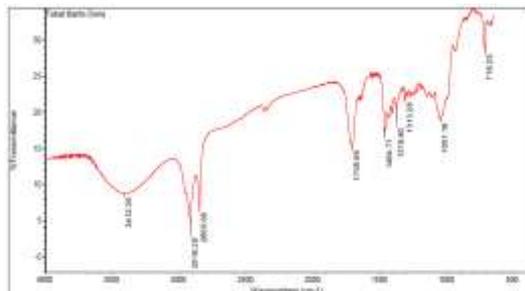
Senyawa hasil isolasi diperoleh berupa amorf berwarna putih (32,9 mg) pada subfraksi I<sub>4</sub>. Dari uji KLT didapatkan noda tunggal berfluoresensi biru pada lampu UV panjang gelombang 365 nm dan tidak ada noda pada UV 254 nm dengan Rf 0,46. Uji dengan pereaksi basa (natrium hidroksida dan amonia) pada plat KLT menunjukkan bahwa terdapat peningkatan fluoresensi setelah penambahan pereaksi tersebut yang manandakan adanya pembukaan cincin lakton pada struktur senyawa hasil isolasi.

Berdasarkan spektrum UV senyawa hasil isolasi (Gambar 1) diperoleh serapan maksimum pada panjang gelombang 203,40 nm; 265,60 nm dan 347,40 nm yang mengindikasikan adanya transisi  $n \rightarrow \pi^*$  pada gugus karbonil dan  $\pi \rightarrow \pi^*$  yang diperkirakan merupakan transisi pada ikatan rangkap dalam struktur kumarin. Hal tersebut menegaskan bahwa senyawa hasil isolasi termasuk senyawa kumarin.

Data spektrum inframerah (Gambar 2) menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi memiliki gugus fungsi -OH pada bilangan gelombang 3412,35  $\text{cm}^{-1}$ , -CH stretching pada 2850,08  $\text{cm}^{-1}$ , C=O stretching pada 1708,98  $\text{cm}^{-1}$ , C=C stretching 1464,71  $\text{cm}^{-1}$  dan C-O stretching pada 1051,18  $\text{cm}^{-1}$ . Berdasarkan analisa spektrum IR tersebut menegaskan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa kumarin.



**Gambar 1.** Spektrum UV senyawa hasil isolasi



Gambar 2. Spektrum IR senyawa hasil isolasi

### 3.2 Pengujian aktivitas antibakteri

Uji aktivitas antibakteri dilakukan terhadap ekstrak etil asetat dan senyawa hasil isolasi menggunakan metoda difusi cakram yang diuji terhadap bakteri gram positif *Staphylococcus aureus* dan gram negatif *Escherichia coli*. Hasil uji aktivitas antibakteri ekstrak etil asetat dan senyawa hasil isolasi tersebut dicantumkan pada Tabel 1.

Berdasarkan diameter zona hambat yang ditunjukkan pada Tabel 1. menunjukkan bahwa ekstrak dan senyawa hasil isolasi aktif terhadap bakteri uji *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. Sedangkan, amoxicillin memberikan zona hambat terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan tidak memberikan zona hambat terhadap bakteri *Escherichia coli*. Penggunaan amoxicillin yang tidak memberikan zona hambat pada bakteri *Escherichia coli* juga dilaporkan oleh Marimuthu *et.al* [31]. Hal tersebut juga berkaitan dengan penggunaan amoxicillin yang efektif terhadap sebagian besar bakteri gram positif dan beberapa gram negatif [27], sehingga dapat dinyatakan bahwa amoxicillin yang digunakan dalam penelitian ini efektif terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan tidak efektif terhadap *Escherichia coli*.

Tabel 1. Hasil uji aktifitas antibakteri

Sampel uji	Bakteri uji	Diameter zona hambat (mm)					
		Kontrol	250 mg/L	500 mg/L	750 mg/L	1000 mg/L	Amoxicillin 1000 mg/L
Ekstrak etil asetat	S.aureus	0	8	8	8	9	6
	E.coli	0	7	7	9	9	0
Senyawa hasil isolasi	S.aureus	0	8	9	9	9	8
	E.coli	0	6	7	8	10	0

#### IV. Kesimpulan

Senyawa hasil isolasi diperoleh dari ekstrak etil asetat daun Tabat Barito (*Ficus deltoideus* Jack) berupa amorf berwarna putih yang terdekomposisi pada suhu 167°C. Senyawa hasil isolasi berupa kumarin yang dibuktikan dengan uji kualitatif melalui KLT dan menggunakan pereaksi basa. Hasilnya menunjukkan spot tunggal dengan fluoresensi biru dibawah sinar UV pada panjang gelombang 365 nm dan juga didukung oleh data spektroskopi UV dan IR. Hasil uji anti bakteri menunjukkan bahwa ekstrak dan senyawa hasil isolasi, aktif terhadap bakteri uji *Staphylococcus aureus* dan bakteri *Escherichia coli*.

#### V. Ucapan terima kasih

Penyelesaian jurnal ini tidak lepas dari semua pihak yang terlibat baik secara langsung maupun tidak langsung. Kepada kedua pembimbing atas selama penulis melakukan penelitian baik itu memberi ilmu, pengarahan, maupun petunjuk. Kepada keluarga serta pihak-pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang telah membantu dalam penyelesaian jurnal ini.

#### Referensi

1. Wijaya, S., dan Monica, S.W., **2004**, Uji efek antiinflamasi ekstrak herba suruhan (*Peperomia pellucida* L. KUNTH) pada tikus jantan, *Berk. Penel. Hayati*, 9, 115-118.
2. Alegantina, S., dan Isnawati, A., **2010**, Identifikasi dan penetapan kadar senyawa kumarin dalam ekstrak metanol *Artemisia annua* L. secara kromatografi lapis tipis-densitometri. *Buletin Penelitian Kesehatan*, 38, No.1, 17-28.
3. Suryati., **2011**, Structure elucidation of steroid from tabat barito (*Ficus deltoideus* Jack) leaves, *Poli Rekayasa*, 6(2), 148-153.
4. Lip, J.M., Hisham, D.N., Zaidi, J.A., Musa, Y., Ahmad, A.W., Normah, A., and Sharizan, A., **2009**, Isolation and identification of moretenol from *Ficus deltoidea* leaves, *Journal Trop.Agric.and Fd.Sc*, 37(2), 195-201.
5. Suryati., Nurdin, H., Dachriyanus, and Nordin, Md., **2010**, Germanicol cinnamate, antibacterial compound from *Ficus deltoideus* Jack Leaves. *Bulletin of the Indonesian Society of Natural Products Chemistry*, 10(1), 1-4.
6. Choo, C.Y., Sulong, N.Y., Man, F., and Wong, T.W., **2012**, Vitexin and isovitexin from the Leaves of *Ficus deltoidea* with in-vivo a-glucosidase inhibition, *Journal of Ethnopharmacology*, 142, 776-781.
7. Suryati., Nurdin, H., Dachriyanus, and Nordin, Md., **2011**, Structure elucidation of antibacterial compound from *Ficus deltoidea* Jack Leaves, *Indo.J.Chem*, 11(1), 67-70.
8. Latifah, Q.A., **2008**, Uji Efektifitas Ekstrak Kasar Senyawa Antibakteri Pada Buah Belimbing Wuluh (*Averrhoa Bilimbi* L.) Dengan Variasi Pelarut. *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Malang, Malang.
9. Marimuthu, M.M., Aruldass, C.A., Sandrasagaran, U.M., Mohamad, S., Ramanathan, S., Mansor, S.M., and Murugaiyah, M., **2011**, Antimicrobial activity and phytochemical screening of various parts of *Ixora coccinea*, *Journal of Medicinal Plant Research*, 8(10), 423-425.
10. Widiiana, R., Indriati, G., dan Andika, I., **2011**, Daya Hambat Sari Daun Sirsak (*Annona Muricata* L.) Terhadap Pertumbuhan Bakteri *Escherichia Coli*. *Program Studi Pendidikan Biologi STKIP PGRI Padang*, 145-154.

## UJI PENDAHULUAN AKTIVITAS KATALITIK KATALIS MANGAN (II) YANG DIAMOBILISASI PADA SILIKA MODIFIKASI DALAM REAKSI TRANSESTERIFIKASI

Asda Munawan<sup>a</sup>, Syukri<sup>a</sup>, Emdeniz<sup>b</sup>, dan Mai Efdi<sup>c</sup>

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

<sup>b</sup>Laboratorium Kimia Fisika, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

<sup>c</sup>Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: [syukri.darajat@yahoo.com](mailto:syukri.darajat@yahoo.com)

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### Abstract

The manganese (II) catalyst immobilized on a modified silica successfully synthesized and applied in the transesterification reaction of vegetable oil. Silica modified with aniline and Boron triflorida, then catalyst manganese (II) grafted on the silica. Amobilat produced were characterized by Fourier Transform Infra-Red (FTIR), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX) and Particle Size Analyzer (PSA). Amobilat added into methanol and refluxed for 15 minutes. Furthermore vegetable oil with a mass ratio of catalyst: the mass of vegetable oil that is 1 : 100 put in a mixture of methanol and catalyst then refluxed for 2 hours. The resulting products were characterized by Gas Chromatography Mass Spectrometer (GC-MS). From GC-MS characterization, has been known if biodiesel was produced via transesterification reaction with 25 % area methyl hexadecanoic and 63 % area methyl 7-octadecanoic..

**Keywords:** catalyst, manganese (II), metyl ester, modified silica

### I. Pendahuluan

Katalis yang berbasis logam golongan transisi telah memainkan peranan sangat penting dalam dunia industri karena selain relatif murah, juga dapat mengontrol jenis produk yang diinginkan. Berbagai penelitian terkait usaha menemukan jenis-jenis katalis baru terus dilakukan terutama katalis yang terkategori ramah lingkungan [1].

Pada beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, beberapa halida logam transisi (seperti Mn, Ni dan Co) telah diamobilisasi pada support silika dalam pelarut asetonitril. Katalis ini diaplikasikan dalam reaksi transesterifikasi minyak nabati dan didapatkan sejumlah metil ester dalam kuantitas yang tidak terlalu tinggi [4-6]. Aktivitas katalitik yang tidak terlalu tinggi ini mungkin disebabkan oleh jenis

modifikator silika yang digunakan (aluminium klorida). Pada penelitian ini, aluminium klorida yang secara kimia mudah berubah menjadi dimernya sehingga berpotensi menghalangi amobilisasi halida logam transisi diganti dengan boron triflorida. Boron triflorida memiliki kestabilan dalam bentuk monomernya sehingga diharapkan dapat mengamobilisasi halida logam transisi lebih baik sehingga dapat meningkatkan aktivitas katalitiknya dalam reaksi transesterifikasi.

### II. Metodologi Penelitian

#### 2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah silika gel (Merck), Boron Triflorida (BF<sub>3</sub>) (Merck), anilin (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NH<sub>2</sub>) (Merck), asetonitril (CH<sub>3</sub>CN) (Merck), Mangan (II) diklorida heksa hidrat (MnCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O) (Merck),

metanol (CH<sub>3</sub>OH) (Merck) dan minyak nabati (tropical).

Peralatan yang digunakan diantaranya adalah beberapa peralatan gelas, *magnetic stirrer*, kondensor, neraca analitis, oven, corong Buchner, desikator, corong pisah dan gloves. Instrumen yang digunakan adalah *Atomic Absorbtion Spectroscopy* (Youngin 8020 AAS), *Fourier Transform Infra-Red* (FT-IR Perkin Elmer 1600 series), *Gas Chromatography Mass Spectrometer* (Shimadzu GC-MS QP 2010), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (EDX-720, Shimadzu), dan *Particle Size Analyzer* (Analysette 22 MicroTec Plus, FRITSCH).

## 2.2. Prosedur penelitian

### 2.2.1 Sintesis Silika Modifikasi

Silika gel dimodifikasi dengan cara ditambahkan anilin dan boron triflorida. Silika terlebih dahulu dipanaskan pada suhu 200 °C untuk mengaktifkan permukaan dan melepaskan pengotor. Kemudian 10 g silika gel tersebut direaksikan dengan 1,1 mL anilin dalam 25 mL toluene dengan rasio molar anilin : >Si-OH = 1,2 : 1. Campuran distirrer pada temperatur ruang selama 24 jam dengan kecepatan 300 rpm sehingga terbentuk suspensi silika-anilin. Kemudian direaksikan dengan boron triflorida dengan perbandingan molar boron triflorida : >Si-OH = 1,2 : 1 dan distirrer pada temperatur ruang dengan kecepatan 300 rpm selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk kemudian disaring, dicuci dengan toluen dan dikeringkan dalam desikator sehingga terbentuk silika modifikasi. Keberhasilan proses modifikasi dilihat dari karakterisasi FT-IR, SEM-EDX dan NL-PSA.

### 2.2.2 Sintesis Mn (II) yang diamobilisasi pada Silika Modifikasi

5 g Mangan (II) diklorida heksa hidrat dipanaskan pada suhu 170 °C sampai semua hidratnya hilang kemudian ditimbang 0,269 g. Perbandingan mol >Si-OH : mol mangan (II) diklorida adalah 1 : 1,2. 0,269 g mangan (II) klorida dilarutkan dalam 10 mL *ligan*

*solvent* asetonitril dan 2,42 g silika modifikasi. Suspensi ini direfluks dan distirrer selama 2 jam kemudian disaring dan dicuci dengan asetonitril sebanyak tiga kali kemudian dikeringkan di dalam desikator. Filtrat yang dihasilkan diuji dengan AAS untuk menentukan persen *metal loading*. Keberhasilan proses amobilisasi dilihat dari karakterisasi FT-IR, SEM-EDX dan NL-PSA.

### 2.2.3 Uji Leaching

Untuk menguji kestabilan katalis, 0,33 g katalis silika modifikasi-Mn (II) dilarutkan dalam 10 mL asetonitril dan di refluks sambil distirrer selama 2 jam pada temperatur 60 °C. Suspensi yang terbentuk disaring sehingga didapatkan filtrat dan endapan. Kadar Mn yang terdapat pada filtrat ditentukan dengan menggunakan AAS.

### 2.2.4 Uji Pendahuluan Aktivitas Katalitik Katalis yang Dihasilkan dalam Reaksi Transesterifikasi

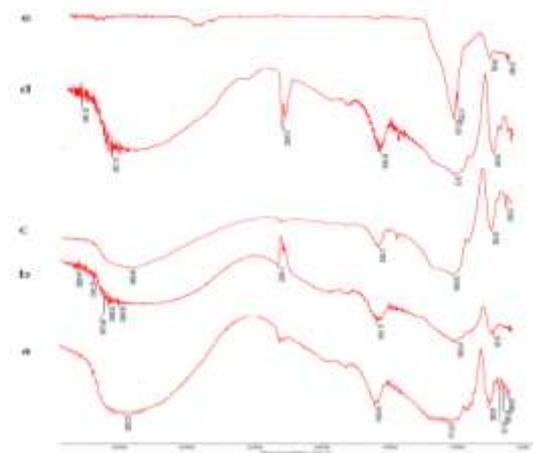
Katalis silika modifikasi-Mn (II) ditambahkan ke dalam metanol dan direfluks selama 15 menit. Selanjutnya minyak nabati dengan rasio massa katalis : massa minyak nabati yaitu 1 : 100 dimasukkan ke dalam campuran metanol dan katalis dan direfluks selama 2 jam suhu diatur 60-65 °C, kecepatan pengadukan 300 rpm. Hasil refluks dipindahkan dalam corong pisah dan didiamkan selama 8 jam, sehingga terbentuk dua lapisan. Lapisan atas yang mengandung metil ester dianalisis dengan GC-MS.

## III. Hasil dan Pembahasan

### 3.1. Hasil Analisis *Fourier Transform Infra-Red* (FT-IR)

Berdasarkan hasil karakterisasi dengan FTIR sebagaimana yang terdapat pada Gambar 1. keberhasilan modifikasi silika diindikasikan dengan munculnya serapan pada angka gelombang 788,84 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan vibrasi ulur dari B-O-Si [7] dan serapan

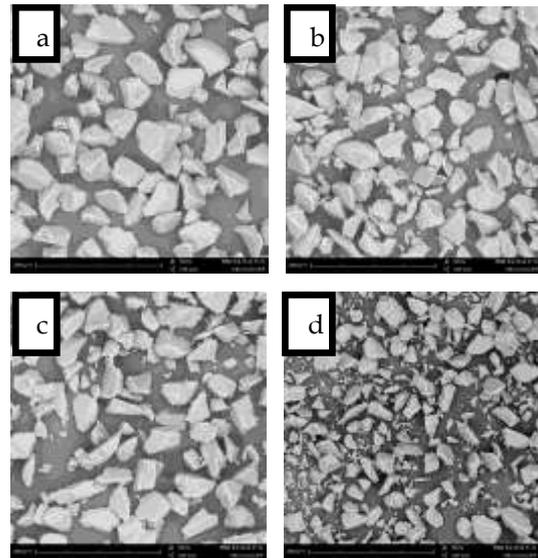
pada angka gelombang 1493  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan dari CN stretching dari anilin. Keberhasilan dari amobilisasi diindikasikan dengan terjadinya pegeseran serapan Si-O-Si asymmetric stretching dari angka gelombang 1092  $\text{cm}^{-1}$  menjadi 1057  $\text{cm}^{-1}$  dan berkurangnya intensitas pita serapan Si-OH bending pada angka gelombang 788  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan terjadi interaksi permukaan gugus silanol dengan logam Mn (II). Tidak munculnya serapan stretching dari CN asetonitril mengindikasikan bahwa ion  $\text{Mn}^{2+}$  tergrafting pada permukaan silika modifikasi tidak dalam bentuknya sebagai kompleks Mn(II)-asetonitril melainkan sebagai kation tunggal.



**Gambar 1.** Spektra FT-IR dari; (a) silika murni; (b) silika aktivasi; (c) silika-anilin; (d) silika modifikasi dan (e) amobilat.

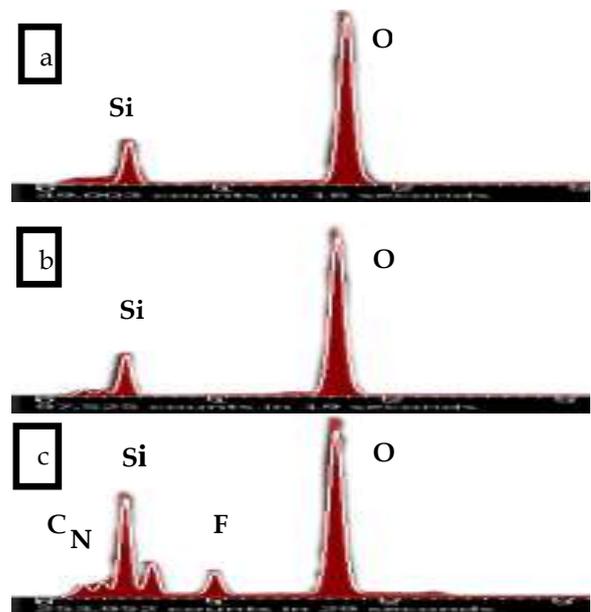
### 3.2. Hasil Analisis Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-Ray

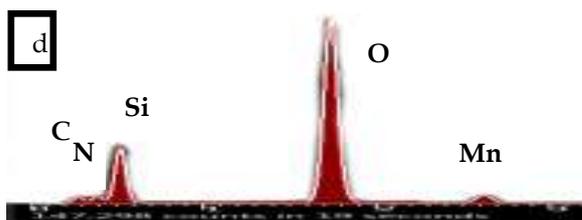
Berdasarkan hasil karakterisasi dengan SEM sebagaimana yang terdapat pada Gambar 2. terlihat morfologi permukaan berupa partikel partikel dengan ukuran tidak merata dan dengan adanya modifikasi dan grafting dari ion  $\text{Mn}^{2+}$  maka ukuran silika menjadi lebih kecil.



**Gambar 2.** Foto SEM dengan perbesaran 500x dari (a) silika murni, (b) silika-anilin, (c) silika modifikasi dan (d) amobilat

Dari data EDX pada Gambar 3. menunjukkan munculnya atom C, N dan F pada silika modifikasi yang menunjukkan keberhasilan dari proses modifikasi silika. Pada amobilat, muncul atom Mn yang menunjukkan keberhasilan proses grafting ion  $\text{Mn}^{2+}$ .

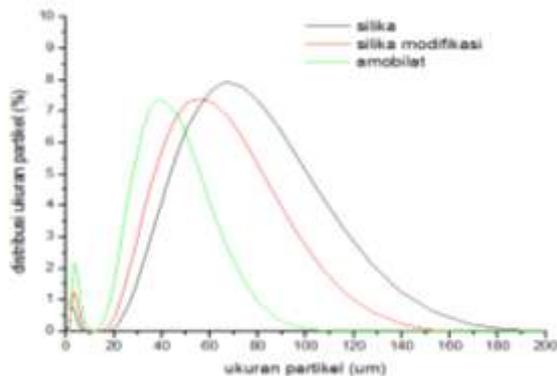




**Gambar 3.** Foto EDX dari (a) silika, (b) silika-anilin, (c) silika modifikasi dan (d) amobilat.

### 3.3. Hasil Analisis Analisis Nano Laser Particle Size Analyzer

Dari data NL-PSA yang ditampilkan pada Gambar 4. Terlihat bahwa distribusi ukuran partikel memiliki dua puncak dominan. Dimana range ukuran partikel menjadi semakin kecil setelah dilakukan modifikasi dan amobilisasi. Puncak dominan juga bergeser ke arah kiri yang menunjukkan bahwa modifikasi dan amobilisasi menyebabkan ukuran silika yang dominan juga semakin kecil.

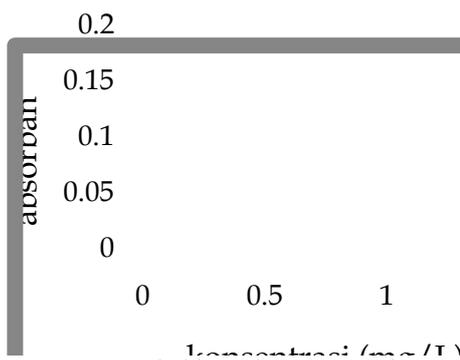


**Gambar 4.** Distribusi dan ukuran partikel dari silika, silika modifikasi dan amobilat.

### 3.4 Hasil Analisis Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Analisis menggunakan AAS bertujuan untuk menentukan kadar logam Mn yang terdapat pada amobilat dan menentukan kadar logam Mn yang lepas setelah uji kestabilan katalis. Pengukuran dilakukan di range kurva kalibrasi larutan standar mangan yang ditunjukkan pada Gambar 5.

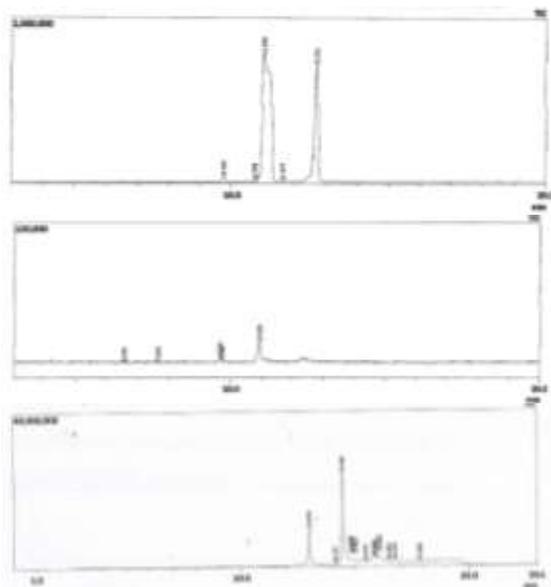
Kurva kalibrasi memiliki nilai selang kepercayaan 99 %, dibuktikan dengan nilai  $r$  hitung  $>$   $r$  tabel. Pada penentuan kadar logam Mn yang terdapat pada amobilat, ditentukan kadar logam Mn yang berinteraksi dengan support silika modifikasi. % kadar logam Mn yang terdapat pada amobilat adalah 5,54 %. Persentase kadar logam Mn yang lepas adalah 0,66 %. Kecilnya persentase logam Mn yang lepas menunjukkan bahwa kompleks logam Mn terikat kuat dengan silika modifikasi sehingga baik digunakan sebagai katalis karena logam transisi memiliki aktivitas katalitik yang tinggi. Selain itu, katalis yang didapatkan juga memiliki kestabilan yang tinggi yang ditandai dengan nilai persentase kadar logam Mn yang lepas kecil dari 10%.



**Gambar 5.** Kurva kalibrasi larutan standar Mn.

### 3.5. Hasil Analisis Gas Chromatography Mass Spectrometer

Spektrum GC-MS ditunjukkan pada Gambar 6. Produk yang dihasilkan berupa senyawa metil ester dan gliserol. Hasil reaksi transesterifikasi membentuk 2 lapisan. Lapisan atas mengandung metil ester. Lapisan bawah mengandung gliserol. Reaksi transesterifikasi dengan penambahan silika menghasilkan 0,99 % area metil heksadekanoat (metil ester).



Gambar 6. Spektrum GC-MS (a) silika, (b) silika modifikasi, (c) amobilat.

Reaksi transesterifikasi dengan penambahan silika modifikasi menghasilkan 12 % metil heksadekanat (metil ester). Reaksi transesterifikasi dengan penambahan amobilat menghasilkan 24,79 % area metil heksadekanat dan 63,05 % area metil oktadekanat. Hal ini menunjukkan katalis yang dihasilkan memiliki aktivitas katalitik yang tinggi dalam reaksi transesterifikasi dan selektif terhadap produk metil heksadekanat dan metil oktadekanat. Perbandingan aktivitas katalitik antara silika murni, silika modifikasi, dan amobilat ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan aktivitas katalitik antara silika murni, silika modifikasi, dan amobilat.

Katalis	Metil ester (% luas puncak)	
	Asam 7-Oktadekanat	Asam Heksadekanat
Silika	-	0,99
Silika modifikasi	-	12
Amobilat	63,05	24,79

#### IV. Kesimpulan

Modifikasi silika dengan anilin dan boron triflorida telah berhasil dilakukan, silika modifikasi ini dijadikan *support* untuk ion logam mangan. Ukuran silika induk berkurang setelah dimodifikasi dan luas permukaan spesifiknya naik setelah mangan (II) diamobilisasi pada *support* tersebut. dengan kadar logam Mn yang terdapat pada amobilat dan kadar logam Mn yang lepas setelah pelarutan berturut-turut 5,54 % dan 0,66 %. Katalis yang dihasilkan mampu mengkatalisis reaksi transesterifikasi dengan menghasilkan dua jenis metil ester yaitu 24,79 % area metil heksadekanat dan 63,05 % area metil oktadekanat

#### V. Ucapan terima kasih

Terimakasih diucapkan kepada analis Laboratorium Kesehatan Padang dan analis Laboratorium Kimia Material Unand yang telah membantu dalam penelitian ini.

#### Referensi

- Housecroft, C. E. and Sharpe, A. G., **2005**, *Inorganic Chemistry*, 2<sup>nd</sup> ed., Pearson Education Limited, 786-787 and 799
- Saito, T., dan Ismunandar, **2004**, *Buku Teks Kimia Anorganik (terjemahan)*, Iwanami Publishing Company, 174.
- Syukri, Fischer, C. E., Alhmadeen, A. E., Lee, Y., and Kuehn, F. E., **2008**, Modified MCM-41 supported acetonitrile ligated copper(II) and its catalytic activity in cyclopropanation of olefins, *Microporous and Mesoporous Materials*, 113, 171-177.
- Syukri, dan Riadi, J., **2011**, Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Katalitik Hibrid SiO<sub>2</sub>-Ni-Co pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah, *Laporan Penelitian Mandiri FMIPA Unand*.
- Pratikha, R. S., Syukri, dan Admi, **2013**, Synthesis and Characterization of Acetonitrile Ligated Cu(II)-Complex and Its Catalytic Application for Transesterification of Frying Oil in

- Heterogeneous Phase, *Indo. J. Chem*, 13 (1), 72-76
6. Sari, N., Syukri, dan Zulhadjri, **2013**, Penentuan Kondisi Optimum Aktivitas Katalitik Mangan(II) yang Digrafting pada Silika Modifikasi, *J. Kim. Unand*, 2 (1), 46-53.
  7. Riyanto, A., One, M. G., dan Simon S., **2009**, Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Pembentukan Gugus Borosiloksan (B-O-Si) Bahan Keramik Borosilikat Berbasis Silika Sekam Padi, *Prosiding Sn Smap 09 FMIPA Universitas Lampung*, Lampung
  8. Massomeh, G., Monfared, H., and Hosseini, J. C., **2011**, The Catalytic Function of a Silica Gel-Immobilized Mn(II)-hydrazide Complex for Alkene Epoxidation with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, *Elsevier Journal of Molecular Catalysis A, Chemical*, 345, 12- 20.
  9. Syukri, S., Sakthivel, A., Sun, W., and Kühn, F. E., **2009**, Immobilization of Ru(II)(salen)(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub> on Mesoporous MCM-41/SBA-15: Characterization and Catalytic Applications, *Catal. Lett*, 128, 18-24.

## ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA ALKALOID DARI FRAKSI AKTIF ANTI BAKTERI DAUN SIRIH MERAH (*Piper betle* Linn)

Fadhila Utari, Mai Efdi dan Adlis Santoni

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: maiefdi@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### Abstract

Isolation and characterisation of alkaloid compound from antibacterial active fraction of betel leaves (*Piper betle* Linn) have been done. Maseration of *Piper betle* leaves using hexane, ethyl acetate and methanol obtained 47.653 g heksane extract, 62.225 g ethyl acetate extract, and 75.270 g methanol extract. These fractions were determined their antibacterial activities agains pathogenic toward Gram positif and Gram negatif bacteria, *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*, using disc diffusion method. Ethyl acetate fraction was the greatest antibacterial activity. This fraction separated with column chromatography by Step Gradient Polarity (SGP) with silika gel 60 F<sub>254</sub> as adsorbent and hexane : ethyl acetate as eluents. The result was to be 50 g of alkaloid campound as white needle crystal which showed orange spot using Dragendroff reagent on TLC plate. The alkaloid observed in this work melted in 159,1-161,1°C. The ultraviolet spectrum showed maximum absorbtion in 264,80 nm. IR spectrum showed vibrations in 3544,04 cm<sup>-1</sup>, 2968,32 cm<sup>-1</sup> and 2937,19 cm<sup>-1</sup>, 1747,50 cm<sup>-1</sup> and 1702,14 cm<sup>-1</sup>, 1623,34 cm<sup>-1</sup> and 1511,47 cm<sup>-1</sup>, and 1051,99 cm<sup>-1</sup> with function groups -NH, C-H *steching*, C=O, C=C aromatic, and C-N *stretching*.

**Keywords** : Sirih merah (*Piper betle* Linn), antibacterialactivity, disc diffucion, alkaloid.

### I. Pendahuluan

Sirih merah (*Piper betle* Linn) adalah tanaman endemik Asia Tenggara (Indonesia, India, Sri Lanka, Malaysia, Thailand, Taiwan dan negara-negara Asia Tenggara lainnya)[1]. Di Indonesia sirih merah ditanam sebagai tanaman hias dan akhir-akhir ini telah bergeser menjadi tanaman obat tradisional. Bagian daun dan akar dari tanaman sirih merah digunakan masyarakat sebagai pengobatan tradisional dalam mengobati batuk, hipertensi, ambeien, tukak lambung [2], penyegar mulut, dan juga berkhasiat sebagai

antijamur (*Candida albican*) pada daerah kewanitaan [1,3]. Selain itu daun sirih merah digunakan sebagai aroma terapi karena memiliki bau yang khas, dan bagian akar dapat mengobati penyakit reumatik [4]. Dari hasil penelitian terdahulu terhadap tanaman sirih merah dilaporkan akar sirih merah mengandung senyawa hidroksikavikol dan aristolaktam II dari ekstrak etanol yang memiliki efek anti-inflamatori [5]. Badrul, *et.all* melaporkan ekstrak metanol daun sirih merah mengandung aktifitas antioksidan,

analgesik, dan anti-inflamatori [6]. Skrining awal ekstrak etanol daun sirih merah dilaporkan memiliki aktifitas sitotoksik sebagai antikanker [7]. Selain itu ekstrak daun sirih merah juga berguna mengurangi kandungan glukosa pada darah yang berlebihan pada penyakit diabetes mellitus tipe 2 [8].

Berdasarkan penelitian sebelumnya telah dilaporkan kandungan metabolit sekunder yang terdapat pada tanaman sirih merah (*Piper betle* Linn). Senyawa kimia yang telah diisolasi dari tanaman ini diantaranya senyawa kadinin, kampen, limonen,  $\beta$ -pinen, allil pirokatekol, carvakrol, safrol, kavibetol, eugenol bersifat antijamur dan senyawa kavikol memiliki potensi sebagai antiseptik [1], pentadesil-6-hidroksi tridekanoat, pentatrikontanol, metil heksakos-7-enoat, dan 6,9-heptakosadien [9]. Minyak atsiri dari daun sirih merah dilaporkan memiliki aktifitas antimikroba terhadap bakteri dan jamur patogen pada gigi [10] dan fraksi n-heksan dari minyak atsiri daun sirih merah juga memiliki aktifitas yang sangat besar meredam radikal bebas DPPH [11].

Dengan pertimbangan belum adanya penelitian menggunakan fraksi aktif anti bakteri terhadap daun sirih merah, maka dilakukan isolasi metabolit sekunder dari fraksi aktif antibakteri daun sirih merah untuk mendapatkan senyawa metabolit sekunder lainnya yang terkandung dalam daun sirih merah serta uji aktifitas anti bakterinya.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan yaitu seperangkat alat destilasi, alatrotary evaporator (Heidolph Laborota 4000), oven, kolom kromatografi, neraca analitik, chamber, pipa kapiler, plat KLT, Lampu UV ( $\lambda$  254 dan 356 nm), *Melting Point* (Stuart SMP10), spektrofotometer ultraviolet visible (Shimadzu Pharma Spec

UV-1700), spektrofotometer inframerah (Thermo Scientific Nicolet iS10), autoklaf, inkubator, *laminar air flow*, cawan petri, jarum ose, tabung reaksi, spiritus dan beberapa peralatan gelas yang umum digunakan.

Bahan-bahan yang digunakan adalah 6000 g segar daun sirih merah (*Piper betle* Linn), heksana (Merck), etil asetat (Merck), metanol (Merck), silika gel 60 F<sub>254</sub> (Merck), sphadex LH-20 (Merck), plat KLT DC-Alufolien Kieselgel 60 F<sub>254</sub> Merck (20x20 cm), pereaksi Mayer, pereaksi Dragendroff, pereaksi *Liebermann-Burchard* yaitu anhidrida asetat (Merck) dan asam sulfat pekat (Merck), magnesium (Merck), asam klorida pekat (Merck), besi(III)klorida (Merck), natrium hidroksida (Merck), akuades (Merck), kertas saring, aluminium voil. Bahan yang digunakan untuk uji antibakteri yaitu bakteri uji *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*, medium Nutrient Agar (Merck), dan kertas saring Whatman 40 sebagai kertas cakram.

### 2.2. Prosedur Penelitian

#### 2.2.1. Ekstraksi

Sebanyak 1200 g sampel (daun sirih merah kering) yang telah dihaluskan, diekstrak dengan metoda maserasi (perendaman) berturut-turut menggunakan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol. Sehingga diperoleh ekstrak heksana (47,65 g), ekstrak etil asetat (62,22 g) dan ekstrak metanol (75,27 g).

#### 2.2.2. Pengujian Aktifitas Antibakteri

Aktifitas antibakteri diuji terhadap ketiga ekstrak yaitu ekstrak heksana, etil asetat dan metanol terhadap bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* dengan metoda difusi cakram. Pembuatan suspensi bakteri dilakukan dengan mengambil satu ose masing-masing biakan murni *Escherichia coli*

dan *Staphylococcus aureus* kemudian disuspensikan ke dalam 10 mL akuades steril [8].

Pada metoda ini, ke dalam media nutrient agar steril pada cawan petri yang telah memadat disebar suspensi bakteri uji menggunakan *cutton bud* secara merata. Kertas saring cakram (diameter 6 mm) yang telah steril direndam ke dalam 1,5 mg/L fraksi uji (ekstrak kental heksana, etil asetat, dan metanol) selama 60 detik kemudian diletakkan ke dalam petridish tersebut. Masing-masing pelarut digunakan sebagai kontrol negatif dan antibiotik Amoxicillin sebagai pembanding atau kontrol positif. Uji aktifitas ditentukan setelah 24 jam inkubasi pada 37°C. Penentuan daya hambat antibakteri dilakukan dengan cara mengukur daerah jernih (*hallo*) disekeliling kertas saring cakram. Diameter daerah jernih dari fraksi uji yang paling besar digunakan untuk proses selanjutnya (kromatografi kolom).

#### 2.2.3. Pemisahan dan Pemurnian Senyawa Metabolit Sekunder

Pemisahan senyawa dari fraksi aktif antibakteri (ekstrak kental etil asetat) dilakukan dengan kromatografi kolom dengan fasa diam silika gel dan fasa gerak heksana dan etil asetat. Ekstrak kental etil asetat yang akan dikromatografi sebanyak 10 g dan dicampur dengan silika gel dengan perbandingan 1 : 1. Kemudian dimasukkan secara hati-hati ke dalam kolom kromatografi yang sebelumnya telah disiapkan. Selanjutnya kolom dielusi secara *Step Gradient Polarity (SGP)* dimulai dari heksana 100% hingga etil asetat 100%. Hasil elusi dari kolom ditampung ke dalam vial-vial yang kemudian dianalisis pola pemisahan nodanya dengan KLT di bawah lampu UV dan uap iod. Pola noda dan Rf yang sama digabungkan sehingga sehingga didapatkan 36 Fraksi (A-Z), (A'-J'). Fraksi dengan pola noda sederhana (Fraksi H') direkromatografi kolom menggunakan fasa diam sphadex LH-20 dengan eluen metanol.

Hasil pemisahan dengan rekromatografi kolom di KLT kembali sehingga didapatkan noda tunggal pada plat KLT dengan menggunakan beberapa reagen pengungkap noda.

#### 2.2.4. Uji Kemurnian dan Karakterisasi

Kemurnian senyawa hasil isolasi diuji dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) yang dielusi dengan beberapa perbandingan eluen. Hasil elusi dilihat dengan menggunakan pengungkap noda lampu UV  $\lambda$  254 nm dan  $\lambda$  365 nm, ammonia, besi (III) klorida, pereaksi Dragendroff, pereaksi *Liebermann-Burchard* dan natrium hidroksida. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan uji titik leleh, spektroskopi UV dan IR.

### III. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1. Pengujian Aktifitas Antibakteri

Uji aktifitas antibakteri dilakukan terhadap ekstrak kental heksana, etil asetat, dan metanol menggunakan metoda difusi cakram yang diuji terhadap bakteri gram positif *Staphylococcus aureus* dan gram negatif *Escherichia coli*. Hasil uji aktifitas antibakteri tersebut dicantumkan pada Tabel 1.

Berdasarkan diameter zona hambat yang ditunjukkan pada Tabel 1. menunjukkan bahwa ekstrak kental etil asetat memiliki diameter zona hambat yang paling besar terhadap bakteri uji, (9 mm) terhadap bakteri *Escherichia coli* dan (13 mm) terhadap bakteri *Staphylococcus aureus*, dibandingkan dengan ekstrak kental heksana dan metanol pada konsentrasi 1,5 mg/L. Antibiotik amoxicillin memberikan zona hambat paling besar dibandingkan dengan ketiga fraksi uji terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. Hal tersebut juga berkaitan dengan penggunaan amoxicillin

yang efektif terhadap sebagian besar bakteri gram positif dan beberapa gram negatif [12], sehingga dapat dinyatakan bahwa amoxicillin yang digunakan dalam penelitian ini efektif terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan juga efektif terhadap *Escherichia coli*.

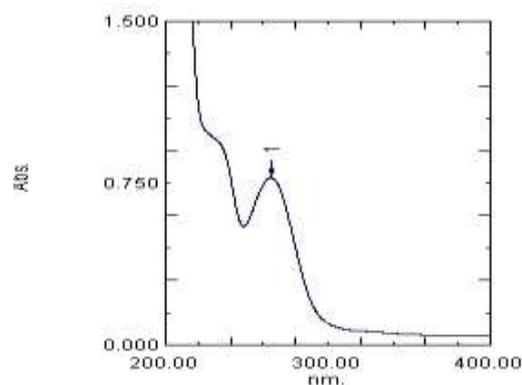
**Tabel 1.** Hasil pengujian aktifitas antibakteri terhadap masing-masing ekstrak daun sirih merah (*Piper betle* Linn) terhadap bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* pada konsentrasi 1,5 mg/L

Bakteri	Diameter Hambat Rata-Rata (mm)						Amoxicillin
	K <sub>1</sub> (-)	Ekstrak	K <sub>2</sub> (-)	Ekstrak	K <sub>3</sub> (-)	Ekstrak	
		Heksana		Etil asetat		Metanol	
<i>E. coli</i>	0	8	0	9	0	7	18
<i>S. aureus</i>	0	12	0	13	0	9	18

Keterangan : K<sub>1</sub> (-) : Pelarut heksana, K<sub>2</sub> (-) : Pelarut etil asetat, K<sub>3</sub> (-) : Pelarut metanol, dengan dua kali pengerjaan

### 3.2. Analisis Senyawa Hasil Isolasi

Senyawa hasil isolasi diperoleh berupa kristal jarum berwarna putih (50 mg). Dari uji KLT didapatkan noda tunggal pada lampu UV panjang gelombang 254 nm dan tidak ada noda pada UV 365 nm dengan Rf 0,47. Uji dengan pereaksi Dragendroff pada plat KLT menunjukkan adanya noda tunggal berwarna orange yang merupakan pereaksi spesifik terhadap senyawa alkaloid. Alkaloid hasil isolasi terdekomposisi pada suhu 159,1-161,1°C.



**Gambar 1.** Spektrum UV senyawa hasil isolasi

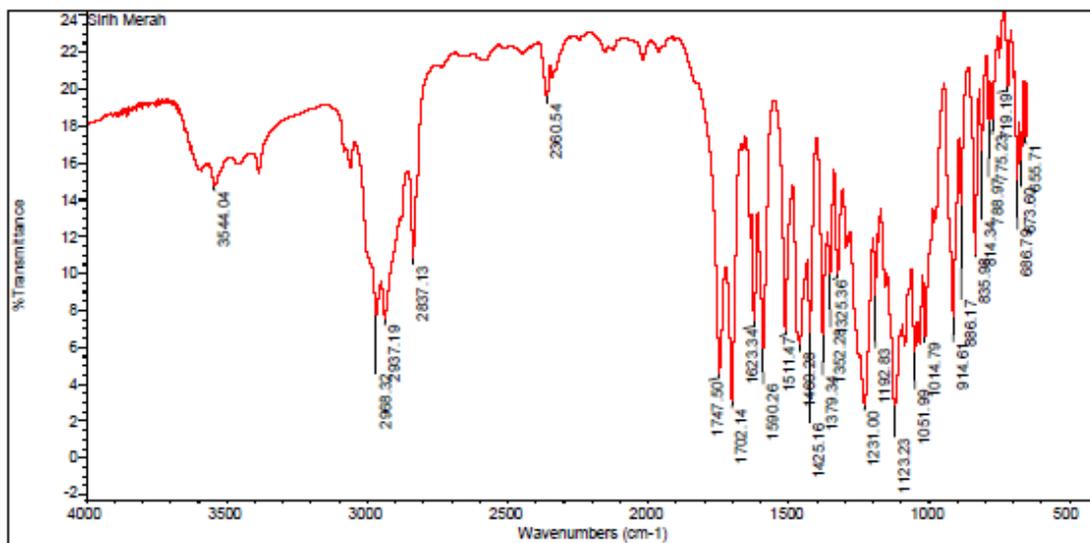
Berdasarkan spektrum UV senyawa hasil isolasi (Gambar 1) diperoleh serapan maksimum pada panjang gelombang 264,80 nm dengan absorbansi 0,776 yang mengindikasikan adanya transisi  $n \rightarrow \pi^*$  yang merupakan indikasi dari adanya transisi pasangan elektron bebas pada atom

Nitrogen dan gugus karbonil yang mendukung senyawa hasil isolasi merupakan senyawa alkaloid [13].

Sedangkan transisi dari  $\pi \rightarrow \pi^*$  terjadi pada serapan panjang gelombang yang lebih pendek, yang diperkirakan merupakan transisi pada ikatan rangkap dalam struktur alkaloid. Hal tersebut menegaskan bahwa senyawa hasil isolasi termasuk senyawa alkaloid [14].

Data spektrum inframerah (Gambar 2) menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi diduga memiliki gugus fungsi -NH pada bilangan gelombang 3544,04  $\text{cm}^{-1}$ . Dugaan ini diperkuat dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang 1051,99  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan untuk gugus fungsi C-N tak terkonjugasi dalam amina sekunder yang mendukung adanya gugus N-H sekunder. Gugus C-H alifatik muncul pada

daerah bilangan gelombang 2968,32  $\text{cm}^{-1}$  dan 2937,13  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas tajam dan kuat, serapan ini juga muncul pada daerah bilangan 1460,28  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan tekukan dari C-H. Pita tajam dengan intensitas kuat di daerah bilangan gelombang 1747,50  $\text{cm}^{-1}$  dan 1702,14  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya serapan regangan gugus C=O. Pita serapan pada bilangan gelombang 1623,34 dan 1511,47  $\text{cm}^{-1}$  tajam dan kuat menunjukkan adanya regangan C=C. Dugaan ini diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 914,61  $\text{cm}^{-1}$ , 886,17  $\text{cm}^{-1}$ , 835,98  $\text{cm}^{-1}$ , 814,34  $\text{cm}^{-1}$ , 788,97  $\text{cm}^{-1}$  dan 775,23  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya tekukan C-H aromatis [13]. Berdasarkan analisa spectrum inframerah tersebut menegaskan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa alkaloid [14].



Gambar 2. Spektrum IR senyawa hasil isolasi

#### IV. Kesimpulan

Senyawa hasil isolasi dari fraksi aktif antibakteri etil asetat dari daun sirih merah (*Piper betle* Linn) berupa kristal jarum berwarna putih yang merupakan golongan senyawa alkaloid dengan hasil positif terhadap reagen Dragendorff memberikan noda berwarna orange pada plat KLT. Senyawa tersebut terdekomposisi pada suhu 159,1-161,1 °C. Data UV menunjukkan adanya serapan maksimum pada  $\lambda$  264.80 nm dan data spektroskopi IR memperlihatkan adanya vibrasi pada angka gelombang 3544,04  $\text{cm}^{-1}$ , 2968,32  $\text{cm}^{-1}$  dan 2937,19  $\text{cm}^{-1}$ , 1747,50  $\text{cm}^{-1}$  dan 1702,14  $\text{cm}^{-1}$ , 1623,34  $\text{cm}^{-1}$  dan 1511,47  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1051,99  $\text{cm}^{-1}$  dengan gugus fungsi N-H, regangan C-H, C=O, C=C aromatis, dan regangan C-N.

#### V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada analis Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam Jurusan Kimia FMIPA Unand.

#### Referensi

1. Pradhan, D., Suri, K.A., Biswasroy, P., **2013**, Golden Heart of the Nature: *Piper betle* L., *Journal of Pharmacognos and Phytochemistry*, Vol.1, No. 6, 147-149.
2. Afsara, Ch., Pratyusha, Manmohan, B., Raju, S., Bhanuprasad, Sruthi, VV., Kishore, R.K., **2013**, Comparative Study of Antiulcer Activity of Aqueous Extracts of Leaves of *Piper Betle* Linn and Dried Fruit of *Cuminumcyminum* Linn and Their Combination in Rats, *International Journal of Advanced Research*, Vol. 1, No. 4, 192-195.
3. Zubier, F., Kusmarinah, B., Sandra, W., Hanny, N., Melva, L., Yeva, R., **2010**, Efikasi sabun ekstrak sirih merah dalam mengurangi gejala keputihan fisiologis, *Maj Kedotr Indon*, Vol. 60, No. 1, 9-13.
4. Ghosh, K., Bhattacharya, T.K., **2005**, Chemical Constituents of *Piper betle* Linn (Piperaceae) Roots, *Molecules*, 798-802.
5. Fwu, C.L., Tsong, L.H., Chun, C.C., Huei, Y.T., Horng, L.L., **2013**, A New Hydroxychavicol Dimer from the Roots of *Piper betle*, *Molecule*, 2563-2570.
6. Alam, B., Fahima, A., Nahida, P., Rashna, S.P., Sharmin, A., Jesmin, C., Kazi, S.E.J., Ekramul, H., **2013**, Antioxidant, Analgesic and Anti-Inflammatory Activities of the Methanolic Extract of *Piper Betle* Leaves, *Avicenna Journal of Phytomedicine*, 112-125.
7. Srisadono, dan Arya, **2008**, Skrining Awal Ekstrak Etanol Daun Sirih Merah (*Piper Betle* Linn) sebagai Anti kanker dengan Metoda Brine-Shrimp Lethaly Test (BLT). *Skripsi*, Fakultas Kedokteran, Universitas Diponegoro, Semarang.
8. Gamage, **2011**, *Piper betle* Linn: As a Remedy for Diabetes Mellitus, *International Journal of Research in Ayurveda and Pharmacy*, Vol. 2, No. 5, 1601-1603.
9. Dwivedi, B.K., Mehta, B.K., **2011**, Chemical Investigation Of Aliphatic Compounds Of *Piper betle* (leaf stalk), *Scholars research library*, Vol.1, No. 2, 18-24.
10. Sugumaran, M., Suresh, G.M., Sankarnaranayan, K., Yokesh, M., Poornima, M., Sree, R.R., **2011**, Chemical Composition and Antimicrobial Activity of Vellaikodi Variety of *Piper betle* Linn Leaf Oil Agains Dental Pathogens, *International Journal of Pharm Tech Research*, Vol. 3, No. 4, 2135-2139.
11. Oka, M.A.P., Wiwik, S.R., Raditya, Y., **2009**, Isolasi dan Uji Antiradikal Bebas Minyak Atsiri pada Daun Sirih (*Piper betle* Linn) secara Spektroskopi Ultra Violet-Tampak, *Jurnal Kimia FMIPA Universitas Udayana*, Vol. 3, No. 1, 17-13.
12. Rahul, S., Satish, V., Vijay, K.S., Shankul, K., Sumit, G., Usha, G., **2009**, Antibacterial Activity of Fresh leaves of "*Piper betle* Linn". *The Pharma Research*, Vol. 1, No. 1, 110-112.
13. Pavia, D., Lampman, K., **2008**, *Introduction to Spectroscopy*, 4<sup>th</sup> ed., Brooks/Cole Cengage Learning. Western Washington University. Washington, 29-417.

14. Evans, **2013**, Alkaloid, *Pharmacopoeial and Related Drugs of Biological Origin*, 353-357.

## **PENGARUH Co(II) PADA TRANSPOR Ni(II) MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH DENGAN DIMETILGLIOKSIM SEBAGAI ZAT PEMBAWA**

**Jumada Rachmat<sup>a</sup>, Djufri Mustafa<sup>a</sup>, Olly Norita Tetra<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>Laboratorium Elektro Fotokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: [Olly512@yahoo.com](mailto:Olly512@yahoo.com)

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### **Abstract**

The influence of Co(II) on Ni(II) transported by dimethylglyoxime as carrier through bulk liquid membrane has been investigated. The Concentration of Ni(II) and Co(II) that has transported to receiving phase and remaining in donor phase were determined by atomic absorption spectrophotometry at  $\lambda_{\max}$  232 nm and  $\lambda_{\max}$  240,7 nm. The optimum conditions for transport process of Ni(II) was used at pH 4 in donor phase, dimethylglyoxime concentration was  $6.8 \times 10^{-4}$  M in membrane phase, 0.05 M Na<sub>2</sub>EDTA concentration at pH 4 in receiving phase and stirred for 4 hours. In all these optimum conditions the percentage of Ni(II) transported in acceptor phase was about 88% and the remaining in donor phase was about 8%. On the influence of Co(II) concentration on the transport of Ni(II) using all optimum conditions. The concentration of Co(II) was  $1.7 \times 10^{-4}$  M and greater than  $1.7 \times 10^{-4}$  M influence for transport Ni(II) to acceptor phase where significantly different from percentage of Ni(II) at optimum conditions.

*Keywords : Ni(II), Co(II), Dimethylglyoxime, Bulk Liquid Membrane*

### **I. Pendahuluan**

Pada hakikatnya di alam ditemukan logam-logam dalam keadaan bercampur. Dimana logam-logam tersebut sangat sulit untuk dipisahkan jika memiliki kemiripan sifat fisika dan kimia yang hampir sama karena terletak pada satu golongan bahkan pada satu perioda. Selain itu, Kemajuan industri yang pesat saat ini memiliki dua sisi yang bertolak belakang. Peningkatan limbah merupakan salah satu sisi negatifnya. Limbah yang mengandung banyak logam berharga, merupakan suatu hal tak ekonomis jika dibuang begitu saja. Pengambilan kembali logam berharga dari limbah menjadi sesuatu yang penting. Nikel merupakan salah satu logam berharga yang aplikasinya sangat luas, mulai dari industri *elektroplating*, katalis hingga baterai Ni-Cd. Sehingga untuk mendapatkan satu jenis logam perlu

dilakukan proses pemisahan terhadap campuran atau limbah tersebut.<sup>1,2</sup>

Membran cair merupakan pilihan handal yang dapat digunakan untuk pemisahan spesi kimia tertentu karena bersifat selektif permeabel dengan cara memanfaatkan pelarut organik ataupun anorganik tertentu yang berfungsi sebagai lintasan transpor dari komponen kimia yang akan dipisahkan.<sup>3</sup>

Pada penelitian ini membran cair dikembangkan ke dalam teknik membran cair fasa ruah untuk sistem pemisahan. Teknik ini mempunyai beberapa keuntungan, antara lain cara pembuatan yang mudah dan praktis bahkan lebih mudah bila dibandingkan dengan teknik emulsi membran cair. Selain itu membran dapat didaur ulang serta proses ekstraksi

dan ekstraksi balik (stripping) dari spesi kimia tertentu berlangsung dalam satu tahap secara kontinu sehingga memungkinkan sistem proses ekstraksi dengan teknik membran cair fasa ruah ini lebih praktis dibandingkan dengan teknik ekstraksi pelarut yang dilakukan secara berulang-ulang.<sup>4</sup>

Proses pemisahan ion logam Ni dan Co dalam campuran menggunakan beberapa teknik pemisahan telah banyak dipublikasikan. Sebagian besar literatur menggunakan beberapa teknik pemisahan berupa pemisahan dengan hidrometalurgi, ekstraksi dari larutan klorida, pemisahan Ni dan Co dalam larutan amoniak dengan teknik membran cair emulsi dan pemisahan dengan membran cair elektrodialisis.<sup>5-8</sup> Selain dengan beberapa teknik pemisahan, berbagai zat pembawa juga telah banyak dipublikasikan untuk memisahkan ion logam Ni dan Co dengan menggunakan teknik membran cair. Selain dengan beberapa teknik pemisahan, berbagai zat pembawa juga telah banyak dipublikasikan untuk memisahkan ion logam Ni dan Co dengan menggunakan teknik membran cair. Beberapa zat pembawa yang telah diuji untuk pemisahan Ni dan Co seperti PC88A, 8-hydroxyquinoline (8-HQ) dan TOA atau trialkylbenzylammonium (TABAC).<sup>5-8</sup> Berbagai macam zat pembawa yang ditambahkan ke dalam membran cair sebagai mediator untuk memacu proses transpor ion logam tersebut dalam pemisahan telah banyak diuji keakuratannya, diantaranya untuk optimalisasi transport selektif ion Ni(II) terhadap Cd(II) dengan zat pembawa oksin melalui teknik membran cair fasa ruah secara simultan mempunyai selektifitas yang cukup tinggi yaitu 80,89% Ni(II) terhadap Cd(II).<sup>9</sup>

Untuk penelitian kali ini, akan dilihat selektivitas transpor ion Ni dengan adanya pengaruh konsentrasi ion Co yang juga terdapat pada fasa sumber. Membran cair yang digunakan kloroform yang berisi dimetilglioksim sebagai zat pembawa. Transpor Ni akan dilihat dari pembentukan

kompleks Ni dengan dimetilglioksim yang dapat terjadi dengan pengaturan kondisi optimal pada fasa sumber, membran dan penerima untuk mentranspor ion Ni dari fasa sumber ke fasa penerima dengan teknik membran cair fasa ruah. Keselektifan Ni terhadap Co dilihat dengan menggunakan kondisi optimum dari Ni(II). Dimetilglioksim digunakan sebagai zat pembawa dalam penelitian ini karena dimetilglioksim merupakan salah satu reagen spesifik untuk logam nikel dan dapat membentuk kompleks chelat dengan nikel.<sup>10</sup> Pada penelitian sebelumnya DMG digunakan sebagai pemasking Ni dan Co dalam transpor Cd(II) dengan membran cair fasa ruah dimana DMG dapat memasking Ni(II) dan Co(II) dalam fasa sumber, sehingga tidak ada yang tertranspor ke fasa penerima.<sup>1</sup>

## II. Metodologi Penelitian

*2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi*  
Bahan-bahan yang digunakan antara lain : kloroform p.a ( $\text{CHCl}_3$ ), dimetilglioksim ( $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ ), kobalt nitrat ( $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), nikel nitrat ( $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), dinatrium etilendiamintetraasetat ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ), asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), asam klorida ( $\text{HCl}$ ), asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), amonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), amonium klorida ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) dan akuades.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom Rayleigh WFX-320, pH meter 420A, Neraca Analitik Ainsworth, sel membran cair fasa ruah, magnetik stirrer, dan alat-alat gelas kimia lainnya.

### *2.2. Prosedur penelitian*

*Tahap Pembuatan Larutan Fasa Sumber Ni(II)*  
Ditimbang sejumlah 0,6188 gram  $\text{NiNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ( $M_r = 290,81$  g/mol) dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,01 M dalam labu 250 mL sampai tanda batas. Larutan yang diperoleh adalah larutan yang mengandung Ni(II) dengan konsentrasi  $85,189 \times 10^{-4}$  M (500 mg/L). Ambil sebanyak 2 mL, kemudian ditambahkan  $\text{HCl}$  0,01 M atau  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,01 M untuk mengatur pH yang diinginkan dan

tambahkan 3 mL larutan buffer untuk menahan pH, encerkan dengan akuades kedalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan Ni(II) dan  $3,4075 \times 10^{-4}$  M (20 mg/L).

*Tahap Pembuatan Larutan Fasa Sumber Co(II)*  
Ditimbang sejumlah 0,6165 gram  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ( $M_r = 291,02$  g/mol) dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,01 M dalam labu 250 mL sampai tanda batas. Larutan yang diperoleh adalah larutan yang mengandung Co(II) dengan konsentrasi  $84,75 \times 10^{-4}$  M (500 mg/L).

*Tahap Pembuatan Larutan Fasa Sumber Campuran Ni(II) dan Co(II)*  
Diambil sebanyak 2 mL Ni(II) dan Co(II) dari masing-masing konsentrasi Ni(II) dan Co(II)  $85,189 \times 10^{-4}$  M dan  $84,75 \times 10^{-4}$  M, kemudian ditambahkan HCl 0,01 M atau  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,01 M untuk mengatur pH yang diinginkan dan tambahkan 3 mL larutan buffer untuk menahan pH, diencerkan dengan akuades kedalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan Ni(II) dan Co(II)  $3,4075 \times 10^{-4}$  M dan  $3,389 \times 10^{-4}$  M (20 mg/L).

*Tahap Pembuatan Larutan Fasa Membran*  
Ditimbang sejumlah 0,0145 gram dimetilglioksim ( $M_r = 116,12$  g/mol) dan dilarutkan dengan kloroform dalam labu ukur 250 mL sampai tanda batas. Larutan membran yang diperoleh adalah dimetilglioksim  $5 \times 10^{-4}$  M dalam kloroform.

*Tahap Pembuatan Larutan Fasa Penerima*  
Diambil sebanyak 4,653 gram  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  ( $M_r = 372,24$  g/mol) dan dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 250 mL sampai tanda batas. Larutan fasa penerima yang diperoleh berupa  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  dengan konsentrasi 0,05 M.

*Penentuan Transpor Ni(II) dengan Teknik Membran Cair Fasa Ruah*

Proses transpor dilakukan seperti percobaan Savafi.<sup>11</sup> Disiapkan beker gelas 100 mL dan dimasukkan 30 mL kloroform yang mengandung zat pembawa dimetilglioksim sebagai fasa membran.

Dalam larutan fasa membran ini dicelupkan sebuah tabung kaca silindris dan dipipetkan 6 mL larutan fasa sumber berupa larutan yang mengandung Ni(II) dan Co(II) dengan konsentrasi  $3,4075 \times 10^{-4}$  M dan  $3,389 \times 10^{-4}$  M (20 ppm) dengan pH tertentu. Diluar tabung gelas dipipetkan 12 mL fasa penerima  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  0,05 M dengan pH tertentu. Teknis operasi dilakukan melalui pengadukan dengan memakai magnetik stirrer pada kecepatan 340 rpm selama 1 jam. Setelah 15 menit, fasa penerima dan fasa sumber diambil untuk diukur jumlah konsentrasi Ni(II) dan Co(II) yang terkandung didalamnya dengan SSA. Pengukuran dilakukan dengan panjang gelombang Ni(II)  $\lambda_{\text{maks}} = 232$  nm dan Co(II)  $\lambda_{\text{maks}} = 240,7$  nm.

### III. Hasil dan Pembahasan

No.	Variasi	Variasi	Kondisi Optimum
1.	pH Fasa Sumber	2 - 5	4
2.	Konsentrasi DMG	(3,4 ; 5; 6,8 ; 8,5) $\cdot 10^{-4}$ M	$6,8 \times 10^{-4}$ M
3.	Jenis Fasa Penerima	HCl, $\text{HNO}_3$ , $\text{H}_2\text{SO}_4$ $\text{Na}_2\text{EDTA}$	$\text{Na}_2\text{EDTA}$
4.	Konsentrasi $\text{Na}_2\text{EDTA}$	(0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07) M	0,05 M
5.	pH Fasa Penerima	3 - 6	4
6.	Waktu Transpor	0,5; 1; 2; 3; 4; 5) Jam	4 Jam

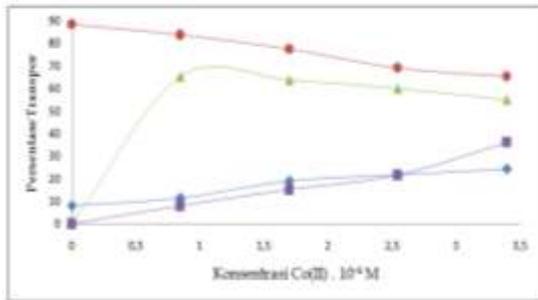
Dari hasil penelitian didapatkan kondisi optimum Ni(II) yang digunakan pada pengaruh Co(II) seperti pada tabel 1. Didapatkan persentase yang tertranspor ke fasa penerima sebesar 88,46% dan sisa yang terdapat di fasa sumber sebesar 8,08%.

**Tabel 1.** Kondisi optimum Ni(II) yang digunakan pada pengaruh Co(II) untuk transpor Ni(II).

#### 3.1 Pengaruh Konsentrasi Co(II) pada Fasa Sumber terhadap Persentase Transpor Ni(II) ke Fasa Penerima dan sisa di Fasa Sumber

Pengaruh Co(II) ini dilakukan untuk melihat seberapa dekat kemiripan sifat fisika dan kimia yang dimiliki antara Ni(II) dan Co(II) yang terletak segolongan dan seperiode. Dimana pengaruh Co(II) diamati dengan melihat berapa besar persentase Ni(II) yang tertranspor ke fasa penerima

dengan variasi konsentrasi Co(II) di fasa sumber yang menggunakan kondisi optimum Ni(II) yang telah didapatkan.



**Gambar 1.** Pengaruh konsentrasi Co(II) terhadap persentase transpor Ni(II) ke fasa penerima (-●-) dan sisa Ni(II) dalam fasa sumber (-◆-), Co(II) di fasa penerima (-■-) dan Co(II) sisa di fasa sumber (-▲-)

**Kondisi Percobaan :** Fasa sumber 12 mL yang mengandung campuran Ni(II)  $3,4075 \times 10^{-4}$  M dan Co(II) dengan berbagai konsentrasi dengan pH 4, fasa membran 30 mL kloroform yang mengandung dimetilglioksim  $6,8 \times 10^{-4}$  M, fasa penerima 24 mL Na<sub>2</sub>EDTA 0,05 M dengan pH 4, waktu transpor 4 Jam, kecepatan pengadukan 340 rpm dan waktu kesetimbangan 15 menit.

Pada Gambar 1. memperlihatkan bahwa Co(II) juga mengalami transpor ke fasa penerima dengan menggunakan semua kondisi optimum dari Ni(II). Tertranspor ion Co ke fasa penerima dikarenakan ion Co juga dapat membentuk kompleks dengan dimetilglioksim di antarmuka fasa sumber dan fasa membran tetapi kompleks Co-DMG kurang stabil dibandingkan dengan Ni-DMG sehingga Ni(II) lebih mudah membentuk kompleks dengan DMG daripada Co ketika terjadi kompetisi antara Ni(II) dan Co(II) dalam membentuk kompleks ( $\log K_{Co-DMG} = 9,8$  ;  $\log K_{Ni-DMG} = 11,16$ ). Dan pada fasa penerima Co juga dapat membentuk kompleks dengan EDTA tetapi kompleks yang terbentuk kurang stabil dibandingkan dengan Ni-EDTA ( $\log K_{Co-EDTA} = 16,31$  dan  $\log K_{Ni-EDTA} = 18,56$ ).<sup>12</sup> Konstanta kestabilan Ni-EDTA lebih besar dibandingkan dengan konstanta kestabilan Co-EDTA sehingga persentase Ni(II) yang tertranspor lebih besar ke fasa penerima meskipun juga terdapat sedikit Co(II) yang tertranspor ke fasa penerima.

Pengaruh konsentrasi Co(II) pada transpor Ni(II) yaitu pada konsentrasi Co(II)  $0,8484 \times 10^{-4}$  M tidak mempengaruhi transpor Ni(II) ke fasa penerima karena persentase Ni(II) yang tertranspor tidak memberikan perubahan yang signifikan atau tidak berbeda nyata dari persentase Ni(II) tanpa pengaruh Co(II). Sedangkan pada konsentrasi Co(II)  $1,6968 \times 10^{-4}$  M dan besar dari konsentrasi  $1,6968 \times 10^{-4}$  M memberikan pengaruh pada transpor Ni(II) ke fasa penerima dimana terjadi perubahan persentase Ni(II) yang cukup signifikan atau berbeda nyata dari persentase Ni(II) dengan kondisi optimum.

#### IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa transpor Ni(II) dapat dilakukan melalui teknik membran cair fasa ruah dengan zat pembawa dimetilglioksim. Pada pengaruh konsentrasi Co(II) pada transpor Ni(II) dengan menggunakan kondisi optimum Ni(II) yaitu pada konsentrasi Co(II)  $1,6968 \times 10^{-4}$  M dan besar dari konsentrasi  $1,6968 \times 10^{-4}$  M memberikan pengaruh pada transpor Ni(II) ke fasa penerima dimana terjadi perubahan persentase Ni(II) yang cukup signifikan atau berbeda nyata dari persentase Ni(II) pada kondisi optimum. Jadi semakin besar konsentrasi Co(II) yang digunakan maka semakin besar pengaruhnya terhadap penurunan persentase Ni(II) ke fasa penerima.

#### Referensi

1. Yelmiza, 2006, Transpor Selektif Cd(II) Dari Gangguan Co(II), Ni(II) Dan Cu(II) Dengan Memakai Dimetilglioksim Sebagai Pemasking Melalui Metoda Membran Cair Fasa Ruah, *Skripsi Sarjana*, FMIPA Universitas Andalas, Padang.
2. Yuliusman, dan Permana, I. T., Uji Kinerja Ekstraktan Cyanex®272 dalam Pemisahan Ion Logam Nikel dari Larutan Model Nikel-Kadmium dengan Metode Ekstraksi Cair-cair dengan Pelarut Kerosin dalam Suasana Nitrat, Departemen Gas dan Petrokimia

- Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, 1-5.
3. Molina, C., Arenas, L., Viotoria, and Ibanez, J. A., **1997**, Characterization of Membrane System. Complex Character of the Permeability from an Electrical Model, *J. Phys. Chem*, 10323-10331.
  4. Mulder, M., **1991**, *Basic Principle of Membrane Technology*, Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, 244-259.
  5. Flett, D.S., **2004**, Cobalt-Nickel Separation in Hydrometallurgy: a Reveiw, *Chemisty for Sustainable Development*, 12, 81-91.
  6. Lin, L., Jian-ong, W., Gen-yi, Wu., Toyohisa, F., Atshushi, S., **2006**, Extraction studies of cobalt and nickel from chloride solution using PC88A, *Transactions of Nonferrous Metals Society Of China, Science Press*, 16, 687 – 692.
  7. Kumbasar, R. A., Kasap, S., **2009**, Selective separation of nickel from cobalt in ammoniacal solutions by emulsion type liquid membranes using 8-hydroxyquinoline (8-HQ) as mobile carrier, *J. Hidrometallurgy*, 95, 121-126.
  8. Sadyrbaeva, T., **2013**, Separation of Cobalt(II) and Nickel (II) by Membranes during Electrodialysis, *Material Sicence and Applied chemisty*, 56-60.
  9. Ningsih, V. T., Alif, A., Aziz, H., **2009**, Optimalisasi Transport Selektif Ion Ni(II) Terhadap Cd(II) dengan Zat Pembawa Oksin Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah Secara Simultan, *J. Ris. Kim*, Vol 2, No.2.
  10. Svehla, G., **1990**, Bagian I Vogel, Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, Edisi Ke Lima, diterjemahkan oleh Setiono, L. dan Pudjaatmaka, A.H., *PT. Kalman Media Pusaka*, 103, 283.
  11. Savafi A, and Shams, E., **1998**, Selective and Efficient Transport of Hg(II) Through Bulk Liquid Membrane Using Methyl Red as Carrier, *J. Memb. Sci*, 135: 173-177, 144:37-43.
  12. Speight, J. D., **2005**, Lange's Handbook of Chemistry, Sixteenth Edition, *The McGraw-Hill Companies*, USA, 1.367-1.368.

## **SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKRISTAL NIKEL MENGUNAKAN PEREDUKSI ALAMI DAN HIDRAZIN**

**Melisa Weno Gusthia, Syukri Arief, Syukri**

Laboratorium Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: *syukriarief@gmail.com*

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### **Abstract**

Synthesis of nickel metal by chemical reduction method using of natural reductant variation such as gambir and glucose and strong synthetic reductant like hydrazine have been carried out. In this study, nickel metal can be produced by hydrazine showed black silvery colour precipitate with magnetic behaviour. Aqueous solution of nickel chloride (0.05 and 0.1 M) has been used to obtain nickel metal nanocrystalline via reduction method using hydrazine at 60°C for 22 hours. XRD (*X-ray Diffraction*) analysis showed that the nickel metal was of fcc crystal with spherical monodispers structure and 1.7  $\mu\text{m}$  of particle size.

**Keywords:** *Nanocrystal, nickel, hydrazine, reducing*

### **I. Pendahuluan**

Material kimia dengan ukuran nano merupakan material yang banyak diaplikasikan diberbagai macam industri di Indonesia maupun di dunia dikarenakan material dengan ukuran nano memiliki sifat kimia dan sifat fisika yang lebih unggul dibandingkan material berukuran besar (bulk).<sup>[1]</sup> Hal tersebut menyebabkan penelitian mengenai nanopartikel menjadi salah satu penelitian yang memiliki perhatian khusus di kalangan peneliti di Indonesia maupun di dunia.

Nanopartikel logam magnetik yang disintesis dengan baik merupakan nanomaterial yang paling diinginkan akhir-akhir ini karena aplikasi biologisnya yang menjanjikan seperti diagnosa kanker, pengiriman obat ke pusat sakit di dalam tubuh maupun sel serta pemisahan protein di dalam yang tubuh. Dari sekian banyak nanomaterial logam, nikel merupakan nanopartikel logam yang sulit untuk disintesis namun

memiliki sifat magnetik paling baik dan aplikasi yang paling menjanjikan dibanyak bidang seperti katalis kimia, elektroda, dan rekaman magnetik.<sup>[2],[3]</sup>

*Ball milling, eletrode position, thermal plasma, polyol process, chemical reduction liquid phase* merupakan metoda yang telah diterapkan untuk menghasilkan logam nanokristal murni dari nanopartikel nikel.<sup>[4]</sup> Untuk menghasilkan nanopartikel nikel yang diinginkan, maka pada penelitian ini dilakukan sintesis dengan metoda reduksi kimia menggunakan reduktor alami seperti gambir dan glukosa dan reduktor sintesis seperti hidrazin.

Pada penelitian terdahulu telah dilakukan sintesis nanopartikel nikel menggunakan bermacam - macam reduktor seperti hidrazin ( $\text{N}_2\text{H}_4$ ),  $\text{AlLiH}_4$ ,  $\text{NaBH}_4$  dan reduktor sintesis lainnya dengan menerapkan berbagai macam metoda. Selain itu, sintesis nikel juga dapat dilakukan dengan metoda poliol dimana senyawa polialkohol seperti etilen glikol

digunakan sebagai zat reduksi, pelarut dan juga sebagai *protective agent* yang mengatur pertumbuhan dari partikel nikel tersebut. Reduksi ion nikel dari nikel nitrat heksahidrat menjadi logam nikel juga telah dilakukan menggunakan pereduksi alami seperti glukosa dimana glukosa bertindak sebagai zat pereduksi dan *capping agent* dalam pelarut air.<sup>[2],[3],[4],[5]</sup>

Untuk itu, pada penelitian kali ini dilakukan sintesis nanopartikel nikel dengan metoda reduksi kimia menggunakan berbagai macam reduktor. Reduktor yang digunakan disini adalah reduktor alami seperti ekstrak gambir dan glukosa dan reduktor sintesis seperti hidrazin. Ekstrak gambir dapat dijadikan sebagai reduktor dikarenakan ekstrak gambir memiliki kandungan polifenol yang diharapkan dapat teroksidasi sehingga dapat mereduksi ion nikel menjadi logam nikel.<sup>[4,8,9]</sup> Lain hal untuk glukosa, glukosa dipilih sebagai reduktor dikarenakan glukosa memiliki gugus aldehyd yang diharapkan dapat teroksidasi menjadi gugus asam karboksilat sehingga juga dapat mereduksi ion nikel menjadi logam nikel. Untuk hidrazin, senyawa ini merupakan reduktor yang dianggap mampu untuk mereduksi ion nikel menjadi logam nikel dikarenakan hidrazin mudah teroksidasi.

Pada penelitian ini juga dilihat reduktor mana yang mampu mereduksi ion nikel menjadi logam nikel dan variasi konsentrasi mana yang mampu menghasilkan nikel dengan ukuran paling nano.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan, Peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan antara lain :  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck), ammoniak (Panreac Company), gambir (payakumbuh), glukosa, etanol 96%, aseton (Panreac Company), hidrazin hidrosida 100% (Merck) dan akuades.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kondensor, labu alas bulat, alat – alat gelas seperti : gelas piala, gelas ukur, labu ukur, pipet takar, desikator, *magnetic stirrer*, *Scanning Elektronik Microscopy* (SEM ; Phenom, Pro-X) dan *X-ray Diffraction* (XRD ; Philips X'pert Powder, PANalytical), dan peralatan lain yang diperlukan dalam penelitian ini.

### 2.2. Prosedur penelitian

#### Ekstraksi Pereduksi Alami

Gambir terlebih dahulu dikering anginkan lalu di gerinda sehingga didapatkan bioreduktor dalam bentuk serbuk agar ekstrak yang didapatkan lebih optimal.

Ekstraksi pereduksi alami gambir dilakukan dengan merebus serbuk gambir dengan menggunakan pelarut akuades selama 1 jam pada suhu 80°C. perbandingan serbuk bioreduktor dengan pelarut akuades adalah 1:10, dimana 15 gram serbuk gambir direbus dalam 150 mL akuades. Selanjutnya dilakukan penyaringan untuk mendapatkan ekstrak bioreduktor.

#### Sintesis Nanopartikel Nikel Menggunakan Hidrazin Sebagai Reduktor

Prosedur pembuatan nanopartikel nikel ini diterangkan dalam langkah sebagai berikut :  
1,1885 gram dan 2,3771 gram garam nikel klorida heksahidrat dilarutkan dalam akuades dengan mengatur konsentrasi sebesar 0,1 M dan 0,05 M. Kemudian ditambahkan hidrazin hidrosida sebanyak 5 mL (perbandingan mol ion logam dan hidrazin adalah 1 : 2, 1 : 5, 1 : 10 ) dan campuran ini diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 22 jam dengan suhu 60°C sampai didapatkan endapan berwarna hitam. Kemudian endapan tersebut disaring dan dicuci beberapa kali menggunakan akuades. Endapan ini diperlakukan untuk karakterisasi selanjutnya.

#### Sintesis Nanopartikel Nikel Menggunakan Ekstrak Gambir Sebagai Reduktor

2,91 gram garam nikel nitrat heksahidrat dilarutkan dalam akuades dengan mengatur konsentrasinya sebesar 0,1 M sebanyak 100 mL. Kemudian sebanyak 50 mL ekstrak gambir dimasukkan kedalam larutan tersebut. Campuran ini kemudian ditambahkan ammonia sampai pH = 10. Kemudian campuran tersebut diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada suhu 60°C. Endapan yang diperoleh dicuci beberapa kali dengan akuades dan dilanjutkan dengan aseton. Sintesis kedua dilakukan dengan cara sama tanpa penambahan ammonia.

### III. Hasil dan Pembahasan

#### Visualisasi Hasil Sintesis

Sintesis nanopartikel nikel dengan berbagai macam reduktor telah dilakukan dengan hasil sebagai berikut :

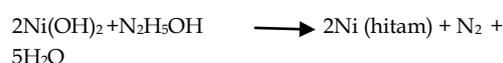
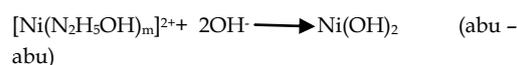
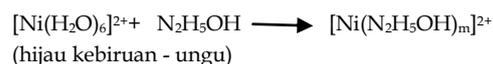
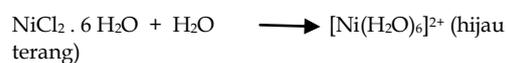
**Tabel 1.** Pengamatan Warna Larutan Garam Nikel Pada Proses Sintesis

Reduktor	Setelah pencampuran
Ekstrak gambir tanpa penambahan ammoniak	Coklat
Ekstrak gambir dengan penambahan ammoniak	Coklat muda
Hidrazin hidroksida	Hijau Kebiruan

Dari pengamatan yang telah dilakukan dan tercantum di Tabel Pengamatan 1. dapat dilihat bahwa senyawa yang terbentuk pada saat pencampuran larutan ion nikel dengan reduktor adalah terbentuk larutan berwarna yang diindikasikan sebagai kompleks antara ion nikel dari garam nikel dengan reduktor yang digunakan. Hal ini dikarenakan semua reduktor yang digunakan pada proses sintesis ini memiliki pasangan elektron bebas yang dapat disumbangkan kepada ion nikel dalam membentuk ikatan koordinasi

#### Sintesis Nanopartikel Nikel Menggunakan Hidrazin

Sintesis nanopartikel nikel dengan menggunakan hidrazin sebagai reduktor diindikasikan berhasil dikarenakan sifat yang sangat mirip dengan sifat logam nikel yaitu berwarna hitam mengkilap dan memiliki sifat magnet ferromagnetik sehingga ketika dilakukan uji menggunakan magnet, endapan yang dihasilkan melalui proses reduksi oleh hidrazin ini ditarik oleh magnet tersebut. Logam nikel berhasil disintesis pada perbandingan konsentrasi ion logam dengan hidrazin sebesar 1 : 10, sedangkan pada perbandingan 1 : 2 dan 1 : 5 endapan yang diperoleh adalah dalam bentuk kompleks antara ion nikel dengan hidrazin. Pada saat pencampuran larutan garam nikel dengan hidrazin terbentuk larutan berwarna hijau kebiruan dan lama kelamaan berubah menjadi warna ungu muda yang diindikasikan sebagai kompleks antara ion nikel dengan hidrazin. Kompleks ini dapat terbentuk dikarenakan hidrazin memiliki pasangan elektron bebas yang dapat disumbangkan kepada ion nikel untuk membentuk ikatan kovalen koordinasi pada senyawa kompleks. Kemudian setelah reaksi berlangsung selama 6 jam larutan ini membentuk endapan berwarna abu - abu yang diindikasikan sebagai endapan dari nikel hidroksida. Setelah dilakukan pengadukan dengan pemanasan dengan suhu 60±3°C sampai 22 jam terbentuk endapan berwarna hitam yang mengkilap yang diindikasikan sebagai logam nikel. Reaksi yang terjadi pada proses reduksi oksidasi menggunakan hidrazin digambarkan sebagai berikut :<sup>[3]</sup>



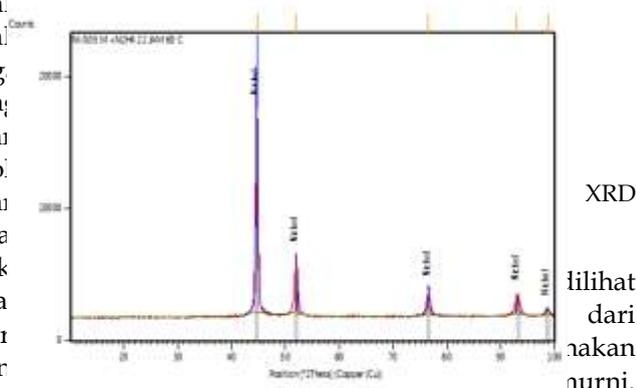
### Sintesis Nanopartikel Nikel Menggunakan Ekstrak Gambir

Ekstrak gambir dipilih sebagai reduktor dikarenakan ekstrak gambir mengandung senyawa polifenol yang memiliki gugus hidroksil dan diharapkan dapat teroksidasi sehingga mampu mereduksi ion nikel menjadi logam nikel. Pada saat pencampuran nikel dengan ekstrak gambir terbentuk campuran berwarna coklat dan setelah dilakukan pengadukan dengan pemanasan dengan suhu  $60 \pm 3^\circ\text{C}$  selama 24 jam warna campuran yang terbentuk berubah menjadi coklat tua dengan endapan juga berwarna coklat tua. Setelah dilakukan uji magnet menggunakan magnet, endapan yang terbentuk tidak menunjukkan sifat magnet atau tidak tertarik oleh magnet tersebut, sehingga dapat diindikasikan bahwa endapan yang terbentuk bukanlah logam nikel melainkan kompleks nikel dengan gugus polifenol. Kompleks ini masih bertahan dikarenakan gugus polifenol yang bertindak sebagai ligan merupakan senyawa yang memiliki struktur molekul yang sangat besar sehingga ion nikel akan sulit terlepas dari ligan polifenol tersebut, hal ini menyebabkan proses reduksi dan oksidasi tidak terjadi sehingga logam nikel tidak terbentuk.

Sintesis nanopartikel nikel menggunakan ekstrak gambir dengan penambahan ammoniak juga menghasilkan endapan berwarna coklat tua diakhir reaksinya yang sebelumnya berwarna coklat muda. Pada proses ini juga diindikasikan bahwa endapan yang terbentuk adalah kompleks antara polifenol dengan logam nikel yang sulit lepas dikarenakan polifenol memiliki struktur molekul yang sangat besar sehingga proses reduksi dan oksidasi sulit terjadi dan logam nikel tidak terbentuk. Penambahan ammoniak dilakukan bertujuan untuk memisahkan ion logam dengan ligan polifenolnya sehingga ion nikel tersebut dapat direduksi oleh polifenol. Namun, karena kompleks yang terbentuk cukup kuat, diindikasikan bahwa proses reduksi tidak dapat terjadi, sehingga polifenol tidak mampu untuk mereduksi ion nikel menjadi logam nikel.

### Analisis X-ray Diffracton (XRD)

Analisis XRD dilakukan untuk membuktikan endapan yang terbentuk merupakan logam nikel. Analisis ini dilakukan untuk endapan yang dihasilkan dari proses reduksi menggunakan hidrazin dengan konsentrasi ion nikel 0,05 M. Hasil XRD yang diperoleh adalah sebagai berikut



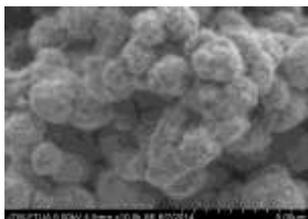
Hal ini ditunjukkan oleh nilai  $2\theta$  yang dihasilkan adalah sebesar  $44,9^\circ(1\ 1\ 1)$ ,  $52,2^\circ(2\ 0\ 0)$ ,  $76,89^\circ(2\ 2\ 0)$ ,  $93,3^\circ(3\ 1\ 1)$ ,  $98,7^\circ(2\ 2\ 2)$  yang merupakan puncak-puncak dari logam nikel dengan struktur fcc yang sesuai dengan puncak dari Ni dengan nomor ICDD (International Centre for Diffraction Data 01-017-4613) dengan ukuran kristal 25,40 nm. Puncak-puncak tersebut sesuai dengan puncak logam nikel dengan struktur fcc yang disintesis oleh Huazi Wang, dkk menggunakan hidrazin sebagai zat pereduksinya.<sup>[4]</sup> Hal ini membuktikan bahwa hidrazin mampu mereduksi ion nikel dengan konsentrasi 0,05 M menjadi logam nikel.

Dengan dihasilkannya hasil difraktogram XRD yang menunjukkan puncak yang sesuai dengan logam Ni dapat diindikasikan bahwa pereduksi yang paling baik dan paling mampu mereduksi ion logam Ni menjadi logam Ni adalah hidrazin dengan perbandingan mol ion logam dan hidrazin

1 : 10.

#### Analisis Scanning Electron Microscope (SEM)

Analisis ini dilakukan untuk melihat bentuk partikel dan ukuran dari partikel nikel yang dihasilkan. Analisis ini dilakukan untuk partikel nikel yang dihasilkan melalui proses reduksi ion nikel menggunakan hidrazin dengan konsentrasi ion nikel sebesar 0,05 M



**Gambar 2.** Foto SEM Partikel Ni Dari Ion Nikel 0,05 M Perbesaran 10.000x

Gambar 2. merupakan hasil karakterisasi SEM dari partikel nikel yang memiliki konsentrasi ion nikel 0,05 M dengan perbesaran 10.000x. Pada gambar tersebut dapat dilihat bahwa bentuk dari partikel nikel yang dihasilkan adalah bulat dengan ukuran partikel yang hampir sama satu sama lain atau tersebar merata (termonodispers). Hal ini dikarenakan semakin tingginya konsentrasi dari ion logam yang digunakan akan menyebabkan banyaknya inti yang terbentuk.<sup>[3]</sup> Banyaknya inti yang terbentuk menyebabkan terjadinya penggabungan dari inti - inti tersebut membentuk aglomerat atau partikel yang lebih besar. Untuk konsentrasi 0,05 M, laju pembentukan intinya memiliki kecepatan yang hampir sama dengan laju pertumbuhan partikelnya, hal ini menyebabkan pertumbuhan partikel berada dalam jarak yang lebih sempit sehingga ukuran dari partikel nikel pada konsentrasi ion logam 0,05 M hampir sama atau merata. Hal ini menyebabkan adanya penggabungan inti - inti tersebut sehingga pertumbuhan dari partikelnya berada pada jarak yang lebih lebar dan ukuran partikelnya tidak merata.. Partikel nikel yang dihasilkan dari konsentrasi ion nikel 0,05 M terdiri dari kumpulan partikel partikel kecil yang memebentuk partikel

yang lebih besar atau aglomerat dengan ukuran yang merata sebesar 1,7  $\mu\text{m}$  .

Terjadinya aglomerasi pada partikel dengan konsentrasi ion logam 0,05 M disebabkan oleh waktu reaksi yang cukup lama, suhu reaksi yang dipakai cukup tinggi dan digunakannya pelarut akuades dalam proses reaksi yang menyebabkan pertumbuhan dari partikel tidak dapat dicegah atau ditahan sehingga partikel yang dihasilkan cukup besar.

## IV. Kesimpulan Dan Saran

### Kesimpulan

Setelah dilakukan penelitian mengenai sintesis nanopartikel nikel menggunakan pereduksi alami dan hidrazin dengan konsentrasi 0,1 M untu gambir dan 0,05 M untuk hidrazin dapat disimpulkan bahwa sintesis menggunakan pereduksi alami seperti ekstrak gambir indikasi awalnya belum memberikan hasil berupa logam nikel. Pereduksi yang mampu mereduksi ion nikel menjadi logam nikel adalah hidrazin dengan konsentrasi ion logam 0,05 M. Pernyataan keberhasilan menggunakan pereduksi hidrazin dapat dibuktikan dengan munculnya 5 pola puncak spesifik logam Ni pada hasil karakterisasi menggunakan XRD dihasilkan logam nikel dengan bentuk fcc dengan ukuran kristal 25 nm dan 30 nm. Dari analisis SEM menunjukkan bahwa ukuran partikel nikel yang dihasilkan pada konsentrasi ion nikel 0,05 M memiliki ukuran yang hampir sama besar dan merata atau termonodispers. Partikel yang terbentuk berupa aglomerat atau kumpulan partikel - partikel kecil dengan ukuran partikel besar sebesar 1,7  $\mu\text{m}$ .

### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada analis Laboratorium Kimia Material Universitas Andalas, analis Laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang, dan analis Laboratorium Teknik Mesin Universitas Andalas atas bantuan dan dukukannya pada penelitian ini.

## Referensi

1. Abdullah, M., Yudistira, V., Nirmin dan Khairurrijal, **2008**, Sintesis Nanomaterial, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 1, 33-57
2. Vaseem, M., Tripathy, N., Khang, G., dan Yoon-Bong Hahn, **2013**, *Green Chemistry Of Glucose-Capped Ferromagnetic Hcp Nickel Nanoparticles And Their Reduced Toxicity*, RSC Advances, 3, 9698
3. Zhi Gang Wu, M. Munoz, O. Montero, **2010**, *The Synthesis Of Nickel Nanoparticles By Hydrazine Reduction*, *Journal of Advanced Powder Technology* 21, 165-168
4. Huazhi Wang, Xinli Kou, Jie Zhang And Jiangong Li, **2008**, *Large Scale Synthesis And Characterization Of Ni Nanoparticles By Solution Reduction Method*, *Indian Academy of Sciences* pp, 97-100
5. Roslina, N.K., **2012**, Synthesis of Nickel Nanoparticles Via Non-Aqueous Polyol Method: Effect of Reaction Time, *Journal of Sains Malaysiana* 41(8), 1037-1042
6. Syukri, Ban, T., Ohya, Y., & Takahashi, Y., **2003**, A Simple Synthesis Of Nmetallic Ni And Ni-Co Alloy Fine Powders From A Mixed-Metal Acetate Precursor, *Material Chemistry and Physic* 78, 645-649
7. Chang, H., dan Su, H.T., **2008**, Synthesis Of Magnetic Property Of Ni Nanoparticles, *Review on Advanced Materials Science* 18, 667-675
8. Dalimartha, S., **1999**, *Ramuan Tradisional Untuk Pengobatan Diabetes Mellitus*, Cetakan IV, Jakarta, Penebar Swadaya
9. Y. Hou, H. Kondoh, T. Ohta, S. Gao., **2005**, Size-controlled synthesis of nickel nanoparticles, *Applied Surface Science* 241, 218-222
10. Heyne, K., **1987**, *Tumbuhan Berguna Indonesia*, Jilid 3, Departemen Kehutanan, Jakarta
11. Mohammad Vaseem, Nirmalya Tripathy, Gilson Khang and Yoon-Bong Hahn, **2013**, *Green Chemistry Of Glucose-Capped Ferromagnetic Hcpnickel Nanoparticles And Their Reduced Toxicity*, *Journal of The Royal Society of Chemistry* 3, 9698-9704
12. Saxena, A., Kumar, A. & Mozumdar, S., **2007**., Ni-nanoparticles : An efficient green catalyst for chemo-selective oxidative coupling of thiols. *Journal of Molecular Catalysis A, Chemical* 269, 35-40
13. Rajakumar, G dkk., **2013**, Novel And Simple Approach Using Synthesized Nickel Nanoparticles Tocontrol Blood-Sucking Parasites, *Veterinary Parasitology* 191, 332- 339
14. Xu, R, Xie, T, Zhao, Y & Li, Y., **2007**, Quasi-Homogeneous Catalytic Hydrogenation Over Monodisperse Nickel And Cobalt Nanoparticles, *Nanotechnology* 18, 55602-55602

## ANALISIS KANDUNGAN C-ORGANIK BIOMATERIAL DENGAN METODA INSINERASI (PEMBAKARAN SEMPURNA)

Rora Natalia Susanty, Admin Alif, dan Olly Norita Tetra

<sup>a</sup>Laboratorium Foto/Elektrokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: [olly512@yahoo.com](mailto:olly512@yahoo.com)

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### Abstract

Organic carbon content Analysis of biomaterials by Incineration is a method to determine the content of organic carbon from natural materials. In this work, we have used such method where good cotton and glucose (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>) were as sampler. Yield of glucose combustion is 9.7% with conversion factor 10.3 while its was 3.8 cotton combustion. In that process, cotton was found to be better than the glucose for by 2.7 even though not all C of glukosa is converted to CO<sub>2</sub> which was then absorbed by NaOH. There are also some of C that reacts with the limited ½O<sub>2</sub> to produce CO.

**Keyword:** *incineration, organic carbon, CO<sub>2</sub>, rendement, converppsiion factor.*

### I. Pendahuluan

Karbon organik melimpah di alam, karena setiap komponen material baik makhluk hidup ataupun material alam mengandung karbon dengan jumlah yang berbeda tergantung dari bahannya. Penentuan kandungan karbon organik dalam suatu material sangat membantu untuk perlakuan material tersebut selanjutnya.

Penentuan C-Organik berdasarkan penelitian sebelumnya dilakukan oleh Tarigan, L, D (2002), di mana pengukuran kadar C-Organik ditetapkan dengan menggunakan alat CHNS analyser dan dilakukan pada bahan organik sampel tanah. Pendekatan yang paling umum dilakukan untuk menetapkan kandungan bahan organik diperoleh dengan mengalikan C-Organik tanah dengan faktor konversi 1,724. Berbagai penelitian di daerah subtropika menunjukkan bahwa nilai faktor sebesar 1.724 terlalu rendah [1].

Metoda lain yang sering digunakan untuk menganalisa kandungan C-Organik yaitu metoda Walkley & Black di mana karbon dalam sampel dioksidasi oleh kromat dalam suasana asam Krom (III) yang

terbentuk setara dengan C-Organik yang teroksidasi dan diukur dengan spektrofotometer [2], sedangkan untuk pemisahan CO<sub>2</sub> dari campuran gas dengan menggunakan membran sebagai kontraktor gas-cair, yang merupakan pengembangan dari penggunaan membran konvensional yang biasanya digunakan pada proses filtrasi serta osmosis balik pada pengolahan air (*water treatment*) [3]. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan percobaan untuk menentukan kadar C-Organik dengan metoda insinerasi.

Insinerator merupakan tungku pembakaran yang mengkonversi materi padat menjadi materi gas, dan abu (*bottom ash* dan *fly ash*). Metoda insinerasi sering digunakan dalam proses pengolahan limbah padat dengan cara pembakaran pada temperatur lebih dari 800°C untuk mereduksi bahan mudah terbakar (*combustible*) yang sudah tidak dapat didaur ulang lagi, membunuh bakteri, virus, dan kimia toksik [4]. Proses pembakaran sempurna, Insinerasi dapat mengurangi berat sampah 70-80 % atau volume 85-95 % [4].

Songsak Klamklang, *et al* (2012) mengatakan Insinerasi atau pembakaran elektrokimia merupakan metode yang mengoksidasi bahan organik menjadi CO<sub>2</sub> oleh radikal hidroksil physisorbed. Bahan elektroda harus memiliki aktivitas elektrokatalitik tinggi terhadap oksidasi elektrokimia organik menjadi CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O [5].

Pembakaran menggunakan teknik insinerasi untuk mencapai reduksi volume maksimum, diperlukan insinerator yang mempunyai suatu ruang bahan bakar dengan temperatur cukup tinggi sehingga mampu membakar secara baik. Proses pembakaran merupakan reaksi kimia antara bahan bakar dengan gas oksigen yang berlangsung pada kondisi tertentu dimana suhu mencapai titik bakar dari bahan bakar [6]. Kesempurnaan dari reaksi pembakaran juga ditentukan oleh tersedianya gas oksigen yang cukup memadai dan terjadinya kontak yang baik antara bahan bakar dan oksigen [7].

Pada penelitian pendahuluan ini sampel yang digunakan adalah kapas dan glukosa (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>), glukosa digunakan sebagai kalibrasi. Pemilihan sampel kapas dilakukan karena kapas bersifat padat, berongga dan kering sehingga akan lebih mudah terbakar, kapas yang digunakan adalah kapas komersial yang tersedia umum dipasaran. Hal ini dilakukan karena kapas ini tidak banyak menggunakan bahan-bahan kimia, yang dapat mempengaruhi jumlah C-Organik seperti pemutih atau lainnya.

Pirolisis adalah konversi termal (destruksi) bahan organik melalui proses pemanasan tanpa atau sedikit oksigen atau reagen lainnya, yang dilakukan pada suhu yang lebih rendah dibandingkan dengan insinerasi [8-9]. Dimana material mentah akan mengalami pemecahan struktur kimia menjadi fasa gas [10].

Pirolisis adalah kasus khusus termolisis. Pirolisis ekstrim, yang hanya meninggalkan karbon sebagai residu disebut karbonisasi. Proses ini merupakan peruraian dengan

bantuan panas tanpa adanya oksigen atau dengan jumlah oksigen yang terbatas. Biasanya terdapat tiga produk dalam proses pirolisis yakni: gas (uap organik), pirolisis oil, dan arang. Uap organik yang dihasilkan mengandung karbon monoksida, metana, karbon dioksida, tar yang mudah menguap dan air. Uap organik kemudian dikondensasikan menjadi cairan. Cairan hasil pirolisis dikenal sebagai bio-oil [10].

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan Kimia, peralatan, dan instrumentasi

Bahan yang digunakan yaitu: glukosa (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>), kapas, HCl 0,2 N, NaOH 0,2 N, Phenolptalein (pp), spiritus, aquadest dan asam oksalat (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O).

Alat yang digunakan yaitu: Aerator, sumber listrik (raket nyamuk), bunsen (lampu spiritus), neraca analitik, klem, standar (statif), sambungan pipa, slang, erlenmeyer buhcner 150 ml, tabung nessler dan alat-alat gelas lainnya.

### 2.2. Prosedur penelitian

#### Pembuatan larutan NaOH 0,2 N

Larutan NaOH 0,2 N dibuat dengan menimbang 0,8 gr NaOH dan dilarutkan dalam labu ukur 100 ml dengan menambahkan aquadest sampai tanda batas kemudian distandarisasi dengan asam oksalat

#### Pembuatan larutan HCl 0,2 N

Larutan HCl 0,2 N dibuat dengan pengenceran bertingkat dari HCl *p.a* 37% = 12,06 N. HCl 12,06 N diencerkan menjadi 2 N dengan memipet 16,56 ml HCl 12,06 N, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml yang sebelumnya telah diisi dengan sedikit aquadest, aduk dan tambahkan aquadest sampai tanda batas. Untuk membuat larutan HCl 0,2 N, 10 ml larutan 2 N dipipet dan encerkan kembali dengan labu 100 ml. HCl 0,2 N distandarisasi dengan NaOH yang telah distandarisasi dengan asam oksalat

#### Pembuatan larutan standar asam oksalat dihidrat (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)

Larutan standar asam oksalat 0,2 N dibuat dengan menimbang 1,26 gr asam oksalat (BE = 63) dan dilarutkan dalam labu ukur 100 ml dengan menambahkan aquadest sampai tanda batas.

*Rangkaian Alat*

Pertama diambil standar dan 3 buah klem, letakkan klem 1 untuk penopang tabung nessler berisi NaOH untuk menangkap gas CO<sub>2</sub> dari udara luar, sebelum ketabung sampel yang akan dibakar, dengan demikian gas CO<sub>2</sub> yang diperoleh dari hasil pembakaran adalah lebih murni dan tidak bercampur dengan gas CO<sub>2</sub> dari udara luar. Klem 2 diletakkan paling bawah dan menghadap kedepan untuk meletakkan sampel yang akan di bakar. Klem 3 terletak di belakang paling atas untuk meletakkan erlenmeyer buchner berisi NaOH untuk menampung CO<sub>2</sub> hasil pembakaran. Pada ujung pipa gas masuk ke erlenmeyer buchner diberi batu berongga agar udara yang mengalir dapat membentuk gelembung kecil-kecil dan dapat bereaksi dengan NaOH secara merata.

Aerator dihubungkan ke tabung nessler, disambungkan dengan posisi tegak pada klem 1, dihubungkan dengan slang ke klem 2 untuk mengalirkan udara pembakaran. Tabung 2 dengan posisi miring dihubungkan dengan slang untuk mengalirkan gas ke erlenmeyer buchner, sehingga gas CO<sub>2</sub> bisa ditangkap oleh larutan NaOH. Di bawah tabung sampel diletakkan bunsen untuk pembakaran. Dalam tabung pembakaran diberi 2 kawat tembaga ke dalamnya yang dihubungkan ke sumber listrik untuk mempercepat proses pembakaran.

*Penentuan C-Organik*

Untuk sampel glukosa digunakan massa sampel 0, 50, 100, dan 150 mg. Dimasukkan kedalam tabung tempat sampel dengan corong, kemudian disambungkan pada penutupnya, periksa sumber listrik apakah jarak kedua ujung tembaga cukup untuk mengeluarkan percikan api. 25 ml NaOH 0,2 N dimasukkan kedalam tabung nessler yang tegak dan 60 ml kedalam erlenmeyer buchner.

Pembakaran dilakukan, dengan menghidupkan api pada bunsen dan aerator dihidupkan. Pembakar spiritus di dekatkan dengan tabung secara perlahan untuk menghindari tabung pecah. Setelah beberapa saat, pembakaran dibantu dengan sumber listrik pada ujung tembaga, dilakukan beberapa kali sampai pembakaran selesai. Perubahan wujud, warna glukosa dan warna NaOH pada erlenmeyer buchner diamati.

Setelah glukosa habis terbakar matikan bunsen, aerator tetap dihidupkan agar sisa-sisa CO<sub>2</sub> yang tertinggal ditabung pembakaran bisa mengalir ke erlenmeyer buchner. Erlenmeyer buchner dilepaskan dari klem, larutan NaOH yang telah menyerap/ mengabsorpsi CO<sub>2</sub> dipipet 10 ml kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 125 ml. Ditambahkan 1 tetes indikator pp terjadi perubahan warna jadi merah muda.

Larutan yang telah ditambahkan indikator pp dititrasi dengan HCl 0,2 N. Volume HCl yang terpakai dicatat dan dikali 6. Hal yang sama dilakukan untuk sampel kapas dengan variasi massa: 0 ; 20; 40 ; 50 ; 75 ; 100, 125 dan 150 mg. Sisa pembakaran kapas yang berupa abu ditimbang.

**III. Hasil dan Pembahasan**

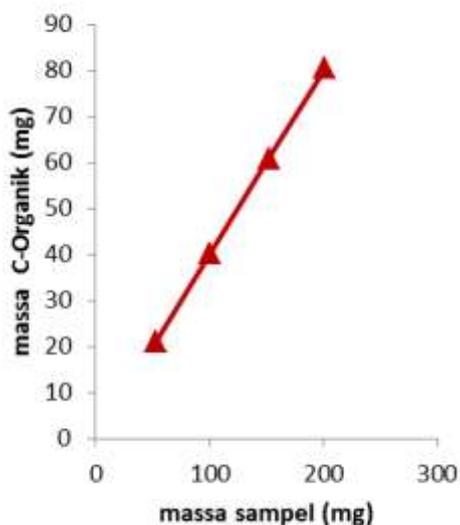
*3.1 Massa C-Organik glukosa*

Massa glukosa yang digunakan untuk pembakaran yaitu dari 4 variasi massa. Pembakaran dengan penggunaan glukosa berfungsi sebagai kalibrasi untuk melihat tingkat keberhasilan metoda yang baru dikembangkan ini, karena glukosa telah diketahui dengan pasti jumlah karbon didalamnya.

**Tabel 1.** Massa C-Organik glukosa secara teori dan hasil percobaan.

Massa Glukosa (mg)	Massa C Teori (mg)	Massa C percobaan (mg)	Rendemen (%)
52,85	21,14	2,1156	10,0

100,50	40,20	3,9948	9,9
152,05	60,82	5,8752	9,6
200,90	80,36	7,5198	9,4
Rata - rata			9,7



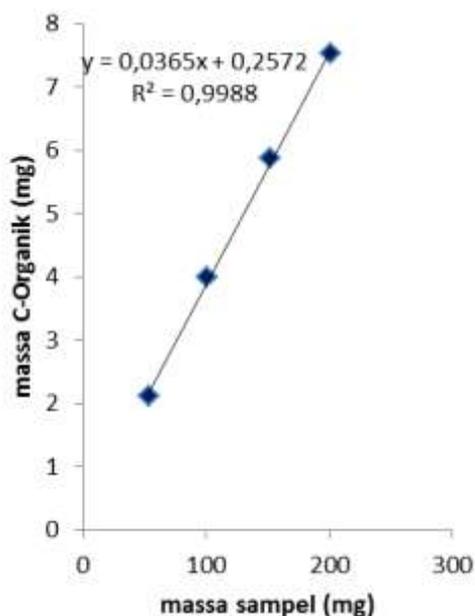
**Gambar 2.** Grafik massa C-Organik glukosa secara teori.

Grafik massa C-Organik glukosa secara teori terlihat pada Gambar 2. Pada grafik terlihat dengan penambahan jumlah massa sampel massa karbon yang terkandung didalamnya juga akan naik berbentuk linear.

Proses pembakaran glukosa terjadi dalam beberapa tahap, sampel yang dibakar berbentuk bubuk akan mencair dengan penambahan panas, setelah beberapa saat cairan akan mulai mengering dan menjadi coklat. Setelah kering glukosa akan berubah warna menjadi hitam, jika dibiarkan terus maka glukosa akan habis terbakar seperti terlihat pada lampiran 11.

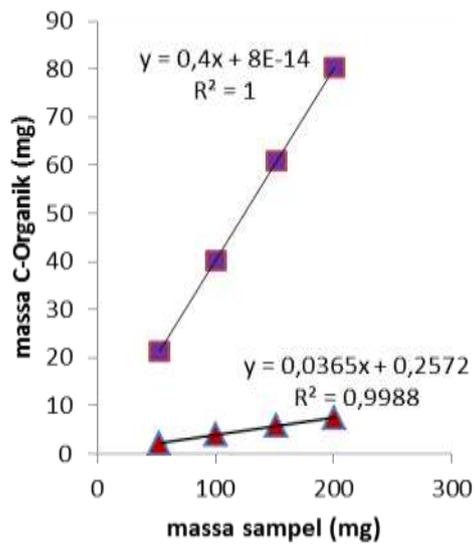
Grafik massa C-Organik glukosa yang didapatkan dari percobaan terlihat pada gambar 3. Terlihat bahwa kandungan C-Organik hasil percobaan jauh lebih kecil dari C-Organik secara teori. Satu hal yang

menarik dari hasil pengukuran ini adalah nilai rendemen yang juga dapat disebut dengan efisiensi penangkapan CO<sub>2</sub> oleh NaOH relatif konstan dan hasil pengukuran ini memperlihatkan kurva linier antara massa C-Organik dengan massa sampel yang digunakan.



**Gambar 3.** Grafik Massa C-Organik glukosa secara percobaan.

Dari uji statistik yang dilakukan terhadap percobaan didapatkan nilai dari standar deviasinya adalah 2,7 % dan 3,8 % dari nilai rata-rata rendemen yang didapatkan yaitu 9,7 %. Nilai deviasi yang didapatkan kurang dari 10% sehingga dapat dikatakan bahwa rendemen adalah konstan dan tidak berbeda nyata.



**Gambar 4.** Perbandingan massa C-Organik glukosa secara teori dan percobaan( ▲ = Glukosa secara percobaan, ■ = Glukosa secara teori).

Dari nilai rendemen atau efisiensi penangkapan CO<sub>2</sub> diperoleh faktor konversi 10,3. Jadi faktor konversi untuk menghitung jumlah CO<sub>2</sub> sebenarnya dalam glukosa adalah 10,3. Dengan arti kata karbon sebenarnya dalam glukosa sama dengan karbon yang diperoleh dari percobaan dikalikan dengan faktor konversi yaitu 10,3. Perbandingan kurva teori dengan kurva percobaan dapat dilihat pada gambar 4.

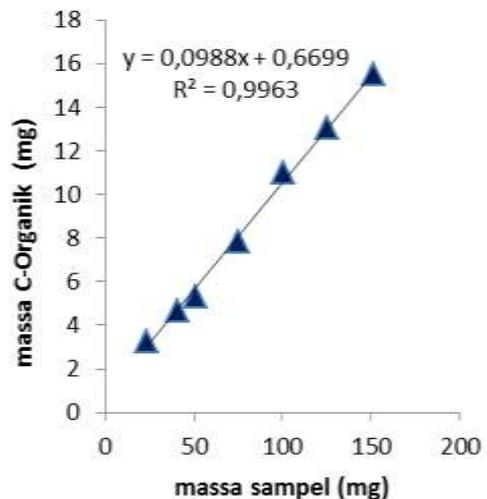
### 3.2 C-Organik sampel Kapas

Pada pembakaran kapas, sampel tidak terbakar sempurna, menyisakan sedikit abu disebabkan adanya kandungan senyawa lain yang terdapat dalam kapas. Sisa pembakaran yang berupa abu tergantung massa sampel yang dibakar. Sampel kapas 75,0 mg sisa pembakarannya adalah 0,9 mg, dan untuk 40 mg sampel sisa pembakarannya 0,4 mg.

**Tabel 4.** Massa C-Organik pembakaran kapas.

Massa sampel (mg)	Massa Karbon ( mg )
0	-
23,65	3,2904
40,85	4,6992
50,75	5,3256
75,35	7,8300
100,35	10,9968
125,20	13,0812
151,10	15,5088

Dari tabel dapat dilihat dengan bertambahnya jumlah sampel maka jumlah karbon yang didapatkan juga bertambah seperti juga yang terlihat pada grafik (gambar 5). Kurva ini memperlihatkan bahwa percobaan juga berjalan relatif baik dengan koefisien korelasi  $R^2 = 0,9963$ .

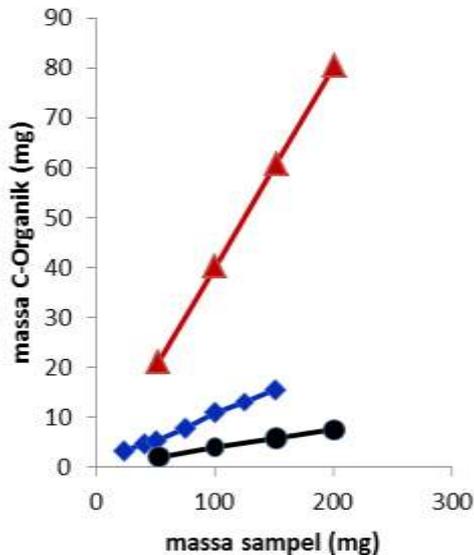


**Gambar 5.** Grafik massa C-Organik hasil pembakaran kapas.

### 3.3 Perbandingan Massa C-Organik dari hasil pembakaran Kapas dengan Glukosa.

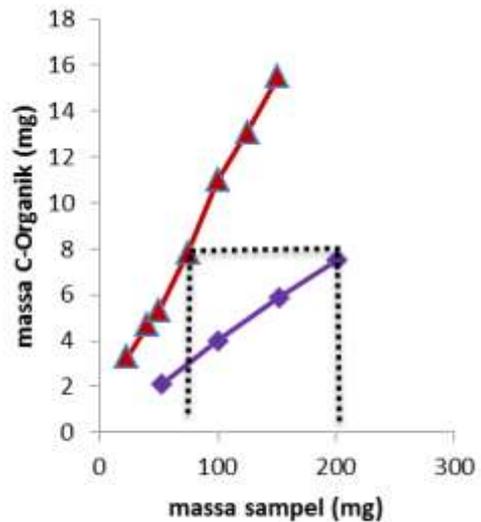
Dilihat dari proses pembakaran ada perbedaan yang signifikan antara pembakaran glukosa dan kapas. Pada

pembakaran glukosa sampel bisa dibakar sempurna sehingga tidak ada sisa pembakaran.



Gambar 6: Perbandingan massa C-Organik dari glukosa secara teori, pembakaran glukosa dan pembakaran kapas (▲ = glukosa teori, ◆ = pembakaran kapas, ● = pembakaran glukosa)

Proses pembakaran pada glukosa terjadi dalam beberapa tahap yaitu : Saat sumber panas didekatkan secara perlahan, serbuk putih glukosa akan mulai mencair dengan cepat dan mendidih. Setelah beberapa saat warnanya berubah menjadi coklat, jika diberi percikan api melalui kawat tembaga akan mengeluarkan asap yang bergerak cepat dalam tabung, sampai akhirnya mengering, menjadi hitam pekat dan kering. Gambar 6 merupakan grafik yang menunjukkan massa C-Organik pembakaran glukosa, C-Organik pembakaran kapas dan C-Organik glukosa secara teori.



Gambar 7. Perbandingan massa C-Organik dari pembakaran kapas dan glukosa (▲ = kapas, ◆ = glukosa, ..... = kesetaraan massa C-Organik glukosa dan kapas)

Pada pembakaran sampel kapas yang sifatnya kering akan langsung berubah warna menjadi coklat dan hitam, asap yang terbentuk menjadi lebih banyak. Waktu yang dibutuhkan lebih cepat dibandingkan pembakaran glukosa. Warna NaOH yang dihasilkan lebih coklat jika dibandingkan dengan hasil absorpsi pembakaran glukosa. Semakin banyak sampel yang digunakan semakin banyak pula asap sisa pembakaran yang tersisa di dalam tabung pembakaran dan slang. Dari pembakaran yang dilakukan, jumlah sampel kapas maksimal yang bisa digunakan untuk pembakaran adalah 151,10 mg, jika melebihi jumlah tersebut pembakaran tidak lagi berlangsung sempurna.

Hal yang menyebabkan pembakaran tidak berjalan baik, karena alat yang digunakan tidak memadai untuk pembakaran sampel melebihi 151,10 mg. Proses pembakaran melebihi kapasitas tabung tempat pembakaran, asap yang dihasilkan akan menyumbat slang (lampiran 13) udara keluar. Asap bercampur dengan uap air sehingga kesempurnaan pembakaran

terganggu dan hasilnya berbeda relatif jauh dari data yang lain.

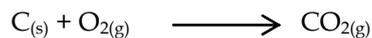
Jika dilihat dari larutan NaOH yang telah menyerap CO<sub>2</sub> hasil pembakaran terdapat perbedaan warna (lampiran 14). Hasil absorpsi pembakaran kapas berwarna coklat lebih pekat jika dibandingkan warna NaOH hasil absorpsi pembakaran glukosa yang terlihat lebih jernih, menggunakan massa yang sama. Hal ini disebabkan oleh asap CO<sub>2</sub> yang dihasilkan dari pembakaran kapas lebih banyak, jika dibandingkan asap hasil pembakaran glukosa sehingga menyebabkan perubahan warna.

Gambar 7 menunjukkan massa C-Organik hasil pembakaran glukosa dan kapas. Dapat dilihat massa C-Organik hasil pembakaran kapas sebanyak 75,00 mg setara dengan C-Organik pembakaran glukosa 200,00 mg. Dapat disimpulkan bahwa pembakaran 1 mg kapas hasilnya setara dengan pembakaran glukosa 2,7 mg. Dengan arti kata kesempurnaan pembakaran kapas menghasilkan gas CO<sub>2</sub> dibandingkan pembakaran glukosa adalah 2,7 : 1, atau pembakaran kapas 2,7 kali lebih sempurna dibandingkan pembakaran glukosa. Bila faktor konversi untuk glukosa 10,3 maka :

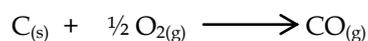
Faktor konversi untuk kapas adalah:

$$\frac{10,3}{2,7} = 3,8$$

Rendahnya faktor konversi pembakaran kapas menghasilkan CO<sub>2</sub> dibanding glukosa, disebabkan struktur kapas yang berongga sehingga pembakaran lebih sempurna :



Sedangkan pada pembakaran glukosa yang memiliki struktur lebih padat menyebabkan pembakaran kurang sempurna. Dimana tidak semua karbon dirubah menjadi CO<sub>2</sub> tetapi sebagian hanya dirubah menjadi CO.



#### IV. Kesimpulan

Dari percobaan yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa, metoda insinerasi dapat digunakan untuk menentukan C-Organik biomaterial. Rendemen perolehan C-Organik glukosa adalah 9,7 % dengan faktor konversinya 10,3 sedangkan faktor konversi untuk perolehan karbon kapas adalah 3,8. Pembakaran kapas lebih baik dibandingkan dengan pembakaran glukosa dimana pembakaran kapas 2,7 kali lebih sempurna dibandingkan pembakaran glukosa. Meskipun pembakaran pada glukosa tidak ada sisa pembakaran, namun tidak semua C pada pembakaran glukosa diubah menjadi CO<sub>2</sub> yang dapat ditangkap oleh NaOH, ada sebagian C yang bereaksi dengan ½O<sub>2</sub> sehingga menghasilkan CO.

#### V. Ucapan terima kasih

Terima kasih kepada analis Laboratorium Kimia Lingkungan FMIPA Unand dan pihak-pihak lain yang telah menyumbangkan pikiran dan tenaga demi selesainya penelitian ini.

#### Referensi

1. Ledi, T. D., 2002. Nilai Faktor Konversi Dari C-Organik Ke Bahan Organik Dan Bentuk-Bentuk Bahan Organik Pada Latosol Dramaga Dan Probsolik Jasinga, *Jurusan Tanah, Fakultas Pertanian, IPB*.
2. Sulaeman., Suparto., dan Eviati. 2005. Analisis Tanah, Tanaman, Air, Dan Pupuk. Bogor: Balai Penelitian Tanah.
3. Hadiyanto., dan Cahyo, K. A., 2000. Absorpsi Gas Karbondioksida Dengan Larutan Soda Api Dalam Kolom Unggun Tetap, *Forum Teknik*, 24 (2), 186-195.
4. Sutowo, A. L., 2010. Manfaat Dan Dampak Penggunaan Insenerator Terhadap Lingkungan. *Teknis*, 5 (1), 20-24.
5. Klamklang, Songsak., Vergnes, Kejvalee., and Damronglerd, somsak. 2012. Electrochemical Incineration of Organic Pollutants for Wastewater Treatment: Past, Present and Prospect, *Department of Chemical Technology*,

- Faculty of Science, Chulalongkorn University Bangkok.* 365-382.
6. Djoko, S. I., dan Sukrosrono. **1995**. Studi Pengolahan Arang Aktif Hasil Olahan Limbah Organik Dengan Teknik Insinerasi. Yogyakarta: BATAN. 289-294.
  7. Hidayah, E. N., **2007**. Uji Kemampuan Pengoperasian Insinerator Untuk Produksi Limbah Klinis Rumah Sakit Umum Haji Surabaya. Surabaya: *Rekayasa Perencanaan*, 4 (1).
  8. Sunarsih, Sri., Pratiwi, Yuli., dan Sunarto, Yordanesa. **2012**. Pengaruh Suhu, Waktu, dan Kadar Air Pada Pembuatan Asap Cair Dari Limbah Padat Pati Aren (Studi Kasus Pada Sentra Industri Sohun Dukuh Bendo, Daleman, Tulung Klaten). Yogyakarta : Jurusan Teknik Lingkungan, Fakultas Sains Terapan, IST AKPRIND. *Prosiding Seminar Nasional Aplikasi Sains & Teknologi (SNAST) Periode III*. 290-297.
  9. Anggono, Tri., Wahyu, W, E., Handayani., Rahmadini, Arini., dan Abdullah. **2009**. Pirolisis Sampah Plastik Untuk Mendapatkan Asap Cair dan Penentuan Komponen Kimia Penyusunnya Sebagai Bahan Bakar Cair, *Program Studi Kimia FMIPA Universitas Lampung Mangkurat. Sains dan Terapan Kimia*, 3(2), 164-173.
  10. Ratnasari, F., **2011**. Pengolahan Cangkang Kelapa Sawit Dengan Teknik Pirolisis Untuk Produksi Bio-Oil, *Universitas Diponegoro*.

## SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS LAPIS EMPAT, $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ DENGAN METODE HIDROTERMAL

Zulhadjri, Hermis, dan Syukri Arief

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas  
Kampus Limau Manis, Padang 25163  
\*e-mail: [zulhadjri@yahoo.com](mailto:zulhadjri@yahoo.com)

### Abstract

Aurivillius phases are metal oxide type compound with general formula  $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^{2-}$ . Four-layers Aurivillius phases,  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  with  $x = 0.5$  and  $1$  have been synthesized by hydrothermal method using  $\text{NaOH}$  3 M as mineralizer at temperature  $240^\circ\text{C}$  for 72 hours. The products were characterized by X-ray diffraction (XRD) and SEM. All X-ray diffraction data were refined by Le Bail technique using Rietica program. The results showed that the samples formed four-layers Aurivillius phase, mixture with the perovskite phase. Increasing amount of  $\text{La}^{3+}$  in the sample tends to increase the perovskite phase. The morphology of the samples was analyzed by SEM and showed plates typical compounds of Aurivillius phase.

**Keywords.** Aurivillius phase, Hydrothermal Method, perovskit, Le Bail

### I. Pendahuluan

Senyawa Aurivillius merupakan kelompok oksida logam yang terdiri dari struktur berlapis yang tumbuh secara teratur dari lapisan perovskit  $[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^{2-}$  dan lapisan bismut  $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ . Kation A merupakan ion logam yang bermuatan +1, +2 atau +3 dengan koordinasi dodekahedral seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  atau  $\text{Ln}^{3+}$ , sedangkan kation B merupakan unsur logam transisi dengan koordinasi oktahedral yang berjari-jari lebih kecil dari kation A seperti  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Nb}^{3+}$ ,  $\text{Ta}^{3+}$ ,  $\text{W}^{5+}$  atau  $\text{Mo}^{6+}$  dan  $n$  merupakan bilangan bulat ( $2 \leq n \leq 8$ ).<sup>1,2</sup>

Oksida Aurivillius memiliki banyak potensi aplikasi karena memiliki sifat magnetik, listrik dan optik. Senyawa ini dapat diaplikasikan sebagai bahan superkonduktor, katalis dalam industri petrokimia, keramik di bidang kesehatan, bahan penyimpanan memori seperti FRAM, DRAM, konduktor, material magnetik, katalis, optikal display dan kapasitor.<sup>3</sup>

Senyawa Aurivillius  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  telah pernah disintesis dan dilaporkan bersifat ferroelektrik dengan suhu transisi fasa  $527^\circ\text{C}$ .<sup>4</sup> Pendopongan logam tanah jarang seperti  $\text{La}^{3+}$  atau  $\text{Nd}^{3+}$  pada lapisan perovskit dapat meningkatkan kepolaran dari senyawa Aurivillius.<sup>5</sup> Senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  sudah pernah disintesis, dengan menggunakan metode lelehan garam. Hasil yang didapatkan senyawa Aurivillius lapis empat,  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  sudah terbentuk namun masih mengandung fasa lain yaitu fasa  $\text{SrTiO}_3$  dan fasa  $\text{Bi}_3\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ . Semakin banyak komposisi  $\text{La}^{3+}$  yang ditambahkan semakin banyak fasa  $\text{SrTiO}_3$  yang terbentuk.<sup>6</sup> Penelitian yang dilakukan oleh Missyul (2010), sintesis  $\text{Bi}_2\text{LnNbTiO}_9$  ( $\text{Ln} = \text{Nd-Gd}$ ), didapatkan bahwa ion Ln menempati posisi pada lapisan perovskit, ion  $\text{Bi}^{3+}$  hanya terdapat pada lapisan bismuth.<sup>7</sup> Pada artikel ini kami melaporkan hasil sintesis senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang dilakukan dengan metode hidrotermal

Pada penelitian sebelumnya, Rizal, M dan Ismunandar (2007) telah berhasil melakukan sintesis dan karakterisasi senyawa Aurivillius  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  dengan metode hidrotermal.<sup>8</sup> Pada penelitian itu dilakukan variasi suhu, waktu dan konsentrasi dari NaOH untuk mendapatkan kondisi optimumnya. Hasil yang diperoleh adalah suhu optimum yang digunakan adalah  $240^\circ\text{C}$ , waktu optimum 72 jam dan konsentrasi NaOH yang digunakan adalah 3 M. Hasil optimum ini diaplikasikan dalam penelitian untuk senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan  $x = 0,5$  dan 1.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  98% (Sigma-Aldrich),  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  p.a 99,0% (Merck),  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  99,999% (Merck),  $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$  98% (Aldrich), NaOH 98%, dan akuades.

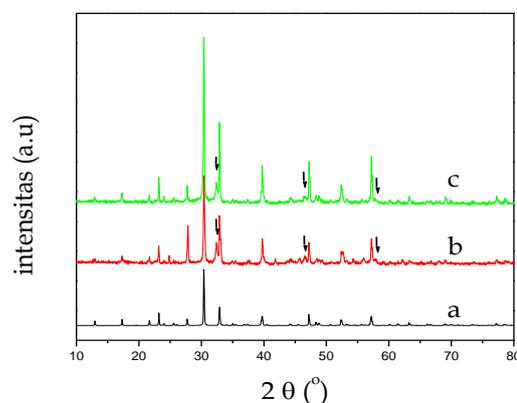
Peralatan yang digunakan krus alumina, neraca analitis, mortar dan pestel, tungku pemanas dan alat-alat gelas. Karakterisasi produk dilakukan dengan X-Ray Diffraction (XRD; Simadzu XRD 7000 dengan sumber Cu-K $\alpha$ ) dan Scanning Electron Microscopy (SEM; JEOL JSM-6360LA)

### 2.2. Prosedur penelitian

Semua bahan kimia utama ditimbang dengan perbandingan stoikiometri. Kemudian semua prekursor dicampur, dilarutkan dengan 60 mL NaOH 3 M dan distirer selama 2 jam hingga homogen. Kemudian campuran dimasukkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan dalam oven dengan suhu  $240^\circ\text{C}$ , selama 72 jam. Serbuk yang diperoleh dicuci dengan akuades sampai pH netral, dan dipanaskan pada suhu  $110^\circ\text{C}$  selama 6 jam. Produk dikalsinasi pada suhu  $550^\circ\text{C}$  selama 5 jam dan dikalsinasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Karakterisasi produk dilakukan dengan menggunakan XRD dan SEM.

## III. Hasil dan Pembahasan

Gambar 1 menunjukkan hasil XRD dari senyawa Aurivillius  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan  $x = 0,5$  dan 1. Pola difraksi dari sampel sudah memperlihatkan fasa Aurivillius lapis empat yang ditandai dengan puncak-puncak spesifik pada  $2\theta = 12,92^\circ, 13,0^\circ, 17,32^\circ, 21,68^\circ, 23,2^\circ, 27,76^\circ, 30,38^\circ, 32,96^\circ, 39,7^\circ, 47,8^\circ, 52,36^\circ$  dan  $57,22^\circ$ . Pola difraksi ini analog dengan  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang berstruktur ortorombik dan grup ruang  $A2_1am$  dengan  $Z = 4$  yang dilaporkan oleh Hervoche, C. H., dkk (2002).<sup>9</sup> Selain puncak spesifik dari senyawa Aurivillius lapis empat, pola difraksi dari sampel menunjukkan puncak yang tidak sesuai dengan pola difraksi sinar-X dari fasa Aurivillius lapis empat. Puncak tersebut berada pada daerah  $2\theta = 32,4^\circ, 46,8^\circ, 57,4^\circ$  yang diasumsikan sebagai puncak dari perovskit  $\text{SrTiO}_3$  (ICSD #94573) yang dilaporkan oleh Yamanaka dkk (2002).<sup>10</sup>

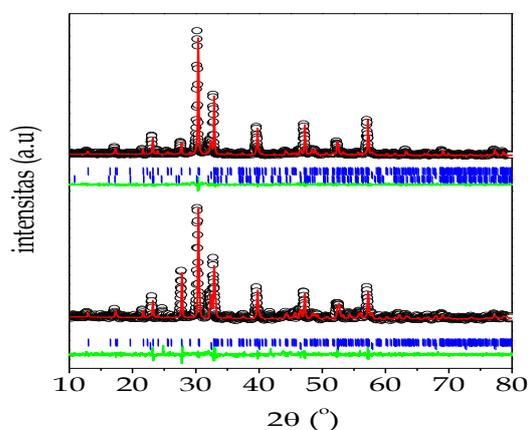


**Gambar 1.** Pola difraksi sinar-X senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ , a) Standar  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  b)  $x = 0,5$  dan c)  $x = 1$ ,  $\downarrow$  = fasa perovskit

Berdasarkan pola difraksi sinar-X pada Gambar 1, terlihat semakin banyak komposisi  $\text{La}^{3+}$  yang digunakan maka intensitas dari fasa  $\text{SrTiO}_3$  semakin meningkat. Ukuran jari-jari ion dari  $\text{La}^{3+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  dan  $\text{Bi}^{3+}$  berturut-turut adalah 1,50, 1,58 dan  $1,36 \text{ \AA}$ .<sup>11</sup> Jari-jari ion  $\text{La}^{3+}$  memiliki ukuran yang sedikit lebih kecil dibanding

ion  $\text{Sr}^{2+}$ , sehingga ion  $\text{La}^{3+}$  cenderung berada pada posisi kubotahedral dari lapisan perovskit. Namun dengan adanya kation  $\text{La}^{3+}$  menyebabkan  $\text{Sr}^{2+}$  lebih cenderung untuk membentuk fasa perovskit tanpa bergabung dengan lapisan bismut membentuk fasa Aurivillius.

Hasil XRD dari sampel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  direfinement dengan teknik *Le Bail* dengan program *Rietica*. Hasil refinement diperlihatkan pada Gambar 2. Refinement struktur dilakukan dengan campuran 2 fasa, yaitu fasa Aurivillius lapis empat dan fasa perovskit. Data awal Aurivillius lapis empat yang digunakan adalah senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang dilaporkan oleh Hervoche, C. H, dkk (2002)<sup>9</sup> dengan sel satuan  $a = 5,4507 \text{ \AA}$ ;  $b = 5,4376 \text{ \AA}$ ;  $c = 40,9841 \text{ \AA}$ ; dan  $Z = 4$  dengan simetri ortorombik dan grup ruang  $A2_1am$ . Data awal fasa perovskit yang digunakan adalah senyawa  $\text{SrTiO}_3$  yang dilaporkan oleh Yamanaka, T., dkk (2002)<sup>10</sup> dengan  $a = b = c = 5,4370 \text{ \AA}$ ;  $Z = 1$  dengan simetri kubik dan grup ruang  $PM-3M$ .



**Gambar 2.** Plot *Le Bail* senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,5$  dan  $1$ ) ; data percobaan (o), perhitungan (garis tegas) dan selisih (grafik paling bawah). Garis-garis pendek (bar) menunjukkan posisi yang diindeks untuk grup ruang  $A2_1am$  dan  $PM-3M$ .

Hasil refinement struktur memperlihatkan kecocokan profil yang sangat baik antara data standar yang digunakan dengan data

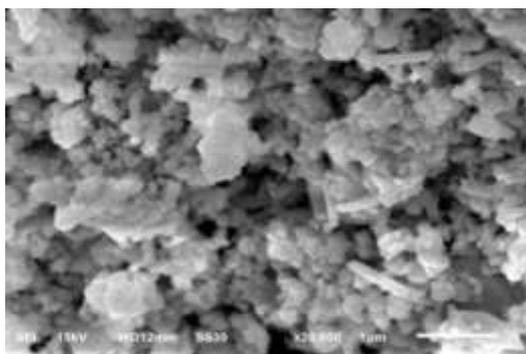
difraksi sinar-X hasil penelitian. Hal ini ditandai dengan berhimpitnya data standar dengan data penelitian serta kalkulasi (garis tegas) dimana titik-titik difraksi terjangkau oleh garis kalkulasi (bulatan hitam) dan perbedaan keduanya sangat kecil (ditandai dengan garis hijau yang mendatar). Parameter sel hasil dari refinement senyawa Aurivillius lapis empat,  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan  $x = 0,5$  dan  $1$  diberikan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Parameter sel satuan hasil refinement dengan metode *Le Bail* untuk data senyawa Aurivillius lapis empat,  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,5$  dan  $1$ )

Parameter	$\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$		
	$x = 0^*$	$x = 0,5$	$x = 1$
Grup ruang	$A2_1am$	$A2_1am$	$A2_1am$
$a$ (Å)	5,4507(1)	5,4522 (8)	5,4507 (5)
$b$ (Å)	5,4376(1)	5,4374 (7)	5,4381 (4)
$c$ (Å)	40,9841(8)	41,0071 (3)	40,9708 (7)
$V$ (Å <sup>3</sup> )	1214,72	1215,70	1214,46
$b-a$ (Å)	-0,0131	-0,0148	-0,0126
$c/a$	7,5190	7,5212	7,5166
$Z$	4	4	4
Rp (%)	-	3,47	3,21
Rwp (%)	-	4,72	4,19
$\chi^2$	-	1,1458	1,1249

\*Sampel  $x = 0^*$ , data difraksi diambil dari laporan Hervoche, C. H., dkk (2002)<sup>9</sup>

Morfologi permukaan dari senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  untuk sampel  $x = 1$  diamati dengan SEM diperlihatkan pada Gambar 3. Serbuk produk terlihat berupa lempengan dan butiran halus yang sudah memperlihatkan ciri khas dari senyawa Aurivillius.



**Gambar 3.** Morfologi sampel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan  $x = 1$  yang disintesis dengan metode hidrotermal

#### IV. Kesimpulan

Senyawa Aurivillius lapis empat,  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,5$  dan  $1$ ) telah disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan suhu  $240^\circ\text{C}$  selama 72 jam. Fasa Aurivillius lapis empat dengan struktur ortorombik dan grup ruang  $A2_1am$  sudah terbentuk namun masih mengandung fasa lain yaitu fasa perovskit  $\text{SrTiO}_3$ . Hasil difraksi sinar-X menunjukkan bahwa semakin banyak  $\text{La}^{3+}$  yang ditambahkan maka semakin banyak fasa perovskit yang terbentuk.

#### V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Dirjen Dikti Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan Republik Indonesia atas dana Penelitian Fundamental no kontrak 002/UN.16/PL/MT-FD/I/2013.

#### Referensi

1. Borg, S., Svensson, G., and Bovin, J. O., **2002**, Structure Study of  $\text{Bi}_{2,5}\text{Na}_{0,5}\text{Ta}_2\text{O}_9$  and  $\text{Bi}_{2,5}\text{Na}_{m-1,5}\text{Nb}_m\text{O}_{3m+m}$  ( $m=2-4$ ) by Neutron Powder Diffraction and Electron Microscopy, *Journal of Solid State Chemistry*, No. 167, hal. 86-96.
2. Umama, J., Rosyidah, A., **2013**, Sintesis dan karakterisasi Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dengan metode Solid state, *Jurnal Sains dan Seni pomits*, No. 1(1), hal. 1-4.

3. Bencan, A., Boullay, P., Mercurio, J. P., **2004**, Characterisation of  $\text{BaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ , Powders and Thin Films Prepared by a Solution Synthesis Technique, *Journal Solid State Sciences*, No. 6, hal. 547-551.
4. Rout, S. K. and Barhai, P. K., **2010**, Anisotropic Dielectric and Electrical Properties of Hot-Forged  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Ceramics, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 7 [S1] E114-E123.
5. Hincapié, C. M. B., Cárdenas, M. J. P., Orjuela, J. E. A., Parra, E. R., dan Florez, J. J. O., **2012**, Physical-Chemical Properties Of Bismuth And Bismuth Oxides: Synthesis, Characterization And Applications, *Dyna rev.fac.nac.minas* vol.79 no.176 Medellín nov./dez. 2012
6. Afni, S. E., Arief, S., dan Zuhadjri, **2013**, Sintesis Fasa Aurivillius Lapis Empat  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Dengan Metode Lelehan Garam, *J. Kimia Unand*, 2, 2, hal 1-4.
7. Missyul, A. B., Zvereva, I. A., Palstra, T. T. M., and Kurbakov, A. I., **2010**, Double-Layered Aurivillius-Type Ferroelectrics with Magnetic Moments, *Materials Research Bulletin* 45 hal 546-550
8. Rizal, M., Ismunandar., **2007**, Sintesis dengan Metode Hidrotermal dan Karakterisasi Senyawa Berstruktur Aurivillius  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ , *Jurnal Matematika dan sains*, Vol. 12(1), hal. 44-48.
9. Hervoche, C. H., Snedden, A., Riggs, R., Kilcoyne, S. H., Manuel, P., Lightfoot, P., **2002**, Structural behavior of the four-layer Aurivillius-phase ferroelectrics  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  and  $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ , *Journal of solid state chemistry*, No. 164, hal. 280-291.
10. Yamanaka, T., Hirai, N., Komatsu, Y., **2002**, Structure of  $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$  perovskite with composition and pressure, golden book of phase transition, Wroclaw, *American Mineralogist*, No. 87, hal. 1183-1189
11. Shannon, R. D., **1976**, Revised Effective Ionic Radii and Systematic Studies of Interatomic Distances in Halides and Chalcogenides, *Acta Crystal*, No. 32, hal. 751.