

# **JURNAL KIMIA UNAND**

**ISSN No. 2303-3401**

**Volume 3, Nomor 4  
November, 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. OPTIMASI PENENTUAN Fe(III), Co(II) DAN Cr(III) SECARA SIMULTAN DENGAN VOLTAMMETRI STRIPING ADSORPTIF (AdSV) MENGGUNAKAN KALKON SEBAGAI PENGOMPLEKS Fanni Taurusia Afos, Hamzar Suyani, dan Deswati	1-9
2. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID DARI EKSTRAK ETIL ASETAT PADA DAUN TANAMAN MURBEI ( <i>MORUS ALBA L</i> ) SEBAGAI ANTIBAKTERI Gustia Ningsih, Hasnirwan, Djaswir Darwis	10-11
3. SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKRISTAL TEMBAGA DARI TERUSI DENGAN VARIASI REDUKTOR MELALUI METODA REDUKSI KIMIA Muhaini, Syukri Arief, dan Syukri	12-17
4. PENGARUH Ni(II) PADA TRANSPOR Co(II) MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH DENGAN ZAT PEMBAWA $\beta$ -NAFTOL Nindy Vorinda Putri, Djufri Mustafa, dan Refinel	18-23
5. PENGARUH ELEKTROLIT H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> TERHADAP SIFAT LISTRIK ELEKTRODA CAMPURAN ZEOLIT DARI <i>BOTTOM ASH</i> dan RESIN DAMAR SEBAGAI SUPERKAPASITOR Reni Yantika, Olly Norita Tetra, Admin Alif, dan Emriadi	24-28
6. SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS Fe(II) YANG DIAMOBILISASI PADA SILIKA MODIFIKASI DAN UJI PENDAHULUAN AKTIFITAS KATALITIKNYA DALAM REAKSI TRANSESTERIFIKASI Septia Resti Afriani, Syukri, Syukri Arief	29-35
7. SINTESIS NANOKRISTAL PERAK MENGGUNAKAN PEREDUKSI ALAMI Wardatul Rahmah, Syukri Arief, Zulhadjri	36-40
8. DEGRADASI <i>MALACHITE GREEN OXALATE</i> MENGGUNAKAN KATALIS ZnO/ZEOLIT SECARA SONOLISIS Vorind Aglan Lase, Zilfa, dan Safni	41-46

# OPTIMASI PENENTUAN Fe(III), Co(II) DAN Cr(III) SECARA SIMULTAN DENGAN VOLTAMMETRI STRIPING ADSORPTIF (AdSV) MENGGUNAKAN KALKON SEBAGAI PENGOMPLEKS

Fanni Taurusia Afos, Hamzar Suyani, dan Deswati

Laboratorium Kimia Analitik Terapan, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

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

e-mail: [ni\\_fan@ymail.com](mailto:ni_fan@ymail.com)

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

## Abstract

*The research of the determination of Fe(III), Co(II) and Cr(III) by adsorptive stripping voltammetry has been done. The aim of this research are to determine the optimum conditions of heavy metals Fe (III), Co (II) and Cr (III) simultaneously. This method is based on adsorptive accumulation of metal-calcon, Co(II)-calcon, and Cr(III)-calcon complexes onto hanging mercury drop electrode, followed by reduction of adsorbed element. The optimum measurement are: calcon concentration, pH solution, accumulation time and accumulation potential. Optimum conditions are concentration of calcon at 0,6 mM, pH 7 (buffer ammonia), potential accumulation at -0.4 V, and accumulation time at 60 seconds. Then, this optimum condition applied on three kind of water. They are brackish water from Teluk Kabung region, sea water from Bungus, and wells water from Cengkeh village, Padang. Data of relative standar deviation and recovery are 0.39 % and 95.07 % for Fe(III), 1.97 % and 99.12 % for Co(II), 1.95 % dan 92.85 % for Cr(III), respectively.*

**Keywords :** Iron, Cobalt, Chromium, Stripping Voltammetry, Calcon.

## I. Pendahuluan

Logam dalam lingkungan mungkin berada dalam bentuk-bentuk yang berbeda seperti padat, cair, atau gas atau dalam bentuk lain sebagai unsur, senyawa anorganik dan organik. Redistribusi banyak logam beracun ke lingkungan yang disebabkan oleh peningkatan bertahap dalam kegiatan industri, yang berujung mempengaruhi kehidupan manusia. Di antara berbagai unsur-unsur beracun, logam berat seperti besi, kobal dan kromium yang sangat lazim di alam karena penggunaan industri mereka tinggi. Logam-logam ini jika berlebihan memiliki potensi bahaya bagi kehidupan manusia.<sup>1</sup> Kelarutan dari unsur-unsur logam dan logam berat dalam badan perairan dikontrol oleh derajat keasaman air, jenis, konsentrasi logam dan kelat serta

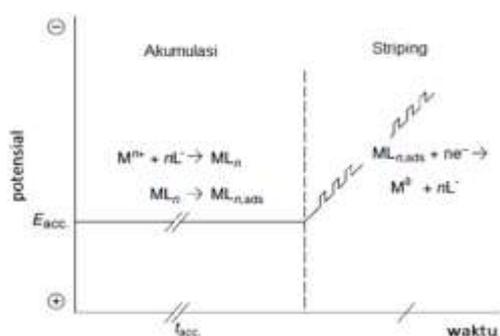
keadaan komponen mineral teroksidasi dan sistem yang berlingkungan redoks.<sup>2</sup>

Logam-logam seperti besi, kobal dan kromium merupakan logam runtu di alam dimana kehadiran ion-ion logamnya sangat kecil di lingkungan. Oleh sebab itu, dibutuhkan suatu metode pengukuran ion logam yang dapat menentukan konsentrasi skala runtu tersebut.

Metode Voltametri dipilih sebagai alternatif metode karena memiliki banyak kelebihan seperti kadar garam yang tinggi dari air laut tidak mengganggu dalam analisis, memiliki sensitivitas tinggi, limit deteksi rendah pada skala  $\mu\text{g/L}$ , penggunaan mudah dan preparasi sampel yang mudah, analisis cepat, infra struktur yang murah.<sup>3</sup> Disamping itu, dengan metode ini dimungkinkan mempelajari

spesi kimia dari logam berat.<sup>4</sup> Toksisitas logam berat ditentukan dari spesi kimianya.<sup>5</sup>

Voltametri Stripping merupakan metode analisis ion logam pada kisaran renik. Proses pertama yang terjadi pada stripping voltametri adalah deposisi pada potensial tetap, kemudian proses kedua yaitu pelarutan kembali dengan potensial yang berubah. Secara kuantitatif konsentrasi ion logam diketahui berdasarkan arus difusi pada tahap pelarutan.<sup>6,7</sup>



**Gambar 1.** Langkah akumulasi dan stripping dalam pengukuran voltametri stripping adsorptif

Dengan menggunakan metode ini maka kita dapat mengetahui keberadaan ion logam Fe, Co dan Cr yang runtu keberadaannya di perairan dengan menentukan optimasi pengukuran berdasarkan metode AdSV ini. Oleh sebab itu dilakukan penelitian dengan Judul :

Optimasi Penentuan Fe(III), Co(II) Dan Cr(III) Secara Simultan Dengan Voltametri Stripping Adsorptif (AdSV) Menggunakan Kalkon Sebagai Pengompleks.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan Kimia yang digunakan yaitu: KCl (Merck), kalkon, HNO<sub>3</sub> pekat (Merck), FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O (Merck), CrCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O (Merck), CoCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O (Merck), NH<sub>4</sub>OH (Merck), CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> (Merck), metanol (Merck), gas N<sub>2</sub>, air deionisasi dan sampel air  
Peralatan yang digunakan yaitu: Metrohm 797 Computrace dengan elektroda kerja HMDE, elektroda pembanding berupa

Ag/AgCl(KCl) dan elektroda Pt sebagai elektroda pendukung, pH meter Griffin model 80, Griffin & George Loughborough, Inggris, dan neraca analitis Mettler AE 200, Toledo OH-USA, Gelas Ukur, Gelas Piala, Spatula, Pengaduk, Kaca Arloji, botol kaca.

### 2.2. Prosedur penelitian

#### Pembuatan Larutan Induk Fe(III) 100 mg/L

Ditimbang kristal FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak 0,0484 g dan dilarutkan dengan akuabides dalam labu 100 mL sampai tanda batas.

#### Pembuatan larutan Induk Co(II) 100 mg/L

Ditimbang kristal CoCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak 0,0404 gram dan dilarutkan dengan akuabides dalam labu 100 mL sampai tanda batas.

#### Pembuatan larutan Induk Cr(III) 100 mg/L

Ditimbang kristal CrCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak 0,0512 gram dan dilarutkan dengan akuabides dalam labu 100 mL sampai tanda batas.

#### Pembuatan larutan standar campuran Fe(III), Co(II), Cr(III) dengan konsentrasi masing-masing 10, 50 dan 10 µg/L

Larutan standar campuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) konsentrasi masing-masing logam 1, 5 dan 1 mg/L dibuat dengan mencampurkan 1 mL larutan induk Fe(III) 100 mg/L, 5 mL larutan induk Co(II) 100 mg/L dan 1 mL larutan induk Cr(III) 100 mg/L diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan akuabides sampai tanda batas. Selanjutnya dilakukan 1000 kali pengenceran larutan standar campuran sampai didapatkan larutan standar campuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) dengan konsentrasi masing-masing 10, 50 dan 10 µg/L.

#### Pembuatan larutan standar campuran Fe(III), Co(II), Cr(III) konsentrasi masing-masing 10, 100 dan 10 µg/L

Larutan standar campuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) konsentrasi masing-masing logam 1, 10 dan 1 mg/L dibuat dengan mencampurkan 1 mL larutan induk Fe(III)

100 mg/L, 10 mL larutan induk Co(II) 100 mg/L dan 1 mL larutan induk Cr(III) 100 mg/L diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan akuabides sampai tanda batas. Selanjutnya dilakukan 1000 kali pengenceran larutan standar campuran sampai didapatkan larutan standar campuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) dengan konsentrasi masing-masing 10, 50 dan 10 µg/L.

#### **Penentuan Optimasi Pengukuran a. Pengaruh Variasi Konsentrasi Kalkon**

Kedalam vessel voltammeter, dimasukkan 10 mL campuran larutan standar Fe(III), Co(II) dan Cr(III) konsentrasi masing-masing 10, 50 dan 10 µg/L, ditambahkan 0,2 mL KCl 0,1M, pH diatur menjadi 7, kemudian ditambahkan kalkon sebagai pengompleks dengan variasi konsentrasi 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; dan 0,9 mM. Dilakukan pengukuran pada waktu akumulasi 50 detik dengan potensial akumulasi -0,7 V. Setelah pengukuran selesai, didapatkan data berupa nilai arus puncak yang dihasilkan. Dialurkan kurva antara masing-masing konsentrasi kalkon versus arus puncak untuk menentukan konsentrasi optimum dari kalkon.

#### **b. Pengaruh Variasi pH Larutan**

Kedalam vessel voltammeter, dimasukkan 10 mL larutan standar campuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) konsentrasi masing-masing 10, 50 dan 10 µg/L, ditambahkan 10 mL KCl 0,1 M, diatur pH dari 3 sampai 10 dengan penambahan CH<sub>3</sub>COOH dan NH<sub>4</sub>OH, kemudian ditambahkan 0,2 mL kalkon 0,6 mM. Dilakukan pengukuran pada waktu akumulasi 50 detik dengan potensial akumulasi -0,7 V. Setelah pengukuran selesai, didapatkan data berupa nilai arus puncak yang dihasilkan. Dialurkan kurva antara pH larutan versus arus puncak untuk menentukan pH larutan optimum pengukuran.

#### **c. Pengaruh Variasi Waktu Akumulasi**

Kedalam vessel voltammeter, dimasukkan 10 mL larutan standar campuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) konsentrasi masing-

masing 10, 100 dan 10 µg/L, ditambahkan 0,2 mL KCl 0,1 M, pH diatur menjadi 7, kemudian ditambahkan 0,2 mL bufer pH 7 dan 0,2 mL kalkon 0,6 mM. Dilakukan pengukuran dengan variasi waktu akumulasi 10 s.d 100 detik dan potensial akumulasi -0,7 V. Setelah pengukuran selesai, didapatkan data berupa nilai arus puncak yang dihasilkan. Dialurkan kurva antara waktu akumulasi versus arus puncak untuk menentukan waktu akumulasi optimum pengukuran.

#### **d. Pengaruh Variasi Potensial Akumulasi**

Diambil 10 mL campuran larutan standar campuran dari Fe(III), Co(II) dan Cr(III) konsentrasi masing-masing 10, 100 dan 10 µg/L, kemudian dimasukkan ke dalam vessel. Ditambahkan 0,2 mL KCl 0,1 M. Diatur pH larutan menjadi 7 dan ditambahkan 0,2 mL kalkon 0,6 mM dan 0,2 mL bufer pH 7. Selanjutnya dilakukan pengukuran dengan rentang potensial -0,2 sampai -0,7 V dengan waktu akumulasi 60 detik. Dialurkan kurva antara potensial akumulasi versus arus puncak. Untuk menentukan potensial akumulasi optimumnya.

#### **Pengukuran Sampel**

Sebanyak 10 mL larutan sampel dimasukkan kedalam vessel voltammeter dan diatur pH larutan menjadi pH 7, lalu ditambahkan 0,2 mL KCl 0,1 M. Ditambahkan 0,2 mL kalkon 0,6 mM dan 0,2 mL bufer pH 7. Dan dilakukan pengukuran dengan menggunakan metode standar adisi untuk mendapatkan konsentrasi Fe(III), Co(II) dan Cr(III) dalam sampel.

#### **Penentuan Standar Deviasi Relatif**

Dimasukkan 10 mL larutan standar campuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) konsentrasi masing-masing 10, 100 dan 10 µg/L ke dalam vessel voltammeter dan ditambahkan 0,2 mL KCl 0,1 M, kemudian dilakukan pengukuran sampel dengan menggunakan pH, konsentrasi kalkon, potensial, waktu akumulasi optimum dan potensial scan dari 0,015 V sampai -1,4 V dengan pengulangan sebanyak 10 kali.

Selanjutnya ditentukan nilai standar deviasi relatif dengan menggunakan rumus:

$$\text{SDR} = \frac{S}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Keterangan: S = Standar deviasi/  
simpangan baku  
 $\bar{x}$  = nilai rata-rata

### Penentuan Perolehan Kembali

Penentuan perolehan kembali dilakukan dengan menggunakan sampel yang diadisi dengan larutan standar dengan konsentrasi tertentu. Sebanyak 100 mL larutan sampel air dicampurkan 1 mL larutan standar campuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) dengan 3 variasi konsentrasi, yaitu: 1 mg/L, 2 mg/L dan 3 mg/L. Selanjutnya dari campuran tersebut dipipet 10 mL larutan dan dilakukan pengukuran dengan menggunakan kondisi optimum pengukuran yang telah didapatkan sebelumnya serta adisi standar. Persen perolehan kembali diperoleh dari perbandingan konsentrasi sampel yang diadisi dengan sejumlah konsentrasi standar dan sampel.

$$\% \text{ Perolehan Kembali} = B / (A+C) \times 100 \%$$

Keterangan:

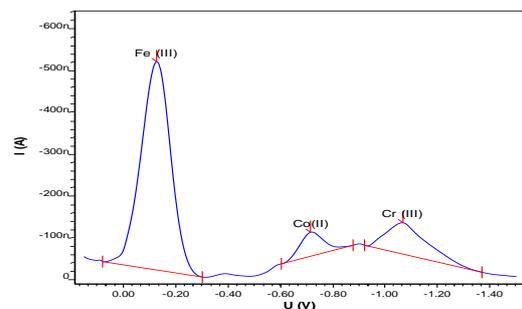
B = Konsentrasi sampel+standar yang terukur

A = Konsentrasi sampel yang diperoleh dari pengukuran sebelumnya

C = Konsentrasi standar ditambahkan.

## III. Hasil dan Pembahasan

### 3.1. Kondisi Optimum Pengukuran

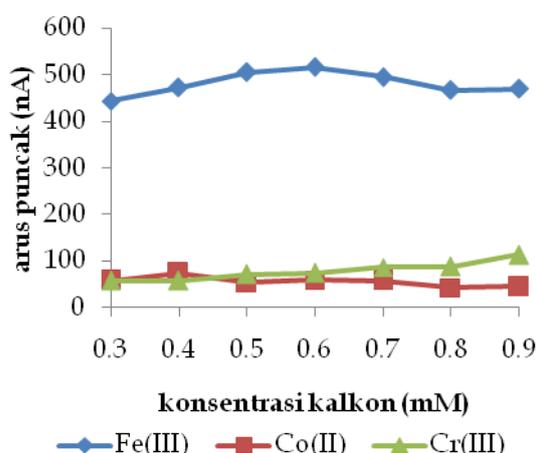


**Gambar 2.** Voltammogram untuk Fe(III), Co(II) dan Cr(III) dalam bufer amonia (pH 6) setelah waktu akumulasi 50 detik dan potensial akumulasi -0,7 V, serta dengan konsentrasi kalkon 0,5 mM. Dengan konsentrasi Fe(III), Co(II) dan Cr(III) adalah masing-masing 10, 50 dan 10 µg/L dan KCl 0,1 M sebagai elektrolit pendukung

Gambar diatas memperlihatkan arus puncak Fe(III), Co(II) dan Cr(III) dimana masing-masingnya berada pada  $E_{1/2}$  yang berbeda-beda. Untuk Fe(III) terletak pada arus puncak -0,1 V, untuk logam Co(II) terletak pada arus puncak -0,75 V dan logam Cr(III) terletak pada arus puncak -1,0 V. Dari voltammogram di atas dapat disimpulkan bahwa pengukuran Fe(III), Co(II) dan Cr(III) secara simultan dengan AdSV layak dilakukan, karena dalam voltammogram tersebut tampak bahwa ketiga logam dapat diukur berdasarkan voltammogram yang terpisah untuk masing-masing logam. Oleh sebab itu dilakukanlah pengujian lebih lanjut untuk penentuan Fe(III), Co(II) dan Cr(III) secara simultan dengan menggunakan AdSV sebagai metode uji.

#### 3.1.1. Variasi Konsentrasi Kalkon

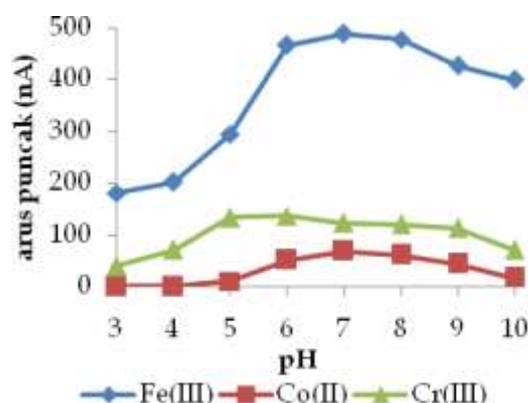
Adapun dalam penelitian ini digunakan kalkon sebagai pengompleks untuk ketiga logam secara simultan. Pengaruh dari konsentrasi kalkon diujikan pada konsentrasi 0,3 - 0,9 mM dalam larutan Fe(III), Co(II) dan Cr(III) dengan konsentrasi masing-masing 10, 50 dan 10 µg/L dan KCl 0,1 M sebagai larutan elektrolit pendukung. Dari data yang didapat dilihat data yang menunjukkan arus puncak yang baik dari segi tinggi puncak maupun bentuk puncak.



**Gambar 3.** Kurva antara konsentrasi kalkon (mM) vs arus puncak (nA), pada konsentrasi Fe(III), Co(II), Cr(III) adalah masing-masing 10, 50 dan 10  $\mu\text{g/L}$ , dengan pH 6, potensial akumulasi -0,7 V, waktu akumulasi 50 detik dan KCl 0,1 M sebagai elektrolit pendukung

Dari kurva antara konsentrasi kalkon vs arus puncak diketahui bahwa untuk Fe(III) didapatkan konsentrasi 0,6 mM merupakan konsentrasi kalkon yang maksimum dalam pengukuran, sedangkan untuk Co(II) didapatkan bahwa konsentrasi kalkon maksimum adalah 0,4 mM. Dan untuk Cr(III) diketahui bahwa semakin besar konsentrasi kalkon maka arus puncak semakin tinggi. Pada konsentrasi kalkon 0,4 mM arus puncak Co(II) menunjukkan arus puncak yang maksimum, namun untuk Fe(III) dan Cr(III) menunjukkan arus puncak yang relatif masih rendah. Sedangkan pada konsentrasi kalkon 0,6 mM menunjukkan arus puncak untuk Co(II) dan Cr(III) yang tidak begitu rendah dibandingkan arus puncak dalam variasi konsentrasi kalkon pada pengukuran. Oleh sebab itu diputuskan untuk menggunakan kalkon konsentrasi 0,6 mM sebagai konsentrasi kalkon optimum pada pengukuran. Adapun terjadinya penurunan nilai arus puncak sesudah arus puncak yang maksimum karena terhambatnya adsorpsi ligan akibat kompetisi ligan bebas.<sup>8,9</sup> Dengan bertambahnya konsentrasi ligan membuat berkurangnya adsorpsi kompleks logam.<sup>9</sup>

### 3.1.2. Variasi pH

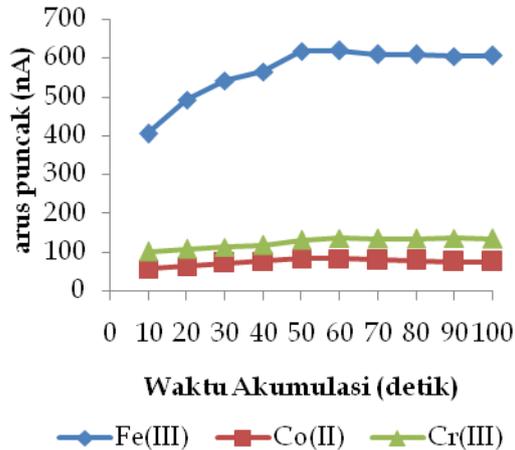


**Gambar 4.** Kurva antara pH vs arus puncak (nA), pada konsentrasi Fe(III), Co(II) dan Cr(III) adalah masing-masing 10, 50 dan 10  $\mu\text{g/L}$ , dengan konsentrasi kalkon 0,6 mM, potensial akumulasi -0,7 V, waktu akumulasi 50 detik dan KCl 0,1 M sebagai elektrolit pendukung

pH larutan sangat berpengaruh pada pengukuran voltametri stripping adsorptif ini, hal ini dapat dibuktikan dari kurva diatas. Dapat dilihat bahwa pada pH larutan berbeda akan memberikan nilai arus puncak berbeda. Pada pengukuran kondisi optimum pH larutan ini diujikan dari pH 3 sampai pH 10. Dari data yang didapat diketahui bahwa pH 7 menunjukkan pH yang maksimum untuk Fe(III) dan Co(II), sedangkan untuk Cr(III) arus puncak maksimum terlihat pada pH 6. Dari data tersebut selanjutnya ditentukan nilai pH larutan yang optimum dalam pengukuran ketiga logam secara simultan. pH 7 dipilih karena pada pH tersebut memperlihatkan nilai yang baik untuk Fe(III) dan Co(II), namun menunjukkan nilai arus puncak yang tidak begitu rendah untuk Cr(III) jika dibandingkan dengan arus puncak pada pH 6. Terjadinya penurunan arus puncak setelah pH 7, dapat dihubungkan dengan adanya ion  $\text{OH}^-$  mengganggu pembentukan kompleks logam dengan kalkon karena logam cenderung membentuk hidroksida.<sup>10</sup>

### 3.1.3. Variasi Waktu Akumulasi

Waktu akumulasi merupakan waktu yang dibutuhkan dalam proses akumulasi kompleks pada elektroda kerja, dengan kata lain berkaitan dengan tahap pre-konsentrasi.



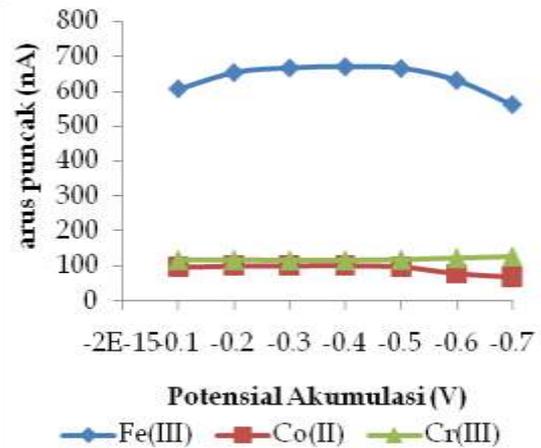
**Gambar 5.** Kurva antara waktu akumulasi (detik) vs arus puncak (nA), pada konsentrasi Fe(III), Co(II) dan Cr(III) adalah masing-masing 10, 100 dan 10  $\mu\text{g/L}$ , dengan konsentrasi kalkon 0,6 mM, pH 7, potensial akumulasi -0,7 V dan KCl 0,1 M sebagai elektrolit pendukung

Waktu akumulasi diukur pada pengukuran ini diperiksa dengan variasi 10 detik sampai 100 detik. Dari data yang didapat berdasarkan kurva yaitu pada waktu akumulasi 60 detik, logam Fe(III) dan Cr(III) menunjukkan nilai arus puncak yang maksimum, namun untuk logam Co(II) menunjukkan arus yang maksimum pada waktu akumulasi 50 detik. Waktu akumulasi 60 detik dijadikan sebagai waktu akumulasi optimum pada pengukuran karena pada waktu tersebut nilai arus puncak untuk Co(II) tidak begitu signifikan perbedaannya dibandingkan dengan nilai arus puncak maksimumnya.

Pada waktu akumulasi sebelum 60 detik tidak didapatkan puncak yang maksimum karena pada waktu itu kompleks yang teradsorpsi pada elektroda kerja belum maksimum atau dengan kata lain tahap akumulasi pada permukaan elektroda kerja

belum maksimum. Adanya penurunan arus puncak pada waktu akumulasi lebih dari 60 detik terjadi karena dengan waktu akumulasi yang lebih lama akan membuat jenuh elektroda kerja.<sup>10</sup>

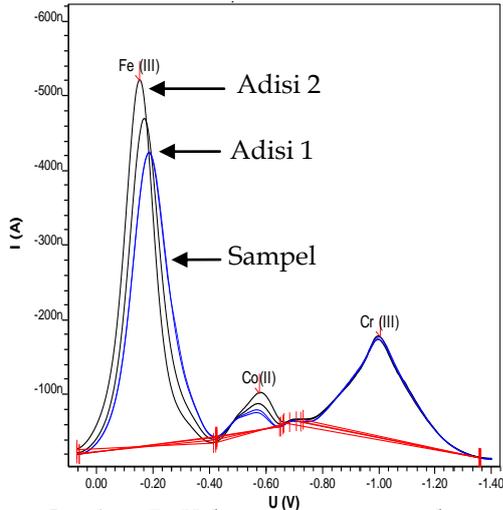
### 3.1.4. Variasi Potensial Akumulasi



**Gambar 6.** Kurva potensial akumulasi (V) vs arus puncak (nA), pada konsentrasi Fe(III), Co(II) dan Cr(III) adalah masing-masing 10, 100 dan 10  $\mu\text{g/L}$ , dengan konsentrasi kalkon 0,6 mM, pH 7, waktu akumulasi 60 detik dan KCl 0,1 M sebagai elektrolit pendukung

Dari data pengukuran secara voltametri stripping adsorptif yang diplotkan ke kurva didapatkan bahwa pada potensial akumulasi -0,4 V menunjukkan arus puncak maksimum untuk logam Fe(III) dan Co(II). Sedangkan untuk Cr(III) didapatkan arus puncak yang relatif stabil pada potensial -0,1 sampai -0,5 V dengan rentang nilai arus puncak yang kecil. Oleh sebab itu nilai potensial akumulasi -0,4 V dijadikan sebagai potensial akumulasi optimum pada pengukuran. Nilai arus puncak yang menurun pada nilai potensial akumulasi dibawah -0,4 V dapat diakibatkan karena terjadi reduksi kompleks pada saat akumulasi berlangsung.<sup>3</sup>

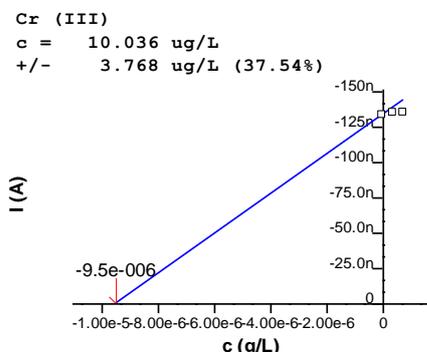
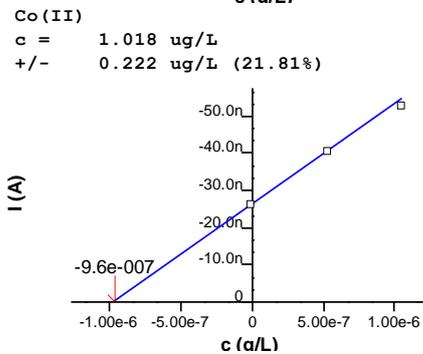
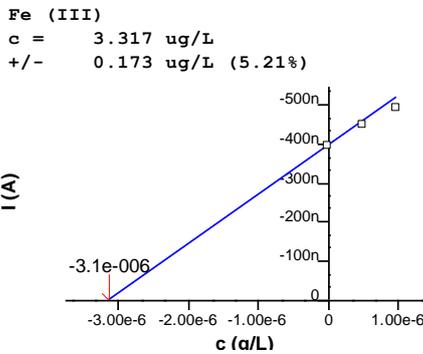
### 3.2. Pengukuran Sampel



**Gambar 7.** Voltammogram sampel air sumur yang telah direaksikan dengan kalkan konsentrasi 0,6 mM, pH 7 (bufer amonia), waktu akumulasi 60 detik, potensial akumulasi -0,4 V dan KCl 0,1 M sebagai elektrolit pendukung

**Gambar 8.** Kurva adisi sampel air sumur

Penentuan konsentrasi logam Fe(III), Co(II) dan Cr(III) dilakukan dengan menggunakan kondisi optimum yang telah didapat sebelumnya. Pada penelitian ini ada tiga sampel yang diaplikasikan dengan menggunakan kondisi optimum ini, yaitu sampel air payau di kawasan Teluk Kabung, sampel air laut Bungus dan sampel air sumur di Kelurahan Cengkeh, Kecamatan Lubuk Begalung, Padang.



**Tabel 1.** Tabel Hasil Pengukuran pada Sampel Air

Sampel	Konsentrasi Logam ( $\mu\text{g/L}$ )		
	Fe(III)	Co(II)	Cr(III)
Air Payau kawasan Teluk Kabung	5057	329	687
Air Laut Bungus	27	144	311
Air Sumur Kel. Cengkeh	3	1	10

Berdasarkan data pada tabel diatas diketahui bahwa ketiga sampel air mengandung ketiga logam yang diperiksa dan yang paling memiliki kandungan terbesar ketiga logam adalah air payau kawasan Teluk Kabung, yaitu Fe(III) sebesar 5057  $\mu\text{g/L}$ , Co(II) sebesar 329  $\mu\text{g/L}$  dan Cr(III) sebesar 687  $\mu\text{g/L}$ . Hal ini mungkin karena lokasi pengambilan air terletak dekat dengan Pertamina Teluk Kabung dan sampel air relatif keruh.

### 3.3. Penentuan Standar Deviasi Relatif

Dalam penelitian ini dilakukan penentuan standar deviasi relatif (SDR) yang menunjukkan ketelitian dari metode yang diperiksa. Adapun penentuan standar deviasi relatif yang dilakukan dalam penelitian ini dengan melakukan pengulangan pengukuran sebanyak 10 kali pengulangan dan dari data tersebut dapat dihitung standar deviasi relatifnya. Untuk penentuan standar deviasi relatif ini digunakan larutan standar campuran ketiga logam dengan perbandingan konsentrasi Fe(III), Co(II), Cr(III) adalah masing-masing 10, 100 dan 10 µg/L.

Dari data standar deviasi relatif diatas, ketiga logam menunjukkan nilai yang relatif rendah yaitu Fe(III) sebesar 0,39 %, Co(II) sebesar 1,97 % dan Cr(III) sebesar 1,95 %. Nilai standar deviasi relatif yang rendah menunjukkan ketelitian yang tinggi.

#### 3.4. Penentuan Perolehan Kembali

Penentuan nilai perolehan kembali sangatlah penting dalam penelitian ini karena nilai ini berkaitan dengan ketepatan dari metode pengukuran yang digunakan. Untuk mengetahui nilai perolehan kembali ini dilakukan adisi sampel yang telah diketahui konsentrasinya, adisi yang dilakukan untuk tiga kali pengukuran dengan standar adisi yang berbeda-beda konsentrasinya, yang dapat dilihat pada Tabel 4.3. Standar adisi yang digunakan yaitu standar adisi campuran dari tiga logam yang diperiksa. Dan sampel air yang digunakan yaitu sampel air sumur di Kelurahan Cengkeh, Padang.

**Tabel 2.** Tabel hasil pengukuran standar deviasi relatif

Ulangan	Arus Puncak Logam (-nA)		
	Fe(III)	Co(II)	Cr(III)
1	672,405	103,290	127,575
2	667,530	106,590	128,475
3	670,390	106,075	130,980
4	666,765	104,350	130,185
5	666,225	103,635	130,685
6	666,705	102,870	130,535
7	667,950	103,390	131,365
8	663,655	101,455	134,905
9	666,485	101,035	135,085
10	664,680	100,340	134,100
Rata-rata	667,279	103,303	131,389
SD	2,553661	2,033834	2,565857
SDR	0,39 %	1,97 %	1,95 %

**Tabel 3.** Tabel hasil pengukuran perolehan kembali menggunakan air sumur sebagai sampel

Logam	Data Pengukuran			% R
	A (µg/L)	B (µg/L)	C (µg/L)	
Fe(III)	3,317	13,808	9,9	104,47
	3,317	22,378	19,8	96,80
	3,317	28,505	29,7	86,33
Rata-rata				95,87
Co(II)	1,018	10,963	9,9	100,41
	1,018	20,916	19,8	100,47
	1,018	30,509	29,7	99,32
Rata-rata				100,07
Cr(III)	10,036	19,039	9,9	95,50
	10,036	24,390	19,8	81,75
	10,036	40,974	29,7	103,11
Rata-rata				93,45

Dari tabel diatas dapat dilihat persen perolehan kembali untuk ketiga logam, yaitu: Fe(III) sebesar 95,87 %, Co(II) sebesar 100,07 % dan Cr(III) sebesar 93,45 %. Nilai perolehan kembali yang didapat dari pengukuran ini sudah cukup baik karena menurut metode AOAC tahun 1998, nilai perolehan kembali yang baik adalah berkisar antara 80-110 %.

#### IV. Kesimpulan

Kondisi optimum yang digunakan untuk penentuan logam berat Fe(III), Co(II) dan Cr(III) secara simultan dengan AdSV yaitu: konsentrasi kalkon 0,6 mM, pH 7, waktu akumulasi 60 detik dan potensial akumulasi sebesar -0,4 V. Data SDR yang didapat: 0,39 % untuk Fe(III), 1,97 % untuk Co(II) dan 1,95 % untuk Cr(III). Adapun nilai perolehan kembali, didapatkan 95,87 % untuk Fe(III), 100,07 % untuk Co(II) dan 93,45 % untuk Cr(III).

Data pengukuran sampel yaitu air payau didapatkan 5057 µg/L untuk Fe(III), 329 µg/L untuk Co(II) dan 687 µg/L untuk Cr(III). Untuk air laut didapatkan 27 µg/L untuk Fe(III), 144 µg/L untuk Co(II) dan 311 µg/L untuk Cr(III). Dan air sumur, didapatkan 3 µg/L untuk Fe(III), 1 µg/L untuk Co(II) dan 10 µg/L untuk Cr(III).

#### V. Ucapan terima kasih

Dengan selesainya penelitian ini penulis mengucapkan terima kasih kepada analis laboratorium analisis terapan.

#### Referensi

1. Deevey, E. S., 1970, Mineral Cycles. In The Biosphere. A Scientific American Book, 83-85.
2. Sudarwin, 2008, Analisis Khusus Pencemaran Logam Berat (Pb dan Cd) Pada Sedimen Aliran Sungai Dari Tempat Pembuangan Akhir (TPA) Sampah Jatibarang Semarang, Tesis, Program Pasca Sarjana, Universitas Diponegoro, Semarang

3. Deswati, Suyani, H., and Safni, 2012, The Method Of The Development Of Analysis Cd, Cu, Pb And Zn In Sea Water By Adsorptive Striping Voltammetry (AdSV) In The Presence Of Calcon As Complexing Agent. *Indo. J. Chem.* 20(1), 20-27.
4. Deswati, Suyani, H., Imelda, and Yulia, 2009, Studi Optimasi Penentuan Cr(VI) Dalam Air Laut Secara Voltametri Striping Adsorptif. *J. Ris. Kim.*, 22-30.
5. Richard, J. C., Martin, J. B., and Milton, T., 2005, Analytical Technique For Trace Element Analysis: an Overview. *Trend in Anal. Chem.*, 24, 266 - 274.
6. Hasanah, M., 2012, Development Of Striping Voltammetric Method For Uric Acid Analysis Through Electrode Coating With Molecular Imprinting POLYMER, Tesis
7. Wang, J., 2000, *Analytical Electrochemistry*, 81-110.
8. Gholivand, M. B., Sohrabi, A., and Abbasi, S., 2007, Determination of Copper by Adsorptive Stripping Voltammetry in Presence of Calcein Blue, *Electroanalysis*, 1609-1615
9. Abbasi S., Khani H., and Sahraei R., 2012, A Highly Sensitive Adsorptive Stripping Voltammetric Methods for Determination of Lead and Vanadium in Foodstuffs, *Food Anal. Methods*, 272-278
10. Deswati, Suyani, H., Loekman, U., and Pardi, H., 2013, Optimasi Penentuan Besi, Kobal dan Nikel dalam Air Laut secara Voltametri Striping Adsorptif (AdSV), *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 187-192.

# ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID DARI EKSTRAK ETIL ASETAT PADA DAUN TANAMAN MURBEI (*MORUS ALBA* L) SEBAGAI ANTIBAKTERI

Gustia Ningsih, Hasnirwan, Djaswir Darwis

Laboratorium Kimia Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: [hasnirwan\\_1953@yahoo.com](mailto:hasnirwan_1953@yahoo.com)

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

## Abstract

Secondary metabolites of triterpenoid compound has been isolated from leaves Mulberry (*Morus alba* L). The powder of leaves extracted by maceration using hexane, ethyl acetate, and methanol solvent. Isolated compound has the shape of whiteamorphous, decomposed at 165-166 °C and test on TLC gave single spot with reddish brown colour in LB reagen and violet in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> reagen. Based on the UV spectra indicate the presence of double bonds in the isolated compounds at 202 nm and IR spectra showed functional group OH at 3422 cm<sup>-1</sup>, -CH at 2931 cm<sup>-1</sup>, C=C at 1637 cm<sup>-1</sup>, C-O at 1050 cm<sup>-1</sup>, and at 1384 cm<sup>-1</sup> is a spectrum of geminal dimethyl compounds that are characteristic triterpenoids which supports ultraviolet spectroscopic data. And antibacterial activity test showed that the isolated compounds active in inhibiting the growth of both gram-positive bacteria *Staphylococcus aureus* and gram-negative bacteria *Escherichia coli*.

**Keywords:** Mulberry (*Morus alba* L), Triterpenoid, Antibacterial

## I. Pendahuluan

Tanaman Murbei (*Morus alba* L) banyak digunakan sebagai tanaman obat antara lain yaitu meluruhkan kentut, peluruh keringat, peluruh kencing, mendinginkan darah, pereda demam, penerang penglihatan, penurun tekanan darah tinggi, mengatasi diabetes mellitus, memperbanyak air susu ibu, mengatasi gangguan pencernaan, kolesterol tinggi, sakit kulit, kaki gajah, sakit kepala, batuk, demam, dan malaria.<sup>3</sup>



**Gambar 1.** Daun Murbei dan Buahnya

### Taksonomi Tanaman Murbei

Divisio	:	Spermatophyta
Sub Divisio	:	Angiospermae
Classis	:	Dicotyledoneae
Ordo	:	Urticales
Famili	:	Moraceae
Genus	:	Morus
Species	:	Morus alba L

Aditya Rao S.J. et al. (2012) melaporkan adanya manfaat sebagai antibakteri dan antijamur pada ekstrak (petroleum eter, kloroform, dan metanol) daun murbei. Uji antibakteri dilakukan terhadap bakteri *Pseudomonas aeruginosa*, *Proteus vulgaris*, *Bacillus subtilis*, *Salmonella typhi*, dan *Shigella flexneri*. Uji antijamur dilakukan terhadap jamur *Candida albicans*, dan *Aspergillus niger*. Metode yang digunakan pada uji aktifitas

antibakteri dan antijamur tersebut adalah metode difusi.<sup>20</sup>

K.M Meselhy, et.all. (2012) melaporkan adanya senyawa 5, 5'-diprenyl-7, 3', 4'-trihydroxy flavanone, 5-prenyl-3, 7, 3', 4'-tetrahydroxy flavanonol, dan Quercetrin yang terkandung didalam ekstrak batang tanaman Murbei (*Morus alba* L).<sup>4</sup> Ines Thabti, et.all. (2012) melaporkan adanya senyawa cafeic acid, 5-caffeoylquinic acid, dan 1-caffeoylquinic acid yang terkandung pada ekstrak daun tanaman murbei.<sup>5</sup> Chuanguang QiN, et. all. (2010) melaporkan adanya senyawa cyanidin 3-O-rutinoside, cyanidin 3-O-glucoside, pelargonidin 3-O-glucoside, pelargonidin 3-O-rutinoside, cyanidin, and pelargonidin yang terkandung pada ekstrak buah tanaman murbei.<sup>10</sup>

Abuzer ali, et.all.(2013) melaporkan beberapa senyawa triterpenoid yang terkandung didalam ekstrak kulit batang tanaman murbei yaitu *α-Amyrin acetate*, *Moruslanosteryl acetate*, *β-Amyrin-β-D-glucopyranoside*, *Moruslupenoic acid*, *Moruslupenoic acid*, *Betulinic acid*.<sup>6</sup>

Bioaktivitas yang di uji terhadap ekstrak dan senyawa hasil isolasi berupa uji antibakteri yang terkait dengan kegunaan ekstrak daun Murbei (*Morus alba* L) sebagai obat mengatasi gangguan pencernaan 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. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan untuk pengerjaan isolasi adalah daun Murbei (*Morus alba* L), pelarut teknis yang telah didistilasi yaitu heksan (Merck), etil asetat

(Merck) dan metanol (Merck). Adsorben yang digunakan pada kromatografi kolom yaitu silika gel 60 F<sub>254</sub> (Merck), untuk analisa kromatografi lapis tipis (KLT) digunakan plat jadi yaitu DC-Alufolien Kieselgel 60 F<sub>254</sub> Merck (20x20 cm), kertas saring dan aluminium foil. Bahan yang digunakan untuk uji fitokimia yaitu pereaksi *Lieberman Burchad* yaitu asam asetat anhidrat (Merck) dan asam sulfat pekat (Merck) untuk identifikasi triterpenoid dan steroid, Sianidin test yaitu bubuk magnesium (Merck) dan asam klorida pekat (Merck) untuk identifikasi flavonoid, besi (III) klorida (Merck) untuk identifikasi fenolik, natrium hidroksida (Merck) untuk identifikasi kumarin dan akuades (Merck). 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.

Peralatan yang digunakan untuk proses isolasi dan pemurnian yaitu seperangkat alat distilasi, alat *rotary evaporator* (Heidolph Laborota 4000), oven, kolom kromatografi, neraca analitik, *chamber*, pipa kapiler, plat KLT, dan Lampu UV ( $\lambda$  254 dan 356 nm) sebagai pengungkap noda. Untuk mengukur titik leleh digunakan *Melting Point* (Stuart SMP10). Untuk proses karakterisasi dengan spektrum ultraviolet digunakan spektrofotometer ultraviolet visible (Shimadzu PharmaSpec UV-1700) dan spektrum IR dengan spektrofotometer inframerah (Thermo Scientific Nicolet iS10). Peralatan yang digunakan untuk uji antibakteri metode difusi cakram yaitu autoklaf, inkubator, *laminar air flow*, cawan petri, jarum ose, tabung reaksi, spiritus dan beberapa peralatan gelas yang umum digunakan.

### 2.2. Prosedur penelitian

Beberapa tahap yang dilakukan pada penelitian ini antara lain:

#### 1. Persiapan Sampel

Sampel daun murbei diambil di sekitar kota Bukittinggi pada bulan Januari 2014

sebanyak 3 Kg basah. Sampel basah daun murbei dikering anginkan untuk menghilangkan kadar air yang terdapat pada sampel basah tersebut, sehingga setelah kering didapatkan sampel sebanyak 1,6 kg yang akan digunakan untuk isolasi metabolit sekunder

## 2. Metode Ekstraksi

Metode ekstraksi yang digunakan adalah metode maserasi. Pelarut yang digunakan adalah heksana, etil asetat, dan metanol.

Ekstrak etil asetat dikromatografi kolom dengan menggunakan sistem SGP (*Step Gradien Polarity*) dengan pelarut yang digunakan adalah dari heksana 100% hingga metanol 100%. Hasil kromatografi kolom didapatkan sebanyak 679 vial.

Hasil kromatografi tersebut kemudian di monitoring pada plat Kromatografi Lapis Tipis (KLT) hingga didapatkan fraksi-fraksi yang lebih kecil. Fraksi yang terdapat endapan putih kemudian dimurnikan.

## 3. Karakterisasi

Senyawa hasil isolasi diuji secara kualitatif ada tidaknya senyawa triterpenoid yaitu dengan menggunakan pereaksi *Liebermann-Burchard* dan  $H_2SO_4$ . Selain itu juga dilakukan uji titik leleh senyawa hasil isolasi tersebut.

Karakterisasi senyawa murni hasil isolasi dilakukan dengan alat spektroskopi UV-Vis dan IR.

## 4 Uji Antibakteri Metode Difusi Cakram

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 kedalam ekstrak heksana, etil asetat, metanol dan senyawa hasil isolasi dengan konsentrasi dapat dilihat pada lampiran 6 dan diletakkan ke dalam cawan petri. 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. Hasil Uji Fitokimia

Uji pendahuluan yang dilakukan adalah penentuan kandungan metabolit sekunder atau uji profil fitokimia terhadap daun murbei. Hasil uji kandungan metabolit sekunder terhadap daun murbei dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Hasil uji kandungan metabolit sekunde terhadap daun murbei

No	Kandungan Kimia	Pereaksi	Hasil Uji
1	Alkaloid	Meyer	-
2	Fenolik	FeCl <sub>3</sub>	-
3	Flavonoid	Sianidin Test (HCl/bubuk Mg)	+
4	Kumarin	NaOH 1%	-
5	Triterpenoid	Liebermann-Burchard	+
6	Steroid	Liebermann-Burchard	+
7	Saponin	H <sub>2</sub> O	-

Keterangan : (+) = Ada

(-) = Tidak ada

Uji kandungan metabolit sekunder dari daun murbei menunjukkan adanya senyawa Flavonoid, triterpenoid, dan steroid.

### 3.2. Hasil Isolasi Senyawa Metabolit Sekunder

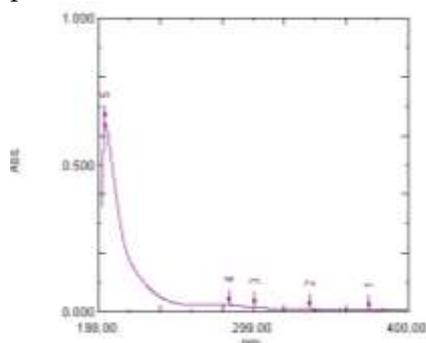
Hasil maserasi dan pemekatan dari daun murbei didapatkan ekstrak heksana sebanyak 34,927 g, ekstrak etil asetat sebanyak 36,399 g dan ekstrak metanol sebanyak 5,096 g.

Ekstrak etil asetat kemudian dikromatografi kolom menggunakan sistem SGP. Hasil kromatografi didapatkan sebanyak 679 vial. Hasil tersebut dimonitoring pada plat KLT sehingga didapatkan fraksi yang lebih sedikit yaitu sebanyak 28 fraksi. Fraksi yang selanjutnya dipilih untuk dilakukan pemurnian adalah fraksi S karena pada fraksi tersebut terdapat endapan putih. Selanjutnya fraksi S dimurnikan.

Senyawa hasil isolasi tersebut kemudian di cek kemurniannya dengan menggunakan plat KLT dengan menggunakan berbagai perbandingan pelarut. Noda diungkap dengan pereaksi LB dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Didapatkan noda tunggal berwarna coklat kemerahan dengan pereaksi LB dan Ungu dengan pereaksi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### 3.3. Karakterisasi Senyawa Hasil Isolasi

Hasil Uji titik leleh senyawa hasil isolasi adalah didapatkan titik leleh nya yaitu 165-166°C. Kristal hasil isolasi dikarakterisasi menggunakan spektrometer *Ultraviolet* (UV-1700 series). Spektrum UV yang dihasilkan memberikan panjang gelombang maksimal pada 202 nm. Spektrum UV dapat terlihat pada Gambar 1.

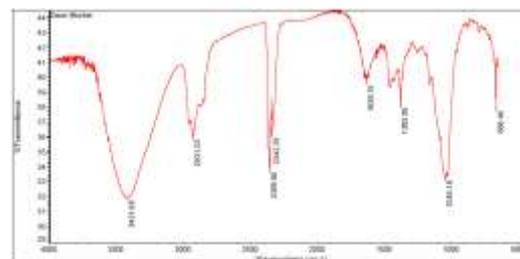


**Gambar 1.** Spektrum UV senyawa hasil isolasi

Spektrum UV diatas menunjukkan adanya serapan maksimum pada  $\lambda_{max} = 202$  nm. Serapan maksimum pada spektrum UV tersebut menandakan adanya eksitasi elektron dari  $\pi$  ke  $\pi^*$ . Eksitasi elektron ini menandakan adanya ikatan rangkap pada senyawa. Pada serapan ini juga terlihat bahwa pada senyawa hasil isolasi tidak ada ikatan rangkap berkonjugasi walaupun memiliki ikatan rangkap.<sup>15</sup>

Karakterisasi senyawa hasil isolasi dengan spektroskopi FTIR memperlihatkan beberapa serapan penting pada angka gelombang 3421,98 cm<sup>-1</sup> , 2931,33 cm<sup>-1</sup> , 2559,90 cm<sup>-1</sup> , 2342,35 cm<sup>-1</sup> , 1636,75 cm<sup>-1</sup> , 1383,95 cm<sup>-1</sup> , 1050,18 cm<sup>-1</sup> , dan 668,46 cm<sup>-1</sup>. Spektrum IR tersebut menunjukkan pita serapan yang melebar pada bilangan

gelombang 3421 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya gugus hidroksil, pita serapan pada bilangan gelombang 2931 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya serapan dari C-H alifatik, pita serapan pada bilangan gelombang 1636 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya serapan dari C=C, pita serapan pada 1050,18 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya serapan C-O *stretching*, dan pada bilangan gelombang 1384 cm<sup>-1</sup> merupakan serapan dari geminal dimetil yang merupakan ciri khas senyawa triterpenoid yang mendukung data spektroskopi ultra violet.<sup>15</sup> Hasil karakterisasi dengan spektroskopi IR dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Spektrum IR senyawa hasil

Berdasarkan informasi yang diperoleh dari spektrum IR, dapat diindikasikan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa golongan triterpenoid.

### 3.4. Uji Antibakteri

Uji aktivitas antibakteri dilakukan terhadap ekstrak heksana, etil asetat, metanol dan senyawa hasil isolasi menggunakan metoda difusi cakram yang diuji terhadap bakteri gram positif *Staphylococcus aureus* dan bakteri gram negatif *Escherichia coli*. Hasil uji aktivitas antibakteri ekstrak heksana, etil asetat, metanol dan senyawa hasil isolasi tersebut dapat dilihat pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Hasil uji aktivitas antibakteri ekstrak heksana, etil asetat, metanol dan senyawa hasil isolasi terhadap bakteri gram positif *Staphylococcus aureus*

No	Bakteri Uji	Sampel Uji	Diameter Zona Bening (mm)
1	<i>Staphylococcus aureus</i>	Ekstrak Heksana (1140 mg/L)	0
		Ekstrak Etil Asetat (1080 mg/L)	6
		Ekstrak Metanol (1160 mg/L)	7
		Pelarut Heksana	0
		Pelarut Etil Asetat	6
		Pelarut Metanol	0
		Senyawa Isolasi (1000 mg/L)	7
		Amoxicillin (4734 mg/L)	6
2	<i>E.coli</i>	Ekstrak Heksana (1140 mg/L)	7
		Ekstrak Etil Asetat (1080 mg/L)	6
		Ekstrak Metanol (1160 mg/L)	6
		Pelarut Heksana	0
		Pelarut Etil Asetat	0
		Pelarut Metanol	0
		Senyawa Isolasi (1000 mg/L)	6
		Amoxicillin (4734 mg/L)	7

Berdasarkan diameter zona bening yang ditunjukkan pada Tabel diatas dapat dikatakan bahwa ekstrak heksana tidak aktif terhadap bakteri *Staphylococcus aureus*, ekstrak etil asetat aktif terhadap bakteri namun dilihat pada kontrol negatifnya yaitu pelarut etil asetat menunjukkan keaktifan yang sama dengan ekstrak etil asetat tersebut maka dapat disimpulkan bahwa pelarut etil asetat yang aktif terhadap bakteri uji *Staphylococcus aureus*, ekstrak metanol dan senyawa hasil isolasi aktif terhadap

bakteri uji *Staphylococcus aureus*. Jika dibandingkan ukuran diameter zona bening senyawa hasil isolasi dengan Amoxicillin maka dapat dikatakan senyawa hasil isolasi lebih baik menghambat pertumbuhan bakteri *Staphylococcus aureus*. Dan terhadap bakteri gram negatif *E. coli* menunjukkan bahwa ekstrak heksana, etil asetat, metanol, dan senyawa hasil isolasi aktif terhadap bakteri tersebut

#### IV. Kesimpulan

Senyawa hasil isolasi diperoleh dari ekstrak etil asetat daun Murbei (*Morus alba L*) berupa padatan berwarna putih kekuningan yang meleleh pada suhu 165°C. Senyawa hasil isolasi berupa senyawa golongan triterpenoid. Berdasarkan data spektroskopi UV menunjukkan adanya ikatan rangkap pada senyawa dan spektroskopi IR menunjukkan adanya gugus yang merupakan ciri khas dari senyawa triterpenoid yaitu gugus germinal dimetil. Hasil uji anti bakteri menunjukkan bahwa ekstrak heksana, ekstrak metanol dan senyawa hasil isolasi aktif terhadap bakteri gram positif *Staphylococcus aureus*, dan bakteri gram negatif *Escherichia coli*. Sedangkan ekstrak etil asetat hanya aktif terhadap bakteri gram negatif *Escherichia coli*.

#### V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada analis Laboratorium Pengukuran dan Kimia Organik Bahan Alam

#### Referensi

1. Achmad, S. A., Halum, E. H., Juliawaty, L. D., Makmur, L, dan Syah, Y. M., 2006, Hakekat Perkembangan Kimia Organik Bahan Alam dari Traditional Ke Modern dan Contoh Terkait dengan Tumbuhan, *Akta Kimindo* 1 (2), 35-66.
2. Widiyati, E., 2006, Penentuan Adanya Senyawa Triterpenoid Dan Uji Aktivitas Biologis Pada Beberapa Spesies Tanaman Obat Tradisional

- Masyarakat Pedesaan Bengkulu. *Jurnal Gradien* 2 (1).
3. Patandianan, A., **2010**, Petunjuk teknis budidaya tanaman murbei. *Departemen kehutanan balai persuteraan alam*.
  4. K.M Meselhy, Lamiaa N. H., Nahla F., **2012**, Novel Antisickling, Antioxidant and Cytotoxic Prenylated Flavonoids from the Bark of *Morus alba* L, *Misr International University, Egypt*.
  5. Thabti, I., **2012**, Identification and quantification of phenolic acids and flavonol glycosides in Tunisian *Morus* species by HPLC-DAD and HPLC-MS, *alInstitut des Re'gions Arides de Me'denine, Tunisia*.
  6. Ali, A., **2012**, New triterpenoids from *Morus alba* L. stem bark, *Department of Pharmacognosy and Phytochemistry, Faculty of Pharmacy, Jamia Hamdard, New Delhi 110062, India*.
  7. Yulistiani, D., Tanaman murbei sebagai sumber protein hijauan pakan domba dan kambing. *Balai peneliti ternak, Bogor 16001*.
  8. Nunuh, A., **2012**, Budidaya sutera alam. *Serikultur: Bandung*.
  9. Utomo, D., **2013**, Pembuatan serbuk effervescent Murbei (*Morus alba* L) dengan kajian konsentrasi Maltodikestrin dan suhu pengering. *Jurnal Teknologi pangan* 5 (1).
  10. Qin, C., Li Y., Niu, W., Ding, Y., Zhang, R., dan Shan,g X., **2010**, Analysis and Characterisation of Anthocyanins in Mulberry Fruit, *Journal Czech* Vol. 28.
  11. Djama,l R., **1985**, Fito kimia. Proyek peningkatan pengembangan perguruan tinggi Universitas Andalas.
  12. Soetan, K., Oyekunle, M., Aiyelaagbe, O., and Fafunso, M., **2006**, Evaluation of The Antimicrobial Activity of Saponins Extract of *Sorgum Bicolor* L, *Moench. African Journal of Biotechnology*.
  13. 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*.
  14. Rao, A., Ramesh, Mahmood, R., dan Prabhakar, **2012**, Anthelmintic And Antimicrobial Activities In Some Species Of Mulberry, *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*.
  15. Suhando, A. K. D. P., **2013**, Isolasi Triterpenoid Dan Uji Antioksidan Ekstrak Kulit Batang Sirsak (*Annona Muricata* Linn.). *Jurnal Kimia Unand*.
  16. Lee, S. H., **2002**, Mulberroside F Isolated from the Leaves of *Morus alba* Inhibits Melanin Biosynthesis, *Pharmaceutical Society of Japan*, 25 (8).
  17. Gupta, G., **2013**, Anxiolytic activity of Moralbosteroid, a steroidal glycoside isolated from *Morus alba*, *Phytopharmacology* 4 (2).
  18. Ferlinahayati, **2012**, Senyawa Morusin dari Tumbuhan Murbei Hitam (*Morus nigra*). *Jurnal Penelitian Sains*, 15 (2).
  19. Devi, B., **2013**, *Morus Alba* Linn: A Phytopharmacological Review, *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences* Vol. 5.
  20. Aditya, S. J., Ramesh, C. K., Mahmood, R., Prabhakar, B. T., **2012**, Anthelmintic and Antimicrobial Activities in some species of Mulberri, *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. Vol. 4.
  21. Melliawati, R., 2009, *Escherichia coli* dalam kehidupan manusia, *BioTrends*, Vol. 4.

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKRISTAL TEMBAGA DARI TERUSI DENGAN VARIASI REDUKTOR MELALUI METODA REDUKSI KIMIA

Muhaini, Syukri Arief, dan Syukri

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: *muhainiiii@gmail.com*

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### Abstract

Synthesis of copper metal with various of reductant using the chemical reduction method has been investigated. Bioreductor such as the extracts of guava leaves, gambir and sawdust have been employed in this research to transform copper sulphate into copper metal nanocrystalline and showed different result. Guava leaves extract affect the physical properties of copper nanocrystal due to its colour. *X-Ray Diffraction* analysis showed the product was Copper(II) Oxide particle with crystal size 46 nm. Using hydrazine as reductant gave different result compared to guava leaves extract. Copper sulphate 0,1 M, the product were Copper, Copper(II) Oxide and Copper(I) Oxide particles with crystal size respectively 36 nm, 24 nm and 42 nm. *Scanning Electron Microscope* analysis showed that particle obtained in this work was spongy with particle size less than 1  $\mu\text{m}$ .

**Keywords:** *Copper nanocrystal, bioreductor, hydrazine, chemical reduction*

### I. Pendahuluan

Nanoteknologi telah berkembang beberapa tahun belakangan pada berbagai cabang ilmu sains dan memberikan pengaruh yang kuat pada berbagai bentuk kehidupan. Konsep dari nanoteknologi pertama kali dimulai oleh Richard Feynman pada 1959.<sup>1</sup> Nanoteknologi merupakan suatu bidang sains yang berkaitan dengan produksi, manipulasi dan penggunaan material yang ukurannya nanometer. Nanopartikel telah memberikan banyak kemajuan yang signifikan dalam aplikasi yang luas seperti pada bidang bio-medis, sensor, antimikroba, katalis, elektronik, pertanian dan pada bidang lainnya.<sup>2</sup>

Nanopartikel tembaga dalam beberapa tahun belakangan ini telah menjadi perhatian para peneliti dikarenakan sifat

kimia dan sifat fisiknya yang menarik serta harga preparasinya yang murah. Nanopartikel tembaga telah diaplikasikan secara meluas sebagai material antimikroba, sensor dan katalis.<sup>3</sup> Tembaga merupakan salah satu logam yang memegang peranan penting dalam bidang elektronik karena sifat konduktivitasnya yang baik dan harga yang jauh lebih murah dibandingkan dengan logam Au, Ag dan Pt.<sup>4</sup> Hal yang menarik adalah sifat konduktivitas tembaga akan meningkat dengan semakin kecilnya ukuran atau dikenal dengan nanopartikel tembaga.<sup>5</sup> Nanopartikel tembaga telah disintesis dengan beberapa metoda yang berbeda seperti dekomposisi termal, mikroemulsi, solvothermal, reaksi sonokimia, dan reduksi garam logam.<sup>3,6</sup>

Diantara metoda-metoda tersebut, metoda reduksi merupakan metoda yang mudah

dan murah dengan skala yang luas karena terdapat banyak zat pereduksi yang dapat digunakan seperti hidrogen, alkohol, natrium borohidrida, hidrazin, natrium sitrat dan banyak lagi zat pereduksi lainnya. Beberapa peneliti telah melaporkan, sintesis nanopartikel tembaga digunakan reduktor kuat seperti natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ) dan hidrazin ( $\text{N}_2\text{H}_4$ ).<sup>7,8</sup> Namun pada penelitian kali ini kami melakukan variasi reduktor, mulai dari reduktor yang berasal dari alam (bioreduktor) hingga reduktor sintetik. Penggunaan bioreduktor seperti ekstrak daun jambu biji, ekstrak sebuk gergaji dan ekstrak gambir bertujuan untuk meminimalisir penggunaan zat-zat kimia yang memungkinkan adanya dampak negatif bagi kesehatan peneliti maupun lingkungan. Bahan alami diketahui memiliki keutamaan seperti tidak menghasilkan produk sampingan atau hanya menghasilkan produk samping ramah lingkungan yang mudah dipisahkan, dan dapat didapatkan dengan mudah serta harga yang relatif murah karena merupakan bahan alam.

Dalam sintesis nanopartikel tembaga ini akan dilakukan reduksi dari  $\text{Cu}^{2+}$  yang berasal dari bahan alam (terusi/ $\text{CuSO}_4$  terhidrat) sebagai prekursor. Dikarenakan potensial reduksi dari tembaga yang cukup baik, dengan adanya senyawa polifenol dari ekstrak daun jambu biji dan gambir serta selulosa dari ekstrak serbuk gergaji yang merupakan golongan senyawa poli-alkohol yang mudah mengalami oksidasi sehingga diharap mampu mereduksi ion  $\text{Cu}^{2+}$ . Selain dengan penggunaan bahan alam dalam sintesis nanopartikel tembaga, kelebihan dari penelitian ini tidak diperlukan gas inert sebagai pelindung. Namun, sebagai kontrol digunakan reduktor hidrazin yang diketahui merupakan reduktor yang cukup kuat.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan, Peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan antara lain : terusi, daun jambu biji, serbuk gergaji,

gambir, hidrazin 100% ( $\text{N}_2\text{H}_4\text{OH}$ ), akuades, alkohol absolute ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ).

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *X-Ray Diffraction Philips X'pert Powder*, *Scanning Electron Microscope Phenom Pro-x*, gelas piala, gelas ukur, pipet takar, timbangan, *magnetic stirrer*, dan desikator.

### 2.2. Prosedur penelitian

#### Ekstraksi Bioreduktor

Masing - masing sampel bioreduktor seperti daun jambu biji, serbuk gergaji dan gambir terlebih dahulu dikering anginkan lalu di gerinda sehingga didapatkan bioreduktor dalam bentuk serbuk agar ekstrak yang didapatkan lebih optimal.

Ekstraksi bioreduktor daun jambu biji, serbuk gergaji dan gambir dilakukan dengan merebus serbuk bioreduktor dengan menggunakan pelarut akuades. Serbuk bioreduktor dengan pelarut akuades dibuat dengan perbandingan 1:10, dimana masing-masing 10 gram serbuk bioreduktor direbus dalam 100 mL akuades selama 1 jam dengan suhu larutan  $80 \pm 3^\circ\text{C}$ . Selanjutnya setelah didinginkan, dilakukan penyaringan untuk mendapatkan ekstrak bioreduktor.

#### Sintesis Nanopartikel Tembaga

Larutan terusi 0,05 M dan 0,1 M dibuat dengan menimbang 1,2475 gram dan 2,495 gram terusi kemudian dilarutkan dalam 100 mL akuades. Larutan terusi tersebut ditambahkan dengan sejumlah reduktor. Untuk penggunaan bioreduktor digunakan perbandingan volume bioreduktor terhadap volume terusi adalah 1:2, jadi untuk 100 mL larutan terusi digunakan 50 mL larutan bioreduktor. Sedangkan untuk penggunaan reduktor hidrazin digunakan perbandingan mol terhadap terusi 1:10, untuk larutan terusi 0,1 M di pipet  $\text{N}_2\text{H}_4\text{OH}$  100% sebanyak 5 mL. Sebelumnya telah dilakukan juga perbandingan 1:2 dan 1:5 namun hasilnya tidak merujuk pada terbentuknya logam tembaga. Selanjutnya campuran tersebut distirrer selama 24 jam pada temperatur ruang dengan kecepatan 500

rpm. Hasil yang didapatkan disaring, kemudian dicuci sampai filtratnya jernih dan dikeringkan dalam desikator untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

### III. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1. Hasil Pengamatan Sintesis Nanokristal Tembaga

Berdasarkan beberapa literatur, terbentuknya nanokristal tembaga diindikasikan dengan terbentuknya warna coklat kemerahan sampai coklat pada campuran. Dari penelitian yang dilakukan hasil reduksi dengan hidrazin yang paling baik. Selama penelitian, diamati bahwa proses reduksi dengan menggunakan bioreduktor memberikan perubahan secara perlahan dan tidak menghasilkan panas, setelah sekitar 2 - 3 jam baru terbentuk partikel - partikel yang diasumsikan merupakan nanokristal tembaga. Sebaliknya saat ditambahkan reduktor hidrazin, campuran secara cepat bereaksi dan menghasilkan panas serta gelembung udara, pembentukan partikel yang diasumsikan nanokristal tembaga langsung terbentuk sesaat setelah ditambahkan hidrazin dan hanya dibutuhkan waktu sekitar 15 menit untuk terjadi perubahan warna dari coklat tua menuju coklat kemerahan.

Pemilihan bioreduktor berdasarkan adanya gugus -OH yang terikat pada atom C sekunder yang dapat mereduksi ion tembaga menjadi logam tembaga dan senyawa yang memiliki gugus -OH itu sendiri akan mengalami oksidasi. Diantara semua reduktor, ekstrak serbuk gergaji yang tidak memberikan indikasi terbentuknya nanokristal tembaga dengan terbentuknya endapan berwarna putih. Endapan putih tersebut diduga senyawa kompleks antara ion  $\text{Cu}^{2+}$  dengan selulosa dari ekstrak serbuk gergaji yang belum tereduksi, hal ini menandakan bahwa ekstrak serbuk gergaji belum mampu mereduksi terusi menjadi

nanokristal tembaga. Hal ini dapat terjadi karena molekul selulosa dari serbuk gergaji yang besar menjadi ligan dan terikat pada atom pusat Cu, dikarenakan molekulnya terlalu besar menyebabkan Cu tidak dapat lepas dari ligannya sehingga proses reduksi oksidasi tidak dapat terjadi.

Hasil yang berbeda ditunjukkan dengan penggunaan bioreduktor daun jambu biji. Bioreduktor daun jambu biji mampu mengkonversi Cu menjadi  $\text{CuO}$  yang menandakan bahwa bioreduktor jambu biji belum cukup kuat untuk mereduksi sampai Cu. Hal ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor seperti penggunaan bioreduktor yang diduga senyawa polifenol yang terkandung didalamnya tidak cukup berpotensi untuk melakukan reduksi pada terusi, selain itu penggunaan terusi sendiri yang merupakan bahan alam dan diketahui hanya mengandung 15 - 25% tembaga didalamnya sehingga memungkinkan proses reduksi tidak dapat berlangsung secara maksimal.

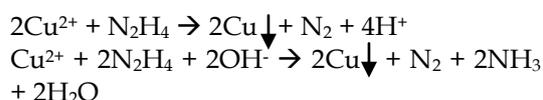
Reduktor hidrazin untuk terusi dengan konsentrasi 0,1 M memberikan 3 jenis produk sekaligus yaitu Cu,  $\text{Cu}_2\text{O}$  dan  $\text{CuO}$ . Seperti yang diketahui bahwa tembaga memiliki beberapa keadaan oksidasi yaitu  $\text{CuO}$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$  dan Cu dengan tahap sebagai berikut :



Perbandingan mol terusi terhadap mol hidrazin telah dilakukan dengan perbandingan 1:2 , 1:5 dan 1:10. Namun dikarenakan hasil yang didapatkan tidak merujuk pada terbentuknya logam tembaga, maka perbandingan 1:2 dan 1:5 tidak dilanjutkan untuk karakterisasi. Sesuai dengan literatur perbandingan mol terusi terhadap mol hidrazin yang paling baik adalah 1:10, ditandai dengan terbentuknya larutan berwarna coklat kemerahan.

Nanokristal tembaga mudah teroksidasi lagi menjadi  $\text{CuO}$  atau  $\text{Cu}_2\text{O}$  tanpa adanya lingkungan yang inert, namun keutamaan dari penggunaan hidrazin adalah dengan adanya hasil reaksi gas  $\text{N}_2$  dari hidrazin seperti yang ditunjukkan pada reaksi (1)

dan (2) sehingga tidak dibutuhkan lagi lingkungan yang inert.

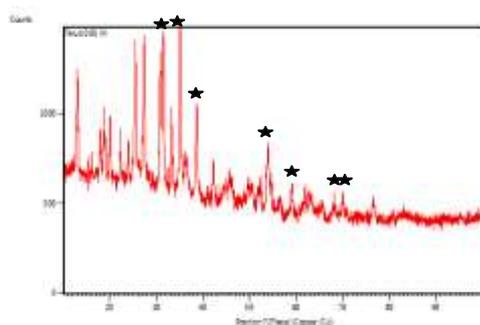


Pada saat menggunakan bioreduktor juga tanpa gas inert dikarenakan besarnya gugus polifenol dari masing-masing bioreduktor, seperti gugus katekin dan tannin sehingga diasumsikan dapat melindungi tembaga untuk teroksidasi kembali dengan adanya pengaruh efek sterik dan sekaligus dapat menahan ukuran pertumbuhan nanokristal.

### 3.2 Karakterisasi Senyawa

#### 3.2.1 Analisis dengan X-Ray Diffraction

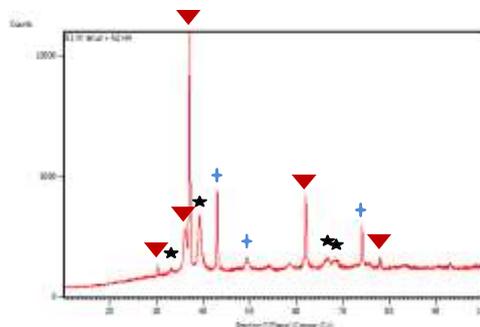
Analisis pola difraksi sinar-x dilakukan untuk mengetahui struktur dan ukuran partikel dari material kristalin. Gambar dibawah ini menunjukkan hasil pengukuran XRD dari partikel tembaga yang telah disintesis dengan menggunakan bioreduktor daun jambu biji. Dapat dilihat bahwa dengan penggunaan bioreduktor jambu biji, terusi hanya dapat dikonversi menjadi CuO ditandai dengan munculnya puncak pada  $2\theta$  : 33,19 (110) ; 35,11 (002) ; 38,6 (111) ; 53,83 (020) ; 59,09 (202) dan 67,78 (311) yang sesuai dengan pola puncak dari CuO standar ICSD No.26715 dengan ukuran kristal 46 nm dan struktur kristal monoklinik.



**Gambar 3.1** Analisis XRD untuk sampel terusi 0,05M dengan menggunakan bioreduktor daun jambu biji

Namun ada beberapa puncak yang bukan terdeteksi sebagai CuO dan banyak puncak-puncak kecil berupa noise, hal ini diasumsikan dapat terjadi karena pengaruh

bahan alam yang digunakan sehingga terdapat bahan-bahan lain yang ikut terlibat selama proses sintesis.



**Gambar 3.2** Analisis XRD untuk sampel terusi 0,1M dengan menggunakan reduktor hidrazin

Ket. : + : Cu   ★ : CuO   ▼ : Cu<sub>2</sub>O

Dari gambar 3.2 dapat dilihat hasil pengukuran dari sampel terusi 0,1 M dengan menggunakan reduktor hidrazin. Dapat dilihat dari gambar diatas bahwa terusi telah berhasil direduksi menjadi nanokristal tembaga ditandai dengan munculnya puncak pada  $2\theta$  : 43,00 (111) ; 49,44 (200) dan 74,13 (220) yang sesuai dengan pola puncak dari Cu standar ICSD No.43493 dengan struktur kristal kubik dan ukuran kristalnya adalah 36 nm. Namun ada beberapa puncak yang muncul sebagai puncak Cu<sub>2</sub>O dengan ukuran kristal 42 nm dan struktur kubik dan CuO dengan ukuran kristal 24 nm dan struktur monoklinik. Hal ini dapat terjadi diasumsikan karena adanya oksigen yang terkandung didalam pelarut akuades , sehingga saat ion Cu<sup>2+</sup> telah tereduksi menjadi Cu dengan adanya oksigen mengalami oksidasi kembali menjadi CuO dan Cu<sub>2</sub>O. Proses ini menyebabkan ion Cu<sup>2+</sup> tidak tereduksi secara sempurna, namun hasilnya lebih baik daripada dengan menggunakan bioreduktor daun jambu biji, terlihat dengan sedikitnya noise yang muncul dari hasil pengukuran. Hasil reduksi yang kurang sempurna juga dapat disebabkan dari penggunaan terusi yang merupakan bahan alam sebagai prekursor sehingga pengotor yang terkandung didalamnya dapat menghambat proses reduksi dan dari beberapa literatur

diketahui bahwa kandungan tembaga dalam terusi hanya sekitar 15 - 25%, hal ini dapat menjadi salah satu faktor mengapa hasil mereduksi terusi menjadi logam tembaga belum maksimal.

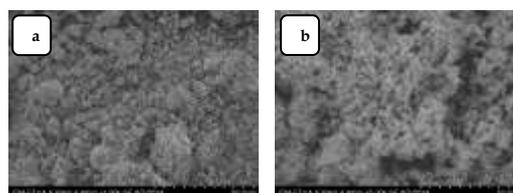
### 3.2.2 Analisis dengan Scanning Electron Microscope

Untuk analisa mikrostruktur dari nanokristal yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan SEM yang bertujuan untuk melihat morfologi serta kecacatan permukaan. Gambar 3.4 merupakan hasil SEM dengan perbesaran 5000x, dapat dilihat bahwa pada gambar 3.4a partikel yang dihasilkan berupa *sponge* berpori dan bentuknya relatif sama pada seluruh permukaan partikel. Partikel berupa *sponge* berpori memberikan keuntungan yaitu tembaga dengan bentuk partikel ini sebagai katalis menyediakan luas permukaan yang besar sehingga proses katalisis dapat terjadi secara maksimal. Selain itu dengan adanya pori-pori yang banyak tembaga dapat digunakan sebagai bahan kapasitor yang baik karena dapat menyimpan banyak energi listrik pada pori-pori tersebut. Pada penelitian sebelumnya dihasilkan nanokristal CuO dengan struktur bunga, namun ketika waktu reaksi ditambah struktur berubah menjadi sferik dan ketika dilanjutkan lagi berubah menjadi struktur jarum.<sup>9,10</sup>

Pada gambar 3.3a dengan perbesaran 1000x dapat dilihat distribusi partikel dan terlihat banyak partikel yang menumpuk menjadi bongkahan yang lebih besar dari partikel yang lainnya, sehingga ukurannya menjadi tidak seragam. Dari gambar terlihat adanya aglomerasi atau penumpukan partikel, hal ini dapat terjadi karena pertumbuhan inti partikel yang cepat selain itu pada penelitian ini tidak digunakan *capping agent* yang biasanya berupa surfaktan atau polimer yang dapat menahan terjadinya aglomerasi dan agregasi selama pertumbuhan nanokristal dan sekaligus melindungi nanokristal untuk teroksidasi kembali.<sup>11</sup>

Pada gambar 3.3b terlihat bentuknya juga berupa *sponge* berpori hanya saja bentuknya kurang seragam, hal ini dikarenakan pada

konsentrasi 0,1 M didapatkan 3 jenis produk partikel sekaligus yaitu Cu, CuO dan Cu<sub>2</sub>O. Pada beberapa penelitian sebelumnya pernah dihasilkan nanokristal Cu dengan struktur sferik, *nanowires* dan jarum begitu pula untuk nanokristal CuO dan Cu<sub>2</sub>O, bentuk-bentuk partikel yang dihasilkan dapat berbeda tergantung dari waktu reaksi serta jumlah surfaktan yang digunakan.<sup>25</sup> Hal ini menandakan bahwa penelitian yang telah dilakukan menghasilkan bentuk partikel yang baru dari penelitian sebelumnya.



Gambar 3.3 Foto SEM perbesaran (a) 1000X dan perbesaran (b) 5000X

## IV. Kesimpulan

Terusi yang merupakan bahan alam melimpah dengan harga sangat murah dapat digunakan sebagai prekursor dalam sintesis nanopartikel Cu, CuO dan Cu<sub>2</sub>O. Sintesis nanopartikel tembaga ini telah dilakukan dengan menggunakan berbagai jenis reduktor dan memberikan hasil yang berbeda-beda. Dari hasil penelitian diketahui bahwa bahan alam ekstrak daun jambu biji dapat mereduksi terusi. Hasil yang berbeda juga ditunjukkan saat menggunakan reduktor hidrazin dimana setelah dilakukan analisa XRD untuk konsentrasi 0,1 M didapatkan partikel Cu, CuO dan Cu<sub>2</sub>O sekaligus. Dari analisa SEM diketahui bahwa bentuk dari partikel berupa *sponge* berpori yang memberikan keuntungan bagi sifat katalisis serta merupakan bahan kapasitor yang baik.

## V. Ucapan Terima Kasih

Terima Kasih kepada analis Laboratorium Teknik Mesin Universitas Andalas dan analis Laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang.

## Referensi

1. Baker, S., and Satish, S., **2012**, Endophytes: Toward a Vision in Synthesis of Nanoparticles for Future Therapeutic Agents. *Int. J. Bio-Inorg. Hybd. Nanomat.*
2. Kavitha, K. S., Baker, S., Rakshith, D., Kavitha, H.U., Yashwantha, R.H.C., Harini, B.P., and Satish, S.1, **2013**, Plants as Green Source towards Synthesis of Nanoparticles. Herbal Drug Technological Laboratory, Dept. of Studies in Microbiology, University of Mysore, Manasagangotri, Mysore, Karnataka, India. 2, 66-76.
3. Kulkarni, P. S., Jareb, K. K., Kadlagb, S. B., Chaudharib, R. M., Kulkarnib, V. D., **2013**, "Green Synthesis Of Copper Nanoparticles Using Ocimum Sanctum Leaf Extract". Department of Chemistry, Hutatma Rajguru Mahavidyalaya. India. 7(3), 999-1005.
4. Surmawar, N. V., Thakare, S. R., Khaty N. T. **2011**, "International Journal of Green Nanotechnology".
5. Ornelas, J., Ruiz Aranzaes, E., Cloutet, S., Alves and Astruc, D.A., **2007**, Chem., Int. Ed.
6. Michael, G., Alexander, K., Keren, B., Shlomo, M., **2007**, Synthesis of copper nanoparticles catalyzed by pre-formed silver nanoparticles . Springer Science Business Media B.V.
7. Ladelta, V., Arief, S., Darajat, S., **2009**, Proceeding Seminar: The First International Seminar on Science and Technology: *Effect of Reductants on The Synthesis of Magnetite Nanoparticles from Iron Ores of Sungai Lasi Kabupaten Solok.* Bukittinggi.
8. Omar, H., Elkader, A., Deraz, N.M., **2013**, Synthesis and Characterization of New Copper based Nanocomposite. Electron Microscope Unit, Zoology Department, College of Science, King Saud University, Saudi Arabia.
9. Malathi S., Ramya V., Ezhilarasu T., Abiraman T., Balasubramanian S., **2014**, Green Synthesis of Novel Jasmine Bud-Shaped Copper Nanoparticles. Department of Inorganic Chemistry, Guindy Campus, University of Madras, India.
10. Mingshang, J., Guannan, H., Hui, Z., Jie Z., Zhaoxiong X., Younan X. **2012**, Shape Controlled Synthesis of Copper Nanocrystals in an Aqueous Solution with Glucose as a Reducing Agent and Hexadecylamine as a Capping Agent. State Key Laboratory for Physical Chemistry of Solid Surfaces and Department of Chemistry, Xiamen University, Fujian.
11. Asharf, M., Al-Ghamdi, M.S., **2011**, Preparation of Copper (Cu) and Copper Oxide (Cu<sub>2</sub>O) Nanoparticles under Supercritical Conditions Department of Physics, Faculty of Sciences, King Abdul Aziz University, Kingdom of Saudi Arabia, Saudi. 2, 977-980.

## PENGARUH Ni(II) PADA TRANSPOR Co(II) MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH DENGAN ZAT PEMBAWA $\beta$ -NAFTOL

Nindy Vorinda Putri<sup>a</sup>, Djufri Mustafa<sup>a</sup>, dan Refinel<sup>a</sup>

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

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

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### Abstract

This study was conducted to observe the effect of Ni(II) on percentage transport Co(II) using the method of bulk liquid membrane phase with  $\beta$ -naphthol as carrier because Co and Ni is in group and the same period in periodic unsure. Transport Co(II) from the feed phase to the stripping phase was examined using  $\beta$ -naphthol as a carrier through bulk liquid membrane consisted of a 12 mL solution of Co(II)  $3.4 \times 10^{-4}$  M as the source phase, 24 mL of HNO<sub>3</sub> as phase recipients, and 30 ml of chloroform in the membrane phase. Technical trial operation assisted by stirring with a magnetic stirrer speed of 340 rpm with an equilibrium time of 15 minutes. The result showed that the optimum transport of Co(II) is at pH 8 in the feed phase, the concentration of  $\beta$ -naphthol  $6.8 \times 10^{-4}$  M in the membrane phase, 0.05 M HNO<sub>3</sub> concentration in the stripping phase, stirring 60 minutes long with percentage transport Co(II) in the stripping phase and the remaining 77% and 20.17% feed phase. Judging from the effect of Ni(II) on the transport of Co(II) can be concluded that the two metals are difficult to separate using optimum conditions of Co(II), but Ni(II) did not affect the percentage of transport of Co(II) to the receiving phase.

**Keywords:** Co(II), Ni(II),  $\beta$ -naphthol, bulk liquid membrane

### I. Pendahuluan

Kemajuan perindustrian berkembang semakin pesat oleh karena itu semakin banyak pula hasil sampingan yang diproduksi sebagai limbah. Salah satu limbah tersebut adalah limbah logam berat seperti kobalt, nikel dan logam lainnya yang akan menyebabkan pencemaran serius terhadap lingkungan, jika kandungan logam berat yang terdapat di dalamnya melebihi ambang batas serta mempunyai sifat racun yang sangat berbahaya maka akan menyebabkan penyakit serius bagi manusia.<sup>1</sup> Konsentrasi maksimum berbagai unsur dan senyawa dalam limbah cair diatur dalam keputusan menteri lingkungan hidup No.51/MENLH/II/1995. Berdasarkan peraturan ini, konsentrasi

maksimum kobalt yang diperoleh adalah sebesar 0,4 mg/L sedangkan untuk nikel adalah 0,2 mg/L.<sup>2</sup> Beberapa laporan studi membicarakan tentang penggunaan teknologi membran cair sebagai pilihan yang tepat untuk perlakuan limbah, kontaminasi lingkungan dan rekoveri logam dari larutan sisa yang disebabkan oleh aktivitas manusia ataupun industri. Oleh karena itu, dilakukan pemanfaatan membran cair untuk proses pemisahan dan pemurnian spesi kimia dalam campuran sebagai solusi dalam pemecahan masalah tersebut.<sup>3</sup>

Proses pemurnian dan pemisahan logam dari limbah tersebut diharapkan dapat memberi keuntungan lebih, selain dapat mencegah pencemaran juga bisa untuk mendapatkan logam dalam bentuk murni

yang berarti keuntungan ekonomis karena

Untuk penelitian kali ini dipilih pemisahan ion logam kobalt dan nikel dengan menggunakan metoda membran cair. Logam ini dipilih karena kobalt dan nikel terdapat pada satu golongan yaitu golongan VIII B dan biasanya unsur yang terdapat pada satu golongan sulit untuk dipisahkan karena cenderung memiliki sifat fisika dan sifat kimia yang hampir sama. Selain itu metoda membran cair dipilih karena merupakan pilihan handal yang dapat digunakan untuk pemisahan spesi kimia tertentu karena bersifat selektif permialabel dengan cara memanfaatkan pelarut organik ataupun anorganik tertentu yang berfungsi sebagai lintasan transpor dari komponen kimia yang akan dipisahkan.<sup>4</sup> Membran cair dikembangkan ke dalam teknik membran cair fasa ruah untuk sistem pemisahan dimana 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 digunakan kembali dengan cara mendaur ulang membran tersebut menggunakan proses ekstraksi dan ekstraksi balik (stripping), pemakaian membran pada metoda membran cair fasa ruah ini tidak banyak karena proses transpor 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>5</sup>

Proses pemisahan ion logam dalam campuran dengan menggunakan membran cair telah banyak dipublikasikan. Sebagian besar laporan studi literatur membicarakan penggunaan zat pembawa berupa turunan eter, aza-crown eter, oksin, campuran makrosiklik dan lain-lain.<sup>6,7,8,9,10,11</sup> Berbagai macam zat pembawa yang ditambahkan ke dalam membran cair sebagai mediator untuk memacu proses transpor ion logam tersebut dalam pemisahan telah banyak

logam merupakan komoditi yang berharga.

diuji keakuratannya, diantaranya untuk transpor ion Co(II) dengan menggunakan APDC sebagai zat pembawa telah dilakukan oleh Boy Chandra (2012) dan ini memberikan hasil optimum transpor sebesar 94%.<sup>11</sup>

Zat pembawa ini berfungsi sebagai ligan yang mampu menarik dan menseleksi ion-ion logam yang diinginkan di fasa tertentu dan mengantarkannya ke fasa lain berdasarkan perbedaan kelarutan ion pada antar muka dan kompetisinya dalam pembentukan kompleks.<sup>4</sup>

Dalam penelitian ini akan digunakan  $\beta$ -naftol sebagai zat pembawa,  $\beta$ -naftol dipilih karena merupakan reagen spesifik untuk logam kobalt dan dapat membentuk kompleks dengan kobalt.<sup>12</sup>

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Alat dan Bahan yang digunakan

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 stirer, dan alat-alat gelas kimia lainnya. Bahan-bahan yang digunakan antara lain : kloroform p.a,  $\beta$ -naftol ( $C_{10}H_7OH$ ), kobalt nitrat ( $Co(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$ ), nikel nitrat ( $Ni(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$ ), dinatrium etilendiamintetraasetat ( $Na_2EDTA$ ), asam sulfat ( $H_2SO_4$ ), asam klorida (HCl), asam nitrat ( $HNO_3$ ), amonium hidroksida ( $NH_4OH$ ), amonium klorida ( $NH_4Cl$ ), asam asetat ( $CH_3COOH$ ), natrium asetat ( $CH_3COONa$ ) dan akuades.

### 2.2. Prosedur penelitian

#### Pembuatan Reagen untuk Keperluan Analisis

##### Pembuatan Larutan Fasa Sumber Co(II)

Ditimbang sejumlah 0,6123 gram  $Co(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$  ( $Mr = 291,02$  g/mol) dilarutkan tepat batas dengan  $HNO_3$  0,01 M dalam labu 250 mL. Larutan yang diperoleh adalah larutan yang mengandung Co(II) dengan konsentrasi  $84,75 \times 10^{-4}$  M (500 ppm). Ambil sebanyak 2 ml, 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 mengatur pH, encerkan dengan akuades kedalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan  $\text{Co(II)}$   $3,389 \times 10^{-4}$  M (20 ppm).

#### *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) dan dengan  $\text{HNO}_3$  0,01 M dalam labu 250 mL sampai tanda batas. Larutan yang diperoleh adalah larutan yang mengandung  $\text{Ni(II)}$  dengan konsentrasi  $85,189 \times 10^{-4}$  M (500 ppm).

#### *Pembuatan Larutan Fasa Sumber Campuran Ni(II) dan Co(II)*

Diambil sebanyak 2 mL  $\text{Co(II)}$  dan  $\text{Ni(II)}$  dari masing-masing konsentrasi  $\text{Co(II)}$  dan  $\text{Ni(II)}$  500 ppm, 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, diencerkan dengan akuades kedalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan  $\text{Ni(II)}$  dan  $\text{Co(II)}$   $3,4075 \times 10^{-4}$  M dan  $3,389 \times 10^{-4}$  M (20 ppm).

#### *Pembuatan Larutan Fasa Membran*

Ditimbang sejumlah 0,072 gram  $\beta$ -naftol ( $M_r = 144,17$  g/mol) dan dilarutkan dengan kloroform sampai volumenya 100 mL. Larutan membran yang diperoleh adalah pelarut organik yang mengandung konsentrasi  $\beta$ -naftol  $5 \times 10^{-3}$  M dalam kloroform.

#### *Pembuatan Larutan Fasa Penerima*

Diambil sebanyak 1,86 gram  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  ( $M_r = 372,24$  g/mol) dan dilarutkan tepat batas dengan aquadest sampai volumenya 100 mL. Larutan fasa penerima yang diperoleh berupa  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  dengan konsentrasi 0,05 M.

#### *Penetapan Konsentrasi Co(II) dengan Spektrofotometer Serapan Atoms*

Konsentrasi  $\text{Co(II)}$  di dalam fasa sumber dan fasa penerima sesudah operasi ditentukan dengan spektrofotometer serapan atom dengan menggunakan metoda kurva kalibrasi. Pengukuran  $\text{Co(II)}$  tersebut dilakukan dengan Hollow Cathoda Lamp pada  $\lambda_{maks}$  240,7 nm. Kurva kalibrasi dibuat dari pengukuran absorbansi konsentrasi larutan standar 0; 4; 8; 12; 16; 20 ppm. Dari hasil pengukuran tersebut dibuat persamaan regresi linear  $\text{Co(II)}$ . Dengan mensubstitusikan harga absorbansi ion sampel yang diukur pada kurva kalibrasi standar maka dapat diketahui konsentrasinya.

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

Proses transpor dilakukan seperti percobaan Savafi. Disiapkan beker gelas 100 mL dan dimasukkan 30 mL kloroform yang mengandung zat pembawa  $\beta$ -naftol sebagai fasa membran. Dalam larutan fasa membran ini dicelupkan sebuah tabung kaca silindris dan dipipetkan 12 mL larutan fasa sumber berupa larutan  $\text{Co(II)}$  20 ppm dengan pH tertentu. Diluar tabung gelas dipipetkan 24 mL fasa penerima  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  0,05 M. 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  $\text{Co(II)}$  yang terkandung didalamnya dengan spektrofotometer serapan atom.

#### *Penentuan Kondisi Optimum Transpor Cu(II) Variasi pH pada Fasa Sumber*

Variasi pH fasa sumber dari pH 5-9. Mengatur pH dilakukan dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0.1N dan pengaturan pH menggunakan larutan buffer.

#### Variasi Konsentrasi $\beta$ -naftol dalam Kloroform (fasa membran)

Variasi konsentrasi  $\beta$ -naftol dalam kloroform  $3.4 \times 10^{-6}$  sampai  $8.5 \times 10^{-3}$  M. Pada fasa sumber digunakan pH optimum.

#### Variasi Fasa Penerima

Variasi fasa penerima yang digunakan adalah  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCL}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  Dan  $\text{NaEDTA}$ . Pada fasa sumber digunakan pH optimum yang telah didapatkan dan didalam membran digunakan konsentrasi  $\beta$ -naftol yang telah didapatkan

#### Variasi konsentrasi Fasa Penerima

Variasi konsentrasi fasa penerima yang digunakan adalah 0,03 - 0,07 M. Pada fasa sumber digunakan pH optimum yang telah didapatkan dan didalam membran digunakan konsentrasi  $\beta$ -naftol optimum yang telah didapatkan. Jenis fasa penerima yang digunakan adalah  $\text{HNO}_3$ .

#### Variasi Waktu Transpor

Variasi waktu transpor 30 sampai 120 menit. Pada fasa sumber digunakan pH optimum yang telah didapatkan. didalam membran digunakan konsentrasi  $\beta$ -naftol optimum yang telah didapatkan. Fasa penerima yang digunakan adalah  $\text{HNO}_3$  dan konsentrasi optimum yang telah didapatkan.

### III. Hasil dan Pembahasan

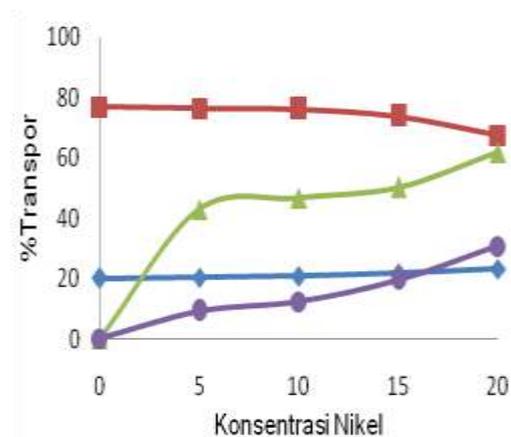
Setelah melakukan proses optimasi Co dengan beberapa variasi seperti pH 5-8, konsentrasi  $\beta$ -naftol  $3.4 \times 10^{-6}$  sampai  $8.5 \times 10^{-3}$  M, variasi fasa penerima yang digunakan adalah  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCL}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{NaEDTA}$ , konsentrasi fasa penerima 0,03 - 0,07 M, dan variasi waktu transpor 30 sampai 120 menit didapatkan kondisi optimum Co(II) yang digunakan pada pengaruh Ni(II) seperti pada tabel.

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

No.	Variasi	Kondisi Optimum
1.	pH Fasa Sumber	8
2.	Konsentrasi $\beta$ -naftol	$6,8 \times 10^{-4}$ M
3.	Jenis Fasa Penerima	$\text{HNO}_3$
4.	Konsentrasi $\text{HNO}_3$	0,05 M
5.	Waktu Transpor	60 menit

#### Pengaruh Ion Ni(II) terhadap Persen Co(II) yang Tertranspor dan Sisa di Fasa Sumber

Dasar utama dilakukan pemisahan ini karena Co dan Ni merupakan dua unsur yang segolongan dan mempunyai kemiripan sifat fisika maupun kimia oleh karena itu untuk melihat seberapa dekat kemiripan sifat fisika dan kimia yang dimiliki antara Co dan Ni. Dimana pemisahan diamati dengan melihat berapa besar persentase Co(II) yang tertranspor ke fasa penerima dengan pengaruh Ni(II) di fasa sumber yang menggunakan kondisi optimum Ni(II) yang telah didapatkan.



**Gambar 5.** Pengaruh Ion Ni(II) terhadap persentase Co(II) ke fasa penerima (■), dan sisa Co(II) dalam fasa sumber (◆), persentase Ni(II) ke fasa penerima (●), dan sisa Ni(II) dalam fasa sumber (▲)

**Kondisi Percobaan :** Fasa sumber 12 mL yang mengandung Co(II)  $3,389 \times 10^{-4}$  M dan Ni(II)  $3,4075 \times 10^{-4}$  M dengan pH 8, fasa membran 30 mL kloroform yang mengandung  $\beta$ -naftol  $6,8 \times 10^{-4}$  M, fasa penerima 24 mL  $\text{HNO}_3$  0,05 M,

waktu transpor 60 menit, kecepatan pengadukan 340 rpm dan waktu kesetimbangan 15 menit.

Pada gambar 8 memperlihatkan bahwa jumlah Co(II) yang tertranspor ke fasa penerima berkurang setelah dilakukan penambahan Ni(II) dengan konsentrasi 15 ppm, sedangkan persentase Co(II) di fasa sumber cenderung stabil. Ni(II) juga dapat tertranspor ke fasa penerima dengan menggunakan semua kondisi optimum dari Co(II). Terjadinya transpor ion Ni ke fasa penerima dikarenakan ion Ni juga dapat membentuk kompleks dengan  $\beta$ -naftol meskipun kompleks yang terbentuk kurang stabil dibandingkan dengan Co[ $\beta$ -naftol]<sub>2</sub>.

#### IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa transpor logam Co(II) dapat dilakukan melalui teknik membran cair fasa ruah. Kondisi optimum dari metoda transpor Co(II)  $3,389 \times 10^{-4}$  M antar fasa adalah pH 8 di fasa sumber, konsentrasi  $\beta$ -naftol dalam fasa membran  $6,8 \times 10^{-4}$  M, fasa penerima HNO<sub>3</sub>, konsentrasi HNO<sub>3</sub> 0,05 M, dan lama pengadukan 60 menit dengan kecepatan pengadukan 340 rpm. Pada kondisi ini di dapatkan transpor Co(II) ke fasa penerima 77 % dan persentase Co(II) sisa di fasa sumber 20,18 %. Dilihat dari pengaruh Ni(II) terhadap transpor Co(II) dapat disimpulkan bahwa kedua logam tersebut sukar untuk dipisahkan dengan menggunakan kondisi optimum dari Co(II) tetapi Ni(II) tidak mempengaruhi jumlah persentase transpor Co(II) ke fasa penerima.

#### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada analis Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia FMIPA Unand

#### Referensi

1. Mustika, R, **2013**, Pengolahan Limbah Cair Rumah Makan Menggunakan Membran Nanofiltrasi Silia Aliran Cross Flow untuk Menurunkan Fosfat dan

Amonium, *Jurnal Teknik Pomits*, Vol. 2, No.2, 2337-3539.

2. Mustadji, **1996**, Himpunan Peraturan dan Perundang-undangan dibidang Lingkungan Hidup, Bandung, *Litera Bandung*
3. Nezhadali., A, Hakimi, M, dan Heydari, M, **2008**, Competitive Bulk Liquid Membrane Transport and Extraction of Cu(II), Ni(II), Zn(II) and Mn(II) Cations Using 5-Methyle-4[thiophen-2-yl-methylen-amino]-3-thio-oxo-1,2,4-triazol-5-one and Phtalic Dicarboxaldehyde, *e-Journal of Chemistry*. 5(1): 52-57.
4. Molina, C., Arenas, L., Viotoria, dan Ibanez, J. A, **1997**, Characterization of Membrane System. Complex Character of the Permeability from an Electrical Model. *Journal Phys Chem*, 10323-10331.
5. Mulder, M, **1991**, Basic Principle of Membrane Technology, Kluwer Academic Publisher. Dordrecht, 244-259. Alpoguz, H,K., Ahmed. 2005. Mechanism And Kinetic Of Copper(II) Transport through a Liquid Membrane Containing a Dithiophosponate Derivative as Carrier, *Turky Journal Chem*, 29 : 345-353.
6. Khalil, F dan Shamsipur, **2005**, Separation Study of Cadmium as CdI<sub>4</sub><sup>2-</sup> Through a Bulk Liquid Membrane Containing Ketoconazole and Oleaic Acid, *Anal Sci*. 21, 501-505.
7. Tetra, O.N, **2008**, Penambahan Asam Oleat terhadap Sistem Transpor Cu(II) dengan Zat Pembawa Oksin melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah. *Jurnal Riset Kimia*, 2(1), 45-50.
8. Granado ,M, **2004** Model Eksperiments to Test The Use of Liquid Membrane for Separation and Preconsentration of Copper from Narutal Water, *Analytica Cimica acta*, 506, 81-86.
9. Marliani, D,. **2009**, Kinetika Transpor Cu(II) Antar Fasa dengan Metal Merah sebagai Zat Pembawa dan Sodium Dodexyl Sulfath (SDS) dan Asam Oleat sebagai Zat Aditif melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah. Skripsi

- Sarjana Kimia, Universitas Andalas, 5-30.
10. Leon, G, **2004**, Facilitated Transport Of Cobalt(II) through Bulk Liquid Membranes Containing Diethylhexyl Phosphoric Acid, *Desalination*. 162, 211-215.
  11. Chandra, B, **2012**, Optimasi Transpor Co(II) Antar Fasa dengan Ammonium Pirolidin Ditiokarbamat (APDC) sebagai Zat Pembawa Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah, Skripsi Sarjana Kimia. Universitas Andalas, 13-17.
  12. Wulandari, I, **2014**, Optimasi Transpor Co(II) melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah dengan Menggunakan Meloxicam Sebagai Zat Pembawa, Skripsi Sarjana Kimia Universitas Andalas, 31-33.

## **PENGARUH ELEKTROLIT H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> TERHADAP SIFAT LISTRIK ELEKTRODA CAMPURAN ZEOLIT DARI BOTTOM ASH dan RESIN DAMAR SEBAGAI SUPERKAPASITOR**

**Reni Yantika, Olly Norita Tetra, Admin Alif, dan Emriadi\***

Laboratorium Elektrofotokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: *emriadi\_62@yahoo.com*

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### **Abstract**

Effect of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> electrolyte on the electrical properties include conductivity and capacitance of the electrode mixture of zeolite and damar resin as supercapacitor has been investigated. The mixed zeolite and damar resin had no effect on the value of conductivity and capacitance, which the optimum value for 100% zeolite were respectively  $8.947 \times 10^{-5} \text{ Scm}^{-1}$  and 3.654 nF. Poly Vinyl Alcohol (PVA) dissolved in sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) was used as a hydrogel polymer electrolyte. Hydrogel polymer electrolyte enhanced conductivity and capacitance value, wherein the concentration of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 M resulted in optimum value of capacitance and conductivity, respectively  $22.575 \times 10^{-5} \text{ Scm}^{-1}$  and 6.39 nF.

**Keywords:** Zeolite, Resin/Damar, Supercapacitor, Conductivity, and Capacitance

### **I. Pendahuluan**

Selama ini, Indonesia masih mengandalkan minyak bumi dan bahan bakar fosil lainnya sebagai sumber energi. Ekplorasi minyak bumi, batu bara dan gas alam secara besar-besaran dilakukan setiap harinya guna memenuhi pasokan listrik yang saat ini menjadi kebutuhan primer manusia. Hal ini mengakibatkan terjadinya kelangkaan sumber daya alam karena hasil fosil itu sendiri merupakan sumber daya yang tidak dapat diperbaharui. Inilah yang memicu kenaikan harga bahan bakar serta krisis energi listrik di negara ini. Selain keterbatasan sumber energi, penyimpanan energi juga menjadi permasalahan utama yang perlu dicarikan solusinya. Supercapacitor merupakan terobosan baru yang sedang banyak dikembangkan. Penggunaan supercapacitor sebagai penyimpan energi dalam jumlah besar untuk memenuhi kebutuhan listrik menjadi solusi yang tepat. Dibandingkan dengan baterai, supercapacitor memiliki densitas daya yang 10 kali lebih besar, dengan pengisian ulang daya membutuhkan waktu yang relatif singkat, efisiensi yang tinggi

(~95%) dan siklus hidup yang panjang (25-30 tahun).<sup>1,2</sup>

Pembuatan superkapasitor Lapis Rangkap Listrik atau yang lebih dikenal dengan sebutan EDLC (Electrochemical Double Layer Capacitor) menggunakan nanokomposit karbon telah dilaporkan. Analisis elektrokimia EDLC menunjukkan bahwa karbon aktif merupakan material yang cocok digunakan sebagai elektroda superkapasitor, dimana dengan penambahan sedikit Multiwall Carbon Nanotube (MWCNT) konduktif, dapat meningkatkan performa dalam mengurangi resistansi transfer muatan pada elektroda/antarmuka elektrolit. Pada penelitian karakterisasi sifat listrik zeolit-PANi dari limbah bottom ash dilakukan pencampuran zeolit dari bottom ash (abu dasar) dengan polimer Polianilin. Pencampuran zeolit dengan polimer polianilin menggunakan variasi massa zeolit, dimana nilai maksimum berada pada perbandingan 3 : 7 dengan nilai konduktivitas mencapai  $102,794 \times 10^{-4} \text{ Scm}^{-1}$ . Penggunaan campuran zeolit nanokomposit resin dari getah damar

untuk bahan superkapasitor telah berhasil dilakukan sebelumnya, dengan nilai kapasitansi dan konduktivitas masing-masing mencapai 0,055 nF dan  $4,246 \times 10^{-4} \text{ Scm}^{-1}$ . Penggunaan polimer hidrogel elektrolit dari pva dan hidroksietil selulosa mengandung elektrolit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  untuk aplikasi superkapasitor menggunakan elektroda karbon menghasilkan nilai kapasitansi mencapai 160  $\text{Fg}^{-1}$ .<sup>3-6</sup>

Pembuatan zeolit berbahan dasar abu batu bara telah banyak dilakukan sebelumnya. Kandungan Si dan Al yang tinggi dalam abu batu bara merupakan bahan utama penyusun zeolit. Pembuatan zeolit menggunakan fly ash secara hidrotermal dilakukan dengan beberapa variasi, seperti suhu, lama proses hidrotermal, dan konsentrasi NaOH menghasilkan beberapa jenis zeolit, seperti phillipsite, hydroxysodalite, dan faujasite. Namun penggunaan bottom ash sebagai bahan dasar zeolit masih terbatas.<sup>7,8</sup>

Berdasarkan pada penelitian sebelumnya, maka pada penelitian ini dipelajari pengaruh asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) terhadap sifat listrik campuran resin dan zeolit dari bottom ash sebagai superkapasitor.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1 Bahan, Peralatan dan Instrumentasi

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, *Hot plate*, neraca Analitik Ainsworth, oven, *autoclave stainless steel*. Instrumen yang digunakan adalah Lutron LCR-9073, Hochspannung-Netzgerat High Voltage Power Supply Unit dan Sanwa Digital Multimeter.

Bahan-bahan yang digunakan antara lain : Zeolit dari limbah Bottom ash,<sup>9</sup> aquadest, resin damar, larutan elektrolit asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), pelat elektroda (campuran resin damar dan zeolit), PVA (poli vinil alkohol).

### 2.2 Cara Kerja

#### Pembuatan Elektroda Kerja

Pembuatan zeolit menggunakan cara pembuatan oleh Sunardi, 2007.<sup>9</sup> Proses penambahan polimer resin dengan zeolit dilakukan setelah diperoleh resin damar dalam bentuk serbuk yang dikeringkan. Pencampuran tersebut dilakukan berdasarkan pada komposisi yang telah ditentukan pada Tabel 2.1. Setelah proses

pencampuran, serbuk resin damar tersebut dikompaksi dengan menggunakan alat kompaksi manual di Laboratorium Formulasi Sediaan Tablet Fakultas Farmasi Universitas Andalas sehingga hasil akhir yang diperoleh berupa tablet resin damar dengan berat 0,2 gram sedangkan tebal 2 pelat dan polimer elektrolit 0,407 cm dan luas permukaan atas 1.3143  $\text{cm}^2$  yang selanjutnya akan dikarakterisasi.

**Tabel 2.1** Variasi Komposisi Bahan

No	Sampel	Komposisi Bahan	
		% Massa Resin	% Massa Zeolit
1.	A	0	100
2.	A1	100	0
3.	A2	98	2
4.	A3	96	4
5.	A4	94	6
6.	A5	92	8
7.	A6	75	25
8.	A7	50	50
9	A8	25	75

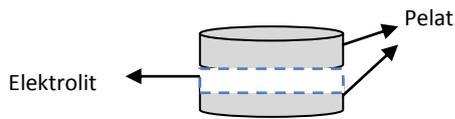
### Proses Pembuatan Polimer Elektrolit

Pembuatan polimer elektrolit dengan mencampurkan 1 gram PVA dan 10 mL larutan elektrolit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1M; 0,2M; 0,3M; 0,4M; 0,5M. Campuran tersebut kemudian didiamkan  $\pm 1$  jam, kemudian dipanaskan pada suhu sekitar  $45^\circ\text{C}$  selama 15 menit sambil diaduk. Setelah homogen, dituangkan kedalam cawan petri, dan dibiarkan sampai kering secara alami. Elektrolit akan mudah dikeluarkan dari cawan petri setelah kering, kemudian dibentuk sesuai ukuran pelat.<sup>6</sup>

### Pengukuran

#### LCR Meter

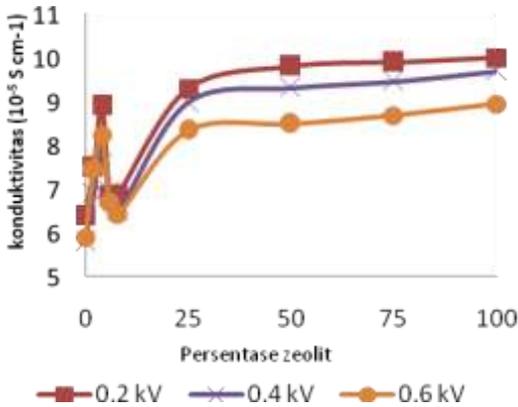
Pelat yang dibuat berdasarkan komposisi bahan diukur menggunakan LCR Meter untuk melihat nilai kapasitansi. Pengukuran dilakukan sebanyak 5 kali pengulangan. Pada pengukuran dengan pengaruh elektrolit pelat disusun 3 lapis dengan lapisan elektrolit terletak ditengah lapisan pelat, seperti pada Gambar 2.1.



**Gambar 2.1** Ilustrasi superkapasitor Multimeter

Penggunaan multimeter menggunakan rangkaian seri antara catu daya, resin dan multimeter. Pelat diberikan tegangan 0,2 kV; 0,4 kV dan 0,6 kV kemudian dibaca arus yang terukur pada multimeter. Berdasarkan arus yang terukur, dapat ditentukan hambatan dan nilai konduktivitas dari bahan.

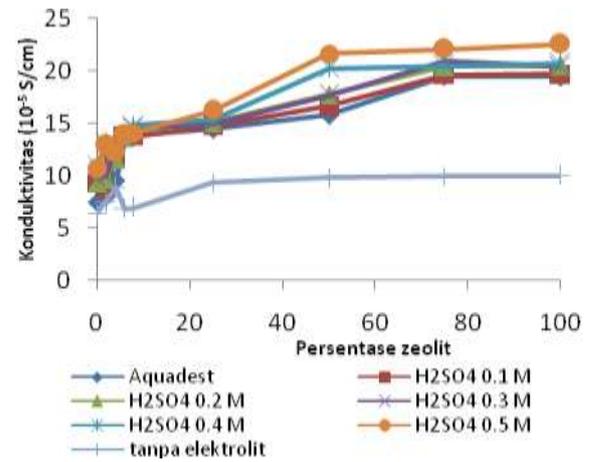
**III. Hasil dan Pembahasan Pengukuran Konduktivitas dan Kapasitansi**



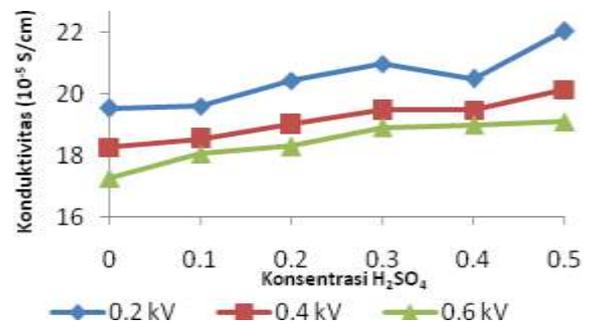
**Gambar 3.1** Grafik pengaruh persentase zeolit terhadap nilai konduktivitas pada masing-masing tegangan

Pelat yang tersusun atas campuran resin/damar dan zeolit diindikasikan memiliki nilai konduktivitas, untuk itu diberikan tegangan DC pada masing-masing pelat tanpa pengaruh PVA. Gambar 3.1 menunjukkan bahwa dengan nilai konduktivitas meningkat dengan bertambahnya persentase zeolit. Puncak pada komposisi zeolit 6 % mengindikasikan ketidakhomogenan campuran pada pelat. Konduktivitas optimum terdapat pada tegangan 0,2 kV.

Peningkatan tegangan yang diberikan menurunkan nilai konduktivitas pelat elektroda. Hal ini menunjukkan dengan tegangan yang relatif lebih kecil, pembentukan dipol lebih sempurna. Berdasarkan teori, nilai konduktivitas berbanding terbalik dengan tegangan yang diberikan.



**Gambar 3.2** Grafik pengaruh persentase zeolit terhadap nilai konduktivitas pada masing-masing konsentrasi elektrolit pada tegangan 0.2 kV

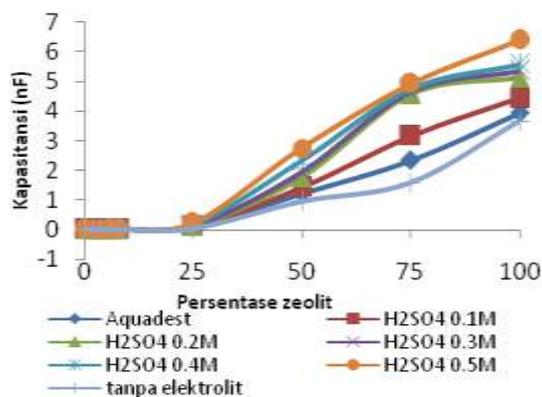


**Gambar 3.3** Grafik pengaruh konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> terhadap nilai konduktivitas pada masing-masing tegangan dengan persentase zeolit 75 %

Elektrolit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mempengaruhi nilai konduktivitas pada masing-masing komposisi elektroda pada Gambar 3.2. Pada elektroda tanpa PVA nilai konduktivitas lebih kecil dibandingkan elektroda+PVA. PVA merupakan polimer yang memiliki sifat konduktor, sehingga dapat meningkatkan konduktivitas bahan. Namun pada elektroda+PVA, konsentrasi optimum terdapat pada PVA+H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M. Konsentrasi elektrolit yang semakin tinggi,

memiliki ion positif dan negatif yang lebih banyak, sehingga elektron yang lebih banyak berpindah dapat meningkatkan nilai konduktivitas pelat. Pada masing-masing komposisi pelat, semakin tinggi persentase zeolit, maka nilai konduktivitasnya meningkat. Persentase zeolit 100% menunjukkan nilai konduktivitas tertinggi. Hal ini menunjukkan bahwa ion-ion logam yang terkandung didalam zeolit sangat berpengaruh terhadap konduktivitas bahan. Konsentrasi  $H_2SO_4$  maksimum terjadi pada 0,5 M dengan nilai konduktivitas  $\pm 22,575 \cdot 10^{-5} Scm^{-1}$ .

Pengaruh konsentrasi  $H_2SO_4$  terhadap konduktivitas pada masing-masing tegangan yang diberikan dengan komposisi zeolit 75 % ditunjukkan oleh gambar 3.3. Pada tegangan 0,2 kV memiliki konduktivitas sistem yang paling tinggi. Hal ini membuktikan bahwa pada tegangan 0,2 kV terjadi dipol yang baik diantara dua elektroda.



Gambar 3.4 Grafik pengaruh PVA, konsentrasi  $H_2SO_4$  dan persentase zeolit terhadap nilai kapasitansi

Nilai kapasitansi pelat resin dengan berbagai komposisi campuran zeolit pada Gambar 3.4 tanpa PVA menunjukkan bahwa dengan bertambahnya jumlah zeolit dalam campuran pelat, maka akan meningkatkan nilai kapasitansi pelat tersebut. Zeolit mengandung unsur-unsur yang bermuatan yang elektronnya bebas bergerak, sehingga pada proses pembentukan dipol muatan yang dapat disimpan semakin banyak. Hal ini berlaku juga untuk pelat dengan PVA yaitu dengan

aquadest maupun dengan masing-masing konsentrasi elektrolit  $H_2SO_4$ . Pelat dengan PVA cenderung memiliki kapasitansi lebih tinggi dibandingkan dengan pelat tanpa PVA. Sedangkan pelat dengan PVA+aquadest nilai kapasitansinya lebih rendah dibandingkan dengan PVA+ $H_2SO_4$ . PVA merupakan polimer yang terdiri dari monomer vinil alkohol yang memiliki ikatan rangkap pada atom karbon yang menyebabkan PVA bersifat konduktif. Oleh karena itu dengan penambahan PVA dapat meningkatkan nilai konduktivitas.

Nilai kapasitansi pelat dengan PVA+ $H_2SO_4$  meningkat seiring meningkatnya konsentrasi. Pada konsentrasi yang lebih tinggi, PVA membentuk dipol pada bagian permukaan pelat, muatan negatif  $SO_4^{2-}$  berkumpul membentuk lapisan pada permukaan pelat yang diberikan tegangan positif, begitu pula sebaliknya. Pada konsentrasi  $H_2SO_4$  lebih tinggi, muatan yang tersedia lebih banyak, sehingga meningkatkan muatan yang dapat disimpan. Akibatnya nilai kapasitansi semakin tinggi. Pada pelat dengan PVA+aquadest memiliki ion-ion positif dan negatif yang lebih lemah daripada  $H_2SO_4$  sehingga kapasitansi yang diberikan pun kecil. Konsentrasi  $H_2SO_4$  yang memberikan nilai kapasitansi maksimum terjadi pada 0,5 M dengan nilai 6,39 nF.

#### IV. Kesimpulan dan Saran

##### Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa pada pengukuran sifat listrik, elektrolit  $H_2SO_4$  dapat meningkatkan nilai kapasitansi dan konduktivitas elektroda superkapasitor campuran resin damar dan zeolit. Nilai konduktivitas dan kapasitansi terbaik berada pada konsentrasi elektrolit 0,5 M dengan komposisi zeolit 100 % yaitu  $26,57 \cdot 10^{-5} Scm^{-1}$  dan 6,39 nF. Penambahan resin tidak berpengaruh terhadap nilai kapasitansi dan konduktivitas elektroda superkapasitor.

##### Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada LPPM Unand melalui Hibah Penelitian Unggulan yang telah memberikan dukungan finansial pada penelitian. Kepada

analisis Laboratorium Kimia Fisika dan Elektro-Fotokimia.

Pemanfaatannya Sebagai Adsorben Merkuri (II), *Sains dan Terapan Kimia*, Vol 1: 1-10.

### Referensi

1. Liu, Y., Hu, Z., Xu, K., Zheng, X., and Gao, Q., **2008**, Surface Modification and Performance of Activated Carbon Electrode Material, *Acta Physico-Chimica Sinica*, 24(7): 1143-1148.
2. Dwivedi, B., and Sahay, K., **2009**, Supercapacitors Energy Storage System for Power Quality Improvement: An Overview, *J. Electrical Systems*, 1-8.
3. Lei, C., and Lekakou, C., **2010**, Carbon-Based Nanocomposite EDLC Supercapacitor, *Nanotechnology*, 176-179.
4. Yunica, F., dan Muttaqin, A., **2013**, Karakterisasi Sifat Listrik PANi : Zeolit Faujasit Na-X dari Limbah Bottom Ash. *Jurnal Fisika Unand*, 4(2): 284-288.
5. Muttaqin, A., Yunica, F., Emriadi., Alif, A., dan Tetra, O.N., **2013**, Sintesis Zeolit dari Limbah Bottom Ash dengan Metode Peleburan Menggunakan NaOH Secara Hidrotermal, *Prosiding Seminar Nasional Fisika Universitas Andalas (SNFUA)*, Padang, 1-4.
6. Rosi, M., Iskandar, F., Abdullah, M., dan Khairurrijal., **2014**, Hydrogel-Polymer Electrolytes Based on Polyvinyl Alcohol and Hydroxyethylcellulose for Supercapacitor Applications, *Int. J. of Electrochem Sci*, No 9: 4251-4256.
7. Fukui, K., Nishimoto, T., Takiguchi, M., and Yoshida, H., **2006**, Effect of NaOH Concentration on Zeolite Synthesis from Fly Ash with a Hydrothermal Treatment Method, *J.Soc.Power Technology*, No 24: 183-191.
8. Somerset, V.S., Petrik, L.F., White, R.A., and Klink, M.J., **2005**, Alkaline Hydrothermal Zeolites Synthesized from High SiO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> co-Disposal Fly Ash Filtrates, *J.Fuel*, No 84: 2324-2329.
9. Sunardi, **2007**, Konversi Abu Layang Batu Bara Menjadi Zeolit dan

## **SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS Fe(II) YANG DIAMOBILISASI PADA SILIKA MODIFIKASI DAN UJI PENDAHULUAN AKTIFITAS KATALITIKNYA DALAM REAKSI TRANSESTERIFIKASI**

**Septia Resti Afriani, Syukri, Syukri Arief**

Laboratorium Kimia Material 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**

In this work we have been synthesized iron(II) catalyst immobilized on modified silica and applied in transesterification reaction of vegetable oils. Silica was firstly activated at 200°C before being modified with aniline and boron trifluoride in toluene for 72 hours at room temperature. The solution of iron chloride in acetonitrile was mixed with the modified silica and heated at 70°C for 2 hours and then used in the organic reaction at 60°C for 3 hours. FTIR results showed that product formed anylinium species which then consumed during grafting process due to its reaction with iron cation. From the results of NL-PSA and SEM-EDX it can be seen that average particle size of grafted material was approximately less than its parent silica. AAS results showed that the value of the metal loading and leaching of product was 5% and 6%. GC-MS analysis of methyl esters obtained from the transesterification reaction was methyl hexadecanoic and methyl 7-octadecanoic with the percentage of each area was 22 % and 57 %.

**Keywords:** Iron(II), modified silica, immobilized, transesterification reaction

### **I. Pendahuluan**

Penyediaan sumber energi untuk berbagai kebutuhan baik skala kecil maupun skala besar masih banyak mengandalkan bahan bakar fosil walaupun dapat berdampak buruk pada lingkungan. Sementara ketersediaan bahan bakar fosil itu sendiri terbatas dan tidak dapat diperbaharui. Oleh karena itu, beberapa negara maju sebagai konsumen minyak terbesar mulai melepaskan diri dari ketergantungannya kepada minyak bumi sekaligus berusaha mengendalikan harga agar tidak meningkat.<sup>1</sup>

Biodiesel merupakan bahan bakar berbasis nonpetroleum yang terdiri dari alkil ester yang berasal baik dari transesterifikasi trigliserida (TG) atau esterifikasi asam lemak bebas (FFAs) dengan alkohol molekul rendah. Aliran dan sifat pembakaran

biodiesel serupa untuk diesel berbasis minyak bumi. Dengan demikian, dapat digunakan baik sebagai pengganti bahan bakar solar atau lebih umum dalam campuran bahan bakar. Biodiesel terbuat dari sumber daya terbarukan (renewable) bersifat biodegradable dan tidak beracun, dan memiliki titik nyala lebih tinggi dari solar normal. Keuntungan dari biodiesel adalah emisi yang dihasilkan rendah.<sup>2</sup>

Metode paling umum untuk memperoleh biodiesel adalah melalui proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis homogen basa kuat seperti NaOH dan KOH. Akan tetapi, penggunaan katalis homogen akan menambah langkah proses dan mengalami kesulitan untuk memisahkan produk reaksi. Oleh karena itu digunakan katalis heterogen dimana kelebihan dari katalis heterogen mudah dipisahkan dari produknya, sehingga bisa

dipakai berulang-ulang. Katalis ini lebih stabil dan lebih ramah terhadap lingkungan. Salah satu jenis katalis heterogen yang banyak digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah katalis berpendukung (bersupport).<sup>3,4</sup>

Logam transisi dan senyawanya dapat berfungsi sebagai katalis dikarenakan memiliki kemampuan mengubah tingkat oksidasi dan dapat mengadsorpsi substansi yang lain pada permukaan logam dan mengaktifasi substansi tersebut selama proses berlangsung. Pada umumnya, hampir semua logam transisi dapat digunakan sebagai katalis karena logam transisi kaya akan elektron dan memiliki elektron tidak berpasangan sehingga mudah berikatan dengan atom lain.<sup>5</sup>

Pada penelitian sebelumnya, telah diamobilisasi kompleks besi(II) dengan ligan pelarut asetonitril pada material *support* silika yang dimodifikasi dengan  $AlCl_3$  sehingga didapatkan katalis heterogen untuk mensintesis biodiesel.<sup>4</sup> Dalam penelitian ini akan disintesis katalis besi(II) pada material *support* silika yang dimodifikasi dengan  $BF_3$ . Kemudian katalis ini diaplikasikan untuk menghasilkan metil ester dari minyak nabati.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan adalah besi(II)klorida tetrahidrat ( $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ ) (Merck), asetonitril ( $CH_3CN$ ) (Merck), silika gel (Merck), anilin ( $C_6H_5NH_2$ ) (Merck), boron triflorida ( $BF_3$ ) 80% (Merck), toluen ( $C_6H_5CH_3$ ) (Merck), metanol ( $CH_3OH$ ) (Merck), dan minyak nabati.

Peralatan yang digunakan diantaranya adalah beberapa peralatan gelas, *hotplate stirrer*, neraca analitis, oven, kondensor, corong Buchner, desikator, dan corong pisah. Instrumen karakterisasi yang digunakan adalah *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR Perkin Elmer 1600 series), Atomic Absorbption Spectroscopy (Younglin 8020 AAS), *Nano Laser Particle Size Analyzer* (Analysette 22 MicroTec Plus), *Gas Chromatography Mass Spectrometer*

(Shimadzu GC-MS QP 2010) dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (EDX-720, Shimadzu).

### 2.2. Prosedur Penelitian

#### 2.2.1 Sintesis Silika Modifikasi

Silika dimodifikasi dengan cara ditambahkan boron triflorida dan anilin. Prosedur modifikasi diawali dengan memanaskan pada suhu  $200^\circ C$  untuk mengaktifkan permukaan. Kemudian silika teraktifasi tersebut ditimbang sebanyak 10 g kemudian direaksikan dengan 1,1 mL anilin di dalam 25 mL toluene dan distirrer selama 24 jam dengan kecepatan 300 rpm sehingga terbentuk suspensi silika-anilin. Kemudian ditambahkan boron triflorida sebanyak 0,58 mL dan distirrer dengan kecepatan 300 rpm selama 24 jam. Padatan kemudian disaring dan dicuci dengan toluen sehingga didapatkan silika modifikasi. Silika modifikasi dikarakterisasi dengan FT-IR, NL-PSA dan SEM-EDX.

#### 2.2.2 Sintesis Fe(II) yang digrafting pada Silika Modifikasi

Besi(II)klorida tetrahidrat dipanaskan pada suhu  $150^\circ C$  sampai semua hidratnya hilang ditandai dengan tidak terjadinya perubahan masa setelah ditimbang. Kemudian ditimbang 0,25366 g besi(II)klorida dan dilarutkan dengan 10 mL asetonitril kemudian ditambahkan 2,42 g silika modifikasi. Suspensi tersebut direfluks dan distirrer selama 2 jam pada suhu  $70^\circ C$  dengan kecepatan 300 rpm. Selanjutnya suspensi disaring dan dicuci dengan asetonitril. Endapan yang dihasilkan diberi nama katalis besi(II)-silika modifikasi yang selanjutnya dikarakterisasi dengan FT-IR, NL-PSA dan SEM-EDX. Sedangkan filtratnya dikarakterisasi dengan AAS untuk menentukan nilai *metal loading*.

#### 2.2.3 Uji Leaching

0,333 g besi(II)-silika modifikasi (amobilat) disuspensikan dalam 10 mL asetonitril. Kemudian distirrer dan diaduk selama 2 jam dengan kecepatan 300 rpm pada suhu  $70^\circ C$ . Selanjutnya suspensi yang terbentuk

disaring dan filtrat yang diperoleh ditentukan kadar Fe menggunakan AAS.

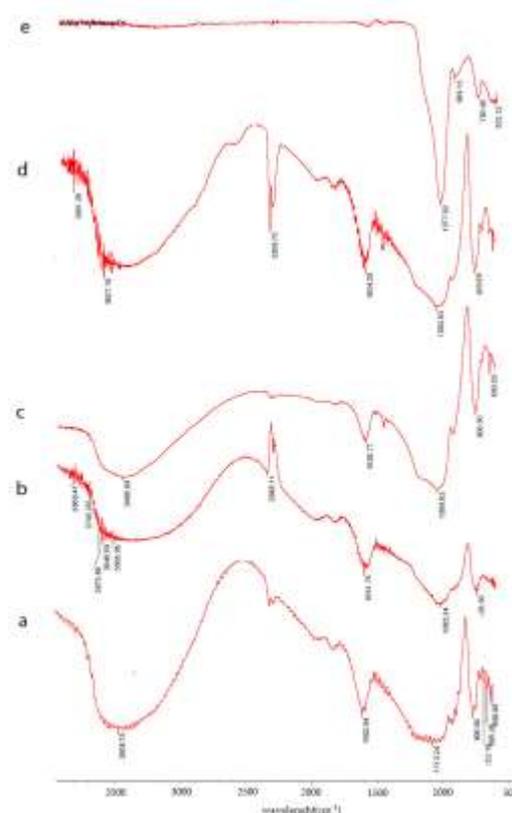
#### 2.2.4 Uji Pendahuluan Aktifitas Katalitik katalis yang dihasilkan dalam Reaksi Transesterifikasi

0,16 g katalis yang telah diamobilisasi dilarutkan kedalam 80 mL metanol kemudian distirer dan direfluks selama 15 menit dengan kecepatan 400 rpm pada suhu 60°C. Selanjutnya 16 g minyak nabati dimasukkan kedalam campuran metanol dan katalis kemudian direfluks dan distirer selama 3 jampada suhu 60°C, dengan kecepatan pengadukan 400 rpm. Hasil refluks dipindahkan dalam corong pisah dan didiamkan selama 8 jam, sehingga terbentuk dua lapisan. Masing-masing lapisan di saring untuk mendapatkan katalis kembali. Lapisan atas yang mengandung metil ester dianalisis dengan GC-MS.

### III. Hasil dan Pembahasan

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

Analisis menggunakan FT-IR bertujuan untuk mengidentifikasi material, melihat gugus fungsi, menentukan komposisi dari campuran dan memperkirakan struktur molekul.<sup>4</sup> Karakterisasi FT-IR dari sintesis katalis besi(II) yang digrafting pada silika modifikasi diukur pada daerah serapan 400-3800  $\text{cm}^{-1}$ .



**Gambar 1** Spektrum FTIR (a) Silika Murni (b) Silika aktivasi (c) Silika-anilin (d) Silika Modifikasi (e) Amobilat

Pada gambar (a) yang merupakan spektrum dari silika murni memperlihatkan pita serapan pada bilangan gelombang  $3508 \text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan gugus -OH dari silanol (Si-OH stretching).<sup>6</sup> Kemudian pita serapan pada bilangan gelombang  $1650 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya gugus -OH dari molekul air yang terserap (O-H bending). Pita serapan pada bilangan gelombang  $1113 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus siloksan (Si-O-Si) *asymmetric stretching*, hal ini diperkuat dengan adanya pita serapan (Si-O-Si) *symmetric stretching* pada bilangan gelombang  $806,65 \text{ cm}^{-1}$ .<sup>7</sup>

Spektrum FTIR dari silika aktivasi memperlihatkan keberhasilan teraktivasinya silika ditandai dengan berkurangnya intensitas pita serapan dari gugus Si-OH pada bilangan gelombang  $3565 \text{ cm}^{-1}$ . Selain pada gugus Si-OH, pada bilangan gelombang  $1651 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan pita

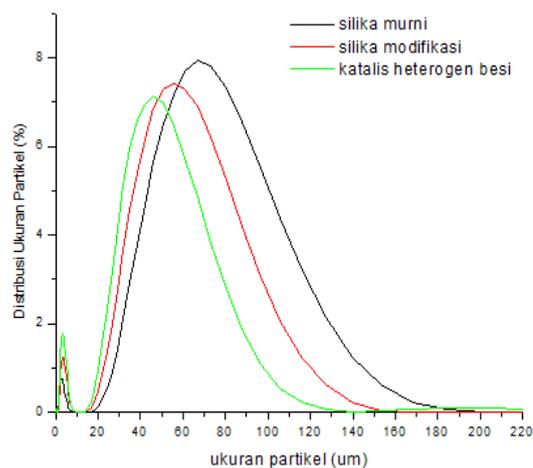
serapan dari gugus OH (OH *bending*) dari molekul air yang terserap juga mengalami pengurangan intensitas. Hal ini menandakan bahwa molekul air telah lepas dari permukaan silika karena adanya pemanasan. Pada gambar (c) memperlihatkan pita serapan dari silika anilin dimana pada bilangan gelombang  $1490\text{ cm}^{-1}$  merupakan pita serapan dari gugus C-N *stretching* aromatis dari molekul anilin. Hal ini mengindikasikan bahwa silika telah berhasil dimodifikasi dengan anilin.

Spektrum FTIR dari silika modifikasi gambar (d) memperlihatkan keberhasilan modifikasi silika dengan boron triflorida ditandai dengan munculnya puncak dari gugus Si-O-B pada bilangan gelombang  $800,69\text{ cm}^{-1}$  sehingga dapat diindikasikan bahwa modifikasi silika telah berhasil. Pada gambar (e) merupakan spektrum dari amobilat. Keberhasilan dari proses amobilisasi ditandai dengan dengan terjadinya pergeseran pita serapan ke daerah yang lebih besar. Namun pada pita serapan gugus Si-O-Si mengalami pergeseran ke daerah bilangan gelombang yang lebih kecil yaitu dari bilangan gelombang  $1092\text{ cm}^{-1}$  ke  $1077\text{ cm}^{-1}$ , sehingga diindikasikan bahwa logam besi tidak membentuk kompleks dengan asetonitril. Selain itu, tidak munculnya pita serapan dari gugus C≡N dari asetonitril pada daerah sekitar  $2250$  dan  $2293\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan bahwa asetonitril dalam katalis bukan sebagai ligan melainkan hanya sebagai pelarut sehingga yang digrafting pada silika modifikasi bukan kompleks Fe(II)asetonitril namun ion Fe(II).

### 3.2 Hasil Analisis dengan Nano Laser Particle Size Analyzer (NL-PSA)

Karakterisasi dengan Nano Laser Particle Size Analyzer (NL-PSA) bertujuan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel silika murni, silika modifikasi dan amobilat. Berdasarkan gambar 2 diketahui bahwa silika murni, silika modifikasi dan amobilat memiliki dua buah puncak masing-masingnya sehingga dapat diasumsikan

bahwa partikel - partikel tersebut memiliki dua macam ukuran partikel yang dominan. Distribusi ukuran partikel silika murni berada pada daerah  $0,7 - 190\text{ }\mu\text{m}$  dimana ukuran partikel silika murni yang dominan adalah  $3,5$  dan  $68\text{ }\mu\text{m}$ .



**Gambar 2** Grafik distribusi ukuran partikel dari silika murni, silika modifikasi dan amobilat

Pada partikel silika modifikasi, distribusi ukuran partikel berada pada daerah  $0,6 - 150\text{ }\mu\text{m}$  dimana ukuran partikel silika modifikasi yang dominan adalah  $3,4$  dan  $55,8\text{ }\mu\text{m}$ . Berdasarkan gambar 2 diketahui bahwa distribusi ukuran partikel bergeser ke ukuran partikel yang lebih kecil. Distribusi ukuran partikel silika modifikasi lebih sempit dibandingkan silika murni. Hal ini dikarenakan adanya penambahan modifier ( $\text{BF}_3$ ) yang menyebabkan terjadinya gaya tolakan antara boron triflorida pada permukaan silika sehingga partikel tersebut terpecah yang mengakibatkan ukuran partikel mengecil.

Dengan dilakukannya proses grafting ion besi(II) pada silika modifikasi, ukuran partikel terletak pada daerah  $0,1 - 130\text{ }\mu\text{m}$  dimana ukuran partikel dominan adalah  $2,7$  dan  $46,57\text{ }\mu\text{m}$ . Ukuran partikel dari amobilat lebih kecil dibandingkan silika modifikasi maupun silika murni. Hal ini dikarenakan oleh adanya interaksi gaya tolakan yang

terjadi antara ion besi(II) sehingga partikel menjadi lebih kecil.

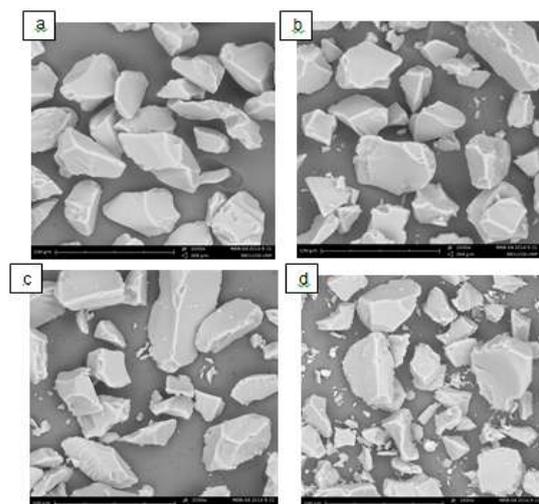
Dengan dihasilkannya ukuran partikel yang kecil akan mempengaruhi kecepatan reaksinya karena semakin kecil ukuran partikel katalis maka semakin besar luas permukaan spesifiknya sehingga katalis dengan ukuran partikel yang kecil akan sangat menguntungkan jika digunakan dalam suatu reaksi untuk menghasilkan produk.

### 3.3 Hasil Analisis dengan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray(SEM-EDX)

#### 3.3.1 Hasil Karakterisasi SEM

Karakterisasi dengan menggunakan SEM untuk menganalisa struktur atau morfologi permukaan dan distribusi ukuran partikel. Hasil karakterisasi SEM dari silika (a) Silika murni (b) Silika-anilin (c) Silika modifikasi (c) amobilat dapat dilihat pada gambar 3.

Gambar 3 menunjukkan partikel-partikel dari silika murni, silika modifikasi dan katalis amobilat yang digrafting pada silika modifikasi dimana bentuknya berupa partikel-partikel dengan ukuran yang tidak sama. Partikel silika murni ukuran partikelnya berada pada daerah antara 56,52-118,69  $\mu\text{m}$ .



**Gambar 3** Foto SEM (a) Silika murni (b) silika anilin (c) silika modifikasi (d) katalis amobilat

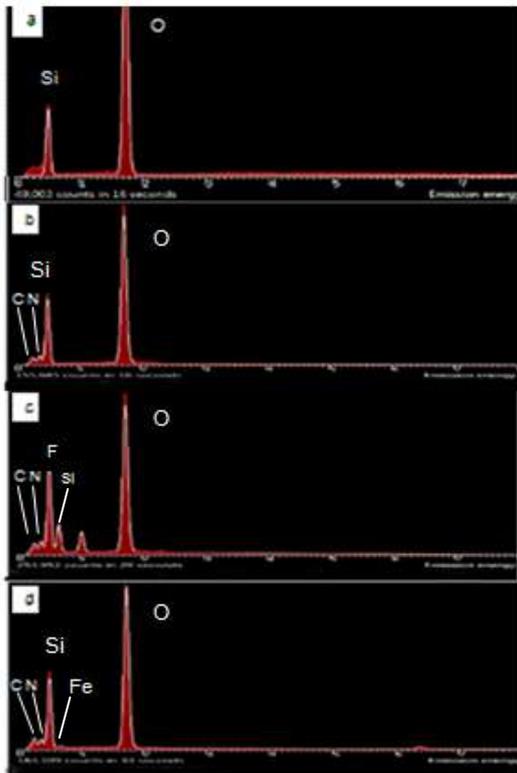
Dengan dilakukan penambahan anilin dan boron triflorida akan memberikan morfologi yang berbeda dimana partikel yang terbentuk lebih halus dan ukuran partikel lebih kecil dibandingkan dengan silika. Ukuran partikel silika-anilin berada pada daerah antara 5,6 - 101,7  $\mu\text{m}$ , sedangkan pada silika modifikasi ukuran partikel berada pada daerah antara 0,6 - 96,1  $\mu\text{m}$ .

Pada proses grafting besi(II) pada permukaan silika modifikasi akan memberikan morfologi yang berbeda dengan membentuk partikel-partikel yang lebih halus karena interaksi antara sesama besi(II) di permukaan silika. Partikel dari besi(II) yang digrafting pada silika modifikasi ukuran partikelnya berada pada daerah antara 0,6 - 84,8  $\mu\text{m}$ .

#### 3.3.2 Hasil Karakterisasi EDX

Karakterisasi dengan menggunakan EDX digunakan untuk mengetahui komponen kimia yang menyusun material. Hasil EDX dapat dilihat pada gambar 4.6.

Pada gambar (a) merupakan silika murni dimana komponen material yang ada yaitu atom Si dan O. Pada gambar (b) merupakan silika-anilin dimana komponen material yang ada yaitu Si, O, N dan C. Pada gambar (c) merupakan silika modifikasi dimana komponen material yang ada yaitu Si, O, F, C dan N. Pada gambar (d) merupakan katalis ion besi(II) yang digrafting pada silika modifikasi dimana komponen material yang ada yaitu Si, O, Fe, C dan N. Dari hasil EDX tersebut dapat diketahui bahwa ion besi(II) telah berhasil digrafting pada silika modifikasi dengan adanya unsur Fe pada amobilat.



**Gambar 4** Hasil EDX (a) Silika murni (b) silika anilin (c) silika modifikasi (d) amobilat

Hasil analisis EDX memperlihatkan bahwa persentase massa atom Si dan O diindikasikan pembuatan silika modifikasi telah berhasil.

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

Karakterisasi dengan menggunakan AAS bertujuan untuk menentukan *metal loading* dan *leaching* dari katalis. Tabel 4.1 Nilai *metal loading* dan *leaching* dari amobilat.

**Tabel 1.** Nilai *metal loading* dan *leaching* dari amobilat

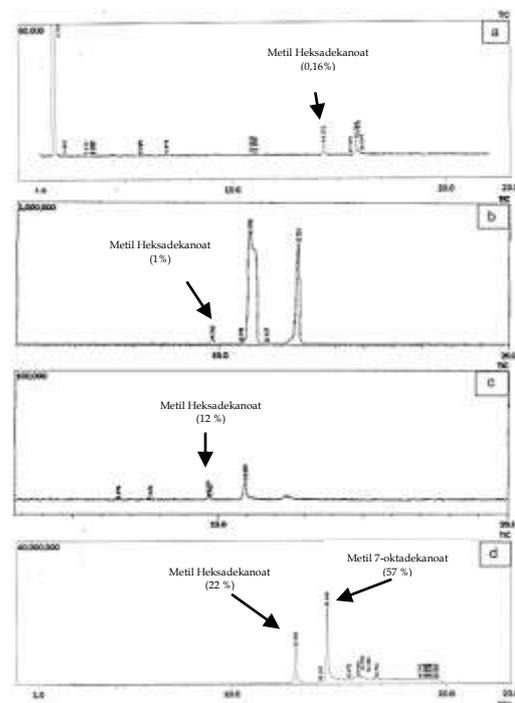
% Metal loading pada amobilat	%Leaching
5,3%	6%

Pada penentuan nilai *metal loading*, ditentukan banyaknya logam Fe yang terikat pada *support* silika modifikasi. Semakin besar nilai *metal loading* maka semakin banyak logam Fe yang terikat pada *support* silika. Nilai *metal loading* dari katalis

amobilat yaitu 5,3 %. Pada uji *leaching* didapatkan nilainya sebesar 6% Hal ini menunjukkan amobilat cukup stabil karena nilai *leaching* kecil dari 10%.<sup>4,5</sup> Semakin kecil nilai *leaching* maka semakin sedikit logam yang lepas ke pelarut tidak stabil kompleks tersebut tergrafting pada *support* modifikasi.

### 3.5 Hasil Analisis dengan Gas Chromatography Mass Spectrometer (GCMS)

Analisis dengan GC-MS bertujuan untuk mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif senyawa yang dihasilkan sebagai produk dari reaksi transesterifikasi.



**Gambar 5** Kromatogram larutan lapisan atas dengan menggunakan (a)Tanpa katalis (b) silika murni (c) silika modifikasi (d) amobilat

Pada kromatogram tersebut dapat dilihat bahwa metil ester yang didapatkan baik tanpa katalis, dengan silika, silka modifikasi dan amobilat ada dua jenis yaitu metil 7-oktadekanat dan metil heksadekanat. Dengan menggunakan amobilat didapatkan metil 7-oktadekanat pada waktu retensi 14,4 menit dengan luas puncaknya 57,1%, sedangkan metil heksadekanat dideteksi

pada waktu retensi 12,9 menit dengan luas puncaknya 21,6%.

Dari kromatogram dapat dibandingkan hasil metil ester yang didapatkan tanpa katalis, dengan menggunakan silika, silika modifikasi dan amobilat. Perbandingan produk hasil transesterifikasi dapat dilihat pada tabel 2.

**Tabel 2.** Perbandingan produk hasil reaksi transesterifikasi

Katalis	Metil ester (% luas puncak)	
	Metil 7- oktadekanoat	Metil Heksadekanoat
Tanpa Katalis	-	0,16
Silika	-	1
Silika Modifikasi	-	12
Amobilat	57	22

Dari perbandingan hasil metil ester yang didapatkan dari reaksi transesterifikasi tersebut diketahui bahwa dengan menggunakan katalis didapatkan persentase luas puncak yang lebih besar dibandingkan dengan tanpa katalis, dengan silika dan silika modifikasi. Berdasarkan hasil dari tabel 2 diketahui bahwa dengan menggunakan katalis akan mempengaruhi hasil metil ester yang didapatkan.

#### IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa amobilat besi yang digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak menghasilkan dua jenis metil ester yaitu metil Heksadekanoat dengan persentase luas puncak 22% dan metil 7- oktadekanoat dengan persentase luas puncak 57%.

#### V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada analis laboratorium Kimia Material, laboratorium Farmasi Universitas Andalas, laboratorium Universitas Negeri Padang dan laboratorium kesehatan Padang.

#### Referensi

1. Murdijanto, D. N., Setiabudi, A, dan Eko, R., **2010**, Sintesis, Karakterisasi

dan Uji Aktivitas Katalis Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Pada Reaksi Hydrocracking Minyak Nabati, *Jurnal Sains dan Teknologi Kimia*,

2. Lotero, E., Liu, Y., Lopez D. E., Suwannakarn K., Bruce D. A., and Goodwin, J. G. Jr., **2005**, Synthesis of Biodiesel via Acid Catalysis, *Ind. Eng. Chem. Res.*, Vol. 44. No. 14, 5353-5363
3. Alonso, D. M., Mariscal, R., López, G. M., and Maireles, P. T., **2008**, Biodiesel Preparation Using Li/CaO Catalysts: Activation Process and Homogeneous Contribution, *Catalysis Today*, Vol. 30, 1-5.
4. Delia, I., Admi, Syukri, **2012**, Penentuan Kondisi Optimum Aktifitas Katalitik Fe(II)-Asetonitril Yang Diamobilisasi Pada Silika Modifikasi Dalam Reaksi Transesterifikasi, *Jurnal Kimia Unand*, Vol. 1. No.1, 13-20
5. Sari. N. Syukri. Zulhadjri, **2013**, Penentuan Kondisi Optimum Aktifitas Katalitik Mn(II)-Asetonitril Yang Diamobilisasi Pada Silika Modifikasi Dalam Reaksi Transesterifikasi, *Jurnal Kimia Unand*, Vol. 2 No.1, 46-53
6. Stuart, B., **2004**, Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications, *John Willey & Sons*
7. Wereszczak, A., Lara-Curzio, E., and Mizuno, M., **2007**, Advances in Bioceramics and Biocomposites II, *John Wiley and Sons, New Jersey*

## SINTESIS NANOKRISTAL PERAK MENGGUNAKAN PEREDUKSI ALAMI

Wardatul Rahmah, Syukri Arief, Zulhadjri

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: [syukriarief@gmail.com](mailto:syukriarief@gmail.com)

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### Abstract

Synthesis of silver using natural plants as reductor has been achieved. For such process, gambir has been efficient as the reductor. The reaction was made by mixing the solution of silver nitrate (0.1 M and 0.05 M) and *gambir* and kept for 24 hours. The color of product was found to be shining, grey, and solid. From XRD pattern one can concluded that there are six peaks which in accordance with silver XRD spectrum standard. The crystal size of the obtained product was 36 nm for 0.1 M ( $\text{AgNO}_3$ ) and 47 nm for 0.05 M of the same solution which are measured the in highest peak. The SEM images of silver nanocrystal shown that they were sperical and its particle size was about 1  $\mu\text{m}$ .

**Keywords:** silver nanocrystal, reduction, gambir

### I. Pendahuluan

Negara Indonesia kaya dengan sumber daya hayati, hutan yang terbentang di setiap pulau mengandung berbagai jenis flora. Sekian banyak flora di Indonesia yang mengandung senyawa katekin salah satunya adalah gambir (*Uncaria Gambir Roxb*).<sup>1</sup> Gambir (*Uncaria Gambir Roxb*) merupakan suatu getah kering atau dikeringkan yang berasal dari ekstrak remasan daun dan ranting tumbuhan yang bernama *Uncaria Gambir Roxb*. Hasil remasan akan membentuk padatan atau pasta. Pasta dicetak dengan bambu dan dikeringkan. Tanaman gambir termasuk keluarga kopi-kopian dan merupakan tanaman tradisional Sumatera Barat. Daerah penghasil utama adalah Kabupaten 50 Kota, Pesisir Selatan, Sawah Lunto Sijunjung, dan Tanah Datar.<sup>2</sup> Kandungan utama ekstrak Gambir adalah katekin sekitar 7-33 %.<sup>3</sup>

Nanopartikel merupakan suatu partikel yang berukuran nano yaitu sekitar 1-100 nm. Material yang mempunyai struktur

nanopartikel akan mempunyai sifat yang berbeda dengan struktur aslinya. Material berukuran nanometer memiliki sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dibandingkan material berukuran besar (*bulk*). Material dengan ukuran nanometer memiliki sifat yang kaya karena menghasilkan sifat yang tidak dimiliki oleh material berukuran besar. Sejumlah sifat tersebut dapat diubah-ubah melalui pengontrolan ukuran material, pengaturan komposisi kimiawi, modifikasi permukaan, dan pengontrolan interaksi antar partikel.<sup>4,5</sup>

Secara garis besar, pembentukan nanopartikel logam dapat dilakukan dengan metode *top down* (fisika) dan *bottom up* (kimia). Metode fisika (*top down*) yaitu dengan cara memecah padatan logam menjadi partikel-partikel kecil berukuran nano. Sedangkan metode kimia (*bottom up*) dilakukan dengan cara melarutkan garam logam, agen pereduksi, dan penstabil hingga terbentuk nanopartikel logam.<sup>6</sup> Metode nanopartikel perak dilakukan dengan metode reduksi kimia dari larutan perak nitrat sangat banyak dilakukan

karena metode ini paling mudah dan sederhana. Zat pereduksi yang digunakan lebih baik menggunakan zat yang aman bagi lingkungan seperti menggunakan ekstrak tanaman. Biosintesis nanopartikel perak menggunakan ekstrak tanaman merupakan pilihan yang layak selain metode kimia dan fisika. Metode ini merupakan metode sintesis nanopartikel yang ramah lingkungan karena mampu meminimalisir penggunaan bahan-bahan anorganik yang berbahaya dan sekaligus limbahnya.<sup>7</sup>

Sintesis nanopartikel perak telah dilakukan Singh dkk menggunakan ekstrak daun tumbuhan *Dalbergia Sissoo*. Daun tersebut yang memiliki senyawa flavonoid dengan adanya struktur polifenol dapat mereduksi Ag(I) menjadi Ag(0). Penelitian tersebut menghasilkan nanopartikel perak berukuran 5-15 nm dengan struktur sferikal.<sup>8</sup>

Tumbuhan *Vitex Negundo L* juga telah digunakan dalam sintesis perak nitrat. Nanopartikel perak yang dihasilkan berukuran  $18,2 \pm 8,9$  nm dengan struktur spherical. Hal ini disebabkan kandungan fenol dan flavonoid yang terdapat dalam daun tersebut dapat mereduksi Ag(I) menjadi Ag(0).<sup>9</sup>

Dalam penelitian ini, akan dilakukan biosintesis nanopartikel perak menggunakan ekstrak gambir. Ekstrak gambir senyawa utama flavonoid<sup>3</sup> sangat berpotensi menjadi zat pereduksi. Sejauh ini belum ada laporan penelitian yang menggunakan ekstrak tersebut sebagai bahan pereduksi.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1 Bahan kimia, peralatan, dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan adalah perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) (Merck), akuades, dan aseton ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ). Pereduksi alami yang digunakan adalah gambir yang sudah diolah, diambil dari daerah Payakumbuh.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini seperti timbangan, peralatan gelas, kertas pH indikator, alumunium foil,

kertas saring, corong buchner, sentrifus, *hotplate stirrer*, penyaring vakum. Alat karakterisasi yang digunakan berupa X-Ray Diffraction (XRD; Phillips X'pert Powder PAN alytical), *Scanning Electron Microscope* (SEM; Hitachi S-3400N).

### 2.2 Prosedur Penelitian

#### 2.2.1 Preparasi Ekstrak

Pereduksi alami (gambir) dikeringanginkan dalam suatu ruangan yang terlindungi dari sinar matahari langsung. Pereduksi alami yang telah kering disortir dari pengotor-pengotor yang tinggal seperti pasir atau benda asing yang melekat saat proses pengeringan. Pereduksi alami yang telah disortir dihaluskan menggunakan gerinda. Serbuk yang didapatkan disimpan dalam wadah yang bersih dan terlindung dari cahaya untuk mencegah terjadinya kerusakan dan penurunan mutu.

Ekstrak tumbuhan yang didapatkan ditambah akuades dengan perbandingan volume 1:10 dan direbus pada suhu pemanas  $150^\circ\text{C}$  dan suhu larutan  $80 \pm 3^\circ\text{C}$  selama  $\pm 1$  jam. Setelah direbus, larutan disaring dan diambil filtratnya. Filtrat yang didapatkan disimpan dalam wadah yang bersih dan dapat digunakan sebagai reduktor.

#### 2.2.2 Sintesis Nanopartikel Perak

Untuk pereduksian Ag(I) menjadi Ag(0), ekstrak gambir ditambahkan kedalam larutan  $\text{AgNO}_3$  dengan konsentrasi 0,1 M dan 0,05 M dengan rasio 1:2. Setelah penambahan ekstrak, larutan distirrer selama 24 jam pada suhu ruang. Kemudian endapan yang didapat dipisahkan dari filtrat dan dicuci menggunakan akuades dan aseton. Endapan yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan peralatan XRD dan SEM.

#### 2.2.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui kristalinitas struktur dan ukuran kristal dari sampel yang didapatkan dengan cara mengambil sejumlah nanopartikel perak yang telah disintesis.

#### 2.2.4. Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan untuk melihat morfologi permukaan dari sampel yang didapatkan dengan cara mengambil sejumlah nanopartikel perak yang telah disintesis.

### III. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Biosintesis Nanokristal Perak

Sintesis nanokristal telah dilakukan dalam berbagai variasi seperti variasi pereduksi alami, konsentrasi, dan pelarut. Penggunaan pelarut alkohol dalam maserasi diasumsikan dapat memperhalus ukuran nanopartikel karena alkohol dapat berfungsi sebagai *capping agent*.<sup>10</sup> Dalam percobaan yang dilakukan, sintesis nanopartikel menggunakan pelarut alkohol untuk maserasi dalam berbagai pereduksi alami tidak menghasilkan endapan nanopartikel perak.

Pereduksi alami gambir merupakan pereduksi alami yang sangat kuat. Hal ini dapat dilihat saat penambahan pereduksi alami kedalam larutan perak nitrat dengan konsentrasi 0,1 M. Warna coklat keruh lebih cepat terlihat saat penambahan pereduksi alami gambir. Endapan yang didapatkan lebih bewarna keabu-abuan.

Sebelumnya percobaan sintesis nanokristal telah banyak dilakukan dalam berbagai variasi konsentrasi dan dalam berbagai pereduksi alami. Dari semua percobaan yang dilakukan dan setelah diamati, terlihat bahwa makin besar konsentrasi perak nitrat maka proses reduksi akan semakin cepat. Hal ini diakibatkan ion Ag dalam larutan makin banyak dan pereduksi alami tidak sulit dalam melakukan interaksi atau berikatan dengan ion Ag.

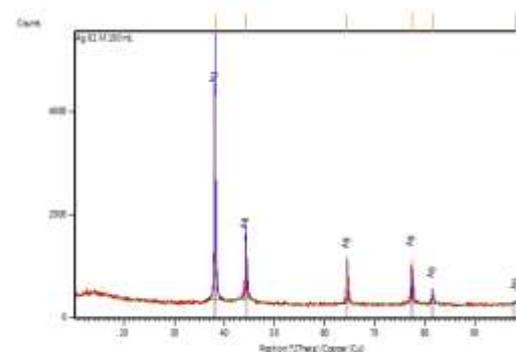
**Tabel 1.** Pengamatan terhadap nanokristal perak dalam berbagai variasi konsentrasi

Konsentrasi (M)	Pereduksi alami	Pengamatan
0,1	gambir	– Endapan yang didapatkan bewarna keabu-abuan

0,05	gambir	– Endapan yang didapatkan bewarna coklat
------	--------	--

#### 3.2 X-Ray diffraction (XRD)

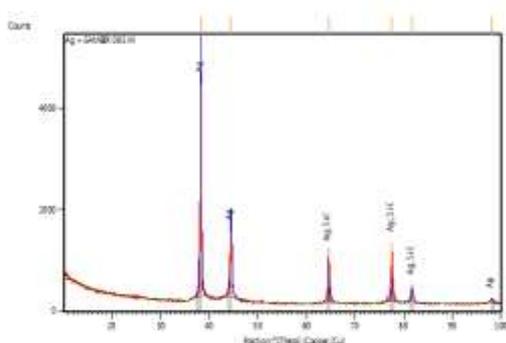
Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal dari sampel yang didapatkan.



**Gambar 1.** Analisis XRD dari nanokristal perak 0,1 M dengan pereduksi alami gambir

Gambar 1 merupakan XRD dari Ag yang telah disintesis dari larutan  $\text{AgNO}_3$  0,1 M menggunakan pereduksi alami gambir. Dapat dilihat bahwa telah terbentuk nanokristal Ag ditandai dengan munculnya puncak pada  $2\theta$  :  $38,10^\circ$  (111);  $44,24^\circ$  (200);  $64,42^\circ$  (220);  $77,36^\circ$  (311);  $81,52^\circ$  (222);  $98,07^\circ$  (400) dengan struktur fcc yang sesuai dengan puncak dari Ag dengan nomor ICDD (International Centre for Diffraction Data 01-017-4613). Dari hasil XRD dapat ditentukan nilai ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer. Setelah dilakukan perhitungan pada puncak tertinggi didapatkan nilai ukuran kristal sekitar 36 nm.

Ajitha dkk mempelajari mengenai pengaruh konsentrasi terhadap pertumbuhan ukuran nanopartikel. Mereka menemukan bahwa dengan konsentrasi yang semakin tinggi maka ukuran partikel akan semakin besar. Hal ini dibuktikan dari ukuran kristal yang didupkannya sekitar 24-45 nm dengan kenaikan konsentrasi dari perak nitrat.



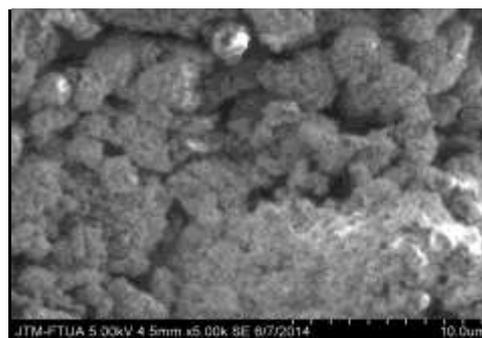
**Gambar 2.** Analisis XRD dari nanokristal perak 0,05 M dengan pereduksi alami gambir

Gambar 2 merupakan XRD dari Ag yang telah disintesis dari larutan  $\text{AgNO}_3$  0,05 M menggunakan pereduksi alami gambir. Dapat dilihat bahwa telah terbentuk nanokristal Ag ditandai dengan munculnya puncak pada  $2\theta$  :  $38,22^\circ$  (111);  $44,43^\circ$  (200);  $64,49^\circ$  (220);  $77,44^\circ$  (311);  $81,62^\circ$  (222);  $98,01^\circ$  (400) dengan struktur fcc yang sesuai dengan puncak dari Ag dengan nomor ICDD (International Centre for Diffraction Data 01-087-0718). Dari hasil XRD dapat ditentukan nilai ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer. Setelah dilakukan perhitungan pada puncak tertinggi didapatkan nilai ukuran kristal sekitar 47 nm.

Ukuran nanokristal yang didapatkan dari penelitian ini hampir sama dengan yang dilakukan oleh Ajitha sekitar 36-47 nm. Tetapi hasil yang didapatkan makin besar konsentrasi perak nitrat yang digunakan, ukuran kristal yang didapatkan makin kecil. Hal ini dikarenakan waktu reaksi yang digunakan untuk sintesis nanokristal perak 0,05 M lebih lama dibandingkan dengan konsentrasi 0,1 M, sehingga inti partikel akan terus tumbuh dan membentuk partikel yang lebih besar.

### 3.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Untuk analisa morfologi dan permukaan dari nanokristal perak yang dihasilkan dilakukan analisa SEM.



**Gambar 3.** Analisis SEM dari nanokristal perak 0,1 M dengan pereduksi alami gambir

Gambar 3 merupakan gambar karakterisasi SEM dari nanokristal perak dengan konsentrasi 0,1 M dengan perbesaran 5000 x. Dari gambar 3 terlihat bahwa bentuk partikel yang dihasilkan berupa sferikal (bulat). Dari gambar juga terlihat bahwa ukuran partikel yang dihasilkan berbeda antara satu dengan yang lain dan membentuk aglomerasi (penggabungan). Hal ini diakibatkan karena pertumbuhan partikel yang sangat cepat dan perlakuan sintesis dilakukan menggunakan akuades tanpa menggunakan capping agent.

Ajitha dkk telah membuktikan dimana konsentrasi yang semakin kecil, ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil. Zienlinska dkk juga telah membuktikan bahwa semakin besar jumlah ion perak dalam larutan maka ukuran partikel yang didapatkan juga semakin besar. Warna yang dihasilkan juga akan mengalami perbedaan tergantung pada kekuatan dari reduktor. Pileni dkk mendapatkan perak dengan perbedaan ukuran partikel dan warna yang diakibatkan oleh konsentrasi reduktor. Semakin besar kandungan hidrazin maka ukuran nanopartikel perak semakin besar dan dapat mengubah sifat optik. Mereka juga menemukan perbedaan warna pada larutan saat sintesis mulai dari merah untuk reduktor yang lemah menjadi hijau dan abu-abu untuk reduktor yang kuat.

Dari gambar SEM didapatkan ukuran partikel, dengan konsentrasi 0,1 M adalah sekitar  $0,2 \mu\text{m}$ . Dari hasil ini dikatakan bahwa konsentrasi yang kecil, maka

ukuran partikel yang didapatkan semakin besar.

#### IV. Kesimpulan

Penelitian sintesis nanokristal perak menggunakan pereduksi alami telah dilakukan dan terbukti bahwa tumbuhan dapat digunakan sebagai pereduksi alami yang lebih ramah lingkungan. Hasil XRD dengan pereduksi alami gambir, memperlihatkan pola puncak dari logam Ag sesuai dengan standar ICDD No. 01-017-4613. Ukuran kristal dari logam perak yang dihasilkan menggunakan pereduksi alami gambir dengan konsentrasi 0,1 M adalah 36 nm dan 47 nm untuk konsentrasi 0,05 M. Dari hasil SEM dapat dilihat morfologi dari nanokristal perak berupa sperikal (bulat) yang mengalami aglomerasi.

#### V. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dikti yang telah membiayai penelitian ini melalui PKM-P dan kepada analis laboratorium kimia material.

#### Referensi

1. Lucida, H., Bakhtiar, A., dan Putri, W. A., **2007**, Formulasi Sediaan Antiseptik Mulut dari Katekin Gambir, *J.Sains Tek. Far*, Vol. 12. No. 1
2. Febriyeny, S., Analisis Perbandingan Pendapatan dan Keuntungan Usahatani Gambir (*Uncaria Gambir Roxb*) antara Petani yang Mengolah Sendiri dan yang Menjual Daun Segar di Nagari Barung-barung Balantai Kecamatan Koto XI Tarusan Kabupaten Pesisir Selatan, Universitas Andalas, Padang
3. Isnawati, A., Raini, M., Sampurno, O. D., Mutiatikum, D., Widowati, L., dan Gitawati, R., **2012**, Karakterisasi Tiga Jenis Ekstrak Gambir (*Uncaria gambir Roxb*) dari Sumatera Barat, *Buletin Penelitian Kesehatan*, Vol. 40. No. 4, hal. 201-208
4. Hosokawa, M., **2007**, Nanoparticle Technology Handbook, 1<sup>st</sup> edition. Elsevier Linacre House, Jordan Hill, Oxford OX2 8DP, UK
5. Fernandez, B. R., **2011**, Sintesis Nanopartikel. Pascasarjana Universitas Andalas, Padang
6. Haryono, A., Sondari, D., Harmami, S. B., dan Randy, M., **2008**, Sintesa Nanopartikel Perak dan Potensi Aplikasinya. *Jurnal Riset Industri*, Vol. 2. No. 3, 158-163
7. Bakir., **2011**, Pengembangan Biosintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Air Rebusan Daun Bisbul (*Diospyros Blancoi*) Untuk Deteksi Ion Tembaga (II) dengan Metode Kolorimetri, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, Depok
8. Singh, C., Baboota, R. K., Naik, P. K., dan Singh, H., **2012**, Biocompatible Synthesis of Silver and Gold Nanoparticles Using Leaf Extract of *Dalbergia Sissoo*. *Research Article*, Vol. 3. No. 4, 279-285
9. Zargar, M., Hamid, A. A., Bakar, F. A., Shamsudin, M. N., Shameli, K., Jahanshiri, F., dan Farahani, F., **2011**, Green Synthesis and Antibacterial Effect of Silver Nanoparticles Using *Vitex Negundo L*. *Article Molecules*, 16, 6667-6676
10. Ajitha, B., Divya, A., Harish, G. S., dan Sreedhara, R. P., **2013**, The Influence of Silver Precursor Concentration on Size of Silver Nanoparticles Grown by Soft Chemical Route. *Research Journal of Physical Sciences*, Vol. 1. No. 17, 11-14

# ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID DARI FRAKSI ETIL ASETAT KULIT BATANG KECAPI (*Sandoricum koetjape* (Burm.f) Merr)

Yulion Eka Putra, Adlis Santoni dan Mai Efdi

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

e-mail: adlis\_1962@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

## Abstract

Isolation of triterpenoid compounds have been carried out from the bark of *Sandoricum koetjape* (Burm.f) Merr). Stem bark powder were extracted by maceration method using organic solvents hexane, ethyl acetate and methanol. purification by column chromatography and identification of compounds was made by UV and IR spectroscopy. Isolated compounds in the form of white needle crystals were obtained from the ethyl acetate extract with a melting point 188°C - 190°C. Based on Lieberman-Burchard reagent test, isolated compounds are triterpenoid.

**Keywords:** *Sandoricum koetjape*, triterpenoid, isolation

## I. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara tropis yang kaya dengan keanekaragaman hayati, baik tumbuhan tingkat tinggi maupun tingkat rendah. Diperkirakan 17 % dari seluruh spesies tumbuhan yang ada di permukaan bumi terdapat di Indonesia. Kekayaan ini telah dimanfaatkan oleh nenek moyang bangsa Indonesia baik sebagai sumber bahan pangan, pakaian, pewarna, kosmetik, obat-obatan.<sup>1</sup>

Salah satu diantaranya adalah tumbuhan famili *Meliaceae*. Famili *Meliaceae* memiliki 50 genus dan 1400 spesies yang sebagian besar tumbuh di daerah tropis. Keistimewaan tumbuhan ini adalah kayunya yang berkualitas tinggi, selain untuk keperluan kayu lapis, mebel dan keperluan rumah tangga juga diketahui memiliki ketahanan hidup terhadap hama serangga.<sup>2</sup>

Salah satu tumbuhan famili *Meliaceae* adalah kecap. Daun kecap biasa digunakan untuk obat infeksi kulit, menurunkan panas, obat diare dan sakit kepala. Bubuk kulit kayu kecap digunakan sebagai obat kurap dan

antikanker. Akarnya digunakan sebagai antiseptik, sakit pinggang serta untuk penguat tubuh wanita setelah melahirkan.<sup>3</sup>

Tumbuhan kecap dapat diperbanyak secara vegetatif dengan cara cangkok dan sambung, sedangkan perbanyakannya generatif dengan menanam biji. Dalam jangka waktu yang lama biji kecap tidak dapat disimpan. Beberapa penelitian tentang fitokimia dan sifat farmakologis dari tumbuhan kecap telah dilaporkan sebelumnya. Pada ekstrak kulit batangnya memiliki aktifitas sitotoksik terhadap kanker yang menyebabkan leukimia pada manusia. Disamping itu, uji kandungan metabolit sekunder (fitokimia) yang telah dilakukan peneliti sebelumnya bahwa pada kulit batang selain mengandung senyawa triterpenoid, flavonoid, fenolik dan kumarin.<sup>4,5,6</sup> Penelitian sebelumnya juga telah melaporkan senyawa dari golongan triterpenoid yang memiliki aktivitas menghambat pertumbuhan sel tumor, sitotoksik.<sup>5,7</sup>

Berdasarkan hal ini maka penelitian ini dicoba untuk mengisolasi salah satu

senyawa triterpenoid yang terdapat pada ekstrak etil asetat kulit batang kecapi (*Sandoricum koetjape*(Burm.f)Merr). Isolasi dilakukan secara maserasi dengan heksana, etil asetat dan metanol, pemisahan komponen dengan kromatografi kolom, pemurnian dengan cara rekristalisasi sedangkan karakterisasi struktur dilakukan dengan spektroskopi ultraviolet dan spektroskopi inframerah.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan untuk uji fitokimia yaitu pereaksi Mayer, pereaksi Liebermann Burchard (asam asetat anhidrat dan asam sulfat pekat), Sianidin test (bubuk magnesium dan asam klorida pekat), besi(III) klorida, ammonia, natrium hidroksida. Bahan-bahan yang digunakan untuk pengerjaan isolasi adalah kulit batang kecapi, heksana, etil asetat dan metanol (ketiganya merupakan pelarut teknis yang telah didistilasi) digunakan sebagai pelarut saat maserasi dan eluen pada kromatografi kolom, akuades, plat KLT (Kromatografi Lapis Tipis) merek Merck, silika gel 60 (0,063-0,200 mm) (70-230 mesh ASTM) merek Merck, kertas saring, aluminium foil. Peralatan yang digunakan untuk proses isolasi yaitu seperangkat alat destilasi, alat *rotary evaporator* (Heidolph Laborota 4000), oven, spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu PharmaSpec UV-1700), spektrofotometer inframerah FTIR (Thermo Scientific Nicolet iS10), lampu UV ( $\lambda = 254$  dan  $356$  nm), *Melting Point*, kolom kromatografi, neraca analitik, pipa kapiler.

### 2.2. Prosedur penelitian

Sampel bubuk kering dimasukkan ke dalam wadah dan dimaserasi dengan menggunakan heksana, selama 4 hari (sambil diaduk sekali-kali). Setelah itu, disaring dan dilakukan berulang kali hingga perendaman tidak berwarna lagi. Larutan hasil maserasi kemudian digabungkan dan diuapkan pelarutnya dengan menggunakan *rotary evaporator* pada suhu  $40^{\circ}\text{C}$  hingga diperoleh ekstrak kental heksana.

Ampas dari maserasi heksana kemudian dimaserasi lagi menggunakan etil asetat menggunakan metode yang sama dengan sebelumnya hingga didapatkan ekstrak kental etil asetat. Selanjutnya, ampas yang didapat dari maserasi etil asetat kemudian dimaserasi lagi dengan metanol menggunakan metode yang sama. Masing-masing ekstrak yang diperoleh (heksana, etil asetat dan metanol) dilakukan uji aktifitas antibakteri dan uji kandungan kumarinnya. Untuk pemisahan lebih lanjut dilakukan pada ekstrak yang positif triterpenoid.

Ekstrak positif triterpenoid ini selanjutnya di KLT menggunakan berbagai jenis pelarut organik. Analisis KLT digunakan untuk menentukan pelarut yang cocok beserta perbandingannya untuk pemisahan dengan kromatografi kolom menggunakan sistem SGP (*Step Gradient Polarity*) atau isokratik.

Kolom silika gel dibuat dengan mensuspensikan silika gel dengan pelarut heksana yang bertujuan untuk menghomogenkan dan menghilangkan kemungkinan adanya gelembung udara yang akan mengganggu proses pemisahan. Kemudian silika yang telah disuspensi ini dimasukkan ke dalam kolom yang bagian dasarnya telah diberi kapas sebagai penyaring.

Sampel yang akan dipisahkan dipreadsorpsi terlebih dahulu, yaitu dengan mencampurkan ekstrak kental (40 g) dengan silika (40 g) menggunakan perbandingan 1:1. Preadsorpsi ini dilakukan dengan mencampurkannya hingga homogen kemudian dimasukkan ke dalam kolom yang telah disiapkan. Selanjutnya dilakukan elusi berdasarkan perbandingan eluen yang diperoleh dari KLT. Fraksi-fraksi yang keluar dari kolom ditampung dengan vial (10 mL), kemudian dianalisis pola nodanya dengan KLT. Fraksi yang memiliki pola node dan  $R_f$  yang sama digabung sehingga didapatkan fraksi yang lebih sederhana. Fraksi yang positif triterpenoid dimurnikan dengan rekristalisasi atau teknik

kromatografi sehingga didapatkan noda tunggal menggunakan berbagai perbandingan pelarut.

Senyawa hasil isolasi yang didapat kemudian dilakukan karakterisasi. Karakterisasi secara kimia dengan reagen-reagen penampak noda dan secara karakterisasi fisika yaitu pengukuran titik leleh serta karakterisasi secara spektroskopi (UV dan IR).

### III. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Ekstraksi

Sampel 1200 gram dimaserasi berkali-kali dengan menggunakan pelarut heksana, etil asetat dan metanol diperoleh ekstrak pekat heksana 49,003 gram, etil asetat 50,099 gram dan metanol 49,106 gram.

#### 3.2 Pemisahan dan Pemurnian

Ekstrak etil asetat dilakukan pemurnian lebih lanjut dengan metoda kromatografi kolom. Ekstrak ini dipilih karena mempunyai aktifitas antibakteri yang lebih aktif dibandingkan dengan ekstrak lainnya.

Hasil kromatografi kolom didapatkan sebanyak 517 vial dan dilakukan penggabungan fraksi-fraksi berdasarkan pola noda dan  $R_f$  yang sama sehingga didapatkan 9 fraksi (A - I).

**Tabel 1.** Pemurnian dengan berbagai eluen

No	Eluen	Pola Noda	RF
1.	Etil 100%	1 noda	0,87
2.	heksan-EtOAc (6:4)	1 noda	0,37
3.	heksan-EtOAc (7:3)	1 noda	0,04
4.	heksan-EtOAc (8:2)	1 noda	0,02

Fraksi G kemudian dilakukan rekromatografi kolom dengan menggunakan silika gel sebagai fasa diam dan dilakukan pengelusan dengan sistem SGP menggunakan pelarut heksana dan etil asetat.

Dilakukan pemurnian dengan cara mencuci padatan yang telah didapatkan dari proses penggabungan tersebut dengan heksan. Dari proses itu didapatkan padatan yang berwarna putih bersih. Kemudian padatan tersebut diuji kemurniannya dengan KLT menggunakan eluen yang berbeda-beda seperti yang terlihat pada tabel 1.

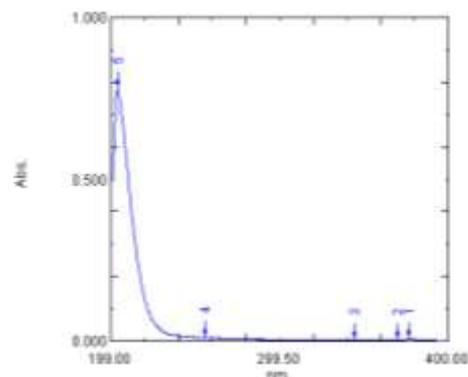
Pada hasil KLT didapatkan bahwa senyawa tersebut tidak menampakkan noda pada lampu UV  $\lambda$  254 nm dan  $\lambda$  365 nm tapi noda tunggal terlihat ketika dilakukan pengujian dengan menggunakan penampak noda LB dan  $I_2$ .

Dilihat dari  $R_f$  yang didapatkan bisa kita ketahui bahwa senyawa yang kita dapatkan sudah berada dalam keadaan murni.

#### 3.3 Karakterisasi

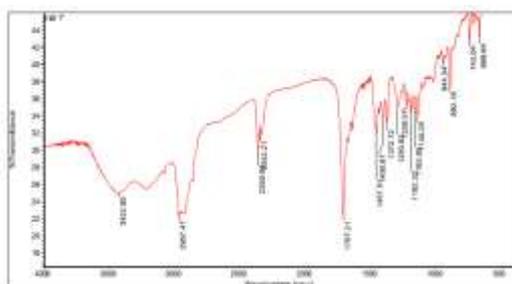
Untuk memastikan apakah senyawa yang didapatkan telah murni atau belum maka dilakukan uji titik leleh senyawa. Dari hasil pengujian titik leleh didapatkan titik leleh dari senyawa ini adalah sebesar  $188^\circ - 190^\circ\text{C}$ .

Spektrum UV yang dihasilkan oleh senyawa ini dengan menggunakan pelarut metanol memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 203,00 nm yang dapat dilihat pada gambar. Hal ini menunjukkan terjadinya transisi elektron dari  $\pi$  ke  $\pi^*$  yang mengindikasikan adanya ikatan rangkap tak berkonjugasi.



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

Karakterisasi senyawa hasil isolasi menggunakan data spektrum IR memperlihatkan beberapa serapan penting ditampilkan pada gambar 2.



Gambar 2. Spektrum Inframerah.

Pada spektrum IR tersebut menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi memiliki gugus fungsi -OH pada angka gelombang 3422,80  $\text{cm}^{-1}$ , pada angka gelombang 2967,47  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya puncak -CH stretching, sedangkan C=O pada 1701,21  $\text{cm}^{-1}$ , C=C pada 1457,51  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus geminal dimetil yang merupakan serapan khas senyawa golongan triterpenoid ditunjukkan pada daerah 1372,72  $\text{cm}^{-1}$ . Geminal dimetil merupakan serapan khas senyawa golongan triterpenoid yang ditunjukkan pada bilangan gelombang 1385  $\text{cm}^{-1}$  sampai 1360  $\text{cm}^{-1}$ .<sup>8</sup>

#### IV. Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi adalah golongan triterpenoid dengan titik leleh 188°C - 190°C. Dari data spektroskopi (UV-Vis dan IR) menunjukkan senyawa hasil isolasi memiliki transisi dari  $\pi$  ke  $\pi^*$  dengan  $\lambda_{\text{max}}$  203,00 nm pada spectrum UV. Pada spektrum IR terlihat senyawa hasil isolasi memiliki gugus fungsi O-H, C-H stretching, C=O, C=C dan geminal dimetil.

#### V. Ucapan terima kasih

Melalui ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada Analis Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam dan semua

pihak yang selalu memberi dukungan serta motivasi.

#### Referensi

1. Suyani, H., **1991**, *Kimia dan Sumber Daya Alam*, Pusat Penelitian Universitas Andalas, Padang, hal. 47 - 48.
2. Jacobson, M., **1995**. Insecticides, Insectrepellants, and Attractants From Acid/Semiacid-Land Plants. *Phytochemistry*. 32 : 138-146.
3. Nassar, Z., Abdalrahim, A., **2011**, The Pharmacological Properties of terpenoid from *Sandoricum Koetjape*. *Journal Medoentral*. 1-11.
4. Hong, T. D., S. Linnington and R. H. Ellis, **1998**, Compendium of Information on Seed Storage Behaviour. *Royal Botanic Gardens Kew*. 2.
5. Efdi, Mai., Erma Suryani, **2012**, Sentulic Acid: A Cytotoxic Ring A-seco Triterpenoid from *Sandoricum koetjape* Merr. *Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters*. Japan: Gifu University. 4242-4245.
6. Aria, U., dan Whendy, **2013**, Isolasi Senyawa Triterpenoid dari Fraksi Aktif Kulit Batang Kecapi dan Uji Bioaktivitas "Brine Shrimps Lethality Bioassay". *Skripsi*. Padang: UNAND.
7. Tadamitsu, T., Takashi, K., Thaworn, K., Haruhiro, F., Okuyama, E., Hayashi, M., Komiyama, K., and Ishibashi, M., **2001**, New Multiflorane-Type Triterpenoid Acids from *Sandoricum indicum*. *J. Nat. Prod.*, 64, 1243-1245.
8. Fessenden R. J., Fessenden J. S., **1999**, *Kimia Organik*, 319.

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT ZSM-5 DARI BAHAN DASAR ALAMI DENGAN METODE HIDROTERMAL MENGGUNAKAN AIR LAUT

Wahyuni, Upita Septiani, dan Syukri Arief

Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

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

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

## Abstract

Synthesis of zeolite ZSM-5 using natural ingredients, rice husk ash by hydrothermal method using sea water has been carried out. The rice husk ash was firstly melted using NaOH at a temperature of 550 °C. Alkaline hydrothermal processes in zeolite synthesis was firstly performed with a temperature range of 125 - 170 °C. Product of synthesis were characterized using Fourier Transform Infra Red (FT-IR), X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) combined with EDX. From the characterization it was indicated that the formation of zeolite will be better at elevated temperature and using of sea water as a solvent. XRD analysis the use either the temperature variations of sea water and distilled water showed the formation of zeolite ZSM-5.

**Keywords:** zeolite, alkaline hydrothermal, sea water, crystallization

## I. Pendahuluan

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris, termasuk Indonesia. Sumatra Barat adalah salah satu provinsi penghasil padi di Indonesia. Penggilingan padi menghasilkan 72% beras, 5-8% dedak, dan 20-22% sekam padi. Abu sekam padi mengandung  $\pm 90 - 99\%$  silika ( $\text{SiO}_2$ ), sejumlah kecil alkali. Apabila kandungan silikanya mendekati atau di bawah 90% kemungkinan disebabkan oleh adanya sampel sekam padi yang telah terkontaminasi oleh zat lain yang kandungan silikanya rendah.<sup>1</sup>

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi. Kation kation tersebut dapat diganti oleh kation lain tanpa merusak struktur zeolit dan dapat menyerap air secara reversibel. Zeolit berdasarkan klasifikasinya dibagi menjadi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis.

Pada beberapa dekade terakhir zeolit sintetik lebih cenderung disintesa dari limbah dan material-material murah dengan menggunakan metode dan teknologi yang mutakhir. Contoh material limbah dengan kandungan silika tinggi seperti abu sekam padi (rice husk ash) dan abu terbang (fly ash) merupakan sumber silika alternatif yang potensial untuk sintesis zeolit.<sup>2,3</sup>

ZSM-5 (Zeolite Secony Mobile-5) adalah salah satu jenis zeolit yang banyak digunakan. ZSM-5 adalah zeolit dengan rasio silika dan alumina yang tinggi. Sintesa zeolit ZSM-5 dengan menggunakan abu sekam padi sebagai sumber silika telah dilakukan oleh beberapa peneliti dengan metode alkali hidrotermal menggunakan air destilasi sebagai pelarut pada temperatur 195°C dengan lama inkubasi 24 jam.<sup>4</sup> Zeolit NaX telah disintesis dari *fly ash* batubara Ombilin dengan metode alkali hidrotermal menggunakan air laut pada temperatur 60°C dengan lama inkubasi 4 hari. Zeolit

NaX yang terbentuk secara kualitas dan kuantitas lebih baik menggunakan air laut dibanding air destilasi pada variasi temperatur proses.<sup>5</sup>

Pada penelitian ini akan disintesa zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi dengan metode alkali hidrotermal menggunakan air laut dan air destilasi sebagai pembanding. Temperatur hidrotermal divariasikan pada suhu 125 °C, 150 °C, dan 170 °C dengan masa inkubasi 2 hari menggunakan air laut dan air destilasi sebagai pembanding. Kristal zeolit yang didapatkan dikarakterisasi dengan FT-IR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energi Dispersive X-ray*). Sebelum digunakan Abu sekam padi dikarakterisasi dengan XRF (*X-Ray Fluoresence*) untuk menentukan kadungan silika (SiO<sub>2</sub>).

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah sekam padi dari kecamatan kurangi daerah padang, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (*Merck*), NaOH (*Merck*), bibit silikat, air laut pantai padang, aquabides serta air destilasi dari laboratorium Analitik Instrument Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah beberapa peralatan gelas, lumpang, timbangan, furnace, autoclave, XRF (*X-Ray Fluoresence*, PANalytical), FT-IR (*FTIR Perkin Elmer 1600 series*), XRD (*Philips X'pert Powder*, PANalytical), dan SEM-EDX (*SEM S-3400 n Hitachi*, EDX Emax x-act 720, Horiba).

### 2.2. Prosedur penelitian

Abu sekam padi disiapkan dari sekam padi yang dipanaskan menggunakan furnace pada temperatur 600 °C selama 4 jam. Pada penelitian ini dilakukan beberapa tahapan yaitu peleburan abu sekam padi dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan padatan NaOH dan ditambahkan bibit silikat 1% dari berat SiO<sub>2</sub> serta dilanjutkan dengan proses alkali hidrotermal menggunakan pelarut air laut dan air destilasi sebagai pembanding.

Peleburan abu sekam padi dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilakukan dengan cara mengambil sebanyak 9 gram abu sekam padi, 0,3 gram Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan 3,06 gram NaOH kemudian dihaluskan menggunakan lumpang selama beberapa menit. Campuran di atas dimasukkan ke dalam cawan penguap. Campuran yang didapatkan difurnance pada suhu 550 °C selama 1 jam. Hasil peleburan dihaluskan dan dimasukkan kedalam gelas kimia. Campuran yang didapatkan ditambahkan dengan 46 mL air laut atau air destilasi secara terpisah dan distirrer dengan kecepatan tinggi selama 24 jam. Kedalam campuran ditambahkan bibit silikat sebanyak 1% berat SiO<sub>2</sub>. Kemudian dipindahkan ke dalam autoclave dan terakhir diperlakukan secara hidrotermal pada suhu 125 °C, 150 °C, dan 170 °C selama 2 hari. Setelah perlakuan hidrotermal, produk yang diperoleh dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada suhu 110°C selama 24 jam. Zeolit yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan FT-IR, XRD, dan SEM-EDX.

## III. Hasil dan Pembahasan

### 3.1. Sintesis Zeolit ZSM-5 Dari Abu Sekam Padi

Zeolit ZSM-5 disintesa dari bahan dasar alami yaitu sekam padi yang didapatkan dari kecamatan kurangi kota Padang dimana sekam padi yang didapatkan dibakar menggunakan furnace pada suhu 600 °C. Sebelum digunakan abu sekam padi yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan XRF untuk melihat komposisi oksida yang terdapat pada abu sekam padi.

Hasil XRF dapat dilihat pada table 3. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF dari abu sekam padi didapatkan komponen utama yang paling tinggi yaitu senyawa SiO<sub>2</sub> sebanyak 95,82%. Karakterisasi FT-IR pada zeolit ZSM-5 bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi struktur kimia dari suatu senyawa. Dengan dilakukannya sintesa zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi maka dapat kita lihat perbandingan hasil FT-IR pada zeolit dengan menggunakan pelarut air laut dan

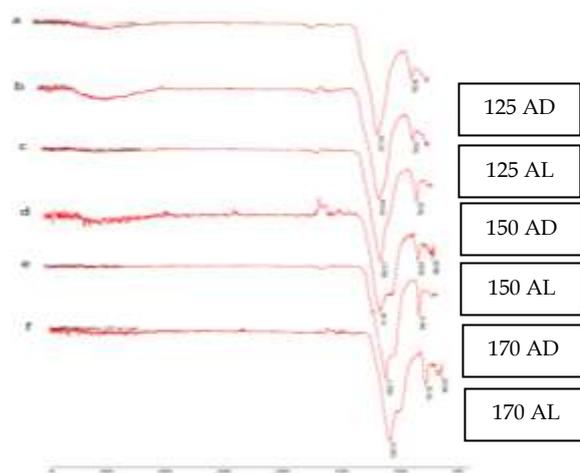
air destilasi dalam proses alkali hidrotermal pada variasi suhu 125 °C, 150 °C dan 170 °C.

suhu 125 °C, 150 °C dan 170 °C menggunakan air laut dan air destilasi ; AL = air laut dan AD = air destilasi

**Tabel 1.** Data komposisi abu sekam padi yang dikarakterisasi dengan XRF

Senyawa	% Berat
SiO <sub>2</sub>	95,824
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,348
K <sub>2</sub> O	1,129
MgO	0,457
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,579
CaO	0,376
Senyawa Oksida lainnya	0,287

Dimana spektrum FT-IR menunjukkan transformasi dari aluminosilikat pada fasa padat setelah mengalami temperatur inkubasi yang berbeda. Pada semua temperatur sintesa zeolit ZSM-5 baik menggunakan air laut dan air destilasi didapatkan pita serapan yang paling menonjol pada 1000 cm<sup>-1</sup> - 1130 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan stretching asimetri puncak vibrasi dari [SiO<sub>4</sub>]<sup>4+</sup> atau [AlO<sub>4</sub>]<sup>3+</sup>. Dan pada pita serapan 800 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan stretching simetri dari [SiO<sub>4</sub>]<sup>4+</sup> atau [AlO<sub>4</sub>]<sup>3+</sup> [6].

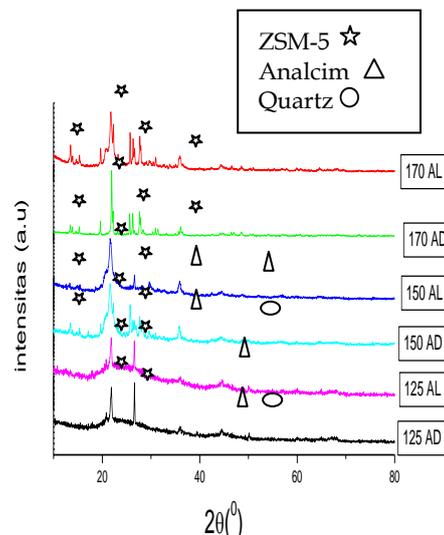


**Gambar 1.** Hasil FT-IR zeolit sintetik pada variasi

Baik pada suhu 125°C, 150°C dan 170 °C dengan menggunakan air laut semakin tinggi suhu yang digunakan dalam proses alkali hidrotermal spektrum yang didapatkan semakin tajam dan intensitas yang dihasilkan semakin tinggi. Ini dikarenakan dengan menggunakan air laut gugus dari [SiO<sub>4</sub>]<sup>4+</sup> atau [AlO<sub>4</sub>]<sup>3+</sup> yang dihasilkan dan kristal yang didapatkan semakin banyak.

Pada hasil FT-IR zeolit sintetik pada suhu 150 °C dan 170 °C menggunakan air laut didapatkan puncak yang belum diketahui pada literatur pada pita serapan 660 cm<sup>-1</sup> yang memungkinkan puncak dari zeolit ZSM-5 yang mengidentifikasi semakin banyak terbentuknya kristal pada zeolit.

Analisis XRD berfungsi untuk mengetahui struktur, jenis dan ukuran kristal per sel satuan dari zeolit. Pada gambar 2 menunjukkan pola difraksi sinar-X hasil sintesa zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi menggunakan air laut dan air destilasi sebagai pelarut dengan suhu 125°C, 150°C, 170 °C. Dari semua sampel secara umum menunjukkan adanya puncak spesifik dari zeolit ZSM-5 dengan 2θ yaitu 22° - 23° [7].



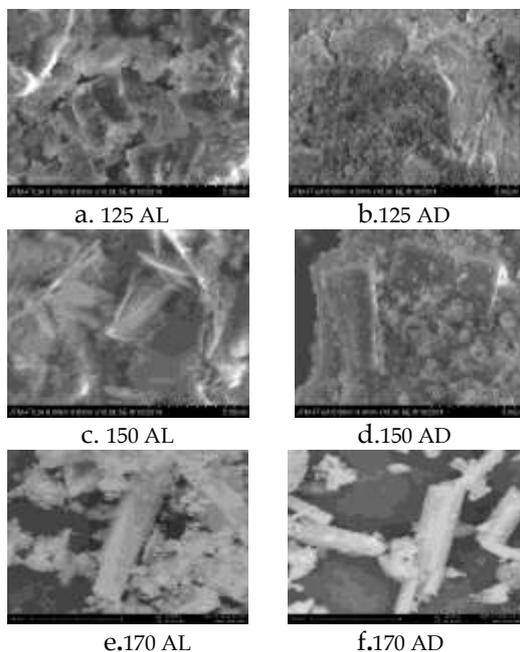
**Gambar 2.** Pola difraksi sinar-X zeolit sintesis zeolit sintetik pada variasi suhu 125 °C, 150 °C dan 170 °C menggunakan

air laut dan air destilasi ; AL = air laut dan AD = air destilasi

Pada hasil karakterisasi XRD semua sampel secara umum menunjukkan adanya puncak dari zeolit ZSM-5 dengan  $2\theta$  yaitu  $22^\circ$  ;  $26,60^\circ$  ;  $35,72^\circ$ . Pada zeolit sintetik suhu  $125^\circ\text{C}$  menggunakan air laut selain terbentuknya fasa ZSM-5 juga terbentuk fasa analcim pada  $2\theta = 44,58^\circ$  sedangkan menggunakan air destilasi terbentuk fasa analcim dan quartz pada  $2\theta = 44,58^\circ$  dan  $50^\circ$ . Analsim dalam sintesis zeolit ZSM-5 merupakan fasa metastabil dimana jika suhu sintesis dinaikan maka fasa analsim akan berubah menjadi fasa ZSM-5.

Pada pola difraksi sinar-X munculnya puncak baru dari zeolit sintetik pada  $2\theta = 13,25^\circ$  pada suhu  $150^\circ\text{C}$  dan  $170^\circ\text{C}$  menggunakan air laut dan air destilasi yang merupakan puncak dari zeolit ZSM-5.

Analisis SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi bentuk permukaan dan keseragaman ukuran partikel serta kandungan unsur-unsur yang terdapat pada zeolit.

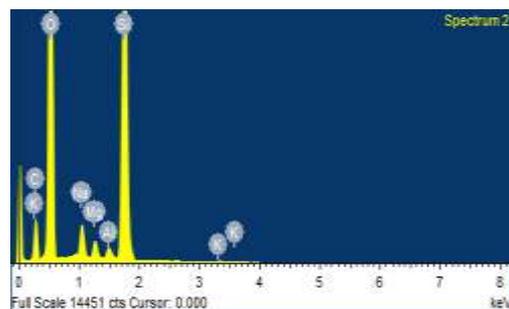


**Gambar 3.** Hasil karakterisasi SEM zeolit sintetik pada variasi suhu  $125^\circ\text{C}$ ,  $150^\circ\text{C}$  dan  $170^\circ\text{C}$  menggunakan air laut dan air destilasi ; AL = air laut dan AD = air destilasi

Dari hasil gambar SEM 3a dan 3b memperlihatkan hasil morfologi yang berbeda antara zeolit sintesis yang disintesa pada suhu yang sama yaitu  $125^\circ\text{C}$  menggunakan air laut dan air destilasi. Dimana morfologi dari zeolit sintesis menggunakan air laut hampir berbentuk balok sedangkan zeolit sintesis menggunakan air destilasi berbentuk bongkahan.

Dan gambar 3c dan 3d memperlihatkan hasil morfologi yang sama antara zeolit sintesis yang disintesa pada suhu yang sama yaitu  $150^\circ\text{C}$  menggunakan air laut dan air destilasi. Namun pada zeolit sintesis yang disintesa menggunakan air laut memperlihatkan bentuk kristal yang lebih banyak dibandingkan dengan air destilasi. Hal ini disebabkan karena air laut yang digunakan dapat mempercepat proses pembentukan kristal dari zeolit sintesis.

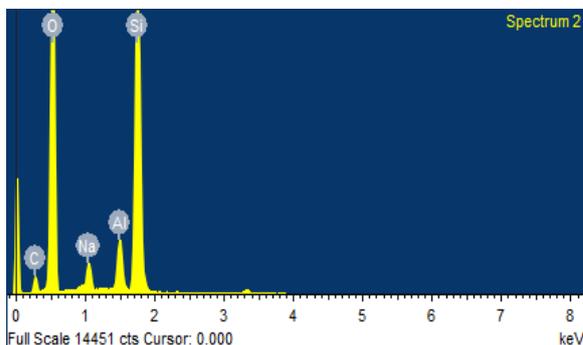
Sedangkan gambar 3e dan 3f memperlihatkan hasil morfologi yang lebih jelas antara zeolit sintesis yang disintesa pada suhu yang sama yaitu  $170^\circ\text{C}$  menggunakan air laut dan air destilasi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa zeolit sintesis yang disintesa pada variasi suhu hidrotermal yaitu  $125^\circ\text{C}$ ,  $150^\circ\text{C}$ , dan  $170^\circ\text{C}$  memperlihatkan morfologi yang semakin jelas dan dapat mempercepat proses kristalisasi pada zeolit sintesis.



**Gambar 4.** Hasil karakterisasi EDX zeolit ZSM-5 menggunakan air laut

Dari gambar 4 dan 5 memperlihatkan spectrum EDX dari zeolit sintesis menggunakan air laut dan air destilasi.

Dimana EDX berfungsi untuk mengetahui komposisi dari unsur - unsur yang ada didalam sampel. Pada zeolit sintesis yang disintesa menggunakan air laut terdapat karbon 5,54 %, oksigen 42,96 %, natrium 1,97 %, magnesium 1,21 %, aluminium 0,74 %, silika 46,09%, dan kalium 1,50 %.



**Gambar 5.** Hasil karakterisasi EDX zeolit ZSM-5 menggunakan air destilasi.

Sedangkan pada zeolit sintesis yang disintesa menggunakan air destilasi terdapat karbon 2,31 %, oksigen 42,17 %, natrium 1,86 %, aluminium 4,99 %, dan silika 48,68 %.

Dari hasil EDX terdapat perbedaan unsur pada zeolit sintesis yang disintesa menggunakan air laut dan air destilasi. Dimana pada air laut terdapat unsur magnesium dan kalium yang disebabkan dari penggunaan air laut yang memiliki kadar mineral yang lebih banyak dibandingkan dengan air destilasi. Dan dari kadar mineral yang terdapat pada air laut yang menyebabkan proses kristalisasi lebih cepat dibandingkan dengan air destilasi.

#### IV. Kesimpulan

Zeolit ZSM-5 dapat disintesa dari abu sekam padi yang dilebur dengan NaOH pada suhu 550 °C menggunakan air laut untuk proses kristalisasi pada suhu 125 °C, 150 °C dan 170 °C. Dari Hasil FT-IR pada semua temperatur proses baik menggunakan air laut dan air destilasi zeolit ZSM-5 telah terbentuk. Namun pada suhu 150 °C dan 170 °C menggunakan air laut menghasilkan puncak baru yang lebih spesifik menunjukkan terbentuknya zeolit

ZSM-5. Dari hasil XRD menunjukkan pada semua suhu menggunakan air laut dan air destilasi telah terbentuk zeolit sintetik namun selain fasa ZSM-5 juga terbentuk fasa lain seperti fasa quartz dan analcim. Sedangkan dari hasil SEM menunjukkan pada suhu 125 °C, 150 °C dan 170 °C menggunakan air laut memperlihatkan morfologi zeolit ZSM-5 berbentuk balok sesuai dengan literatur.

#### V. Ucapan Terimakasih

Ucapan terimakasih ditunjukan kepada analis laboratorium Kimia Material, laboratorium Farmasi Universitas Andalas, laboratorium Universitas Negeri Padang dan laboratorium Teknik Mesin Universitas Andalas.

#### Referensi

1. Putro, A. L., dan Prasetyoko, D., **2007**, Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa Menggunakan Templat Organik, *Akta Kimindo*, Vol. 3, No. 1, 33 - 36.
2. Wustoni, S., Mukti, R., R., Wahyudi, A., Ismandar, **2011**, Sintesis Zeolit Mordenit dengan Bantuan Benih Mineral Alam Indonesia, *Jurnal Matematika & Sains*, Vol. 16, No. 3.
3. Saputra, R., **2006**. Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri.
4. Cheng, Y., Wang, L. J., Li, J., S., Yang, C., Y., Sun, Y., X., **2005**, Preparation and Characterization of nanosized ZSM-5 zeolites in the absence of organic template, *Materials Letters*, 59, 3427 - 3430.
5. Widya, dan Septiani, U., **2013**, Sintesis dan Karakterisasi dari Fly Ash Batubara Ombilin pada Temperatur Rendah Dengan Menggunakan Air Laut, *FMIPA Unand*, Padang.
6. Prasetyoko, D., Hamid, A., Fansuri, H., Hartanto, D., **2010**, Sintesis ZSM-5 Mesopori dengan Metode pemeraman dan kristalisasi : Pengaruh Waktu Kristalisasi, *ITS*, Surabaya.
7. Treacy, M., M., J., dan Higgin, J., B, **2001**. Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites, *Elsevier*, Amsterdam.

## DEGRADASI MALACHITE GREEN OXALATE MENGGUNAKAN KATALIS ZnO/ZEOLIT SECARA SONOLISIS

Vorind Aglan Lase, Zilfa, dan Safni

Laboratorium Analitik Terapan, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: zilfa\_58@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

### Abstract

Degradation of Malachite green oxalate (MGO) by Sonolysis with the addition of ZnO/Zeolite as catalyst has been achieved. MGO is a type of triphenylmethane dye that oftenly used in the production of ceramics, leather and textile. Degradation products were analyzed by using spectrophotometer UV-Vis and HPLC in this work. Sonolysis was carried out by using ultrasonic vibrations at a frequency of 50 kHz. The result showed that the addition of 25 mg ZnO/Zeolite into a solution of 15 mL MGO (4 mg/L) gave 95% degradation. Compared to the one without the catalyst the degradation was only 19%. It was also found that for the reaction work ZnO only (non composite) the MGO decomposed was 77%, meanwhile with Zeolite showed 69%. It can be concluded that the material used in this work (composite photocatalyst) indicated better degradation ability.

*Kata kunci* : Malachite Green Oxalate, ZnO/Zeolit, Sonolysis

### I. Pendahuluan

Malachite Green Oxalate (MGO) merupakan zat warna jenis triphenylmethane yang sering digunakan pada produksi keramik, kulit dan industri tekstil. Hal ini dikarenakan efisiensinya sangat tinggi dalam desinfeksi dan juga telah digunakan dalam industri akuakultur untuk mengobati infeksi jamur dan bakteri pada kulit ikan.<sup>1</sup> Akan tetapi, MGO sekarang telah menjadi senyawa yang sangat kontroversial karena berbahaya bagi manusia dan makhluk hidup yang ada di perairan. MGO memberikan efek pada sistem kekebalan tubuh, sistem reproduksi, genotoksik dan sifat karsinogenik.<sup>2</sup> MGO jika dialirkan ke dalam badan air, maka air tersebut tidak baik dijadikan air untuk diminum dan keperluan sehari-hari. Penelitian telah menunjukkan bahwa MGO bisa menjadi racun bagi sel-sel manusia dan menyebabkan pembentukan tumor hati pada hewan pengerat. Akan tetapi hasil signifikan bagi kesehatan manusia belum diketahui sampai saat ini.<sup>2,3</sup>

Pengolahan limbah organik dengan cara konvensional telah dilakukan dengan cara penyaringan, pengendapan, dibakar atau diproses secara mikrobiologi. Pengolahan limbah secara konvensional kurang efektif, karena struktur senyawa organik yang terdapat dalam limbah mengandung satu atau beberapa buah cincin benzena<sup>4</sup> dan nantinya akan menghasilkan limbah baru yang bersifat racun.

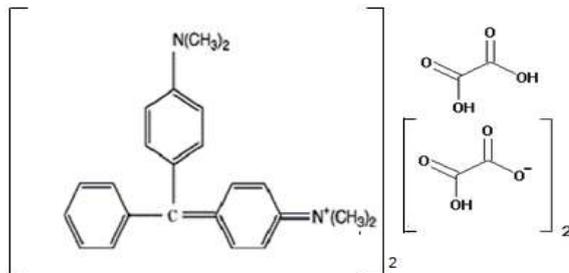
Pada penelitian ini dilakukan degradasi MGO secara sonolisis dengan menggunakan ZnO/Zeolit sebagai katalis. ZnO sudah banyak digunakan sebagai katalis dalam proses degradasi<sup>5</sup> begitu juga dengan Zeolit.<sup>6</sup> Sebelumnya sudah pernah digunakan ZnO/SnO<sub>2</sub> dan ZnO/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebagai katalis<sup>7,8</sup> dalam degradasi MGO secara fotolisis dan ozonolisis, dan belum ada laporan penelitian yang menggunakan ZnO/Zeolit sebagai katalis pada proses degradasi MGO. Untuk itu diharapkan metoda ini dapat menjadi alternatif lain yang lebih baik dalam mendegradasi MGO.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Spektrofotometer UV-Vis (Simadzu, Jepang), Ultrasonik (Kerry Pulsatron Sonics, Inggris frekuensi 50 kHz), HPLC (Shimadzu, Jepang), Neraca Analitik (Kern ALJ 220-4M), Sentrifus (Health H-C-12 centrifuge), Termometer dan peralatan gelas.

Bahan-bahan yang digunakan adalah Malachite Green Oxalate (MGO) (Merck), Zeolit alam, ZnO (Merck), AgNO<sub>3</sub> (Merck), NaCl (Merck), Akuades, Akubides, dan Aseonitril.



Gambar 1. Struktur MGO

### 2.2. Prosedur Percobaan

#### Proses Degradasi

Sebanyak 0,1000 gram MGO dilarutkan dalam 100 mL akuades disiapkan sebagai larutan induk. Pengukuran panjang gelombang serapan maksimum dari senyawa MGO dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh  $\lambda_{\max}$  617 nm.

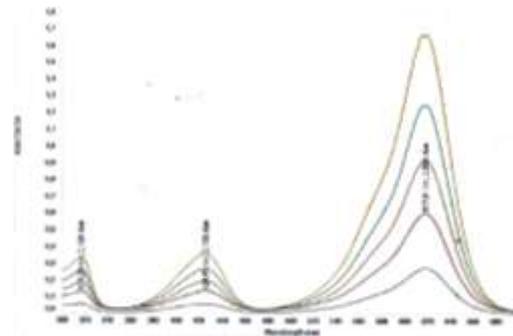
ZnO/Zeolit yang digunakan adalah ZnO/Zeolit dari preparasi yang dilakukan oleh Listria Riamayora D., 2014, dimana perbandingan ZnO: Zeolit adalah 1 : 8 (mg). Larutan MGO dengan konsentrasi 4 mg/L sebanyak 15 mL disonalisis dengan beberapa parameter perlakuan yaitu terhadap variasi suhu, waktu, jumlah katalis, dan pengaruh waktu setelah ditambahkan katalis.

Hasil sonolisis disentrifus selama 15 menit untuk memisahkan katalis dari larutan. Kemudian filtratnya diambil dan diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-Vis. Setelah itu hasil degradasi MGO dianalisis dengan HPLC.

## III. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Penentuan spektrum serapan larutan MGO

Pengukuran spektrum serapan MGO dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis terhadap variasi konsentrasi yang bertujuan untuk melihat kelinearan antara absorban dengan konsentrasi, dan serapan maksimum MGO yaitu pada panjang gelombang 617 nm.



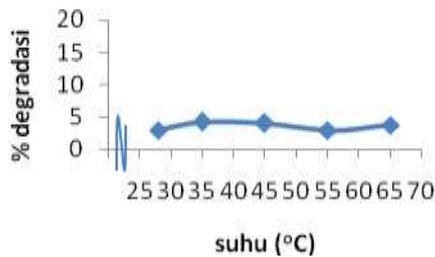
Gambar2. Spektrum serapan MGO pada variasi konsentrasi (a) 2 mg/L (b) 4 mg/L, (c) 6 mg/L, (d) 8 mg/L, dan (e) 10 mg/L.

Gambar 2. memperlihatkan bahwa kenaikan konsentrasi berbanding lurus dengan absorban serapan senyawa MGO.

### 3.2 Proses Degradasi

#### 3.2.1 Pengaruh suhu terhadap degradasi MGO

Pengaruh suhu terhadap persentase degradasi larutan MGO 4 mg/L sebanyak 15 mL, disonalisis dengan variasi suhu 28, 35, 45, 55, dan 65 (°C) selama 30 menit.

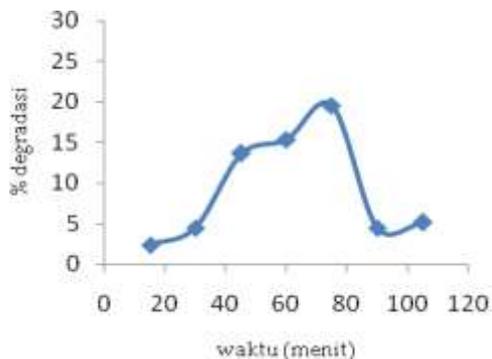


**Gambar 3.** Kurva pengaruh suhu terhadap persentase degradasi MGO 4 mg/L secara sonolisis

Gambar 3. menunjukkan bahwa suhu optimum dari larutan MGO adalah pada 35°C dengan persentase degradasi sebesar 4,21%. Umumnya dengan kenaikan suhu maka kecepatan reaksi juga meningkat. Suhu yang lebih tinggi dari suhu optimum akan menyebabkan terbentuknya  $H_2O_2$  karena penggabungan radikal OH yang semakin cepat.

### 3.2.2 Pengaruh waktu terhadap degradasi MGO tanpa penambahan katalis

Pengaruh waktu terhadap persentase degradasi larutan MGO 4 mg/L sebanyak 15 mL, disonolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit pada suhu 35°C.



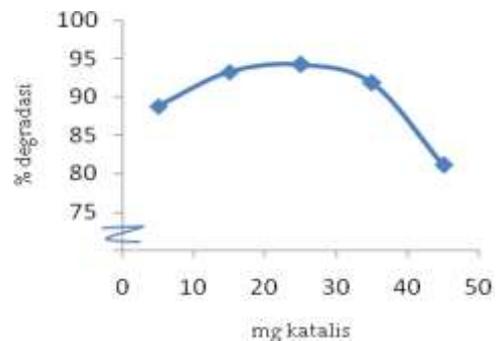
**Gambar 4.** Kurva pengaruh waktu terhadap persentase degradasi MGO 4 mg/L secara sonolisis

Gambar 4. menunjukkan bahwa persentase degradasi MGO meningkat dengan bertambahnya waktu, sehingga waktu optimum terjadinya degradasi yaitu pada menit ke-75 dengan persentase degradasi sebesar 19.55%. Semakin lama waktu

iradiasi maka pembentukkan radikal OH akan semakin banyak, sehingga kemampuan degradasi semakin tinggi.

### 3.2.3 Pengaruh jumlah ZnO/Zeolit terhadap degradasi MGO

Pengaruh penambahan ZnO/Zeolit terhadap persentase degradasi larutan MGO 4 mg/L sebanyak 15 mL dan disonolisis selama 75 menit pada suhu 35°C. Penambahan katalis dilakukan dengan beberapa variasi katalis 5, 15, 25, 35, dan 45 mg.



**Gambar 5.** Kurva pengaruh penambahan ZnO/Zeolit terhadap persentase degradasi MGO 4 mg/L secara sonolisis selama 75 menit

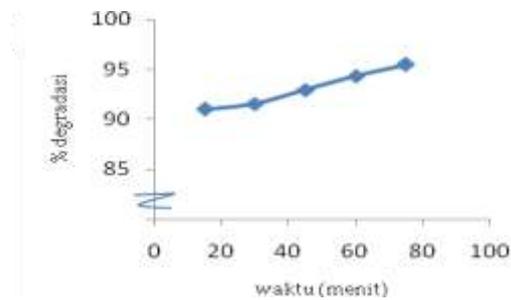
Gambar 5. memperlihatkan bahwa degradasi MGO secara sonolisis dengan penambahan katalis optimum terjadi pada jumlah ZnO/Zeolit 25 mg dengan persentase degradasi sebesar 94,23%. Ketika proses sonolisis berlangsung larutan air akan pecah menjadi radikal OH dan H, dimana radikal tersebut dapat merusak senyawa organik dan jika sonolisis terus berlangsung pada akhirnya akan terjadi mineralisasi senyawa.

### 3.2.4 Pengaruh waktu terhadap degradasi MGO dengan penambahan katalis

#### 3.2.4.1 Pengaruh waktu terhadap degradasi MGO dengan penambahan ZnO/Zeolit

Pengaruh waktu terhadap persentase degradasi larutan MGO 4 mg/L sebanyak 15 mL dan disonolisis pada suhu 35°C dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit, dan penambahan 25 mg ZnO/Zeolit. Persentase degradasi yang diperoleh

dengan penambahan ZnO/Zeolit terlihat pada Gambar 6.

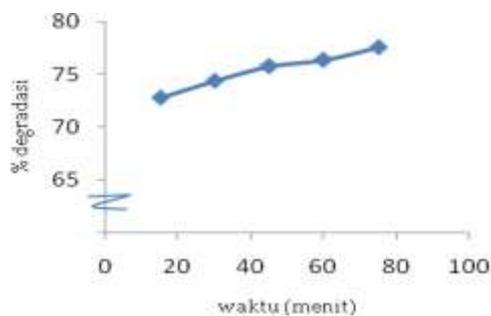


**Gambar 6.** Kurva pengaruh waktu terhadap persentase degradasi MGO 4 mg/L secara sonolisis dengan penambahan 25 mg ZnO/Zeolit

Gambar 6. memperlihatkan bahwa semakin lama waktu iradiasi maka persentase degradasi semakin meningkat, waktu iradiasi yang optimum adalah pada 75 menit dengan persentase degradasi 95,48%. Kenaikkan persentase degradasi tidak terlalu signifikan karena radikal OH bergabung satu sama lain membentuk  $H_2O_2$ , dan terjadi kejenuhan pada larutan

#### 3.2.4.2 Pengaruh waktu terhadap degradasi MGO dengan penambahan ZnO

Oleh karena perbandingan ZnO : Zeolit adalah 1 : 8 (mg) dan ZnO/Zeolit yang digunakan adalah 25 mg, maka ZnO yang dipakai yaitu 2,78 mg dan Zeolit 22,22 mg. Pengaruh waktu terhadap persentase degradasi larutan MGO 4 mg/L sebanyak 15 mL, disonolisis pada suhu 35°C dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit.

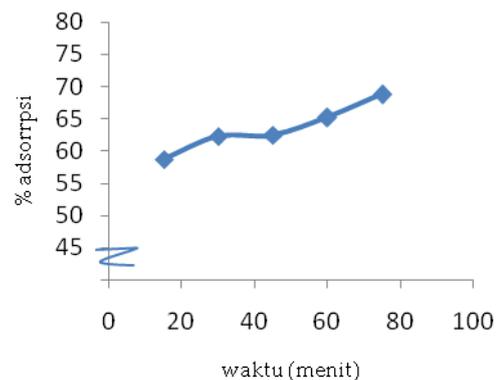


**Gambar 7.** Kurva pengaruh waktu terhadap persentase degradasi MGO 4 mg/L secara sonolisis dengan penambahan 2,78 mg ZnO

Gambar 7. menunjukkan bahwa semakin lama waktu maka persentase degradasi akan semakin besar dengan persentase 77,55% selama 75 menit iradiasi. Sebelum mencapai waktu optimum, radikal OH yang dihasilkan sedikit sehingga persentase degradasi yang dihasilkan juga kecil. Kenaikkan persentase degradasi tidak terlalu signifikan dikarenakan larutan sudah mulai jenuh.

#### 3.2.4.3 Pengaruh waktu terhadap degradasi MGO dengan penambahan Zeolit

Pengaruh waktu terhadap persentase adsorpsi larutan MGO 4 mg/L sebanyak 15 mL, disonolisis pada suhu 35°C dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit, dan penambahan 22,22 mg Zeolit.



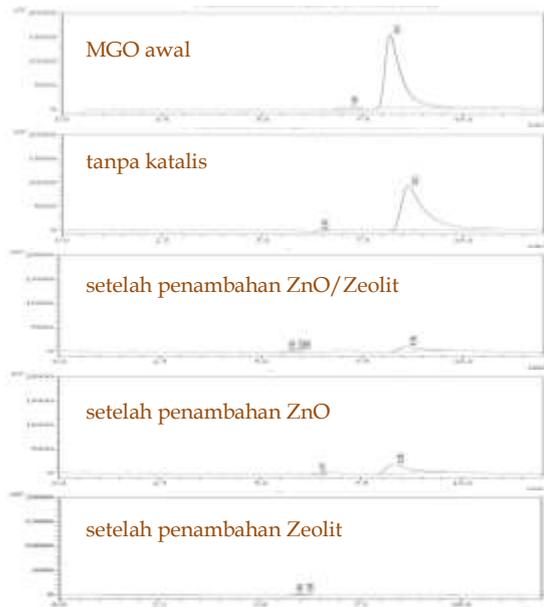
**Gambar 8.** Kurva pengaruh waktu terhadap persentase adsorpsi MGO 4 mg/L secara sonolisis dengan penambahan 22,22 mg Zeolit

Gambar 8. memperlihatkan bahwa semakin lama waktu maka akan semakin besar persentase adsorpsi yaitu 68,79% selama 75 menit iradiasi, ini dikarenakan Zeolit merupakan adsorben yang memiliki luas permukaan yang besar. Ini yang menyebabkan persentase dengan penambahan Zeolit lebih besar daripada persentase dengan penambahan ZnO maupun ZnO/Zeolit.

#### 3.2.5 Kromatogram larutan sisa degradasi setelah sonolisis

Dilihat dari kromatogram dengan penambahan ZnO terdapat 2 puncak yang

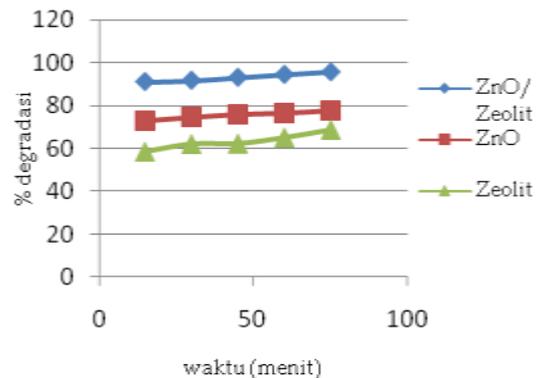
sama halnya dengan kromatogram awal, tetapi puncaknya sudah mengalami penurunan dengan waktu retensi 8,288; area 74353 dan tinggi 1832. Sonolisis dengan penambahan Zeolit, puncaknya sudah hilang, hanya terdapat 2 puncak baru. Jika dilihat dari kromatogram maka dapat diketahui bahwa proses degradasi yang paling bagus adalah dengan penambahan ZnO/Zeolit, ini karena pori-pori Zeolit diisi oleh ZnO yang menyebabkan ZnO memiliki luas permukaan yang besar. Akan tetapi pada penambahan Zeolit puncak kromatogram sudah hilang, ini dikarenakan Zeolit memiliki luas permukaan yang besar tanpa ada ZnO yang menghalangi pori-pori Zeolit tersebut.



**Gambar 9.** Kromatogram larutan sisa degradasi MGO Secara Sonolisis. Fasa gerak asetonitril : aquadest (40 : 60), laju alir 0,5 mL/menit, volume injeksi 20  $\mu$ L, kolom  $C_{18}$  (4,6 x 250 nm), konsentrasi MGO 4 mg/L.

### 3.2.6 Perbandingan katalis ZnO/Zeolit, ZnO, Zeolit

Katalis ZnO/Zeolit merupakan katalis yang paling bagus digunakan untuk proses degradasi MGO dibandingkan dengan ZnO maupun Zeolit saja.



**Gambar 10.** Kurva pengaruh waktu terhadap persentase degradasi

Ini dikarenakan ZnO yang disupport dengan Zeolit menyebabkan ZnO memiliki luas permukaan yang lebih besar, dan ZnO mengisi pori-pori dari Zeolit. Sehingga kemampuan ZnO/Zeolit untuk menghasilkan radikal OH akan semakin besar. Gambar 10. menunjukkan bahwa terbukti katalis ZnO/Zeolit lebih baik dalam mendegradasi MGO bila dibandingkan dengan ZnO maupun Zeolit saja.

## IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa katalis ZnO/Zeolit dapat meningkatkan persentase degradasi MGO secara sonolisis. Persentase degradasi MGO 4 mg/L secara sonolisis pada waktu 75 menit dengan menggunakan katalis : ZnO/Zeolit 25 mg sebesar 95,48% ; ZnO 2,78 mg sebesar 77,55% ; Zeolit 22,22 mg sebesar 68,79%.

## V. Ucapan Terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada analis laboratorium analisis terapan.

## Referensi

1. K. V. K. Rao, 1995, Inhibition of DNA Synthesis in Primaryrat Hepatocyte Cultures by Malachite Green, *Toxicology Letters*, 81(2-3), pp 107-113.

2. Srivastava, S., Sinha, R., and Roy, D., **2004**, Toxicological Effects of Malachite Green, *Aquatic Toxicology*, 66(3), 319-329.
3. Tahir, H., U., Hammed, M., Sutan, and Q., Jahanzeb, **2010**, Batch Adsorption Technique for the Removal of Malachite Green and Fast Green Dyes by Using Montmorillonite Clay as Adsorbent, *African Journal of Biotechnology*, 9(48), pp 8206-8214
4. Wang, J., Guo, B., Zhang, X., Zhang, Z., Han, Wu, J., **2005**, Sonocatalytic Degradation of Methyl Orange in the Presence of TiO<sub>2</sub> Catalysts and Catalytic Activity Comparison of Rutile and Anatase, *J. Ultrasonics Sonochemistry*, 12, 331-337.
5. Derajat, S., Aziz, H., Alif, A., **2008**, Seng Oksida Sebagai Fotokatalis pada Proses Degradasi Senyawa Biru Metilen, *J. Ris. Kim*, 1(2), 179-180.
6. Zilfa, Suyani, H., Safni, Jamarun, N., **2011**, Penggunaan Zeolit sebagai Pendegradasi Senyawa Permetrin dengan Metoda Fotolisis, *Jurnal Natur Indonesia*, 14(1), 14-18.
7. Bhernama, G., Syukri, Safni, **2013**, Degradasi Zat Warna MGO secara Fotolisis dan Ozonolisis dengan Penambahan Katalis ZnO-SnO<sub>2</sub> dan Analisisnya Menggunakan HPLC, *J. Ris. Kim, In Printing*.
8. Safni, F., Amelia, O., Liansari, H., Suyani, Y., Yusuf, **2009**, Degradation of Rhodamin B and Alizarin-S Dyes by Sonolysis and Fotolysis Methods with ZnO-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> as Catalyst, *J. Ris. Kim*, 3(1), 76-82.