

JURNAL KIMIA UNAND

ISSN No. 2303-3401

Volume 4, Nomor 3
Agustus, 2015



*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

Ketua : Dr. Syukri

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

Sekretariat : Sri Mulya

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

Website : <http://kimia.fmipa.unand.ac.id/>

Correspond. : syukri@fmipa.unand.ac.id

DAFTAR ISI

JUDUL ARTIKEL	Halaman
1. DEGRADASI SENYAWA KARBARIL DALAM INSEKTISIDA SEVIN® 85SP SECARA OZONOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TiO ₂ /ZEOLIT Zilfa, Hamzar Suyani dan Prima Nuansa	1-6
2. SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT ZSM-5 DARI ABU SEKAM PADI DENGAN METODA HIDROTERMAL MENGGUNAKAN <i>TEMPLATE</i> ORGANIK DAN STUDI PENGARUH VARIASI PH Bayu Okta Syaputra, Upita Septiani, dan Syukri Arief	7-15
3. MODIFIKASI SERAT TEKSTIL DENGAN NANOPORI TiO ₂ -SiO ₂ SEBAGAI TEKSTIL <i>SELF CLEANING</i> Fadhli, Yetria Rilda, dan Syukri	16-20
4. STUDI INTERAKSI UJUNG TERBUKA SINGLE WALLED CARBON NANOTUBE (SWCNT) DENGAN ATOM KALIUM MENGGUNAKAN METODA SEMIEMPIRIS AM1 Flidynagustary, Imelda, dan Emdeniz	21-25
5. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID SERTA UJI ANTIBAKTERI PADA DAUN <i>Ficus variegata</i> Blume M. Iqbal, Adlis Santoni, dan Mai Efdi	26-29
6. PENGARUH JENIS BATANG KATODA TERHADAP KINERJA SEL FOTOVOLTAIK SEMIKONDUKTOR Cu ₂ O DALAM ELEKTROLIT GEL Na ₂ SO ₄ Olly Norita Tetra, Muthia Septiyuni, dan Admin Alif	30-35
7. PENAMBAHAN <i>Trichoderma viride</i> PADA PROSES PENGOMPOSAN TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT TERHADAP KANDUNGAN NITROGEN-TOTAL, KALIUM DAN POSFOR Sumaryati Syukur, Elida Mardiah, dan Nofa Rahayu Desi Putri	36-40
8. BIOSINTESIS NANOPARTIKEL PERAK DENGAN MEMANFAATKAN GAMBIR SEBAGAI BIOREDUKTOR Vivi Gustia, Syukri Arief, dan Diana Vanda Wellia	41-46

DEGRADASI SENYAWA KARBARIL DALAM INSEKTISIDA SEVIN® 85SP SECARA OZONOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TiO₂/ZEOLIT

Zilfa, Hamzar Suyani dan Prima Nuansa

Laboratorium Kimia Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: zilfa_58@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

An investigation of carbaryl degradation contained in insecticide Sevin® 85SP by ozonolysis has been performed. Ozonolysis is one of many degradation methods for organic compound by using ozone (O₃) that breaks the bond between C=C to produce the C=O bond. The result of degradation were detected by UV-Vis spectrophotometer at a wavelength of 280 nm. Spectrophotometry analysis showed the reduction of carbaryl absorbance after degradation occurred. Carbaryl diluted in volume of solvent acetonitril : water = 6 : 4. Degradation of 10 mL carbaryl 15 mg/L without addition of catalyst by ozonolysis was reached 42.14% after 60 minutes. Although degradation percentages of 10 mL carbaryl (15 mg/L) with additions of 15 mg TiO₂/Zeolit was 56.62% after 60 minutes. The result proved that TiO₂/Zeolit was an effective catalyst in carbaryl degradation by ozonolysis method.

Keywords : degradation, carbaryl, ozonolysis, TiO₂/Zeolit

I. Pendahuluan

Salah satu pestisida yang cukup banyak digunakan oleh para petani adalah merk Sevin® dengan bahan aktif karbaril. Karbaril (1-naphthyl-N-methylcarbamate) merupakan senyawa organik sintesis golongan karbamat yang diperkenalkan pada tahun 1956 oleh Union Carbide Corporation². Penggunaan pestisida yang tidak terkontrol memberikan dampak negatif terhadap lingkungan. Pestisida, yang dapat didegradasi oleh mikroba (*biodegradable*) maupun yang tidak dapat didegradasi oleh mikroba (*non-biodegradable*) mempunyai sifat racun, terlebih lagi pestisida *non-biodegradable* yang bersifat karsinogen. Yang termasuk ke dalam pestisida *non-biodegradable* yang berasal dari limbah budidaya pertanian antara lain adalah herbisida, insektisida, fungisida dan rodentisida².

Pengolahan limbah pestisida termasuk insektisida dalam budidaya pertanian dengan metode konvensional telah dilakukan, yaitu dengan cara pembakaran lumpur, pengendapan dan penyerapan oleh karbon

aktif. Kemudian lumpur atau *sludge* yang terbentuk dibakar atau diproses secara mikrobiologi. Pembakaran *sludge* akan mengakibatkan terbentuknya senyawa klorooksida dan karbonmonoksida, sedangkan penggunaan karbon aktif hanya menyerap pencemar organik yang bersifat nonpolar dengan berat molekul rendah, sedangkan untuk senyawa nonpolar dengan berat molekul tinggi tidak tereliminasi.³ Hal ini menjelaskan bahwa penanganan limbah dengan metode konvensional hanyalah merupakan penanganan sementara karena tidak merombak kontaminan tetapi hanya mengubahnya dari satu bentuk ke bentuk yang lain. Oleh karena itu perlu dicari metode alternatif lain yang efektif untuk menguraikan limbah tersebut.

Beberapa teknologi telah dikembangkan untuk mendegradasi berbagai limbah pestisida antara lain adalah metode sonolisis, fotolisis dan ozonolisis³⁻⁵. Sonolisis telah digunakan untuk degradasi senyawa Permetrin³. Penelitian tentang degradasi secara fotolisis terhadap Sipermetrin, Karbaril

dan Profenofos dengan penambahan TiO_2 /zeolit juga telah dilakukan dengan hasil persentase degradasi masing-masingnya sebesar 64,4 %, 65,36 % dan 19,28 % secara fotolisis^{4,6,7}. Ozonolisis merupakan metode degradasi senyawa organik dengan menggunakan ozon (O_3), dimana terjadi pemutusan ikatan antara $\text{C}=\text{C}$ sehingga menghasilkan ikatan rangkap $\text{C}=\text{O}$ ¹⁵. Hasil dari degradasi ini tergantung pada jenis ikatan rangkap yang teroksidasi dan kondisi perlakuan. Dalam fasa air, ozon dapat diuraikan oleh ion hidroksida (OH^-) atau basa konjugasi dari H_2O_2 (HO_2^-) menjadi radikal $\cdot\text{OH}$ yang dapat membantu proses degradasi senyawa organik dalam pestisida⁹. Penelitian tentang degradasi secara ozonolisis untuk Sipermetrin dan Profenofos telah dilakukan, Sipermetrin terdegradasi 73,43 % setelah 60 menit ozonolisis⁵, Profenofos terdegradasi 86,06 % setelah 75 menit ozonolisis¹⁰.

Untuk meningkatkan hasil degradasi dan mempercepat degradasi perlu ditambahkan katalis. Katalis yang sering digunakan adalah TiO_2 , karena TiO_2 merupakan katalis yang bersifat inert dan semikonduktor. Namun karena TiO_2 yang ditemukan di alam, baru didapatkan secara sintesis, maka harganya mahal. Untuk menanggulangi ini, TiO_2 dapat didukung atau *disupport* oleh Zeolit. Zeolit adalah senyawa aluminosilikat terhidrasi, berbentuk halus dan berrongga. Beberapa keuntungan diharapkan dari pengembanan TiO_2 pada zeolit alam, material TiO_2 yang teremban pada zeolit alam memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan memiliki kation yang dapat dipertukarkan) serta sebagai katalis¹¹.

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka akan dilakukan penelitian untuk mendegradasi senyawa karbaril yang merupakan senyawa aktif yang terkandung dalam insektisida Sevin® 85SP secara ozonolisis dengan penambahan TiO_2 /zeolit.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah insektisida Sevin® 85SP dengan bahan aktif Karbaril ($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{NO}_2$) 85% (PT. Bayer Indonesia), Titanium dioksida (TiO_2 -anatase) (Ishihara Sangyo, LTD, Japan), zeolit alam (Tasik Malaya, Bandung), asetonitril (CH_3CN) 95% (Merck), perak nitrat (AgNO_3) (Merck), natrium klorida (NaCl) (Merck) dan akuabides (H_2O).

Peralatan yang digunakan adalah Spektrofotometer UV/Vis (Evolution 201), reactor ozon (Bioozone Space age sterilizer, Natural Health Sciences, sdn. Bhd. Malaysia), sentrifus (Profuge Model PRF 6 Kp, Korea), neraca analitik, oven, pengayak, hotplate, magnetic stirrer, Erlenmeyer, gelas ukur, pipet takar dan peralatan gelas lainnya.

2.2 Prosedur Penelitian

2.2.1 Preparasi Katalis TiO_2 /Zeolit

2.2.1.1 Preparasi Na-Zeolit

Zeolit alam diayak menggunakan pengayak berukuran 250 mesh. Kemudian dicuci dengan akuades, disaring dan dikeringkan dalam oven. Kemudian sebanyak 25 mg zeolit dijenuhkan dengan NaCl sambil diaduk selama 24 jam, kemudian dicuci dengan menggunakan akuabides. Setelah dicuci, pada filtrat ditambahkan AgNO_3 . Pencucian dilakukan sampai tidak diperoleh kembali endapan putih.

2.2.1.2 Pilarisasi Zeolit

Na-Zeolit dimasukkan ke dalam akuabides dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Na-Zeolit yang telah dimasukkan ke dalam akuabides dicampur dengan 1 mg TiO_2 -anatase sedikit demi sedikit. Hasil pencampuran dipisahkan dengan penyaringan vakum dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 110-120°C. Setelah kering, sampel digerus sampai halus kemudian diayak dengan menggunakan pengayak 100 mesh. Hasil ayakan dikalsinasi pada temperatur 350° C selama 12 jam.

2.2.2 Pembuatan Variasi Pelarut

Untuk menentukan perbandingan pelarut asetonitril dan akuabides yang digunakan

0,05 g Sevin® 85SP dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Sampel diujicobakan dengan beberapa perbandingan pelarut asetonitril : akuabides (0:10, 1:9, 2:8, 3:7, 4:6, 5:5, 6:4, 7:3, 8:2, 9:1 dan 10:0). Selanjutnya dipilih perbandingan pelarut yang menghasilkan larutan bening atau tidak berwarna.

2.2.3 Pembuatan Larutan Stok Karbaril 85 mg/L
Larutan induk dibuat dengan melarutkan sebanyak 0,1 g bubuk Sevin® 85SP ke dalam labu ukur 10 mL. Sampel diencerkan dengan menggunakan pelarut (asetonitril : akuabides) sampai tanda batas. Kemudian selanjutnya diencerkan dengan pengenceran bertingkat hingga diperoleh larutan stok karbaril dengan konsentrasi 85 mg/L.

2.2.4 Penentuan Spektrum Serapan Maksimum Karbaril Dari Beberapa Variasi Konsentrasi
Larutan karbaril 85 mg/L diencerkan menjadi lima variasi konsentrasi, yaitu 5, 10, 15, 20, dan 25 mg/L. Kemudian dilakukan pengukuran spektrum serapan terhadap lima variasi konsentrasi larutan tersebut dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 230-330 nm.

2.2.5 Pengaruh Waktu Ozonolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril
10 mL larutan karbaril 15 mg/L diozonolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90 dan 105 menit. Kemudian hasil ozonolisis diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang serapan maksimum.

2.2.6 Pengaruh Penambahan Jumlah TiO₂/Zeolit Terhadap Persentase Degradasi Karbaril
Larutan karbaril 15 mg/L dimasukkan ke dalam lima buah Erlenmeyer dengan volume masing-masing 10 mL. Ke dalam masing-masing larutan ditambahkan katalis TiO₂/Zeolit sebanyak 5, 10, 15, 20 dan 25 mg. Larutan yang telah ditambah katalis diozonolisis selama waktu maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Selanjutnya, larutan disentrifus selama ± 20 menit untuk memisahkan filtrat dari katalis. Lalu diukur serapan masing-masing larutan dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang serapan maksimum. Selanjutnya dilakukan perhitungan persentase degradasi karbaril.

Untuk menghitung nilai persentase degradasi, digunakan persamaan:

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

2.2.7 Pengaruh Waktu Ozonolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril dengan Penambahan TiO₂/Zeolit

Larutan Karbaril 15 mg/L dimasukkan ke dalam tujuh buah Erlenmeyer dengan volume masing-masing 10 mL. Ke dalam masing-masing larutan ditambahkan TiO₂/Zeolit dengan jumlah optimum yang telah ditentukan sebelumnya. Setelah itu, masing-masing larutan diozonolisis dengan variasi waktu yaitu: 15, 30, 45, 60, 75, 90 dan 105 menit. Kemudian larutan yang telah diozonolisis diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang serapan maksimum.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Penentuan Perbandingan Pelarut Asetonitril : Akuabides

Karbaril tidak larut dalam air akan tetapi larut dalam pelarut organik atau dalam campuran air dan pelarut organik dengan perbandingan tertentu. Diantara pelarut organik yang digunakan adalah asetonitril, maka dibuat beberapa variasi perbandingan volume asetonitril dengan air. Dari pengamatan, diperoleh hasil seperti yang dapat diamati pada Tabel 1.

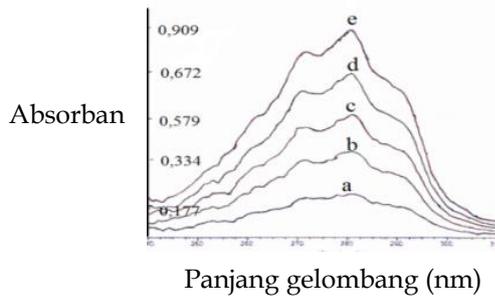
Tabel 1. Perbandingan Variasi Pelarut Asetonitril: Akuabides

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

Dari hasil pengamatan terhadap kelarutan karbaril dengan beberapa variasi volume asetonitril : air didapat hasil bening pada perbandingan 6 : 4.

3.2 Penentuan Spektrum Serapan Karbaril

Pengukuran spektrum serapan senyawa karbaril dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis terhadap beberapa variasi konsentrasi, yaitu : 5, 10, 15, 20, dan 25 mg/L, dalam pelarut asetonitril : akuabides (6:4). Rentang panjang gelombang yang digunakan adalah 230 - 330 nm. Hasil pengukuran spektrum serapan karbaril pada beberapa variasi konsentrasi dapat diamati pada Gambar 1

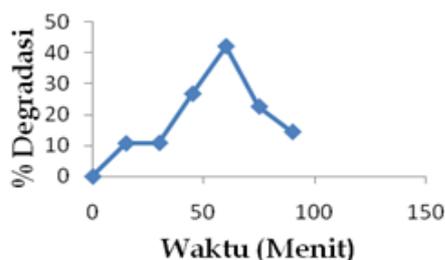


Gambar 1. Spektrum serapan karbaril dari variasi konsentrasi, konsentrasi karbaril: a) 5 mg/L, b) 10 mg/L, c) 15 mg/L, d) 20 mg/L, e) 25 mg/L

Dari Gambar 1, dapat diamati bahwa spektrum serapan maksimum yang diberikan oleh senyawa karbaril adalah pada panjang gelombang 280 nm. Selain itu, juga dapat diamati bahwa semakin tinggi konsentrasi maka nilai absorban juga semakin besar.

3.3 Pengaruh Waktu Ozonolisis Terhadap Persentase Degradasi Karbaril Tanpa Penambahan Katalis

Dalam prosesnya, metode ozonolisis menghasilkan radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) yang akan menyerang senyawa karbaril untuk memulai proses mineralisasi. Untuk menguji penggunaan metode ozonolisis dalam mendegradasi senyawa karbaril, dilakukan pengaruh waktu ozonolisis terhadap persentase degradasi yang dapat diamati pada Gambar 2.

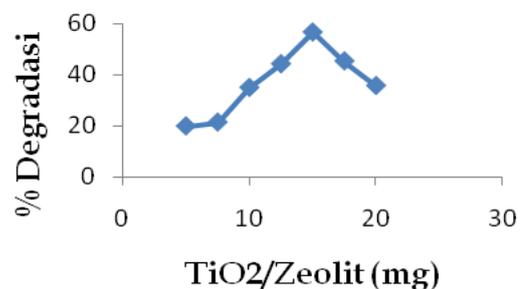


Gambar 2. Pengaruh waktu ozonolisis terhadap persentase degradasi karbaril tanpa katalis (Konsentrasi Karbaril = 15 mg/L)

Dari Gambar 2 tersebut dapat diamati bahwa waktu maksimum dimana diperoleh persentase degradasi terbesar yaitu pada waktu ozonolisis 60 menit sebesar 42,14%. Setelah itu terjadi penurunan persentase degradasi. Hal ini dapat dijelaskan sebagai berikut, pada waktu-waktu awal sebelum mencapai waktu maksimum, bertambahnya waktu meningkatkan jumlah radikal $\cdot\text{OH}$ yang ada dalam larutan, dimana radikal $\cdot\text{OH}$ yang ada masih dalam jumlah yang efektif untuk mendegradasi senyawa karbaril. Namun setelah melewati waktu maksimum persentase degradasi menurun, karena sudah lewat jenuh sehingga akan memperbesar absorban.

3.4 Pengaruh Penambahan Jumlah $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ Terhadap Persentase Degradasi Karbaril

Proses degradasi karbaril 15 mg/l sebanyak 10 mL tanpa penambahan katalis menghasilkan persentase degradasi yang masih belum sempurna yaitu baru mencapai 42,14%. Untuk meningkatkan persentase degradasi ini, diperlukan suatu material katalis yang dapat mempercepat proses ozonolisis. Salah satu katalis yang digunakan dalam ozonolisis ini adalah $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$. Sebelum mengamati pengaruh variasi waktu terhadap persentase degradasi, dengan penggunaan katalis $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$, terlebih dahulu dilakukan penentuan pengaruh penambahan jumlah $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ terhadap hasil degradasi karbaril seperti yang dapat dilihat pada Gambar 3. Hal ini bertujuan untuk menentukan penambahan jumlah $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ yang optimum terhadap hasil degradasi.



Gambar 3. Pengaruh Penambahan Jumlah $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ (5, 10, 15, 20 mg waktu ozonolisis 60 menit) Terhadap Persentase Degradasi

Variasi penambahan $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ yang digunakan adalah 5, 7.5, 10, 12.5, 15, 17.5, dan 20 mg. Waktu degradasi yang digunakan

adalah waktu optimum yang diperoleh dari proses sebelumnya (tanpa katalis), yaitu 60 menit. Dari gambar 3, dapat diamati bahwa persentase degradasi yang tertinggi terjadi pada penambahan TiO₂/Zeolit sebanyak 15 mg, yaitu 56,62 %. Namun pada penambahan selanjutnya (17,5 dan 20 mg), persentase yang didapatkan menurun. Hal ini disebabkan karena larutan yang diuji telah mengalami kejenuhan akibat penambahan TiO₂/Zeolit dan berdampak pada kenaikan pembacaan serapan karbaril yang lebih tinggi daripada serapan sebenarnya. Untuk proses pengerjaan selanjutnya, jumlah katalis TiO₂/Zeolit yang ditambahkan adalah sebanyak 15 mg.

IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa TiO₂/Zeolit dapat digunakan sebagai katalis yang baik dalam proses degradasi karbaril secara ozonolisis. Persentase degradasi karbaril secara ozonolisis tanpa menggunakan katalis adalah sebesar 42,14% dengan waktu optimum 60 menit. Sedangkan persentase degradasi karbaril dengan penambahan 15 mg TiO₂/Zeolit -jumlah optimum- adalah sebesar 56,62% setelah waktu ozonolisis 60 menit. Jadi, dari hasil degradasi yang telah diperoleh, TiO₂/Zeolit memiliki pengaruh yang cukup tinggi sebagai katalis dalam mendegradasi karbaril.

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih kepada Analis dan para staf Laboratorium Kimia Analitik Terapan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas

Referensi

1. M. Kanan, A Study of The Photodegradation of Carbaryl : The Influence of Natural Organic Matter and The Use of Silver Zeolite Y As A Catalyst, The University of Maine, Thesis, hal. 2 - 11, 2001.
2. S. Sudarmono, *Pestisida*, Kanisius, Yogyakarta, 1991.
3. Zilfa, H. Suyani, Safni, dan N. Jamarun. Degradasi Senyawa Permetrin Dengan Menggunakan TiO₂-anatase dan Zeolit Alam Secara Sonolisis. *J. Ris. Kim.* 2(2): 195-201 (2009).
4. L. Kumala Sari, Safni, dan Zilfa. Degradasi Senyawa Sipermetrin Dalam

- Insektisida Ripcord 5EC Secara Fotolisis Dengan Penambahan TiO₂/zeolit. *J. Kimia Unand.* 1(1): 76-81 (2012).
5. W. Rahmi, Zilfa, dan Y. Yusuf. Degradasi Senyawa Sipermetrin Dalam Pestisida Ripcord 5EC Secara Ozonolisis Dengan Menggunakan TiO₂-Zeolit Sebagai Katalis. *J. Kimia Unand.* 2(1): 13-17 (2013).
6. R. Aga Salihat, Safni, dan H. Suyani. Degradasi Senyawa Karbaril Dalam Insektisida Sevin 85SP Secara Fotolisis Dengan Penambahan TiO₂-Zeolit. *J. Kimia Unand.* 1(1): 67-776 (2012).
7. R. Ramika, Safni, dan U. Lukman. Degradasi Senyawa Profenofos Dalam Insektisida Curacron 500 EC Secara Fotolisis Dengan Penambahan TiO₂-Zeolit. *J. Kimia Unand.* 1(1): 82-88 (2012).
8. L.F. Tietze, dan M Bratz, *Ozonolysis Mechanism in Organic. Org Synth coll*, 9: 38, (1998).
9. Xu, Xian-Wen, S. Hui-Xian, W. Da-hui, Ozonation With Ultrasonic Enhancement of P-Nitrophenol Wastewater. *J. Zhejiang Univ. Science* 6B(5) : 319-323, (2005). 14.
10. Y. Febrika, Zilfa dan Safni. Degradasi Senyawa Profenofos Dalam Insektisida Curacron 500 EC Secara Ozonolisis Dengan Penambahan TiO₂/Zeolit. *J. Kimia Unand.* 2(1): 41- 45 (2013).
11. I. Fatimah dan K. Wijaya, Sintesis TiO₂/Zeolit Sebagai Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi, *J. Teknoin*, 10(4): 257-267, (2005).
12. A.S. Gunasekara, *Environmental Fate of Carbaryl*, California Environmental Protection agency, California (2007).
13. R.L. Baron, *Carbamate Insecticides in Handbook of Pesticide Toxycology*, 3, *Classes of Pesticides*, Academic Press, Inc. New York, (1991) .
14. M.T. Lasut, P. Bobby dan A.K. Veronaki, Komplikasi Tingkat Toksikitas Beberapa Pestisida (Endosulan, Fentoat, BPMC, Paraquat) Dengan Menggunakan Ikan Bandeng (*Chanos Chanos Forsk*) Hasil Penelitian Universitas Sam Ratulangi, Manado, (2001) .
15. A.C. Lee dan R. H. Lin, Preparation and Characterization Of Novel Photocatalyst With Mesoporous Titanium Dioxide (TiO₂) Via a Sol-gel Method, *Sci. Direct*, 275-280, (2008).
16. A.K Fujishima, T. N. Rao dan D. A. Tryk, Titanium Dioxide Photocatalyst. *J.*

- Photochem. and Photobio. C. Photochem. Rev*, 1-12, (2000).
17. D.K. Rini, dan F.A. Lingga, *Optimasi Aktivasi Zeolit Alam Untuk Dehumidifikasi*, Skripsi, Universitas Diponegoro, (2010).
 18. Vogelpohl, and S. Kim, Advanced Oxidation Process (AOPs) in Wastewater Treatment. *J. Ind. Eng., Chem*, 10(1): 33-44, (2004).

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT ZSM-5 DARI ABU SEKAM PADI DENGAN METODA HIDROTERMAL MENGGUNAKAN *TEMPLATE* ORGANIK DAN STUDI PENGARUH VARIASI PH

Bayu Okta Syaputra, Upita Septiani, Syukri Arief

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas.

e-mail: upitas@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Zeolit ZSM-5 telah berhasil disintesis dari abu sekam padi yang dilebur dengan NaOH pada suhu 550°C dengan dan tanpa *template* organik CTABr menggunakan pelarut air laut untuk proses kristalisasi pada suhu 170°C. Pengaruh variasi kondisi pH (9, 10, dan 11) dilakukan untuk mendapatkan zeolit ZSM-5 dengan kristalinitas yang baik. Dari hasil FT-IR dan XRD pada semua kondisi pH baik dengan dan tanpa *template* organik zeolit ZSM-5 telah terbentuk. Semakin tinggi kondisi pH sintesis zeolit, spektrum yang dihasilkan semakin tajam dan spesifik yang menunjukkan semakin baik terbentuknya zeolit ZSM-5. Sedangkan hasil SEM menunjukkan pada zeolit yang disintesis dengan *template* organik pada pH 11 lebih memperlihatkan morfologi zeolit ZSM-5 yang berbentuk balok dibandingkan zeolit yang disintesis tanpa *template* organik yang memperlihatkan morfologi berbentuk bongkahan. Dari hasil EDX didapatkan rasio Si/Al tinggi yaitu 47,54 yang merupakan range dari zeolit ZSM-5.

Keywords : zeolit ZSM-5, abu sekam padi, *template*, kondisi pH, CTABr

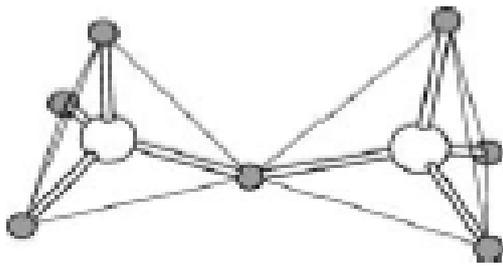
I. Pendahuluan

Sekam padi merupakan produk samping yang melimpah dari hasil penggilingan padi. Sekam padi mengandung 78-80% bahan organik (lignin, selulosa, gula) yang mudah menguap jika sekam padi dibakar dan hasil sisa pembakaran berupa abu sekam padi 20-22%. Kandungan abu sekam padi tergantung dari variasi padi, iklim, dan lokasi geografisnya. Abu sekam padi mengandung $\pm 90 - 99\%$ silika (SiO_2), sejumlah kecil alkali dan logam pengotor. Karena kandungan silika yang banyak ini abu sekam padi dapat dimanfaatkan untuk sintesa zeolit¹⁴.

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi. Kation tersebut dapat diganti oleh kation lain tanpa merusak struktur zeolit dan dapat menyerap air secara reversibel⁹.

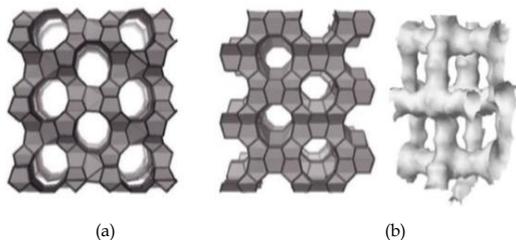
Zeolit berdasarkan klasifikasinya dibagi menjadi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit sintesis lebih cenderung disintesis dari limbah dan material-material yang murah dengan menggunakan metoda dan teknologi yang mutakhir. Contoh limbah dengan kandungan silika tinggi seperti abu sekam padi (rice husk ash)⁵ dan abu terbang (fly ash)²² merupakan sumber silika alternatif yang berpotensi untuk sintesis zeolit.

Zeolit memiliki struktur terbuka yang dapat berikatan dengan kation-kation seperti Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , dan Mg^{2+} . Ion yang berikatan kurang kuat akan dapat dengan mudah digantikan oleh ion lain saat adanya interaksi di dalam larutan¹⁻⁴. Rumus kimia dari zeolit adalah $\text{M}_{x/n}[\text{Si}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}_2]_m\text{H}_2\text{O}$, dimana M merupakan kation logam dengan valensi n ¹⁵.



Gambar 1. Oksigen yang berada diantara dua tetangga tetrahedral.

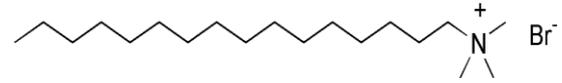
ZSM-5 merupakan zeolit yang memiliki rasio Si/Al yang tinggi (Si/Al 10-100) dengan bentuk *framework* MFI dan rumus $\text{Na}_n(\text{AlO}_2)_n(\text{SiO}_2)_{96-n} \cdot 16\text{H}_2\text{O}$. Zeolit ZSM-5 memiliki unit pembangun pentasil. Unit pentasil tersebut kemudian saling berhubungan membentuk rantai pentasil. Zeolit ZSM-5 selektivitas yang unik, sifat asam, serta kestabilan termal yang tinggi. Pemanfaatan zeolit ZSM-5 dibidang katalitik seperti pada reaksi *dewaxing*, konversi methanol menjadi gasoline, methanol menjadi olefin, *hydrocracking*, alkilasi benzene, dan oksidasi parsial metana^{1,19} dan ²⁰.



Gambar 2. Susunan tiga dimensi ZSM-5. (a) Susunan beberapa lapisan. (b) Gambaran skematik dari susunan pori.

CTABr (Cetyltrimethylammonium bromide) merupakan salah satu surfaktan kationik dengan gugus hidrofiliknya bermuatan positif. Surfaktan kationik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu kation. Contohnya garam alkil trimetil ammonium, garam dialkil-dimetil ammonium dan garam alkil dimetil benzil ammonium. CTABr dapat difungsikan sebagai *template* organik pada sintesis zeolit. Dalam hal ini *template* adalah kation

surfaktan difungsikan seperti kation untuk menetralkan kerangka anionik $[\text{SiO}_4]^{4-}$ atau $[\text{AlO}_4]^{5-}$.



Gambar 3. Struktur CTABr

Pada beberapa tahun terakhir sintesis zeolit ZSM-5 banyak dilakukan karena sifat - sifat dari zeolit ZSM-5 yang dapat digunakan dalam berbagai aplikasi, serta penggunaan bahan baku material yang berasal dari limbah seperti abu sekam padi dan abu terbang. Sintesis zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi menggunakan *template* organik CTABr dan pelarut air laut telah dilakukan oleh Warsito, 2009 dan Wahyuni, 2014 dengan melakukan variasi penggunaan *template* CTABr dan variasi suhu hidrotermal sintesis zeolit ZSM-5¹⁹ dan ²⁰.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Peralatan yang akan digunakan diantaranya adalah beberapa peralatan gelas, lumpang, timbangan, *furnance*, oven, magnetik stirer, magnetik bar, *autoclave*, pH meter, XRD (Philips PW 1710), SEM-EDX (Hitachi S-3400N), dan FTIR (JEOL JSM-6390).

Bahan yang digunakan diantaranya adalah abu sekam padi yang didapatkan dari daerah Kuranji kota Padang, Al_2O_3 (Merck), bibit silikat, NaOH (Merck), Asam asetat 98%, indikator pH, CTABr (Merck) serta air laut yang diambil pada pantai padang.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1. Perlakuan untuk air laut

Air laut yang akan digunakan diambil dari air laut pantai padang. Air laut ini diambil dibagian tepi pantai, kemudian dilakukan penyaringan untuk memisahkan pengotor yang terdapat pada air tersebut. Setelah dilakukan penyaringan, air laut disimpan di dalam wadah tertutup.

2.2.2. Prosedur Sintesis Zeolit Tanpa Template

Abu sekam padi disiapkan dari sekam padi yang dipanaskan dalam *furnace* pada temperatur 600°C dan dibakar selama 4 jam. Abu sekam padi hasil pembakaran

telah dianalisa senyawa yang terkandung didalamnya pada data penelitian sebelumnya (Wahyuni, 2014), memiliki rasio Si yang cukup tinggi sebagai bahan dasar sintesis zeolit. Pada penelitian ini dilakukan beberapa tahapan yaitu peleburan abu sekam padi dan Al_2O_3 dengan padatan NaOH yang dilarutkan pada air laut dan ditambahkan bibit silikat 1% dari berat SiO_2 serta dilakukan variasi pH dengan menambahkan asam asetat 98%, lalu dilanjutkan dengan proses hidrotermal.

Peleburan abu sekam padi dan Al_2O_3 dilakukan dengan cara mengambil sebanyak 9 gram abu sekam padi, 0,3 gram Al_2O_3 dan 3,06 gram NaOH dihaluskan menggunakan lumpang selama beberapa menit. Campuran diatas dimasukkan ke dalam gelas piala dan dilarutkan dengan 46 mL air laut. Kedalam campuran ditambahkan bibit silikat 1% dari berat SiO_2 .

Campuran diaduk dengan kecepatan tinggi selama 1 jam, lalu dilakukan variasi pH (9, 10, 11) dengan penambahan asam asetat 98% dan pengadukan dilanjutkan selama 23 jam. Kemudian dipindahkan ke dalam *autoclave* dan dilanjutkan dengan perlakuan hidrotermal pada suhu 170°C selama 2 hari.

Setelah perlakuan hidrotermal, produk yang diperoleh dicuci dengan akuades, dan kemudian dikeringkan pada suhu 110°C



(a)

(b)

Gambar 4. (a) Sekam padi ; (b) Abu sekam padi

Abu sekam padi yang dihasilkan kemudian dilebur dengan menggunakan NaOH. Peleburan abu sekam padi dengan NaOH dan Al_2O_3 dilakukan pada suhu 550°C dengan menggunakan *furnance*.

selama 24 jam. Selanjutnya dilakukan kalsinasi pada temperatur 550°C selama 5 jam. Zeolit yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDX, dan FTIR.

2.2.3 Perlakuan Sintesis Zeolit Menggunakan Template

Pada sintesis menggunakan *template* organik, perlakuan sama dengan yang diatas tetapi sebelum melarutkan campuran abu sekam padi, NaOH, dan Al_2O_3 terlebih dahulu 2,13 gram CTABr dilarutkan kedalam 46 mL air laut.

Setelah terbentuk larutan CTABr dan air laut kemudian campuran dilarutkan kedalam larutan CTABr. Zeolit yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan SEM-EDX.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Sintesis Zeolit ZSM-5 Dari Abu Sekam Padi

Sintesis zeolit ZSM-5 dari bahan dasar abu sekam padi menggunakan air laut sebagai pelarut. Suhu yang digunakan pada proses sintesis zeolit ZSM-5 adalah 170°C . Zeolit ZSM-5 disintesis pada pH 9, 10, dan 11 dengan dan tanpa menggunakan *template* CTABr. Zeolit ZSM-5 disintesis dari bahan dasar alami yaitu sekam padi yang didapatkan dari Kecamatan Kuranji kota Padang dimana sekam padi yang didapatkan dibakar menggunakan *furnance* pada suhu 600°C .

Peleburan dilakukan untuk mendekomposisi komponen silika dan alumina yang sebagian besar dalam bentuk kuarsa dan mulit menjadi natrium silikat dan natrium aluminat yang merupakan spesifik reaktif untuk sintesis zeolit. Pada reaksi alkali hidrotermal zeolit hasil peleburan menghasilkan zeolit dengan kuantitas dan kristalinitas lebih tinggi dibandingkan tanpa peleburan.

Selain berfungsi untuk peleburan, NaOH juga berfungsi sebagai *mineralizer*. Dimana *mineralizer* adalah suatu senyawa yang ditambahkan pada larutan yang encer untuk mempercepat proses kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan melarutkannya, sehingga jika biasanya

tidak dapat larut dalam air dengan ditambahkannya *mineralizer* dapat menjadi larut.

Mineralizer yang khas adalah suatu hidroksida dari logam alkali, khususnya untuk amfoter dan oksida asam. *Mineralizer* yang digunakan untuk SiO₂ adalah NaOH, KOH, Na₂CO₃ atau NaF. Pada penelitian ini NaOH digunakan sebagai *mineralizer*, dimana reaksinya adalah sebagai berikut⁹:



Hasil peleburan kemudian dilarutkan dengan air laut, dan ditambahkan bibit silikat 1% dari berat SiO₂. Penambahan bibit silikat disini untuk membentuk kristal pada sintesis zeolit dan juga memperkuat rasio Si pada campuran. Untuk perlakuan sintesis dengan *template* CTABr, sebelumnya CTABr dilarutkan dalam air laut dan dilanjutkan dengan melarutkan hasil peleburan dalam larutan tersebut. Selanjutnya larutan distirer selama 1 jam sebelum dilakukan pengaturan pH. Asam asetat digunakan sebagai pengatur pH, dan divariasikan pada pH 9, 10, dan 11.

Proses stirer dilanjutkan selama 23 jam. Tujuan larutan distirer adalah agar larutan dapat tercampur secara sempurna atau homogen dan reaksi dapat berlangsung secara cepat. Setelah larutan distirer selama total 24 jam, larutan dimasukkan kedalam *autoclave* dengan suhu 170°C dengan masa inkubasi 2 hari. Selama 2 hari proses alkali hidrotermal berlangsung dan terjadinya proses kristalisasi.

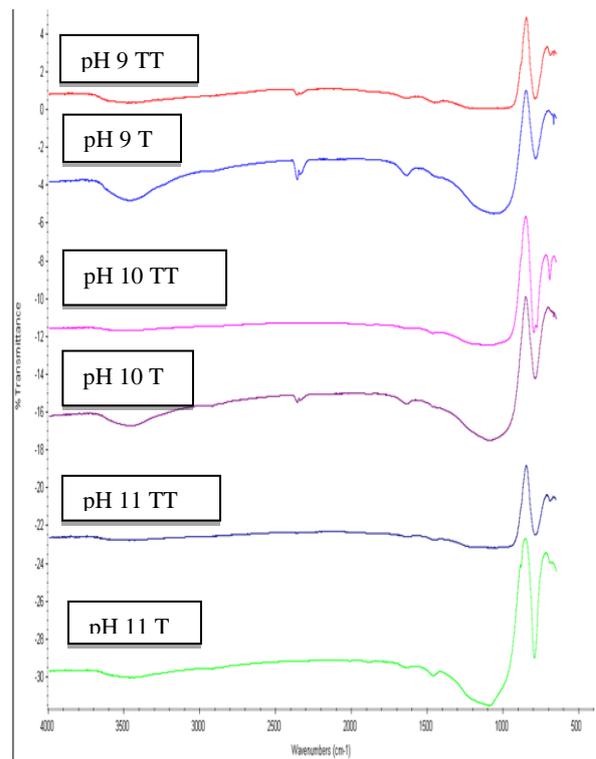
Setelah proses hidrotermal, campuran yang didapatkan disaring, dan endapan dikeringkan pada suhu 110°C selama 24 jam. Endapan juga dikalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam untuk menghilangkan senyawa organik yang masih terkandung dalam produk zeolit. Hasil sintesis zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi dikarakterisasi dengan FT-IR, XRD, dan SEM-EDX.

3.2 Analisis FT-IR

Karakterisasi FT-IR pada zeolit ZSM-5 bertujuan untuk mengidentifikasi gugus

fungsi struktur kimia dari suatu senyawa. Dari hasil sintesis zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi maka dapat dilihat perbandingan hasil FT-IR pada zeolit dengan menggunakan surfaktan kationik CTABr sebagai *template* dan sintesis zeolit tanpa menggunakan *template* organik dengan variasi pH 9, 10, dan 11.

Dimana spektrum FT-IR menunjukkan transformasi dari aluminosilikat pada fasa padat setelah mengalami sintesis pada pH yang berbeda. Pada semua variasi pH sintesis zeolit ZSM-5 dengan menggunakan *template* dan tanpa *template* organik didapatkan pita serapan yang paling menonjol pada 1000 cm⁻¹ - 1130 cm⁻¹ yang menunjukkan stretching asimetri puncak vibrasi dari [SiO₄]⁴⁺ atau [AlO₄]³⁺. Dan pada pita serapan 800 cm⁻¹ menunjukkan stretching simetri dari [SiO₄]⁴⁺ atau [AlO₄]³⁺ 14 dan 22.



Gambar 5. Hasil FT-IR zeolit sintesis pada variasi pH 9, 10 dan 11 menggunakan *template* dan tanpa *template* organik ; TT = tanpa *template* dan T = dengan *template*.

Pada sintesis zeolit dengan variasi pH baik 9, 10 maupun 11 tanpa menggunakan *template* didapatkan spektrum pada 1000 cm^{-1} - 1130 cm^{-1} tidak terlalu tajam dan memiliki intensitas yang kurang tinggi dan terjadi fluktuasi spektrum FT-IR pada pH 10. Ini dikarenakan pada saat melakukan pengaturan pH menggunakan asam asetat terjadi penggumpalan pada campuran zeolit, campuran yang sebelumnya berbentuk larutan cair berubah menjadi larutan dengan bentuk pasta. Hal ini menyebabkan berkurangnya kehomogenan campuran tersebut saat proses pencampuran menggunakan magnetik stirer.

Tetapi pada sintesis zeolit ZSM-5 menggunakan *template* CTABr dalam proses alkali hidrotermal, baik pada pH 9, 10, dan 11 spektrum didapatkan pada 1000 cm^{-1} - 1130 cm^{-1} lebih tajam dan memiliki intensitas yang tinggi dibandingkan dengan sintesis tanpa menggunakan *template*. CTABr pada sintesis zeolit ZSM-5 berperan sebagai penghomogen selama proses pencampuran, sehingga tidak terjadi penggumpalan pada campuran zeolit selama proses stiring.

Hasil FT-IR zeolit sintesis menggunakan *template* CTABr pada pH 9, 10 dan 11 didapatkan puncak pada pita serapan $668,48\text{ cm}^{-1}$, $668,67\text{ cm}^{-1}$ dan $665,34\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi ulur simetri Si-O dan Al-O, serta mengindikasikan semakin banyak terbentuknya kristal pada zeolit sintesis. Spektrum ini hampir mendekati zeolit ZSM-5 pada puncak disekitar 500 cm^{-1} .

Sedangkan hasil sintesis tanpa *template* organik didapatkan puncak serapan yang menjauh pada semua variasi pH 9, 10 dan 11 yaitu $794,86\text{ cm}^{-1}$, $694,66\text{ cm}^{-1}$, dan $692,57\text{ cm}^{-1}$.

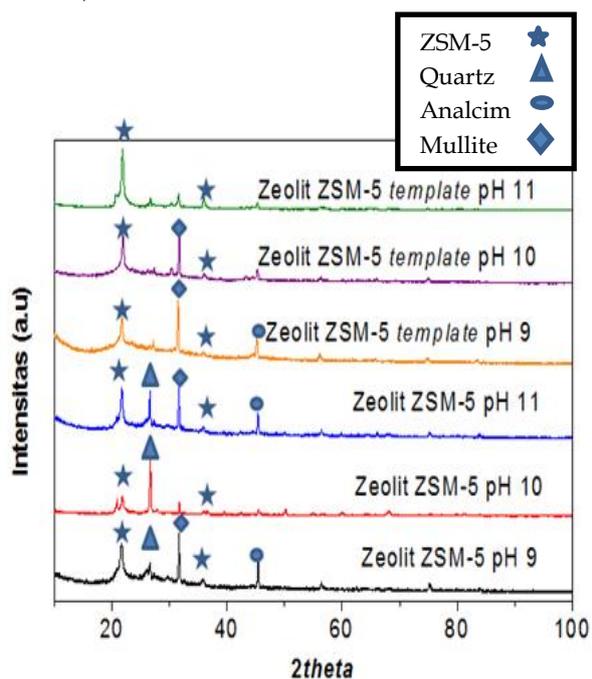
Dari hasil spektrum puncak FT-IR yang didapatkan baik dengan dan tanpa *template* organik, semakin tinggi kondisi pH maka puncak yang dihasilkan akan semakin mendekati puncak spesifik dari zeolit ZSM-5. Untuk menguatkan terbentuknya zeolit

ZSM-5 maka hasil FT-IR akan dikorelasikan dengan karakterisasi XRD.

3.3. Analisis XRD

Metoda XRD merupakan suatu metoda analisis kualitatif yang membeikan informasi mengenai kekristalan suatu mineral tertentu. Kristalinitas dari produk zeolit dapat dilihat dari pola difraktogram yang ditampilkan. Difraktogram yang memiliki pola pemisahan puncak yang jelas dan intensitas ketajaman puncak yang tinggi memiliki kristalinitas yang baik.

Berdasarkan database JCPDS (*Joint Comitte for Powder Diffraction Standard*) puncak spesifik dari zeolit ZSM-5 secara umum dengan 2θ yaitu 22° - 23° ¹⁹. Pada hasil karakterisasi XRD semua sampel secara umum menunjukkan adanya puncak dari zeolit ZSM-5 dengan 2θ yaitu $22,01^\circ$ dan $35,93^\circ$.



Gambar 6. Hasil XRD zeolit sintesis pada variasi pH 9, 10 dan 11 menggunakan *template* dan tanpa *template* organik.

Pada variasi pH zeolit sintetis tanpa menggunakan *template* organik memperlihatkan fasa lain selain ZSM-5 yaitu terbentuknya fasa kuarsa dan mulite. Pada zeolit sintesis pH 9 dan 11 fasa mulite

merupakan fasa lain dominan yang mengkristal pada $2\theta = 31,7^\circ$, sedangkan pada zeolit sintesis pH 10 fasa kuarsa merupakan fasa yang dominan pada $2\theta = 26,7^\circ$.

Ini dikarenakan sintesis zeolit ZSM-5 tanpa menggunakan *template* organik akan mempengaruhi kehomogenan campuran saat dilakukan pengaturan pH dengan asam asetat, sehingga menghasilkan larutan berbentuk pasta, jika proses stiring tidak memadai maka campuran yang tidak homogen dapat menghasilkan kantong gel yang memiliki komposisi dan konsistensi yang berbeda. Hal ini menyebabkan kristalisasi material zeolit yang tidak diinginkan. Adanya fasa mulite dan kuarsa menunjukkan rendahnya atau tidak ada reaktivitas dalam larutan alkali¹³.

Pada zeolit sintesis menggunakan *template* organik menunjukkan pola difraksi dengan intensitas yang lebih tinggi dibandingkan zeolit sintesis tanpa menggunakan *template* organik. Fasa ZSM-5 terbentuk pada semua variasi pH pada $2\theta = 22,01^\circ$. Adanya surfaktan kationik CTMA⁺ dalam campuran akan bereaksi cepat dengan kerangka anionik yaitu ion silikat dalam proses sintesis zeolit, ketika larutan aluminat dan silikat dicampur dengan surfaktan, maka surfaktan CTABr akan membentuk suatu misel-misel untuk mengurangi tegangan permukaan, gugus hidrofobik akan berkumpul dan kepala hidrofilik surfaktan akan saling menjauhi gugus hidrofobiknya sehingga terbentuknya suatu lingkaran silinder (sperik) dari bentuk misel. Sifat dari misel ini yang berpengaruh pada proses pencampuran, dimana misel akan meningkatkan kehomogenan dan kelarutan dari campuran tersebut.

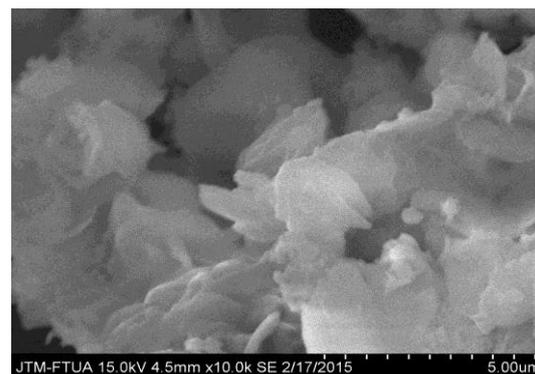
Pada zeolit sintesis pH 9 dan 10, fasa mulite masih dominan terbentuk. Namun pada pH 11 intensitas fasa mulite menurun dan fasa ZSM-5 merupakan fasa yang paling dominan terbentuk dengan intensitas yang tinggi. Fasa kuarsa yang sebelumnya terbentuk dengan intensitas yang tinggi pada sintesis tanpa *template* organik menurun secara drastis, menandakan

hampir semua sekam padi telah bereaksi menjadi ZSM-5. Pada sampel zeolit sintesis juga terbentuk fasa analsim dengan intensitas yang kecil pada $2\theta = 45,41^\circ$. Analsim dalam sintesis zeolit ZSM-5 merupakan fasa metastabil dimana jika suhu dinaikkan dan waktu diperpanjang maka fasa analsim akan berubah menjadi fasa ZSM-5.

Dari pola difraksi sinar-X dapat dilihat bahwa semakin tinggi kondisi pH sintesis zeolit ZSM-5 maka pola difraksi semakin bagus dan intensitas yang didapatkan semakin tinggi. Pada sintesis zeolit ZSM-5 menggunakan *template* organik dengan peningkatan kondisi pH sintesis, kristalinitas dari zeolit ZSM-5 yang didapatkan semakin tinggi.

4.4 Analisis SEM-EDX

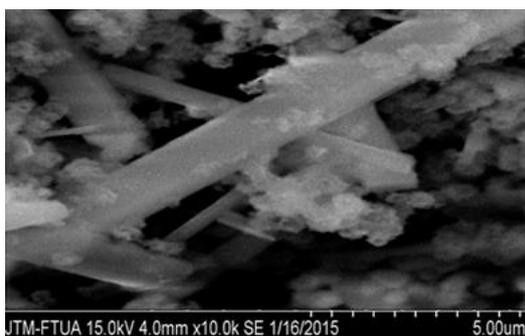
Analisis mikrostruktur dilakukan dengan menggunakan SEM-EDX yang bertujuan untuk melihat morfologi permukaan dan keseragaman ukuran partikel serta kandungan unsur-unsur yang terdapat pada zeolit. Pada prinsipnya, analisis permukaan melibatkan radiasi permukaan dengan sumber energi yang cukup untuk menembus dan menimbulkan beberapa transisi yang menghasilkan emisi dari permukaan berkas energi yang bisa dianalisis.



Gambar 7. Hasil karakterisasi SEM zeolit ZSM-5 pH 11 tanpa menggunakan *template* organik perbesaran 10.000x

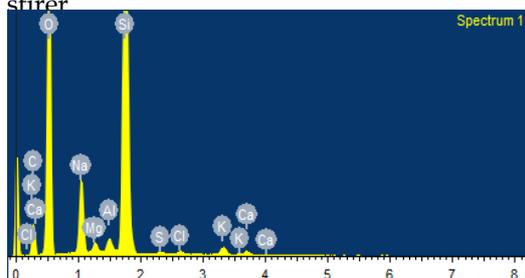
Dari hasil analisis SEM gambar 7 memperlihatkan hasil morfologi dengan perbesaran yang berbeda zeolit sintesis pada pH 11 tanpa menggunakan *template* organik. Berdasarkan hasil karakterisasi

XRD zeolit ZSM-5 yang memiliki kristalinitas yang baik adalah zeolit yang disintesis pada pH 11. Ini dapat dilihat dari foto SEM yang memperlihatkan bentuk kristal yang banyak dari zeolit sintesis. Penggunaan air laut sebagai pelarut merupakan faktor utama karena air laut dapat mempercepat proses pembentukan kristal dari zeolit sintesis. Hasil morfologi dari zeolit sintesis berbentuk bongkahan dan sebagian kecil berbentuk balok dengan ukuran yang beragam.



Gambar 8. Hasil karakterisasi SEM zeolit ZSM-5 pH 11 menggunakan *template* organik CTABr perbesaran 10.000x.

Hasil analisis SEM pada gambar 8 memperlihatkan morfologi yang didominasi berbentuk balok. Zeolit yang disintesis menggunakan *template* CTABr memperlihatkan bentuk balok yang lebih jelas dibandingkan zeolit sintesis tanpa *template*, hal ini mengindikasikan hampir semua abu sekam padi telah bereaksi menjadi zeolit ZSM-5³. Bentuk kristal dari zeolit sintesis juga lebih banyak dibandingkan dengan zeolit sintesis tanpa *template*. Hal ini disebabkan karena *template* CTABr yang digunakan dapat menghomogenkan campuran zeolit pada proses pencampuran dengan magnetik stirrer



Gambar 9. Spektrum EDX zeolit ZSM-5 dengan *template* organik pada pH 11.

Tabel 1. Hasil EDX komposisi zeolit ZSM-5 dengan *template* organik pH 1

No	Unsur	Kandungan (%)
1	C	17.30
2	O	49.88
3	Na	4.86
4	Mg	0.53
5	Al	0.53
6	Si	25.20
7	S	0.16
8	Cl	0.26
9	K	0.85
10	Ca	0.43
Total		100.00

Dari hasil EDX terdapat unsur magnesium, sulfur, klor dan kalium yang disebabkan dari penggunaan air laut yang memiliki kadar mineral yang banyak. Dan kadar mineral yang terdapat pada air laut yang menyebabkan proses kristalisasi lebih cepat. Dari komposisi data EDX didapatkan rasio Si/Al zeolit ZSM-5 adalah 47,54. Hasil EDX ini membuktikan produk zeolit merupakan zeolit dengan rasio Si/Al tinggi yang merupakan range dari zeolit ZSM-5.

IV. Kesimpulan

Zeolit ZSM-5 telah dapat disintesis abu sekam padi dengan melakukan variasi pH *template* organik CTABr menggunakan pelarut air laut pada suhu 170°C. Dari hasil FT-IR dan XRD pada semua kondisi sintesis, zeolit ZSM-5 telah terbentuk. Semakin tinggi kondisi pH sintesis zeolit, puncak yang dihasilkan semakin tajam dan spesifik yang menunjukkan semakin baik terbentuknya zeolit ZSM-5.

Sedangkan hasil SEM menunjukkan pada zeolit yang disintesis dengan *template* organik memperlihatkan morfologi zeolit ZSM-5 yang berbentuk balok dibandingkan zeolit yang disintesis tanpa *template* organik morfologi berbentuk bongkahan. Dari hasil EDX didapatkan rasio Si/Al tinggi yaitu 47,54 yang merupakan range dari zeolit ZSM-5.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan teima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penelitian ini.

Referensi

1. Abello S, Adriana B, Javier P., **2009**, Mesoporus ZSM-5 Zeolite Catalysts Prepared by Desicilation With Organic Hydroxydes and Comparison with NaOH Leacing. *Applied Catalysis General*, 364: 191-198.
2. Arifuzzaman K, Arafat S, Reza S, Abdur R, Shamsul A., **2010**, Linde Type-A zeolite synthesis and effect of crystallization on its surface acidity, *Chemistry of Material Article*, 1838-1843.
3. Beznis B, Nadzeya V, Adri N, Laak V, Bert M, Weckhusyen W, Johannes H, Bitter B., **2010**, Oxidation Of Methane To Methanol Dan Formaldehyde Over Co-ZSM-5 Molecular Sieves : Tuning The Reactivity Dan Selectivity By Alkaline And Acid Treatment Of The Zeolite ZSM-5 Agglomerates. *Microporus and Mesoporus Materials*, 138: 176 - 183.
4. Chal C, Robin R, Corine G, Metin B, and Van Donk S., **2011**, Overview dan Industrial Aessment Of Synthesis Strategies Toward Zeolites With Mesopores. *ChemCatChem*, 67-81.
5. Dimitar G, Bogdan B, Krasimira A, Irena M, Yancho H., **2009**, Synthetic Zeolites - Structure, Clasification, Current Trends In Zeolite Synthesis, *International Science Conference*.
6. Dutta K.P.A, Singh R., **2008**, Case Study of Zeolite Syntesis. *Hanbook of Zeolites Science and Technology*.
7. Dunlap M, Adaskaveg J.E., **1998**, *Introduction to The Scanning Electron Microscope*. Davis Mail. United States.
8. Jan Jezreel F, Saceda S, Rizalinda L., Kamolwan R, Sanchai P, Jatupom W., **2013**, Properties Of Silica From Rice Husk And Rice Husk Ash And Their Utilization For Zeolite Y Synthesis. *Quim Nova*, 34 : 8-15.
9. Jumaeri W, Astuti A, Lestari W., **2007**, Preparasi dan Karakteriasi Zeolit Dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal. *Reaktor*, 11(1): 38-44.
10. Kasmul K, Sugiyanti N, Subiyanto H., **2010**, Perubahan Ukuran Rongga Pada Modifikasi Molekul Zeolit ZSM-5 Dengan Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Menggunakan Metoda Mekanika Molekuler.
11. Kesuma R, Sitorus B, Adityawarman A., **2010**, Karakterisasi Zeolit Alam Dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Dan Pendidikan Kimia*.
12. Kenneth J, Balkus J, dan Kieu T., **1991**, The Preparation and Characterization of an X-Type Zeolite. *Journal of Chemical Education*, 68(10).
13. Maingaye D, Ojumu T, dan Petrik, L., **2013**, Synthesis of Zeolites Na-P1 from South African Coal Fly Ash : Effect of Impeller Design and Agitation. *Materials*, 6(1): 2074-2089.
14. Putro A, dan Prasetyo D., **2007**, Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa Menggunakan Template Organik. *Akta Kimindo*, 3(1): 33-36.
15. Roza Adriani., **2012**, Pemanfaatan Zeolit Alam Termodifikasi Kation Na⁺ untuk Penangkapan CO₂. *Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS"*, 46(3)
16. Septiyana B, Prasetyoko D., **2012**, Sintesis ZSM-5 Berbahan Dasar Kaolin Menggunakan Metoda Hidrotermal, *Jurnal Sains Dan Seni*, 1(1): 1-4.
17. Silverstein RM, Webster FX, Kiemle DJ., **1963**, *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 7th Eddition. John Wiley and Sons, Inc. United State of America.
18. Treacy MMJ, Higgin JB., **2001**, *Collection Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. Amsterdam.
19. Wahyuni, Septiani U., **2014**, Sintesis dan Karakterisasi Zeolit ZSM-5 Dari Abu Sekam Padi Menggunakan Air Laut Dengan Metoda Hidrotermal. FMIPA Unand.
20. Warsito S, Sriatun, Taslimah., **2009**, Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimetill ammonium bromide (n-CTMABr) Pada Sintesis Zeolit-Y. FMIPA Undip.

21. Widya W, Septiani U., **2013**, Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Dari Fly Ash Batu Bara Ombilin Pada Temperatur Rendah Menggunakan Air Laut. FMIPA Unand.
22. Xingguang Z, Xuebin K., Aijun D, Huaiyong Z., **2014**, Plasmonic Nanostructures To Enhance Catalytic Performance Of Zeolites Under Visible Light. *Materials Science*.

MODIFIKASI SERAT TEKSTIL DENGAN NANOPORI TiO₂-SiO₂ SEBAGAI TEKSTIL SELF CLEANING

Fadhli, Yetria Rilda, Syukri

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: yetriarilda@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Titanium Dioxide (TiO₂) is a metal oxide semiconductor which has many advantages, so that commercially widely applied as a catalyst. Improved performance photocatalyst can be done by adding a metal oxide SiO₂ to extend the photoresponse of TiO₂. Catalytic activity test performed on cotton textile applications as self-cleaning of the methylene blue. TiO₂-SiO₂ coating process requires a binder compounds that can interact with the cotton surface and TiO₂-SiO₂ powder. From the research there is a correlation time interaction with acrylic acid binder to the amount of TiO₂-SiO₂ coated on the surface of cotton textiles. Self-cleaning textiles product obtained is characterized by Fourier Transform Infra Red (FT-IR) and Scanning Electron Microscopy (SEM). Cotton textiles coated with TiO₂-SiO₂ indicates ability to degrade methylene blue qualitatively under UV irradiation.

Keywords: TiO₂-SiO₂ preparation, Cotton textile, self cleaning

I. Pendahuluan

Ketertarikan pengaplikasian TiO₂ pada berbagai material semakin meningkat terutama sebagai material *self cleaning* yang telah menarik perhatian masyarakat dunia pada saat ini. Fakta ini diawali dari keberhasilan aplikasi nanopartikel TiO₂ secara komersial, seperti untuk kaca swabersih pada jendela di gedung-gedung bertingkat tinggi.¹ Penggunaan TiO₂ telah meningkat terutama karena sifatnya yang non-toksik, efisiensi fotokatalitik yang tinggi, stabilitas fisiokimia, dan harga yang terjangkau. Pada dasarnya, TiO₂ menghasilkan elektron negatif (e⁻) dan hole positif (h⁺) dibawah paparan sinar UV yang nantinya bereaksi dengan oksigen dalam melokul air untuk menghasilkan radikal anion superoksida (O₂^{•-}) dan radikal hidroksil (OH[•]). Ini adalah spesies aktif dengan kemampuan yang sangat baik untuk menguraikan polutan organik dan merubah mereka menjadi senyawa yang tidak berbahaya.²

Katalis TiO₂ yang dimodifikasi dengan SiO₂ merupakan material yang sudah banyak

digunakan sebagai katalis dalam berbagai macam reaksi. Hal ini dikarenakan sifat fisiko-kimia dari TiO₂/SiO₂ yang sangat baik jika dibandingkan dengan oksida tunggal. Sifat dari sistem TiO₂/SiO₂ bergantung pada kondisi sintesis dan derajat interaksi antara kedua oksida tersebut. Partikel TiO₂/SiO₂ banyak dipelajari sebagai fotodegradasi dari zat warna yang merupakan polutan pada industri tekstil.³ SiO₂ memiliki beberapa sifat yang tepat dalam meningkatkan efektivitas TiO₂, seperti ketahanan kimia, transparansi pada daerah UV dan luas permukaan spesifik yang tinggi.⁴ Sedangkan kitosan sendiri akan berfungsi sebagai template dalam percetakan pori. Adanya template kitosan akan berfungsi sebagai pendispersi TiO₂-SiO₂ dengan jalan memodifikasi mikrostruktur dari gel dan meningkatkan porositas dari TiO₂-SiO₂.⁵

Daoud dan Xin, 2004, memperkenalkan nukleasi dan pertumbuhan kristal titania anatase pada permukaan katun tekstil pada suhu rendah.⁶ Titania yang dikompositkan dengan silika juga pernah diaplikasikan pada kain wool sebagai material fotokatalis

yang menciptakan sifat *self cleaning* pada kain wool.⁷ Yuranova *et al* melapisi kain dengan TiO₂/SiO₂ dengan ketebalan lapisan 20-30 nm dan penentuan kemampuan dekomposisi warna digunakan warna dari noda anggur merah pada kain katun. Hasilnya TiO₂/SiO₂ menunjukkan kemampuan yang lebih tinggi dibanding dengan TiO₂ murni.⁸ Pakdel dan Doud berhasil melapisi TiO₂-SiO₂ pada permukaan katun tekstil dan menguji kemampuan *self cleaning* dari katun tekstil terhadap noda kopi dan metilen biru secara visual dan secara kuantitatif dengan mengukur absorban.⁹

Dalam proses pelapisan material TiO₂-SiO₂ pada permukaan katun tekstil dibutuhkan suatu senyawa binder atau *cross linking agent* yang dapat berinteraksi dengan permukaan katun tekstil maupun material TiO₂-SiO₂. Senyawa *cross-linking agent* harus memiliki gugus karboksilat sehingga dapat membentuk *cross link* antara serat selulosa pada katun dan TiO₂-SiO₂ melalui ikatan kovalen ester. Salah satu gugus karboksilat dari *cross linking agent* akan mengalami esterifikasi dengan salah satu gugus hidroksil dari selulosa pada serat katun tekstil.¹⁰

Dalam proses pelapisan senyawa nanopori TiO₂-SiO₂ pada katun tekstil perlu dilakukan beberapa optimasi parameter antara lain : sejauh mana senyawa *cross-link* asam akrilat bersinergis dengan TiO₂-SiO₂ dan serat katun tekstil pada proses pelapisan. Serta kemampuan dalam *self cleaning* terhadap total zat pewarna pada serat tekstil serta apakah kemampuan *self cleaning* dipengaruhi oleh rasio molar Ti:Si dalam senyawa TiO₂-SiO₂.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah katun tekstil katun *silky*, asam klorida (HCl) (Merck), asam asetat (CH₃COOH) (Merck), akuades, titanium isopropoksida (C₁₂H₂₈O₄Ti) (Aldrich 97%), dietanol amin (C₄H₁₁NO₂) (Merck), isopropanol (C₃H₈O) (Merck), tetra

etoksi ortho silikat (C₈H₂₀O₄Si) (Merck), kitosan komersil (C₆H₁₁NO₄)_n, Asam akrilat (CH₂CHCOOH) (Merck), Surfaktan SDS dan Metilen biru.

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain *magnetic stirrer*, furnace, oven, neraca, alat *spin coating machine* yang dirancang sendiri, serta alat-alat gelas yang biasa digunakan dilaboratorium. Instrumen karakterisasi yang digunakan adalah SEM-EDX (Hitachi S-3400N), FT-IR (Thermo Scientific : Nicolet iS10).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Sintesis TiO₂-SiO₂

Senyawa TiO₂-SiO₂ dibuat melalui proses sol-gel dengan menggunakan TIP dan TEOS sebagai prekursor TiO₂ dan SiO₂ masing-masingnya. Kitosan ditambahkan dalam proses sintesis TiO₂-SiO₂ dalam tahapan sol. Sol TiO₂-SiO₂ yang didapat dikalsinasi pada suhu 500^o C selama 3 jam.

2.2.2 Persiapan katun tekstil

Katun tekstil dipotong 8 x 8 cm dan dicuci dengan menggunakan deterjen 2 g/L dan dikeringkan pada suhu 80^o C selama 5 menit. Katun tekstil direndam dalam larutan binder asam akrilat selama 90 menit dan dikeringkan pada suhu 80^o C selama 5 menit.

2.2.3 Persiapan Suspensi TiO₂-SiO₂

Suspensi TiO₂-SiO₂ disiapkan dengan melarutkan powder TiO₂-SiO₂ 1% (b/v) dengan isopropanol.

2.2.4 Pelapisan Katun Tekstil TiO₂-SiO₂

Katun tekstil dicelupkan dalam suspensi TiO₂-SiO₂ yang sudah disiapkan. Pelapisan dilanjutkan dengan menggunakan *spin coating machine*. Proses pelapisan dilakukan dengan waktu total pelapisan 90 menit dan dilakukan 3 kali pengulangan untuk pemerataan pelapisan.

2.2.5 Uji Fotokatalitik

Pengujian daya *self cleaning* dilakukan secara visual dibawah lampu UV. Katun tekstil yang sudah dilapisi TiO₂-SiO₂ dipotong dengan ukuran 5 x 5 cm dan ditetesi noda metilen biru. Daya

fotokatalitik ditentukan dengan memperhatikan pengurangan noda metilen biru pada katun tekstil.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Karakterisasi Katun Tekstil Terlapisi TiO_2-SiO_2

3.1.1 Penimbangan Masa

Pengujian pengoptimalan pelapisan TiO_2-SiO_2 pada permukaan katun tekstil dapat dilihat dari jumlah masa TiO_2-SiO_2 terlapisi. Rani dan Vivi, 2010, mendapatkan adanya korelasi yang signifikan dari waktu pencelupan dengan masa TiO_2-SiO_2 terlapisi pada permukaan katun tekstil.

Dari data penelitian diperoleh korelasi yang membuktikan pengaruh lama waktu pencelupan katun dalam asam akrilat dengan jumlah partikel TiO_2-SiO_2 yang terlapisi, terukur sebagai perubahan masa katun tekstil terlapisi TiO_2-SiO_2 seperti pada tabel 1.

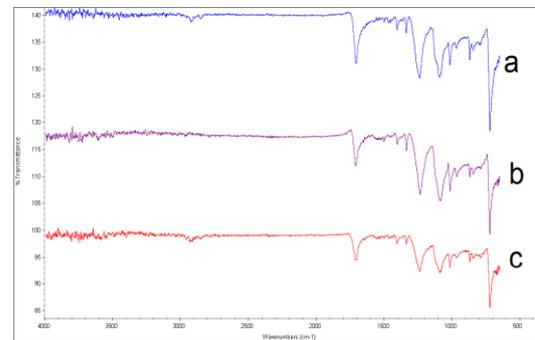
Tabel 1. Pengaruh waktu perendaman dalam asam akrilat terhadap perubahan masa TiO_2-SiO_2 terlapisi

Sampel	Pertambahan Masa (g)	
	24 Jam	90 Menit
Ti : Si (2:1)	0.0287	0.0268
Ti : Si (1:1)	0.0388	0.037
Ti : Si (1:2)	0.044	0.0207

3.1.2 FT-IR

Gambar 1 menunjukkan hasil pengukuran dengan menggunakan FT-IR yang digunakan untuk melihat adanya interaksi yang terjadi antara permukaan katun tekstil dengan asam akrilat sebagai binder dan TiO_2-SiO_2 pada permukaan katun tekstil. Spektrum a menunjukkan pola FT-IR untuk katun tekstil murni tanpa adanya perlakuan. Spektrum b merupakan spektrum katun tekstil setelah di perlakukan dengan asam akrilat. Terdapat perbedaan jelas pada daerah 2700 cm^{-1} yang merupakan daerah serapan untuk $C=O$ stretching. Perlakuan katun tekstil dengan asam akrilat akan memunculkan gugus karboksil baru pada permukaan katun tekstil sebagai sisi aktif

untuk bereaksi dengan TiO_2 secara elektrostatik.¹⁰

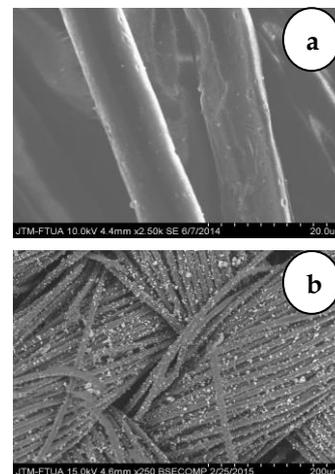


Gambar 1. Spektra FT-IR untuk (a) Katun murni, (b) Katun terlapisi asam akrilat, (c) Katun terlapisi TiO_2-SiO_2

Spektrum FT-IR katun yang sudah dilapisi dengan TiO_2-SiO_2 ditunjukkan oleh spektrum c. Interaksi Si-O-Si dikonfirmasi pada rentang bilangan gelombang $1165 - 1185\text{ cm}^{-1}$, dan pada daerah 950 cm^{-1} menunjukkan interaksi Ti-O-Ti.

3.1.3 SEM-EDX

Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk melihat morfologi permukaan katun tekstil.



Gambar 2. Morfologi dari a. Katun tekstil murni, b. Katun tekstil terlapisi TiO_2-SiO_2
Gambar a menunjukkan hasil SEM untuk katun tekstil yang belum diperlakukan terlihat permukaan katun tekstil masih bersih tanpa ada partikel menempel dipermukaan. Sedangkan gambar b adalah permukaan katun tekstil yang terlapisi TiO_2-SiO_2 . Adanya partikel TiO_2-SiO_2 yang terlapisi pada permukaan katun tekstil

memunculkan sifat *self cleaning* pada permukaan katun tekstil.

Karakterisasi dengan menggunakan EDX digunakan untuk mengetahui komposisi $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ yang terlapisi pada permukaan katun tekstil.

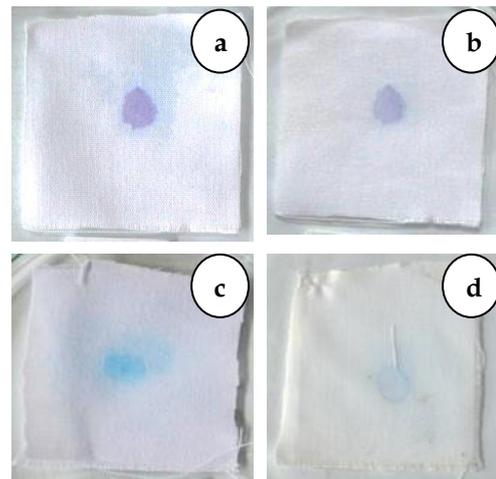
Tabel 2. Persentase komposisi analisis EDX unsur pada katun tekstil yang dilapisi $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$

Jenis Sampel	Komposisi (%)			
	Ti	Si	C	O
Katun Tekstil	-	-	63,7	36,3
Katun yang dilapisi $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ (1:1)	0.84	1.19	70.1	27.85

3.2 Pengujian Daya Fotokatalitik

Kemampuan fotokatalitik dari katun terlapisi $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dilakukan dengan melihat kemampuan degradasi noda metilen biru baik secara visual maupun secara kuantitatif melalui pengukuran absorbansi. Pengujian dilakukan dibawah penyinaran UV yang dikarenakan $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ optimal menyerap cahaya pada panjang gelombang 360 nm.

Hasil uji fotokatalitik katun tekstil terlapisi $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ ditunjukkan oleh gambar 3. Katun tekstil tanpa dilapisi $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ tidak menunjukkan adanya pengurangan noda secara visual pada permukaan kain setelah disinari dengan lampu UV seperti yang ditunjukkan gambar a. Gambar b menunjukkan adanya degradasi zat warna pada permukaan katun tekstil yang dilapisi dengan $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$. Hal ini menunjukkan adanya peran fotokatalitik yang dimunculkan oleh partikel $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dibawah penyinaran UV. Partikel $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ yang disinari dengan sinar UV akan melepaskan radikal hidroksil (OH^\bullet) dan radikal superoksida (O_2^\bullet), yang merupakan spesies oksigen reaktif. Keberadaan radikal ini dapat menyerang ikatan yang terdapat pada metilen biru dan memutus rantai senyawa metilen biru menjadi senyawa lebih sederhana dan tidak berwarna.



Gambar 3. Degradasi metilen biru setelah disinari selama 9 jam, a-b. Katun murni, c-d. Katun terlapisi $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ (1:1)

Adanya komposisi SiO_2 dalam komposit TiO_2 juga mempengaruhi pola noda yang terbentuk diatas permukaan katun tekstil. Katun tekstil dengan pelapisan $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ menunjukkan pola noda yang lebih besar dibandingkan katun murni. SiO_2 adalah material berpori yang dapat meningkatkan luas bidang penyerapan dari noda pada permukaan katun tekstil. Noda yang tersebar lebih merata akan lebih mudah didegradasi dikarenakan akan lebih banyak senyawa target yang bereaksi dengan radikal bebas yang terbentuk.

IV. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan modifikasi dari serat tekstil menggunakan nanopori $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ berhasil menciptakan katun tekstil yang bersifat *self cleaning*. Kemampuan *self cleaning* dari katun tekstil dilihat berdasarkan pengurangan pola noda metilen biru pada katun tekstil setelah disinari dengan lampu UV. Keberadaan $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ pada permukaan katun tekstil dapat menghasilkan radikal bebas dibawah penyinaran UV yang dapat mendegradasi noda metilen biru.

Referensi

- Shi, L., Zhao, Y., Xiaodong, Z., Haijia, S., and Tianwei, T., 2008, Antibacterial and anti-mildew behavior of chitosan/nano-

- TiO₂ composite emulsion, Korean Journal of Chemistry, 25 (6),1434-1438
- Roya, D., Majid, M., **2010**, A review on the application of inorganic nano-structured materials in the modification of textiles: Focus on anti-microbial properties. *Journal of Photochemistry* (4),5 - 18
 - Belladirta. M., Addamo, M., Paola. D., **2010**, Photocatalytic Activity of TiO₂/SiO₂ Systems, *Journal of Hazardous Materials*(174), 707-713.
 - Jun, R., Kechang, X., **2008**, Silica-Titania mixed Oxides: Si-O-Ti Connectivity, Coordination of Titanium, and Surface Acidic Properties, *Journal of Catalyst* (124), 185 - 194
 - Rilda, Y., Admin, A., Edison, M., **2014**, Effects of Molar Ratio on the Synthesis and Characterization Nanocluster TiO₂-SiO₂ with Induced Copolymer Chitosan by Sol - Gel, *Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 1417.
 - Daoud, W., and JH. Xin, **2004**, Low Temperature Sol-Gel Processed Photocatalytic Titania Coating, *Journal of Sol-Gel Science and Technology* (29), 25-29
 - E. Pakdela, Daoud, W., **2012**, Self-Cleaning And Superhydrophilic Wool By TiO₂/SiO₂ Nanocomposite. *Journal of Applied Surface Science* (6), 357 - 402
 - Yuranova *et al*, **2006**, Self-cleaning cotton textiles surfaces modified by photoactive SiO₂/TiO₂ coating, *Journal of Molecular Catalysis* (4) , 160-167
 - E. Pakdela, Daoud, W., **2013**, Self-cleaning cotton functionalized with TiO₂/SiO₂: Focus on the role of silica, *Journal of Colloid and Interfaces Science*. (401), 1-7
 - Karimi, Loghan, Mirjalilii, M., Esmail, Y., Ali, N., **2010** Effect of Nano TiO₂ on self Cleaning Property of Cross Linking Cotton Fabric with Succinic Acid Under UV Irradiation, *Journal of Photochemistry and Photobiology* (86), 1030-1037

STUDI INTERAKSI UJUNG TERBUKA SINGLE WALLED CARBON NANOTUBE (SWCNT) DENGAN ATOM KALIUM MENGGUNAKAN METODA SEMIEMPIRIS AM1

Flidynagustary, Imelda, Emdeniz

Laboratorium Kimia Komputasi Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: imeldai@ymail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Research on the interaction of the open end SWCNT (8.0) with K atoms using AM1 Semiempiris of Hyperchem package has been done. K atoms undergo physical and chemical interactions at the open end of the SWCNT, some atoms K is released and diffuses into the tube SWCNT. The imposition of the particular position of changing the structure of SWCNT open end. The results showed no significant imposition K atoms change the electrical conductivity of SWCNT open end. At the open end SWCNT (8.0) on top value ΔE 2-3,7 eV. Imposition of atomic K for types of SWCNT open end causing an increase in BE and Eads with increasing atomic number K in drop.

Keywords: Single Walled Carbon Nanotube (SWCNT), atom K, AM1.

I. Pendahuluan

Penggunaan material nano telah banyak menarik minat para ilmuwan. Hal ini karena sifat elektroniknya yang cukup bagus dibandingkan material yang lainnya. Material nano tersebut adalah *Carbon Nanotube* (CNT). Banyak penelitian yang telah dilakukan sejak ditemukannya CNT, terutama mengenai sifat elektronik, mekanik, dan termalnya yang luar biasa.¹

Carbon nanotube merupakan material yang berasal dari susunan atom karbon yang berhibridisasi sp^2 yang berikatan satu sama lainnya membentuk struktur sarang lebah (*honeycomb*). Carbon nanotube dianggap sebagai lapisan grafit yang menggulung membentuk silinder berukuran nano.

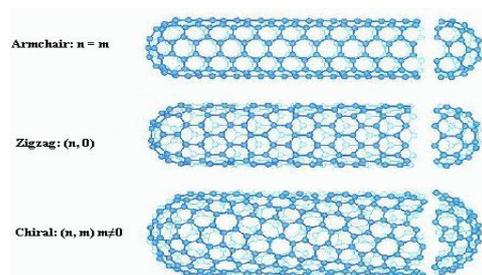
Carbon nanotube yang sering digunakan dalam berbagai aplikasi adalah berbinding tunggal (SWCNT). Hal menarik dari SWCNT adalah perbedaan diameter dan kiralitasnya yang memberikan perbedaan sifat elektronik dari SWCNT tersebut, sehingga dapat dilakukan kontrol terhadap sifat SWCNT, apakah bersifat logam atau semikonduktor.³

Pada tahun 1991, Iijima pertama kali menjelaskan bentuk baru dari nano karbon yang dikenal sebagai karbon nanotube. Karbon nanotube dibentuk oleh lembaran grafit yang melingkar, dengan diameter dalam lebih besar dari 0,7 nm dan panjang 10-100 μm . Karbon nanotube yang dibentuk hanya dari satu lapisan grafit disebut SWCNT (*Single Walled Carbon Nanotubes*) sedangkan yang dibentuk dari beberapa lapisan grafit disebut MWCNT (*Multi Walled Carbon Nanotubes*). SWCNT memiliki diameter dari 0,671-3 nm, sedangkan MWCNT menunjukkan tipikal diameter yang lebih besar yaitu 30- 50 nm.⁶⁻⁷

Karbon nanotube telah dikarakterisasi memiliki luas permukaan yang besar, daya hantar listriknya yang baik, serta sifat kimia dan mekanikal yang baik. Karakter ini membuat karbon nanotube menjadi subjek investigasi para peneliti untuk dapat memanfaatkan dalam berbagai bidang aplikasi. Struktur karbon nanotube yang berongga dan sifat transfer elektron yang dimilikinya membuat material ini mempunyai kemampuan untuk berinteraksi dan menyimpan molekul asing. Sifat

karbon nanotube ini baik digunakan sebagai adsorben.²

Silinder yang dibentuk dikarakterisasi berdasarkan diameter dan sudut kiralnya (*chiral angle*), atau oleh nilai indeks (n,m) (Gambar 2.1). Struktur CNT bernilai indeks (n,0) disebut struktur *zigzag*. Jika nilai indeksnya (n,m), strukturnya disebut struktur *armchair*. Struktur-struktur lainnya disebut struktur *intermediate* (antara *zigzag* dan *armchair*).



Gambar 1. Struktur CNT

CNT merupakan bahan seperti fiber namun memiliki kemampuan yang jauh lebih unggul karena memiliki sifat-sifat yang sangat menakjubkan, yaitu konduktivitas listrik lebih tinggi daripada tembaga, konduktivitas panas lebih tinggi dari berlian, daya tahan terhadap temperatur tinggi, lebih ringan dari aluminium, sifat elektronik dapat diatur (superkonduktor, semikonduktor, dan isolator), *modulus young* dan kekuatan regang yang tinggi, keras, kuat tetapi mudah dibengkokkan, mempunyai fleksibilitas yang tinggi.⁸

Penelitian mengenai penjatuhan atom K pada SWCNT dengan diameter *zigzag* (8.0) dan *armchair* (5.5) pada ujung terbuka masih jarang ditemukan. Selain itu, carbon nanotube memiliki reaktivitas yang berbeda pada bagian dinding dan ujung terbukanya.

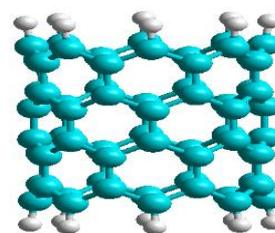
II. Metodologi Penelitian

2.1. Peralatan dan instrumentasi

Alat-alat yang digunakan yaitu Sebuah laptop COMPAQ Presario CQ40 Notebook PC, Intel ® Core™2 Duo CPU T6400 @ 2.00 GHz (2 CPUS) 986 MB RAM, 4GB DDR3, 640 GB HDD, Printer Canon PIXMA MP258, Compact Disc paket Program *HyperChem pro 8.0* (Metoda AM 1).

2.2. Prosedur penelitian

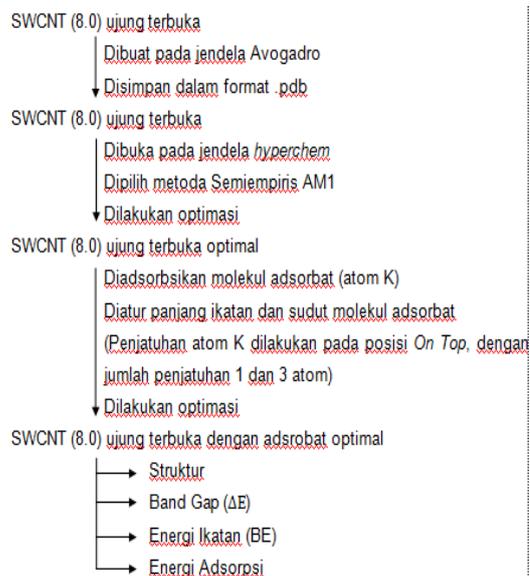
Penelitian ini menggunakan *Single Walled Carbon Nanotube* (SWCNT) (8.0) sebagai substrat yang akan menyerap atom-atom kalium. SWCNT (8.0) ini terdiri dari beberapa atom karbon heksagonal, dengan rumus molekul C₆₄H₈. Model SWCNT (8.0) ini dibuat pada program Avogadro sebelum dilakukan optimasi. Kemudian SWCNT (8.0) dioptimasi dengan AM1 dengan hasil optimasi memperlihatkan pada Gambar 1.



Gambar 2. SWCNT (8.0) ujung terbuka setelah dioptimasi

Dan ujung terbuka SWCNT (8.0) inilah yang akan dijatuhkan dengan atom-atom kalium (K) yang kemudian dioptimasi kembali, sehingga didapatkan keadaan yang optimal untuk setiap penjatuhan atom kalium.

Pada penelitian ini, ujung terbuka SWCNT (8.0) akan dijatuhkan sebanyak 1 dan 3 atom kalium. Posisi penjatuhan atom kalium pada ujung terbuka SWCNT (8.0) dilakukan secara *On-top*. Dimana panjang ikatan C-K adalah Panjang ikatan C-Al yaitu 2,97 Å dengan besar sudut penjatuhan 90°.



Nilai HOMO dan LUMO digunakan untuk menentukan sifat elektronik molekul, yang dihubungkan dengan nilai ΔE .

$$\Delta E = E_{LUMO} - E_{HOMO}$$

dimana :

$\Delta E > 3,5$ eV, molekul bersifat isolator

$\Delta E = 1 - 3,5$ eV, molekul bersifat semikonduktor

$\Delta E < 1$ eV, molekul bersifat konduktor

Di sini juga ditentukan energi ikatan dari atom K yang dijatuhkan pada SWCNT ujung terbuka. Energi Adsorpsi K dapat dihitung dengan menggunakan rumus.

$$E_{ads} = BE_{SWCNT+K} - BE_{SWCNT} - BE_K$$

dimana:

E_{ads} : Energi Adsorpsi

BE : Bonding Energy (energi ikatan)

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Optimasi Ujung Terbuka SWCNT (8.0)

Penelitian ini mengamati adsorpsi atom kalium yang dijatuhkan pada ujung terbuka SWCNT (8.0) dengan menggunakan metoda kimia kuantum semiempiris Austin Model 1 dari program *HyperChem*. Jumlah atom yang akan dijatuhkan pada SWCNT ujung terbuka (8.0) divariasikan begitu juga posisi jatuhnya atom kalium (K). SWCNT ujung terbuka (8.0) dengan rumus molekul $C_{64}H_8$ mempunyai :

Total Energy = -809936,9 (kJ/mol)

Total Energy = -308,5 (a.u.)

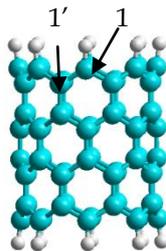
Binding Energy = -46283,02 (kJ/mol)

E_{HOMO} = -5,7 eV

E_{LUMO} = -3,6 eV

ΔE = 2,1 eV

Atom K yang dijatuhkan pada SWCNT ujung terbuka (8.0) divariasikan jumlah yaitu 1 dan 3 atom. Untuk posisi penjatuhan atom K yaitu pada bagian atas diberi kode 1-8 dan untuk bagian bawah 1'-8'.



Gambar 3. Penomoran SWCNT

3.2. SWCNT Ujung Terbuka dengan Adanya Penjatuhan Atom K

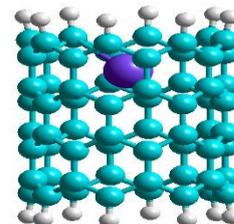
Pada SWCNT ujung terbuka (8.0) penjatuhan atom K dilakukan pada posisi *on top*, dimana atom K dijatuhkan pada atom C pada SWCNT ujung terbuka. Sedangkan untuk SWCNT (5.0) penjatuhan atom K pada posisi *on top* dan *bridge*. Untuk posisi *bridge* dimana kedua atom K dijatuhkan pada atom C SWCNT ujung terbuka (5.5) artinya atom K berada diantara dua atom C. Setelah dilakukan optimasi SWCNT ujung terbuka didapatkan nilai energi gap (ΔE), nilai energi ikatan (BE), dan energi adsorpsi (E_{ads}).

Dalam penelitian ini juga dapat diasumsikan jenis ikatan C-K dan K-K yang dibentuk, jenis ikatan ini didasarkan panjang ikatan C-K yang diperoleh sebagai berikut:

1. Ikatan kimia, terbentuk pada panjang ikatan C-K < 3,47 Å dan K-K < 5,04 Å.
2. Ikatan fisika, panjang ikatan C-K yang terbentuk antara 3,47-3,97 Å dan panjang ikatan K-K yang terbentuk antara 5,54-6,04 Å.
3. Tidak terikat/lepas, jika panjang ikatan C-K > 3,97 Å dan K-K > 6,04 Å.

3.3. Penjatuhan 1 Atom Kalium pada SWCNT Ujung Terbuka

Penjatuhan 1 atom K pada SWCNT ujung terbuka (8.0) *on top*, pada umumnya atom K terikat pada dinding SWCNT. Hal ini karena atom K yang sangat elektropositif, sehingga semua atom C yang ada pada SWCNT ingin menarik atom K dan terjadi penarikan atom K yang jauh ke bagian dalam dari SWCNT ujung terbuka. Hasil optimasi dari atom K yang terikat pada atom C dari SWCNT ujung terbuka (8.0) *on top*, dengan $r_{C-K} = 3,5$ Å. (Gambar 4).



Gambar 4. Penjatuhan 1 atom K pada SWCNT ujung terbuka (8.0) *on top*

Nilai ΔE rata-rata yang di dapatkan untuk penjatuhan 1 atom K pada SWCNT ujung terbuka (8.0) yaitu 2 eV. Terlihat dengan penjatuhan 1 atom K dapat menaikkan energi gap (ΔE) dari SWCNT ujung terbuka (8.0). Hal ini disebabkan adanya perubahan ujung struktur dari molekul SWCNT ujung terbuka (8.0).

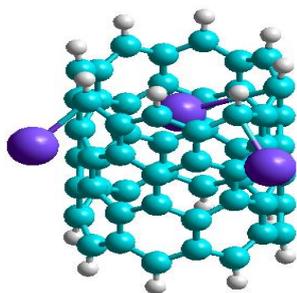
Tabel 1. Data hasil nilai ΔE rata-rata

Jumlah atom K	On top (eV)
0	2,1
1	2
3	2,3

Sedangkan nilai rata-rata (BE) untuk SWCNT ujung terbuka (8.0) *on top* yaitu -47042,6 KJ/mol. E_{ads} rata-rata SWCNT ujung terbuka (8.0) *on top* = -520,3 KJ/mol. Tanda negatif menunjukkan bahwa adsorpsi terjadi secara eksoterm.

3.4. Penjatuhan 3 Atom Kalium pada SWCNT Ujung Terbuka

Pada SWCNT ujung terbuka (8.0), dimana penjatuhan 3 atom K setelah optimasi ada ikatan C-K yang terikat secara kimia, fisika, dan tidak terikat atau lepas. Untuk C-K yang terikat secara fisika $r_{C1-K1} = 3,7 \text{ \AA}$, sedangkan untuk yang terikat secara kimia $r_{C2-K2} = 3,2 \text{ \AA}$, dan $r_{C3-K3} = 4,8 \text{ \AA}$ yang tidak terikat. (Gambar 5).



Gambar 4. Penjatuhan 3 atom K pada SWCNT ujung terbuka (8.0) *on top*

Nilai ΔE rata-rata dengan penjatuhan 3 atom K pada SWCNT ujung terbuka (8.0) *on top* terjadi peningkatan dari sebelumnya. Nilai ΔE rata-rata molekul SWCNT ujung terbuka (8.0) *on top* = 2,3 eV. Tidak jauh berbeda dengan nilai BE rata-rata molekul SWCNT ujung terbuka mengalami

peningkatan dari penjatuhan dengan atom sebelumnya. Hal ini menunjukkan bahwa atom K tidak terikat sangat kuat terhadap SWCNT ujung terbuka. Tetapi hal ini tidak mengalami peningkatan secara signifikan.

Tabel 2. Data hasil nilai BE dan E_{ads} rata-rata

Jumlah atom K	BE (KJ/mol)	E_{ads} (KJ/mol)
0	-46283,02	-
1	-47042,6	-520,3
3	-48027,6	-2456,1

Pada penelitian ini diperoleh hal yang sama dengan teori dimana E_{ads} semakin besar dengan peningkatan jumlah atom K yang dijatuhkan yaitu E_{ads} berbanding lurus dengan energi ikatan. Hal ini karena penjatuhan atom K pada posisi tertentu menyebabkan atom K terikat kuat dengan dengan ujung terbuka SWCNT sehingga menyebabkan energi adsorpsi semakin besar.

IV. Kesimpulan

Dari hasil analisa dapat disimpulkan bahwa atom K yang di jatuhkan pada SWCNT ujung terbuka (8.0) mengalami interaksi secara kimia, fisika, dan ada yang tidak terikat pada SWCNT. Kebanyakan atom K berdifusi kedalam tabung SWCNT. Penjatuhan atom K dapat menurunkan ΔE dari SWCNT (8.0). Penjatuhan 1 atom K menghasilkan ΔE paling rendah. Pada posisi tertentu, penjatuhan lebih dari 1 atom K menyebabkan berubahnya struktur SWCNT. Perhitungan energi ikatan (BE) dan energi adsorpsi (E_{ads}) menunjukkan bahwa untuk kedua jenis SWCNT ujung terbuka, penjatuhan atom K menyebabkan peningkatan BE dan E_{ads} seiring dengan bertambahnya jumlah atom K yang di jatuhkan.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih diberikan kepada Analis laboratorium komputasi yang telah membantu dalam penelitian ini.

Referensi

1. Viatcheslav, Barkaline., and Chashynski, A. S., 2009, Adsorption Properties Of

- Carbon nanotubes From Molecular Dynamics Viewpoint, *Material Science*, 20, 21-27.
2. R. Saito, **1999**, Physical Properties of Carbon Nanotubes, London: *Imperial College Press*.
 3. Feng, Xue., Iris, Stephen., Witek, Hensryk., Morokumu, Keiji, **2005**, Sensitivity of Ammonia Interaction with Single Walled Carbon Nanotube Bundles to the Presence Of defect Sites and functionalities, *Journal American Chemical Society*, 127, 10533-10536.
 4. Latununuwe, Altje., Setiawan, Andhy., Winata, Toto., dan Sukirno, **2008**, Efek Aharonov-Bohm Terhadap Sifat Elektronik Carbon Nanotube, *Indonesian Journal Of Chemical Science*.
 5. S. H. Jhi., Gang, Zhou., Duan, Wenhui., Gu, Binglin, **2001**, Electronic Structure and Field Emission Characteristics of Open Ended Single Walled Carbon Nanotubes, *Journal of American physical Society*.
 6. Euen, Paul, L., Fulrer, Michel., and Hongkun, Park, **2002**, Single Walled Carbon nanotube electronics, *Inaugural Issue Of The IEEE Transaction On Nanotechnology*.
 7. Yukji, Matsuda., Tahir, K, Jamli., A. Goddard, Wlliam, **2010**, Defenitive Band Gaps for Single-Wall Carbon Nanotubes, *J. Phys. Chem*, 2946-2950.
 8. Holinter, Paul, **2003**, Nanotubes White paper. *CMP scientiifca*.

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID SERTA UJI ANTIBAKTERI PADA DAUN *Ficus variegata* Blume

M. Iqbal, Adlis Santoni, Mai Efdi

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

Email: adlis_1962@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Isolation of triterpenoid compound from the leaves of *Ficus variegata* Blume have been done by maceration method using n-hexane solvent. N-hexane extract was chromatographed column using a silica gel as the static phase, n-hexane and ethyl acetate 8 : 2 as the mobile phase in a Isocratic manner. Isolated compounds resemble the white needle crystals with a melting point in 136° - 138°C. TLC test (Thin Layer Chromatography) gave a purple single stain using *Liebermann-Burchard* reagent with Rf 0.5 which not fluorescence under UV rays at λ 254 nm and 365 nm. Based on UV and IR spectrum this compound indicates presence of double bond which not conjugated at 212,14 nm and having a functional group -OH at 3439,39 cm⁻¹, C-H stretching at 2935,69 cm⁻¹, C=O stretching at 1710,57 cm⁻¹, C=C stretching at 1638.34 cm⁻¹, C-O stretching at 1051.83 cm⁻¹, 1376.76 cm⁻¹ and 1466.05 cm⁻¹ are geminal dimethyl group (C-(CH₃)₂) which indicates that the isolated compound is triterpenoid. The result of antibacterial test using diffusion test in order to show medium active of n-hexane extract at concentration 20 mg/mL with hallozone 7.32 mm as antibacterial against bacteria of *Staphylococcus aureus* and not active in *Escherichia coli* bacteria.

Keywords : *Ficus variegata* Blume, Triterpenoid, Antibacteria

I. Pendahuluan

Ficus merupakan salah satu genus terbesar dan paling penting dari keluarga *Moraceae*. *Ficus* terdiri dari lebih 800 spesies dengan habitat di daerah lembah tropis[1]. *Ficus* dalam bahasa latin adalah "Ara". Banyak spesies *Ficus* umumnya digunakan dalam pengobatan tradisional untuk menyembuhkan berbagai penyakit. Tumbuhan tersebut digunakan sebagai obat sakit perut, hati, darah tinggi, penyakit cacing, dan obat bius[2]. Beberapa peneliti telah mengisolasi dan mengidentifikasi berbagai kelas senyawa dari genus *Ficus*. Senyawa tersebut adalah flavonoid, alkaloid, fenolik, steroid, saponin, tanin, triterpenoid dan kumarin[3].

Ficus variegata Blume atau nyawai merupakan salah satu jenis dari *moraceae*. Pohonnya dapat mencapai tinggi sampai 25 meter. Buahnya tumbuh bergerombolan pada cabang atau batang. Buah muda berwarna hijau, kemudian menjadi kuning dan setelah matang berwarna merah [4].

Ficus variegata Blume belum pernah diisolasi dan diketahui sebesar apa manfaatnya, seperti antibakteri ataupun sebagai obat-obatan. Karena masih ada yang belum diketahui pada tumbuhan *Ficus variegata* Blume, maka dilakukan penelitian pada tumbuhan tersebut. Akan diuji kandungan metabolit sekundernya serta bioaktivitas pada *Ficus variegata* Blume.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan kimia yang digunakan antara lain heksana (C₆H₁₄), etil asetat (C₄H₈O₂), silika gel, plat KLT, Kertas saring Whatman No. 1, pereaksi Meyer, pereaksi *Liebermann-Burchard*, pereaksi Sianidin, FeCl₃ 5%, bakteri uji *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*, dan medium Nutrien Agar (Merck).

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat distilasi, *rotary evaporator* (Heidolph Laborota 4000), *Melting Point*

(Stuart SMP10), spektrofotometer ultraviolet visible (Shimadzu PharmaSpec UV-1700), spektrofotometer inframerah (Thermo Scientific Nicolet iS10), kolom kromatografi dan lampu UV (λ 254 dan 365 nm).

2.2 Prosedur penelitian

2.2.1 Persiapan Sampel

Sampel tanaman dikumpulkan di sekitar lingkungan kampus Unand dan dilakukan uji identifikasi tumbuhan di Herbarium UNAND. Kemudian dikeringanginkan tanpa cahaya sinar matahari selama 7 hari, setelah sampel kering, selanjutnya dihaluskan dan ditimbang hingga didapatkan sebanyak 2500 g serbuk sampel.

2.2.2. Ekstraksi

Serbuk halus daun *Ficus variegata* Blume sebanyak 2500 g dimaserasi dengan pelarut n-heksana selama 3 hari secara berulang-ulang. Hasil maserasi kemudian disaring dan dipekatkan dengan rotary evaporator sehingga diperoleh ekstrak pekat heksana.

2.2.3. Pemurnian

Sebelum diisolasi dilakukan terlebih dahulu penentuan sistem elusi dengan menggunakan KLT.

Ekstrak n-heksana digunakan untuk pemurnian selanjutnya menggunakan kromatografi kolom dengan sistim isokratik dan kromatografi lapis tipis.

Selanjutnya dielusi menggunakan pelarut dengan kepolaran yang tetap yaitu pelarut n-heksana-etil asetat (8:2).

Hasil kromatografi kolom dilakukan uji KLT dan diperoleh 5 fraksi yaitu fraksi A-E. Fraksi C dengan noda yang tunggal dilakukan uji lebih lanjut. Dan diperoleh senyawa hasil isolasi yang memberikan noda tunggal berwarna ungu dengan penambahan pereaksi Liebermann-Burchard ($R_f = 0,5$) dengan eluen heksana:etil asetat (8:2) dan tidak berfluorisensi dibawah sinar UV 254 dan 365 nm.

2.2.4. Uji kemurnian senyawa hasil isolasi

Terhadap senyawa hasil isolasi dilakukan pengukuran titik leleh, uji fitokimia dengan pereaksi Liebermann-Burchard, kemudian dilakukan uji KLT dengan berbagai variasi kepolaran eluen.

2.2.5. Karakterisasi

Senyawa hasil isolasi dikarakterisasi menggunakan spektroskopi UV dan IR.

2.2.6. Metode Uji Aktivitas Antibakteri

Ditimbang sebanyak 2 g nutrisi agar dalam 100 mL akuades. Kemudian dipanaskan hingga homogen dan *diautoclave* selama 15 menit pada suhu 121°C. Dimasukkan nutrisi agar kedalam petri dist dan dilakukan peremajaan bakteri dengan menggoreskan bakteri uji *Eschericia coli* dan *Staphylococcus aureus*. Pertumbuhan bakteri selama 5 hari pada suhu 37 °C.

Ditimbang ekstrak n-heksana sebanyak 1 g, dilarutkan dalam 100 mL pelarut n-heksana. Dibuat variasi konsentrasi 20 mg/mL hingga 100 mg/mL.

Dilakukan uji antibakteri dengan metode difusi agar. Dimasukkan kertas cakram kedalam masing-masing ekstrak n-heksana. Kertas cakram diletakkan kedalam media yang telah ditumbuhi bakteri uji dan diamati selama 48 jam pada suhu 37 °C. Zona hambat yang terbentuk menyatakan kemampuan senyawa untuk menghambat pertumbuhan bakteri. Amoxicillin digunakan sebagai kontrol positif.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil uji fitokimia

Daun *Ficus variegata* Blume dilakukan uji fitokimia, hasil uji fitokimia dari daun *Ficus variegata* Blume dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil uji fitokimia daun *Ficus variegata* Blume

No	Kandungan Kimia	Pereaksi	Hasil
1.	Alkaloid	Mayer	-
2.	Flavonoid	HCl/Mg	+
3.	Fenolik	FeCl ₃	+
4.	Triterpenoid	Liebermann-Burchard	+
5.	Steroid	Liebermann-Burchard	+
6.	Saponin	HCl	-

3.2 Analisis senyawa hasil isolasi

Senyawa hasil isolasi yang diperoleh berupa kristal jarum berwarna putih yang memiliki titik leleh 136-138 °C. Dari hasil uji KLT memberikan noda tunggal berwarna ungu terang ($R_f = 0,5$) dengan penambahan pereaksi *Liebermann-Burchard*, dengan eluen heksana : etil asetat (8:2) dan tidak berfluorisensi dibawah sinar UV 254 dan 365 nm.

Uji kemurnian menggunakan eluen dengan variasi tingkat kepolaran yang berbeda.

Tabel 2. Hasil uji kemurnian senyawa hasil isolasi dengan berbagai variasi kepolaran eluen menggunakan KLT

No.	Eluen	Rf
1.	n-heksana 100 %	0
2.	Etil asetat 100 %	0,85
3.	n-heksana : etil asetat (9 : 1)	0,20
4.	n-heksana : etil asetat (8 : 2)	0,57
5.	n-heksana : etil asetat (7 : 3)	0,70
6.	n-heksana : DCM (8 : 2)	0,05
7.	etil asetat : DCM (8 : 2)	0,85

Spektrum UV senyawa hasil isolasi memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 212,14 nm.

Spektrum IR senyawa hasil isolasi memberikan beberapa serapan yaitu: gugus fungsi -OH pada 3439.39 cm^{-1} , C-H stretching pada 2935.69 cm^{-1} , C=O stretching pada 1710.57 cm^{-1} , C=C stretching pada 1638.34 cm^{-1} , (C-(CH₃)₂) pada 1466.05 cm^{-1} dan 1376.76 cm^{-1} , dan C-O stretching pada 1051.38 cm^{-1} .

Berdasarkan serapan yang diperoleh dari spektrum UV, menandakan adanya eksitasi dari $\pi - \pi^*$. Eksitasi ini menyatakan adanya ikatan rangkap yang tidak berkonjugasi terhadap senyawa hasil isolasi. Spektrum IR mengidentifikasi senyawa triterpenoid secara spesifik pada bilangan gelombang 1466.05 cm^{-1} dan 1376.76 cm^{-1} yang merupakan gugus geminal dimetil (C-(CH₃)₂).

3.3 Uji aktifitas antibakteri

Uji aktifitas antibakteri terhadap ekstrak n-heksana. Hasil dari pengujian tersebut dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengujian Antibakteri

<i>Eschericia coli</i>			
Kosentrasi (mg/mL)	Zona Hambat (nm)	Kontrol (+)	Kontrol (-)
20	-	7,34	-
40	-		
60	-		
80	-		
100	-		

<i>Staphylococcus aureus</i>			
Kosentrasi (mg/mL)	Zona Hambat (nm)	Kontrol (+)	Kontrol (-)
20	7,32	12,84	-
40	8,65		
60	9,40		
80	10,08		
100	11,95		

Pada tabel 2.1 senyawa hasil isolasi tidak aktif terhadap bakteri *Eschericia coli* karena tidak adanya zona hambat yang terbentuk, tetapi aktif sedang pada kosentrasi 20 mg/mL - 80 mg/mL dan aktif kuat pada kosentrasi 100 mg/mL terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* [5].

IV. Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi termasuk kedalam golongan triterpenoid yang memiliki gugus geminal dimetil dengan titik leleh 136-138 °C. Senyawa ini aktif sedang dan kuat terhadap bakteri *Staphylococcus aureus*.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Analis Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam yang telah banyak memfasilitasi penulis selama penelitian.

Referensi

- Din, A, U., **2013**, Bioassay-guided Isolation of New Antitumor Agent from *Ficus faveolata*(Wall. Ex Miq.). *J Cancer Sci Ther*, 5(11) : 404-408.
- Joseph, B., **2010**, Phytopharmacological And

- Phytochemical Properties Of Three Ficus Species - An Overview, *Int.J.Pharma and Bio Sci*, 1(4) : 246-253.
3. Amponsah, I, K., **2012**, Chemical Constituents, Anti-Inflammatory, Anti-Oxidant And Antimicrobial Activities Of The Stem Bark And Leaves Of *Ficus exasperata* (Vahl), *Tesis Doktor Pada Department of Pharmacognosy Faculty of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences, College of Health Sciences Kwame Nkrumah University of Science and Technology.*
 4. Haryjanto, L., **2012**, Growth variation of Fifteen Families *Ficus variegata* Blume at seedling level, *Wana Benih*, 13(2): 89 - 98.
 5. Widyana, W., **2014**, Aktivitas Antibakteri Ekstrak Lumut *Octoblepharum albidium* Hedw terhadap pertumbuhan *Staphylococcus epidermis* dan *Pseudomonas aeruginosa*. *Protobiont*, 3(2):166-170.

PENGARUH JENIS BATANG KATODA TERHADAP KINERJA SEL FOTOVOLTAIK SEMIKONDUKTOR Cu_2O DALAM ELEKTROLIT GEL Na_2SO_4

Olly Norita Tetra, Muthia Septiayuni, Admin Alif

Laboratorium Fotokimia/Elektrokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: kimiaua@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Type of cathode effect to performance of semiconductor Cu_2O photovoltaic cell in gell Na_2SO_4 as electrolyte has been studied. This research's goal to find the type of cathode which produce current and voltage that relatively large and stable. Cu, C, and Al were used as cathode. The result showed $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ has the best performance as photovoltaic cell and achieved optimum concentration of Na_2SO_4 at 0.75 N. For 3-series circuit of $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ photovoltaic cell has I_{sc} 0.358 mA and V_{oc} 1.87 V, I_{mp} and V_{mp} 0.337 mA and 0.623 V respectively. Fill Factor (FF) 0.313 and P maks 0.367 Watt/ m^2 , η 1.682 %. Meanwhile for 3-parallel circuit of $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ photovoltaic cell has I_{sc} 0.645 mA and V_{oc} 0.548 V, I_{mp} and V_{mp} 0.478 mA and 0.461 V respectively. Fill Factor (FF) 0.623, P maks 0.386 Watt/ m^2 , η 1.766 %.

Keyword: Cathode, Semiconductor, Photovoltaic Cell, Electrolyte, Na_2SO_4

I. Pendahuluan

Saat ini kebutuhan energi, khususnya energi listrik (energi listrik adalah energi yang mudah dikonversikan ke dalam bentuk energi yang lain) terus meningkat dengan pesat, bahkan di luar estimasi yang diperkirakan. Hal ini sudah selayaknya sebagai dampak meningkatnya seluruh aktivitas kehidupan yang menggunakan energi listrik.¹ Selama ini kebutuhan energi masih mengandalkan minyak bumi sebagai sumber utama kebutuhan energi. Sementara itu tidak dapat dihindarkan bahwa sumber energi ini semakin langka dan mahal harganya. Sehingga tidak terjadinya keseimbangan antara pasokan dan penggunaan yang berakibatkan terjadinya krisis energi.²

Sel fotovolatik dapat digunakan sebagai energi alternatif. Penelitian tentang sel surya atau sel fotovolatik semakin banyak dilakukan. Berbagai sel fotovolatik telah digunakan dalam penelitian sebelumnya seperti sel fotovolatik semikonduktor CuO dengan katoda C pada larutan elektrolit Na_2SO_4 cair dimana daya daya tertinggi relatif kecil yaitu 8.185×10^{-4} watt/ cm^2 .³

Penggunaan elektroda CuO/Cu dengan larutan elektrolit Na_2SO_4 juga telah dilakukan dan sel ini hanya dapat digunakan selama tiga hari karena katoda Cu mudah teroksidasi.⁴

Selain menggunakan larutan elektrolit Na_2SO_4 , larutan elektrolit NaOH dan NaCl juga telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya menggunakan pasangan elektroda CuO/Cu dan CuO/Ag .⁵ Hasil dari penelitian adalah larutan elektrolit NaCl menghasilkan arus yang lebih besar dan stabil dibandingkan larutan elektrolit NaOH karena terbentuknya $\text{Cu}(\text{OH})_2$ yang menutupi permukaan elektroda dan menghambat arus mengalir. Arus dan daya yang dihasilkan oleh sel elektrolit ini kecil

Arus yang dihasilkan dalam penelitian sebelumnya dari berbagai sel fotovolatik yang menggunakan elektrolit cair memiliki nilai yang relatif kecil dan memiliki nilai konversi energi dari matahari menjadi energi listrik yang rendah. Untuk mendapatkan daya dan konversi energi yang tinggi, maka dilakukanlah penelitian tentang Pengaruh Jenis Batang Katoda Terhadap Kinerja Sel Fotovolatik

Semikonduktor Cu_2O Dalam Elektrolit Gel Na_2SO_4 .

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan yaitu Na_2SO_4 , pensil 2b merek *faber castel*, agar powder, batangan aluminium dan batangan Cu.

Alat yang digunakan yaitu neraca analitis, penjepit buaya, *furnace*, multimeter, potensiometer, alat alat gelas dan tabung U.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Penyiapan Elektroda

Pasangan elektroda yang digunakan yaitu elektroda $\text{Cu}_2\text{O}/\text{C}$, $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Cu}$, $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$. Elektroda Cu_2O diperoleh dari batangan Cu yang dikalsinasi menggunakan *Furnace* selama 40 menit dengan suhu 400°C . Elektroda karbon diperoleh dari pensil 2B merek *faber castell* yang dibuka bagian kayu dari pensil tersebut dari ujung atas sampai ujung bawah, sehingga didapatkan bagian karbon dari pensil. Elektroda Al di peroleh dari batangan aluminium.

2.2.2 Penyiapan Larutan Agar

1 g agar dilarutkan dalam 100 mL aquadest. Lalu dipanaskan dan diaduk dan dibiarkan mendidih sampai larutan bening.

2.2.3 Penyiapan Larutan Elektrolit Na_2SO_4 Dalam Agar

Larutan Na_2SO_4 ($M_r = 142$ g/mol) disiapkan dengan menimbang sebanyak 1.775 g, 3.55 g, 5.325 g dan 7.1 g Na_2SO_4 . Kemudian dilarutkan ke dalam larutan agar yang masih dalam keadaan panas.

2.2.4 Pengukuran Arus dan Tegangan Sel Fotovoltaik Pasangan Elektroda $\text{Cu}_2\text{O}/\text{C}$, $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Cu}$ dan $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ dalam Larutan elektrolit Na_2SO_4

Larutan elektrolit Na_2SO_4 dengan variasi konsentrasi yang telah dicampurkan agar yang masih panas dituangkan kedalam tabung U yang telah diisi pasangan elektroda $\text{Cu}_2\text{O}/\text{C}$, $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Cu}$ dan $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ (foto sel terlampir pada lampiran 7). Setelah larutan dingin, rangkaian alat sel fotovoltaik disinari dibawah cahaya ruang dalam waktu pengukuran 10:00 - 15:00 WIB. Tiap 1

jam diukur besarnya arus dan tegangan yang dihasilkan masing masing sel dengan menggunakan alat multimeter pada setiap sel dan diukur daya dari sel fotovoltaik.

2.2.5 Pengukuran Arus dan Tegangan Sel Fotovoltaik Rangkaian Seri dan Paralel Pasangan Elektroda $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ dalam Larutan elektrolit Gel Na_2SO_4

Larutan elektrolit Na_2SO_4 dengan konsentrasi optimum yang telah dicampurkan agar dalam keadaan panas dituangkan kedalam tabung U yang diisi 3 sel elektroda $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ yang telah dirangkai seri dan paralel. Rangkaian alat sel fotovoltaik disinari dibawah cahaya ruang dalam waktu pengukuran 10:00 - 15:00 WIB. Tiap 30 menit diukur besarnya arus dan tegangan yang dihasilkan masing masing sel dengan menggunakan alat multimeter pada setiap sel.

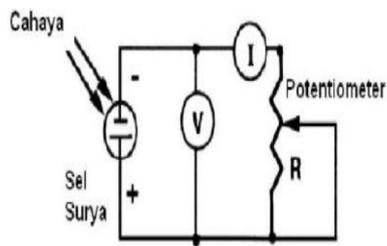
2.2.6 Kestabilan Sel Fotovoltaik

Larutan elektrolit Na_2SO_4 dengan konsentrasi optimum yang telah dicampurkan agar dituangkan kedalam tabung U yang telah diisi 3 sel elektroda $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ yang telah dirangkai seri dan paralel. Rangkaian alat sel fotovoltaik disinari dibawah cahaya ruang setiap hari. Setiap pukul 12:00 WIB diukur besarnya arus dan tegangan yang dihasilkan masing masing sel dengan menggunakan alat multimeter.

2.2.7 Karakterisasi Arus Vs Tegangan Sel Fotovoltaik

Pengukuran kurva I-V dilakukan pada konsentrasi optimum. Parameter yang akan diukur adalah tegangan rangkaian terbuka (V_{oc}), arus sirkuit pendek (I_{sc}), tegangan maksimum (V_{maks}), arus maksimum (I_{maks}), daya maksimum (P_{maks}) dan *fill factor* (FF).

Untuk karakterisasi arus dan tegangan dilakukan pengukuran pada rentang waktu 10:00-13:00 WIB dengan menggunakan perangkat I-V seperti pada gambar:



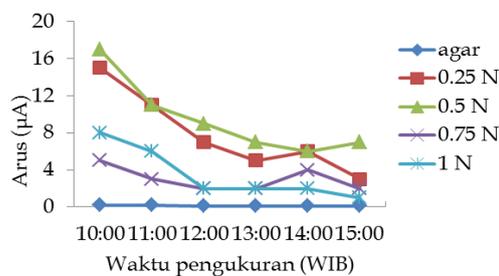
Gambar 1. Rangkaian alat dengan potensiometri

Nilai arus dan tegangan sel surya diukur pada setiap posisi rheostat yang divariasikan, mula mula pada resistansi maksimum hingga nilai minimumnya. Dari hasil pengukuran yang diperoleh dibuat kurva I-V untuk menentukan performa energi sel surya.

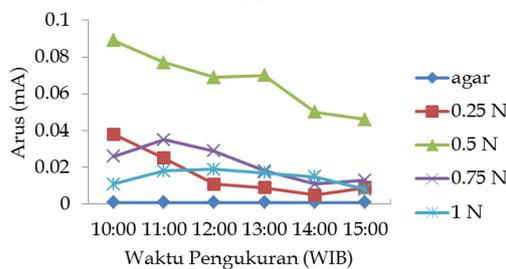
III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Pengaruh Variasi Konsentrasi Elektrolit Terhadap Besar Arus, Tegangan dan Daya Sel Fotovoltaik Cu_2O/Cu , Cu_2O/C dan Cu_2O/Al .

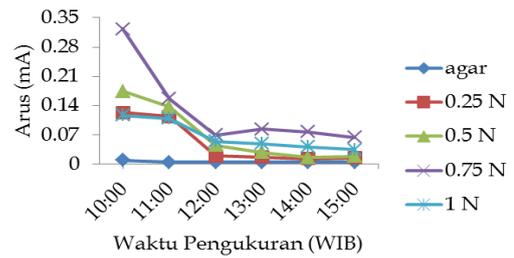
Besar kuat arus yang dihasilkan oleh sel fotovoltaik Cu_2O/Cu , Cu_2O/C dan Cu_2O/Al dalam berbagai variasi konsentrasi terlihat pada gambar 2.



(a)



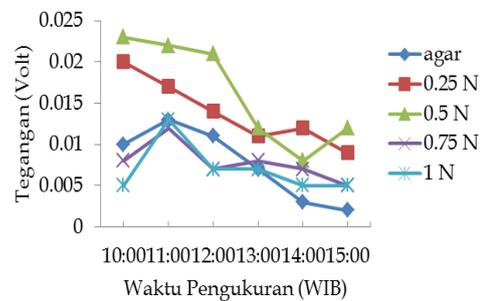
(b)



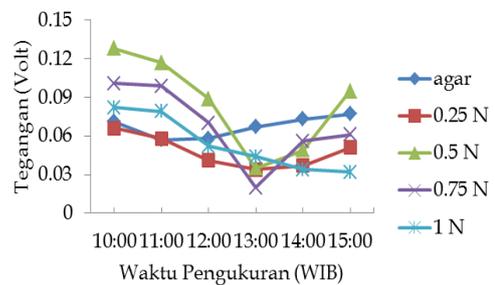
(c)

Gambar 2. Kurva Arus Vs Waktu penyinaran (a) Cu_2O/Cu (b) Cu_2O/C (c) Cu_2O/Al dalam berbagai variasi konsentrasi Na_2SO_4

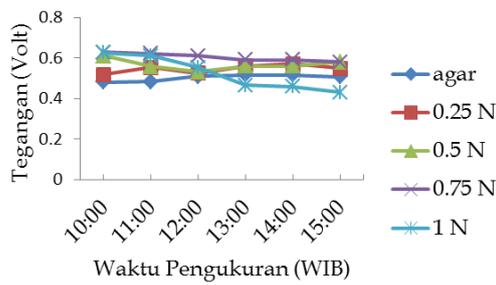
Arus yang dihasil oleh sel fotovoltaik Cu_2O/Al (kondisi optimum 0.75 N) lebih besar dibandingkan sel fotovoltaik Cu_2O/Cu (kondisi optimum 0.5 N) dan sel fotovoltaik Cu_2O/C (kondisi optimum 0.5 N). Besarnya arus dipengaruhi oleh panjang gelombang cahaya, jika panjang gelombang cahaya pendek maka semakin besar energi fotonnya serta semakin besar terjadinya eksitasi elektron ke pita konduksi dan semakin besar arus yang dihasilkan.



(a)



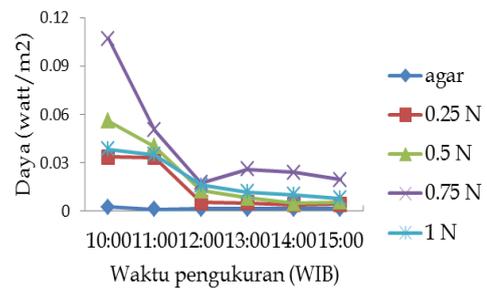
(b)



(c)

Gambar 3. Kurva Tegangan Vs Waktu penyinaran (a) $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Cu}$ (b) $\text{Cu}_2\text{O}/\text{C}$ (c) $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ dalam berbagai variasi konsentrasi Na_2SO_4

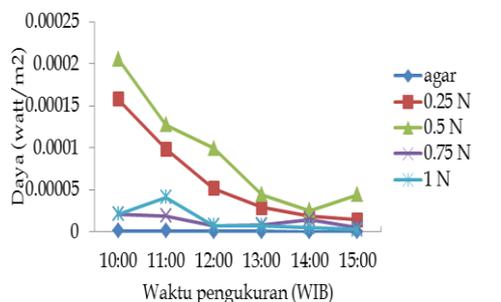
Dari gambar 3, dapat dilihat bahwa nilai tegangan yang dihasilkan relatif konstan karena nilai tegangan tidak dipengaruhi oleh konsentrasi larutan melainkan oleh band gap dari semikonduktor. Sel fotovoltaik $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ memiliki nilai tegangan yang relatif konstan dibandingkan sel fotovoltaik $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Cu}$ dan sel fotovoltaik $\text{Cu}_2\text{O}/\text{C}$.



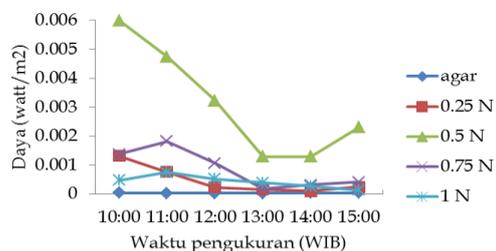
(c)

Gambar 4. Kurva daya Vs Waktu penyinaran (a) $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Cu}$ (b) $\text{Cu}_2\text{O}/\text{C}$ (c) $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$ dalam berbagai variasi konsentrasi Na_2SO_4

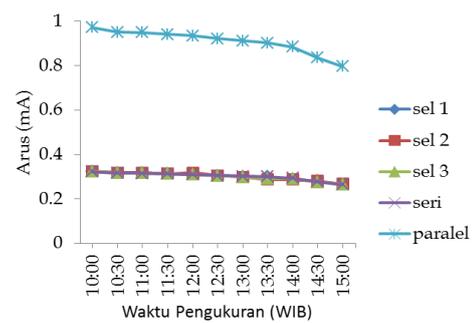
3.2 Pengaruh Rangkaian Seri dan Rangkaian Paralel Terhadap Besar Arus Dan Tegangan Sel Fotovoltaik $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}$



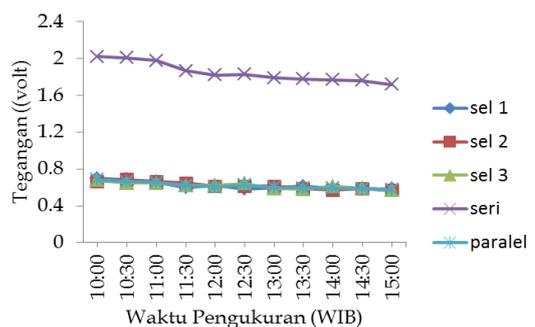
(a)



(b)



(a)



(b)

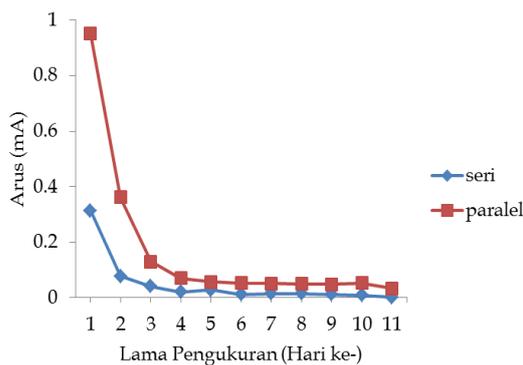
Gambar 5. Pengaruh rangkaian seri dan rangkaian paralel terhadap besarnya a) Arus dan b) Tegangan

Pada Gambar 5 (a) terlihat bahwa arus sel rangkaian tunggal sama dengan arus sel rangkaian seri, sedangkan arus untuk rangkaian paralel tiga kali lebih besar.

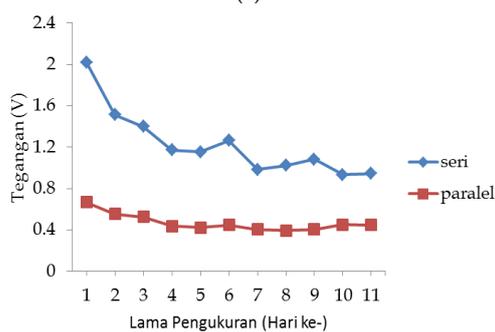
Untuk tegangan pada Gambar 5 (b) rangkaian paralel dan rangkaian tunggal memiliki nilai yang sama sedangkan untuk rangkaian seri, tegangan yang dihasilkan tiga kali lebih besar.

3.3 Kestabilan Sel Fotovoltaik Cu_2O/Al

Kestabilan sel fotovoltaik Cu_2O/Al menggunakan konsentrasi optimum Na_2SO_4 0.75 N dengan rangkaian seri dan rangkaian paralel. Nilai arus dan tegangan yang dihasilkan semakin lama semakin berkurang dan relatif konstan mulai hari ke 4. Penurunan ini dapat diakibatkan berbagai faktor seperti terjadinya perubahan permukaan elektoda baik anoda maupun katoda, yang disebabkan terjadinya penyerapan gas pada permukaan elektoda tersebut.



(a)



(b)

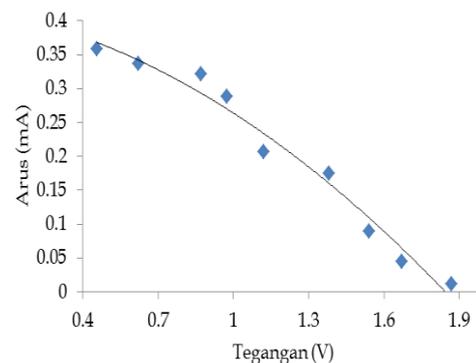
Gambar 6. Kurva kestabilan sel fotovoltaik Cu_2O/Al terhadap besarnya a) Arus dan b) Tegangan

3.4 Karakterisasi Hubungan Arus Terhadap Tegangan

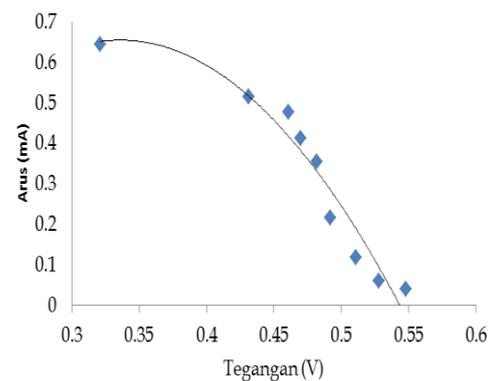
Berdasarkan kurva I-V pada Gambar 6 dan digambarkan melalui *trendline* dapat

ditentukan faktor pengisi dari sel fotovoltaik tersebut yaitu dengan cara membandingkan hasil perkalian I_{mp} dan V_{mp} dengan I_{sc} dan V_{oc} . Untuk rangkaian seri (Gambar 7 a) didapatkan I_{sc} 0.358 mA dan V_{oc} 1.87 V. Untuk I_{mp} dan V_{mp} dapat dilihat pada Gambar 7 a yaitu 0.337 mA dan 0.623 V. Faktor pengisian (FF) rangkaian seri adalah 0.313 dan P maks yang dihasilkan adalah 0.367 Watt/ m^2 sehingga efisiensi (η) yang dihasilkan adalah 1.682 %

Untuk rangkaian paralel (Gambar 7 b) didapatkan I_{sc} 0.645 mA dan V_{oc} 0.548 V. Untuk I_{mp} dan V_{mp} dapat dilihat digrafik yaitu 0.478 mA dan 0.461 V. Factor pengisian (FF) rangkaian seri adalah 0.623 dan P maks yang dihasilkan adalah 0.386 Watt/ m^2 sehingga efisiensi (η) yang dihasilkan adalah 1.766 %.



(a)



(b)

Gambar 7. Kurva karakterisasi hubungan arus terhadap tegangan (a) rangkaian seri (b) rangkaian paralel

IV. Kesimpulan

Penggunaan katoda alumunium menghasilkan arus dan daya yang lebih

besar dibandingkan katoda tembaga dan karbon. Larutan agar dapat digunakan untuk meningkatkan kestabilan sel fotovoltaik sehingga daya tahan sel lebih tahan lama. Efisiensi dari sel fotovoltaik Cu₂O/Al untuk rangkaian paralel 3 sel 1.766 % dan untuk sel fotovoltaik Cu₂O/Al untuk rangkaian seri 3 sel 1.682 %.

V. Ucapan terima kasih

Terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penelitian ini. Terimakasih Analis labor elektro/fotokimia yang telah membantu jalannya penelitian ini.

Referensi

1. Keogh, M; William, Blackers; Andrew; **2001**, Accurate Measurement, Using Natural Sunlight, of Silicon Solar Cells, , The Australian National University, Canberra, Australia, *Research and Applications, Centre for Sustainable Energy Systems*, 12, 1-19
2. Anonymus, Masalah Energi dan Upaya Pemanfaatan Energi Surya Cara Langsung Sebagai Salah Satu Sumber Energi Alternatif, *Proceeding Seminar Sel Fotovoltaik Indonesia*, Bandung LAPI_ITB
3. Sari; Fitria, Alif; Admin, Norita; Olly Tetra, **2012**, Penggunaan Elektroda Karbon Dalam Sel Fotovoltaik Semikonduktor CuO Dengan Elektrolit Na₂SO₄, *Jurnal Kimia Unand*, , 1 (2), 7-12
4. Firahayu dan Alif ;Admin, **2011**, Sel Fotovoltaik Pasangan CuO/Cu dan CuO/Stainless Steel Dalam Bentuk Tunggal Dan Serabut Dengan Elektrolit NaCl, *Jurnal Kimia Unand*, 1 (2), 17-22
5. Rahmawati, Novi; dan Alif, Admin; **2013**, Sel Fotovoltaik Cair Pasangan Elektroda CuO/Cu, CuO/Ag Dalam Larutan Elektrolit NaCl Dan NaOH, *Media Sains*, 5 (2), 23-29.

PENAMBAHAN *Trichoderma viride* PADA PROSES PENGOMPOSAN TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT TERHADAP KANDUNGAN NITROGEN-TOTAL, KALIUM DAN POSFOR

Sumaryati Syukur, Elida Mardiah, Nofa Rahayu Desi Putri

Laboratorium Biokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: sumaryatisyukur_unand@yahoo.co.id
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

The research concerning determination of macro nutrients (N, P, K) using empty palm bunch by adding *trichoderma viride* has been done. N, P, K determinations were analyzed by Kjeldahl method, Spectrophotometry and SSA method. Has performed testing of the content of NPK in the composting process oil palm empty fruit bunches (EFB) with the addition of the fungus *Trichoderma viride*. Where the mass variation of fungus used is at 0 g (as control), 5 g, 10 g, 15 g were added into each of 50 g EFB that has been refined. EFB obtained initial content before compostability are as follows: Nitrogen-total 0.0028%, 0.0001% of phosphorus and potassium at 0.0523%. Composting conducted over 45 days since the day of this compost is added with *Trichoderma viride* has become fertilizer. Based on the quality requirements of SNI - 19-7030-2004 compost blackish colored, earthy, physical form friable / crumbly. Of the four variations of the added mass of fungus obtained-total nitrogen content, phosphorus and potassium highest on *Trichoderma viride* addition of 15 g is 0.087%, 0.197%, and 1.3819%. In this study, the addition of the fungus *Trichoderma viride* on EFB composting process has been shown to accelerate the composting process and improving macro nutrients in the compost produced.

Keywords: oil palm empty bunches (EFB), *Trichoderma viride*, nitrogen, phosphorus, potassium.

I. Pendahuluan

Kelapa sawit di Indonesia pada saat ini merupakan salah satu komoditi yang mengalami perkembangan yang sangat pesat. Hal ini sejalan dengan perluasan areal perkebunan kelapa sawit. Selain itu, juga semakin meningkatnya produksi kelapa sawit dan kegiatan ekspor per tahunnya. Disisi lain dengan meningkatnya produksi kelapa sawit juga menyebabkan peningkatan jumlah limbah yang dihasilkannya^[1]

Seperti telah diketahui, perkebunan kelapa sawit menghasilkan limbah padat yang cukup berlimpah sepanjang tahun dan pemanfaatan limbah ini masih terbatas. Cara yang umum dilakukan pada saat ini yaitu memanfaatkan abu hasil pembakaran tandan kosong kelapa sawit di insinerator sebagai pupuk kalium. Cara lain yang mulai populer ialah pemanfaatan tandan kosong

kelapa sawit sebagai mulsa di kebun kelapa sawit. Limbah kelapa sawit yang tersedia adalah berupa tandan kosong, pelepah, dan batang kelapa sawit. Ketiga jenis ini mengandung lignoselulosa yang sukar didekomposisi^[2].

Salah satu solusi untuk mengatasi masalah limbah ini yaitu dengan pemanfaatan tandan kosong kelapa sawit menjadi kompos yang memiliki nilai ekologi dan ekonomi yang tinggi. Pengomposan merupakan suatu proses penguraian mikrobiologis alami dari bahan buangan organik. Metode ini mempunyai prinsip dasar menurunkan atau mendegradasi bahan-bahan organik secara terkontrol menjadi bahan-bahan anorganik dengan menggunakan aktifitas mikroorganisme. Mikroorganisme yang berperan dalam pengolahan ini dapat berupa bakteri, jamur atau yang lainnya^[3].

Mikroorganisme yang diketahui membantu dalam proses pembentukan tanah antara lain, *Trichoderma*^[4]. Selanjutnya jamur *Trichoderma* memiliki kemampuan untuk dapat menghancurkan sellulosa, zat pati, lignin dan senyawa-senyawa organik yang mudah larut seperti protein dan gula^[5].

Berdasarkan hal tersebut maka dilakukan pembuatan kompos dari tandan kelapa sawit dengan menggunakan jamur *trichoderma viride*, serta dilakukan pemeriksaan terhadap kadar nitrogen total (N- total), fosfor(P), dan kalium (K) dari kompos yang dihasilkan.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : Jamur *trichoderma viride* diambil dari laboratorium mikrobiologi jurusan pertanian Universitas Andalas, Tandan kosong kelapa sawit, media Potato Dextrosa Agar (PDA), glukosa, ammonium heptamolibdat tetrahidrat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄.4H₂O), Kalium antimoniltartat (K(SbO)C₄H₄O₆.1/2H₂O), magnesium sulfat heptahidrat (MgSO₄7H₂O), asam borat (H₃BO₃), asam nitrat (HNO₃) pekat, H₂SO₄ pa, H₂SO₄ 0,05 N, HCl 0,01 N, amonium sulfat (NH₄)₂SO₄, Kalim dihidrophosphat (KH₂PO₄), MgSO₄ 7H₂O, FeSO₄ 7H₂O, MnSO₄ H₂O, ZnSO₄ 7H₂O, CoCl₂ .6H₂O, CaCl₂ 2H₂O, glukosa pa, akuabides, indikator conway (metil red (MR) dan brom cresol blue (BCG)), NaOH 40 %, asam askorbat, kertas whatman-42 dan kain satin.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah rumah kayu ukuran 1,5 x 0,5 x 0,5 m, plastik penutup kompos, timbangan, parang, inkubator, shaker, autoklaf, cawan petri, batang pengaduk, labu kjedahl, pipet takar, pipet tetes, termometer, neraca analitik, cawan porselen, oven, pemanas/block digester, AAS (Varian Spectra Absorpsi A-240), dan Spektrofotometer UV/VIS, dan peralatan analisa unsur hara lainnya.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan kompos

Proses pengomposan berlangsung dengan mencampurkan tandan kosong kelapa sawit yang telah dicincang kecil kecil sebanyak 50 gr dengan pelet jamur dengan variasi 0 (tanpa jamur), 5, 10, 15 g sambil diaduk secara merata dan perlahan-lahan sambil ditambahkan air sampai lembab, kemudian ditutup dengan terpal/ plastik. Suhu pengomposan dipertahankan 38 - 40°C. Jika suhu lebih dari 40°C karung penutup dibuka dan dibolak-balik, kemudian ditutup kembali. Pengecekan suhu dilakukan setiap 8 jam. Proses pengomposan dilakukan selama 45 hari

Tabel 1. Perbandingan jumlah TKKS dan pellet jamur *Trichoderma viride* yang digunakan dalam pembuatan kompos

Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) (g)	Pellet misellium jamur <i>Trichoderma</i> (g)
50	0
50	5
50	10
50	15

2.2.2 Penentuan Kandungan N- total, P dan K pada kompos yang dihasilkan

2.2.2.1 Destruksi Sampel

Untuk penentuan K dan P dalam kompos sebelum diukur dengan SSA dan Spektrofotometer, sampel didestruksi terlebih dahulu. Sampel diambil masing-masing sebanyak 0,5023 gram dan dimasukkan ke dalam labu Kjeldahl, kemudian ditambahkan 5 mL HNO₃ pekat, ditambahkan 0,5 mL H₂O₂ dan dibiarkan 30 menit supaya bereaksi sempurna, lalu dipanaskan pada *block digester/pemanas* mulai dengan suhu 100 °C. Setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C, destruksi diakhiri bila larutan menjadi jernih, biarkan sampai dingin dan diencerkan dengan air destilasi hingga volume tepat 50 mL, dikocok hingga homogen, dan disaring dengan kertas saring W-41 agar didapat ekstrak jernih (ekstrak A) [6].

2.2.2.2 Penentuan Kalium (K) dengan metoda AAS

Dipipet 1 mL ekstrak A ke dalam labu ukur 100 mL, tambahkan dengan air destilasi sampai tanda batas, kocok dengan *vortex mixer* sampai homogen. Ekstrak ini adalah hasil pengenceran 100x (ekstrak B). Kalium dalam ekstrak B diukur dengan SSA pada panjang gelombang 769,9 nm. kemudian kadar K dihitung berdasarkan persamaan regresi dari kurva kalibrasi standar^[6].

2.2.2.3 Penentuan Fosfor (P) dengan metoda Spektrofotometer

Kurva kalibrasi standar P dibuat dengan memipet 10 mL larutan standar fosfor 1000 mg/L, diencerkan dalam labu ukur 100 mL diperoleh konsentrasi 100 mg/L. Kemudian dipipet masing-masing (0, 2, 4, 6, 8, 10) mL ke dalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan 9 mL reagen pewarna, dikocok sampai homogen kemudian serapannya diukur dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 693 nm. Untuk penentuan kadar P dalam sampel dipipet 1 mL ekstrak A, kemudian tambahkan 9 mL reagen pewarna ke dalam setiap contoh, kocok sampai homogen lalu diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 693 nm^[6].

2.2.2.4 Penentuan Kandungan N- total

Ditimbang dengan teliti 0,5069 g sampel dan dimasukkan kedalam labu kjedahl, ditambahkan 5 mL H₂SO₄ pekat, dimasukkan kedalam labu kjedahl. Setelah itu didestruksi sampai keluar uap putih dan ekstrak jernih (sekitar 6 jam), kemudian dibiarkan sampai larutan dingin, setelah dingin hasil destruksi diencerkan dengan akuades sampai dengan 50 mL, dikocok sampai homogen. Ekstrak sampel kemudian dimasukkan kedalam labu didih 250 mL dan ditambahkan sedikit batu didih. Setelah itu ditambahkan NaOH 40% sebanyak 2,5 mL, kemudian dihubungkan dengan alat destilasi. Destilat yang dibebaskan ditampung dengan erlenmeyer 100 mL yang berisi 8,5 mL asam borat 4% dan tiga tetes indikator conway. Destilasi dihentikan apabila sudah tidak ada lagi destilat yang menetes kedalam erlenmeyer penampung

dan tidak ada lagi gelembung yang terbentuk pada labu didih. Destilat dititrasi menggunakan HCl 0,1 N hingga warna merah muda, kemudian dicatat volume HCl pentiter untuk sampel dan blanko^[6].

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pembuatan Kompos

Hasil pengamatan pada hari terakhir yaitu pada hari ke 45 dapat dilihat dengan jelas bahwa tandan kosong kelapa sawit telah menjadi kompos. Hal ini dapat dilihat pada gambar dibawah, dimana sifat fisiknya bewarna agak gelap, bau seperti bau tanah dan rapuh/ remah.

Gambar dibawah ini merupakan bentuk kompos dengan beberapa variasi penambahan massa jamur *Trichoderma viride*.



Gambar 1. Pupuk kompos yang dihasilkan selama 45 hari (a : tanpa penambahan pellet jamur, b : penambahan 5 g pellet jamur, c : penambahan 10 g pellet jamur, dan d : penambahan 15 g pellet jamur)

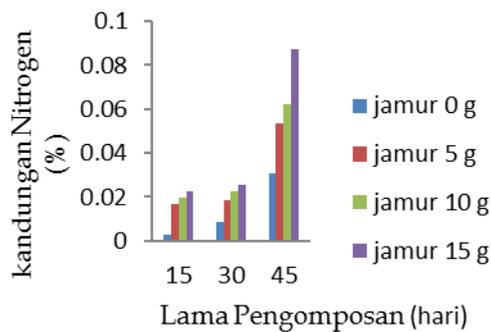
3.2 Kandungan Unsur Hara dalam Kompos

Kandungan unsur hara kompos yang dihasilkan dapat dibandingkan dengan syarat mutu kompos menurut SNI 19-7030-2004. Untuk bentuk fisik warna dan bau dari hasil kompos jika dibandingkan dengan SNI, memiliki syarat mutu yang sama yaitu warna coklat kehitaman dan berbau tanah.

Unsur Nitrogen (N-Total)

Grafik 1 menunjukkan kandungan unsur hara makro nitrogen pada berbagai waktu pengomposan, dimana konsentrasi kandungan tertinggi unsur hara makro nitrogen diperoleh pada pengomposan 45 hari dengan variasi berat pellet jamur *Trichoderma viride* 15 gr, yaitu sebesar 0,087 %. Pada grafik dapat kita lihat semakin besar massa pellet jamur yang ditambahkan,

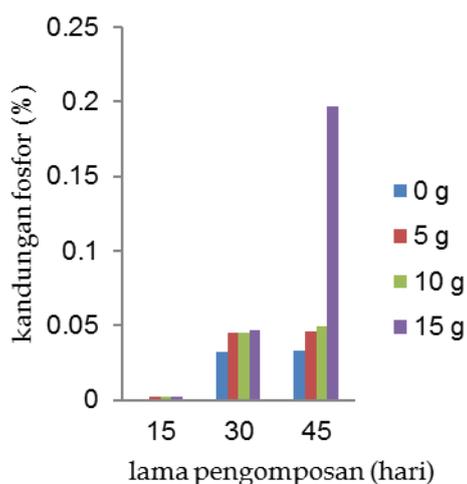
maka kandungan nitrogen juga semakin meningkat seiring dengan lamanya pengomposan. Dari hasil yang didapatkan bila dibandingkan dengan kadar nitrogen berdasarkan ketentuan kualitas Standar Nasional Indonesia (SNI 19-7030) yaitu sebesar 0,40 % . Hal ini disebabkan karena kandungan awal dari limbah sawit tersebut yang mengandung Nitrogen yang rendah.



Gambar 2. Kandungan nitrogen vs lama pengomposan

Unsur Fosfor (P)

Fosfor (P) merupakan unsur hara makro yang sangat penting bagi tanaman dan menjadi perhatian kedua setelah nitrogen. Dimana pada proses pengomposan TKKS yang berlangsung selama 45 hari dapat kita lihat kandungan posfor pada grafik berikut :

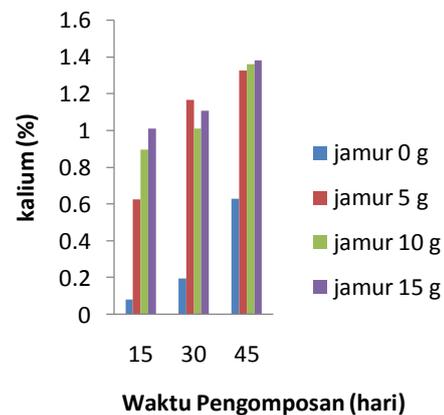


Gambar 3. Kandungan posfor vs lama pengomposan

Dimana seiring meningkatnya waktu pengomposan kandungan Posfor juga meningkat. Kandungan Posfor yang tertinggi terdapat pada kompos dengan berat penambahan pellet jamur sebesar 15 g pada waktu 45 hari dimana kandungan posfornya adalah sebesar 0,1972 % . Bila dibandingkan dengan SNI-19-7030-2004 (kandungan P = 0,1%) kadar posfor pada kompos yang dihasilkan oleh penambahan jamur *Trichoderma* ini telah memenuhi kualitas SNI.

Unsur Kalium (K)

Kandungan kalium pada kompos yang dihasilkan dapat kita lihat pada grafik dibawah ini.



Gambar 3. Kandungan kalium vs lama pengomposan

Kalium merupakan unsur hara makro yang sangat penting bagi tanaman dan menjadi perhatian ketiga setelah nitrogen dan fosfor. Pada proses dekomposisi tandan kelapa sawit, kandungan unsur hara kalium yang dihasilkan lebih banyak dibandingkan dengan kandungan nitrogen dan fosfor. Dimana kandungan kalium tertinggi terdapat pada kompos dengan massa penambahan jamur *Trichoderma viride* sebanyak 15 g pada waktu pengomposan 45 hari yaitu sebesar 1,382%. Bila dibandingkan dengan kualitas pupuk kompos SNI-19-7030-2004 kandungan kalium ini lebih tinggi yaitu sekitar 1,182 % . Hal ini diakibatkan oleh proses penguraian bahan-bahan organik yang dibantu oleh

jamur *Trichoderma Viride* dan juga disebabkan oleh kandungan Kalium yang tinggi didalam TKKS.

IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan penambahan jamur *Trichoderma viride* pada proses pengomposan tandan kosong kelapa sawit (TKKS) terhadap kandungan Nitrogen- total, Kalium dan fosfor dapat disimpulkan bahwa penambahan jamur *Trichoderma viride* pada proses pengomposan tandan kosong kelapa sawit (TKKS) telah terbukti mampu membantu mempercepat terjadinya proses pengomposan dan meningkatkan kandungan nitrogen-total sebesar 0,0842 %, kalium 1,3287 % dan fosfor 0,1639 % pada kompos yang dihasilkan. Pupuk kompos yang diperoleh sudah memenuhi standar kualitas pupuk yang dikeluarkan oleh SNI-19-7030-2014 kecuali pada kandungan nitrogen total (N-total) dimana kualitas pupuk untuk kandungan nitrogen dibawah kualitas SNI. Dimana kandungan Nitrogen-total, Posphor dan Kalium tertinggi diperoleh dari penambahan pellet jamur *Trichoderna viride* sebanyak 15 g.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Analis Laboratorium Terpadu Kopertis Wilayah X Padang.

Referensi

1. Muhammad, P., **2010**, Pemanfaatan Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) dan Mikoriza Sebagai Media Tumbuh Anakan Gaharu (*Aquilaria malaccensis* Lamk), Skripsi, Pertanian, Universitas Sumatera Utara, Medan.
2. Loebis, B. P. L., Tobing, J. F., **1983**, Pengendalian Air Limbah Pabrik Kelapa Sawit Secara Biologi, Buletin BPP, Medan, 14, 59.
3. Kone, D. H., **2007** Eggs inactivation efficiency by faecal Sludge dewatering and co-composting in tropical climates, *Water Research*, 19, 41, pp. 4397-4402.
4. Heba M. A. K., Elhan, N. A., and Amal E. H., **2009**, In vivo Evolution of Rock Phosphates Solubilizing Potential in Composting, *Australian Journal of Basic and Applied Science*, 3, 4, 4601-4609.
5. Sukaryana, Y., Atmomarsono, U., Yunianto, V. D., Supriyatna, E. **2010** Bioconversion of Palm Kernel Cake and Rice Bran Mixtures by *Trichoderma viride* Toward Nutritional Contents, *International Journal of Science and Engineering*, no 1, vol 2, pp 27-32
6. Sulaiman, **2005**, *Analisis Kimia Tanah, Air dan Pupuk*. Balai Penelitian Tanah.

BIOSINTESIS NANOPARTIKEL PERAK DENGAN MEMANFAATKAN GAMBIR SEBAGAI BIOREDUKTOR

Vivi Gustia, Syukri Arief, Diana Vanda Wellia

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail : syukriarief@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Biosynthesis of silver nanoparticle using chemical reduction method from extract gambir leaves (*Uncaria Gambir Roxb*) has been done successfully. In this process, there were two methods used : precipitation and hydrothermal with two various stabilizer, polyvinyl alcohol (PVA) and diethanol amine (DEA). UV-Vis analysis showed that DEA as stabilizer was more effective producing silver nanoparticle in smaller particle size than using PVA and without stabilizer based on the stability of colloid. XRD analysis using hydrothermal method demonstrated peaks of silver which was suitable with the standard peaks of silver. Silver's crystallinity by using DEA was better than without stabilizer. In addition, synthesis using hydrothermal method produced smaller crystals than precipitation method. Analysis TEM showed that Ag particle size using DEA (25 nm) with anisotropic shape was smaller than without using stabilizer (70 nm) with spherical shape.

Keywords : silver nanoparticle, bioreductor, hydrothermal, UV-Vis, XRD, SEM, TEM

I. Pendahuluan

Aplikasi material berukuran nano dengan rentang 1-100 nm merupakan hal yang sedang berkembang pesat dalam bidang ilmu nano sains dan nanoteknologi. Nanomaterial bisa menjadi solusi untuk teknologi dan masalah lingkungan dalam konversi energi surya, katalis, biologi, ilmu biomedik, pengolahan air. Nanopartikel memiliki luas permukaan yang besar sehingga untuk aplikasinya lebih bagus.[1]

Nanopartikel tersebut dapat berupa logam mulia seperti emas, perak, oksida logam, semikonduktor, polimer, material karbon, senyawa organik, dan biologi seperti DNA, protein, atau enzim [2]

Nanopartikel perak adalah salah satu produk yang menjanjikan dalam industri nanoteknologi karena telah digunakan secara luas sebagai agen anti bakteri, penyimpanan makanan, pelapisan pada tekstil, dan aplikasi pada lingkungan. Salah satu proses yang menjanjikan adalah dengan biosintesis. Nanopartikel perak bisa disintesis dengan berbagai cara yaitunya

dengan metode fisika, kimia, dan biologi. Tapi bagaimanapun juga beberapa tahun terakhir, beberapa metode kimia telah digantikan oleh biosintesis karena bisa mengurangi efek toksik, lebih ekonomis, dan meningkatkan kualitas.[3]

Prinsip biosintesis dengan metode reduksi dalam preparasi nanopartikel ialah memanfaatkan tumbuhan sebagai agen pereduksi. Dalam sintesis nanopartikel perak ini, untuk mengontrol pertumbuhan Kristal diperlukan *stabilizer*. *Stabilizer* yang biasa digunakan adalah *stabilizer* kimia yang mempunyai efek toksik. Untuk mengatasi efek tersebut, dilakukan sintesis nanopartikel perak dengan *stabilizer* alami atau *biostabilizer*.

Ekstrak tumbuhan yang potensial digunakan untuk sintesis nanopartikel perak ini salah satunya adalah tumbuhan gambir (*Uncaria Gambir Roxb*) karena gambir mengandung polifenol yang bisa digunakan untuk mereduksi Ag (I) menjadi Ag (0). Potensi ekstrak daun gambir ini telah dibuktikan oleh Rahmah (Rahmah, 2014) dalam penelitian pendahuluannya, namun

belum didapatkan penjelasan yang lengkap tentang penelitian gambir dan sintesisnya.[4]

Percobaan yang telah dilakukan dengan menggunakan ekstrak daun gambir belum mendapatkan kondisi optimal karena variasi-variasi yang dilakukan belum terlalu luas. Pada penelitian sebelumnya dengan ekstrak daun gambir menggunakan metode presipitasi dan tanpa *stabilizer*. Untuk penelitian yang akan dilakukan ada beberapa modifikasi untuk mendapatkan potensi optimalisasi yaitu dengan mengubah bentuk sampel awal yang sebelumnya dari ekstrak daun gambir menjadi daun gambir yang akan diekstrak melalui penelitian, variasi metode yang digunakan dan penambahan *stabilizer*. Metode yang digunakan adalah metode presipitasi dan hidrotermal. Metode hidrotermal digunakan untuk melihat hasil pertumbuhan kristal setelah dipanaskan melebihi suhu titik didihnya. Penambahan *stabilizer* untuk menstabilkan kristal yang terbentuk sehingga kristal yang dihasilkan lebih bagus. Dalam penelitian ini perak nitrat akan direduksi oleh ekstrak daun gambir sehingga lebih ramah lingkungan dan ekonomis. Kemudian nanopartikel perak yang telah dibentuk akan dikarakterisasi dengan UV-Vis, XRD, SEM dan TEM.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan, dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan adalah yaitudaun gambir (*Uncaria gambir Roxb*), Perak Nitrat (Brataco, 99.8%), Dietanol amin,p.a (DEA) (Merck), dan *aquadest*.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah adalah timbangan, peralatan gelas, aluminium foil, corong, sentrifus, *hotplate stirrer*, *autoclave*,spektrofotometer UV-Vis (Thermo), X-Ray Diffraction (XRD; Phillips X'pert Powder PAN alytical), TEM (JEOL JEM 1400).

2.2 Prosedur Penelitian

2.2.1 Preparasi Larutan $AgNO_3$

Larutan $AgNO_3$ dengan konsentrasi 0,01 M dibuat dengan menimbang 0,16987 g padatan $AgNO_3$, kemudian dilarutkan

dengan *aquadest* 100 mL. Selanjutnya, larutan perak nitrat dikocok sehingga didapatkan larutan 0,01 M yang siap digunakan untuk biosintesis nanopartikel perak.

2.2.2 Preparasi Ekstrak Daun Gambir

Daun gambir yang telah dikumpulkan dikeringanginkan selama 4 hari. Selanjutnya daun gambir yang telah kering dihaluskan dengan menggunakan gerinda dan disimpan didalam wadah yang bersih. Daun gambir yang telah halus diambil sebanyak 10 g, ditambahkan *aquades* 100 mL dan direbus hingga suhu $100^\circ C$ sampai volume larutan berkurang setengahnya. Setelah direbus kemudian larutan disaring dan diambil filtratnya. Filtrat yang dihasilkan disimpan dalam wadah yang bersih dan dapat digunakan sebagai bioreduktor.

2.2.3 Preparasi Larutan Polivinil Alkohol (PVA) 1%

Larutan PVA 1% (b/v) dibuat dengan menimbang PVA sebanyak 0,5002 gram kemudian dilarutkan dalam 25mL *aquadest* di dalam erlenmeyer 100 mL dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Larutan dipanaskan hingga suhu $80^\circ C$ dan seluruh PVA terlarut sempurna. Kemudian didinginkan pada suhu ruangan dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL.

2.2.4 Preparasi Larutan Dietanolamin (DEA)

Larutan DEA dibuat dengan melarutkan 1,1467 mL DEA di dalam 100 mL *aquadest* dan dihomogenkan.

2.2.5 Sintesis Nanopartikel Perak (Metode Presipitasi)

Larutan $AgNO_3$ ditambahkan dengan ekstrak daun gambir dengan perbandingan volume 1 : 2 ($AgNO_3$: Ekstrak). Campuran distirer dengan variasi waktu 2 jam, 4 jam, dan 24 jam agar didapatkan kondisi optimumnya. Dalam sintesis dengan metode ini dilakukan variasi dengan dan tanpa *stabilizer*. Untuk sintesis dengan *stabilizer*, ditambahkan PVA dan DEA setelah pencampuran $AgNO_3$ dengan ekstrak daun gambir.

2.2.5 Sintesis Nanopartikel Perak (Metode Hidrotermal)

Larutan $AgNO_3$ ditambahkan dengan ekstrak daun gambir dengan perbandingan

volume 1 : 2 (AgNO_3 : Ekstrak). Campuran distirer selama waktu yang ditunjukkan dari kondisi optimum pada percobaan sebelumnya. Campuran dimasukkan kedalam *autoclave* dan dipanaskan dalam oven selama 5 jam, 10 jam, dan 20 jam dengan suhu 180°C . Hasil yang terbentuk kemudian disentrifus dan diambil endapannya, dikeringkan dalam oven dan didapatkan dalam bentuk bubuk.

2.2.6. Spektrofotometer UV-Vis

Ekstrak dilakukan pengenceran dengan 50 mL *aquadest* dan diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 250-800 nm. Pengukuran dilakukan juga untuk koloid nanopartikel perak hasil biosintesis setiap 2 jam, 4 jam, 24 jam dan 1 minggu pada panjang gelombang yang sama.

2.2.7 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Hasil yang berupa bubuk dikarakterisasi menggunakan XRD untuk menentukan ukuran dan jenis kristal.

2.2.8 Pengukuran TEM

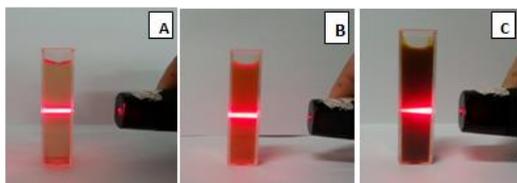
Setelah bioreduksi selesai, Ag (I) menjadi Ag (0) larutan digunakan untuk pengamatan TEM.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Biosintesis Nanopartikel Perak (Metode Presipitasi)

Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanopartikel perak secara reduksi kimia dengan menggunakan reduktor alami dari ekstrak daun gambir. Dalam sintesis nanopartikel perak ini dilakukan dalam variasi penggunaan *stabilizer* yaitu polivinil alkohol (PVA) dan dietanol amin (DEA).

3.2 Pengamatan koloid partikel perak



Gambar 4.1: Koloid nanopartikel perak. (A) Tanpa *stabilizer*, (B) *Stabilizer* PVA, (C) *Stabilizer* DEA

Proses penyinaran dengan sinar laser dilakukan untuk mengamati kestabilan koloid berdasarkan pengaruh efek tyndall, gaya elektrostatis, dan gerak brown. Dilihat

dari koloid yang dihasilkan, terlihat perbedaan intensitas warna dan intensitas sinar yang dihasilkan. Untuk hasil sintesis yang tanpa *stabilizer*, intensitas warnanya tidak terlalu pekat. Untuk hasil sintesis dengan *stabilizer* PVA intensitas warnanya lebih pekat dari hasil sintesis yang tanpa *stabilizer*. Sedangkan untuk hasil sintesis dengan *stabilizer* DEA, intensitas warnanya paling pekat. Perbedaan intensitas sinar yang dihasilkan karena perbedaan penghamburan cahaya karena pengaruh efek tyndall oleh ketiga koloid tersebut yang menandakan bahwa semakin pekat warna larutan dan intensitas sinar yang dihasilkan semakin kecil maka kemampuan menghamburkan sinar semakin kecil. Kecilnya kemampuan menghamburkan sinar menandakan bahwa ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil dan kestabilan koloid meningkat. Berdasarkan pengaruh gerak brown, kecilnya ukuran partikel menyebabkan partikel bergerak secara acak dengan waktu yang lebih lama sehingga dapat diabaikan pengaruh gravitasi dan partikel akan lebih stabil dan lama mengendap. Dari percobaan yang dilakukan, sintesis dengan penambahan DEA menyebabkan partikel lama mengendap dibandingkan dengan tanpa *stabilizer* dan dengan *stabilizer* PVA. Hal ini karena DEA memiliki kemampuan menghasilkan partikel dengan ukuran yang lebih kecil berdasarkan strukturnya dan kemampuan stabilisasinya. Lamanya partikel mengendap dengan penambahan DEA disebabkan juga karena pengaruh gaya elektrostatis yang besar dimana gaya tolak menolak antar partikel lebih besar dari gaya tarik massa sehingga semakin lama terjadi agregasi dan pengendapan. DEA mempunyai kecenderungan untuk memproduksi ion hidroksil yang bereaksi dengan gugus aldehyd dan membentuk asam karboksilat yang melepaskan satu elektron dalam reaksi yang akan mereduksi ion perak. Asam karboksilat mengkapsulasi bentuk yang nanopartikel yang baru terbentuk yang menghentikan pertumbuhan partikel dan mencegahnya dari aglomerasi dari partikel yang lain [6].

Nanopartikel logam cenderung beragregasi karena adanya gaya antar partikel yang kuat

sehingga partikel-partikel tersebut akan mendekat dan berkumpul bersama membuat suatu partikel yang lebih besar seiring berjalannya waktu [7].

Kestabilan koloid ini akan berpengaruh terhadap pergeseran panjang gelombang. Semakin bergeser ke daerah batokromik (panjang gelombang yang lebih panjang) menandakan kemampuan aglomerasi partikel semakin besar sehingga kecepatan pengendapan partikel perak juga semakin cepat.

3.4 Sintesis Menggunakan Metode Hidrotermal

Sintesis dengan metode ini menggunakan air pada suhu dan tekanan tinggi untuk merubah struktur kristal dan membentuk material nanostruktur. Pertumbuhan kristal ini terjadi di dalam sebuah alat yang terbuat dari tabung baja yang dinamakan *autoclave*. metode hidrotermal bisa menghasilkan produk kristal dengan derajat kristalinitas yang tinggi dan dapat mengurangi aglomerasi diantara partikel.[8]

3.4.1 Sintesis tanpa stabilizer

Untuk sintesis tanpa *stabilizer*, hasil yang didapat berupa endapan berwarna coklat kehitaman pada dasar *autoclave* dan setelah endapan dikeringkan terbentuk endapan berwarna silver kemerahan di dasar tabung reaksi.



Gambar 4.5. : Hasil sintesis nanopartikel perak dengan metode hidrotermal tanpa *stabilizer*

3.4.2 Sintesis dengan stabilizer PVA

Pada percobaan ini, PVA berfungsi untuk *stabilizer* atau *capping agent* yang akan mengganggu nukleasi nanopartikel selama proses sintesis. PVA yang digunakan merupakan PVA 1 %. Dari hasil percobaan, didapatkan hasil berupa endapan kenyal

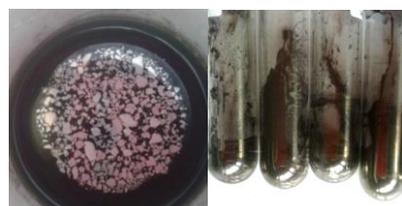
dan sebagian berbentuk seperti membran. Hal ini terjadi karena sifat fisik PVA yang berbentuk gel ketika dilarutkan dengan air yang mempengaruhi hasil sintesis. Dilihat dari strukturnya, PVA memiliki banyak gugus OH sehingga akan menyebabkan kepolaran meningkat dan konstanta dielektrikum lebih tinggi dibandingkan dengan tanpa *stabilizer* sehingga endapan padat yang terbentuk tidak sebanyak dengan perlakuan tanpa stabilizer. Hasil sintesis dengan penambahan PVA tidak dilakukan perlakuan lebih lanjut seperti karakterisasi dan uji yang lainnya karena dilihat dari sifat fisik yang dihasilkan setelah proses hidrotermal, nanopartikel yang diharapkan tidak terbentuk.



Gambar 4.7 : Sintesis nanopartikel dengan metode hidrotermal dengan penambahan *stabilizer* (PVA)

3.4.3 Sintesis dengan stabilizer DEA

Perlakuan untuk sintesis yang ketiga yaitu dengan penambahan *stabilizer* DEA. Fungsi DEA dalam hal ini sama dengan PVA yaitu sebagai *stabilizer* atau *capping agent*. Dari hasil sintesis terlihat adanya partikel perak yang terbentuk mengambang di permukaan dan sebagian yang lain mengendap di dasar *autoclave*. Hal ini karena massa nanopartikel perak yang terbentuk lebih ringan.



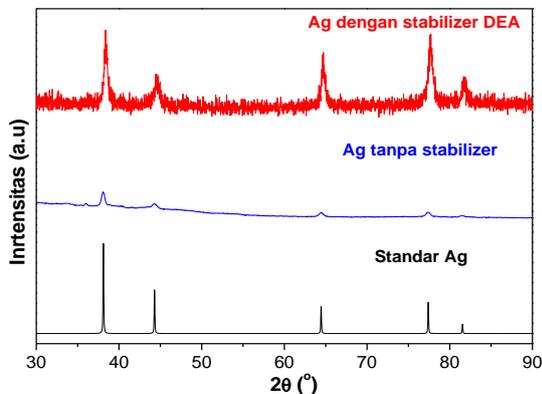
Gambar 4.8 : Sintesis dengan metode hidrotermal dengan *stabilizer* (DEA)

Sifat fisik dari nanopartikel perak dari hasil sintesis dengan *stabilizer* DEA memperlihatkan partikel yang terbentuk

berwarna silver kecoklatan dan setelah disentrifus dan dikeringkan di dalam desikator selama seminggu, partikel perak tidak berbentuk bubuk yang saling terpisah seperti partikel yang dihasilkan dari sintesis tanpa *stabilizer* melainkan padatan kental yang saling melekat satu sama lain. Dilihat dari stukturanya, DEA hanya mengandung dua gugus OH sehingga endapan yang terbentuk tidak sekental dengan penambahan PVA dan masih bisa dilakukan karakterisasi lebih lanjut.

3.5 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD dilakukan untuk menentukan ukuran kristal dan jenis kristal. [9]



Gambar 4.10 : Analisis XRD nanopartikel perak dengan konsentrasi AgNO_3 0,01 M menggunakan metode hidrotermal

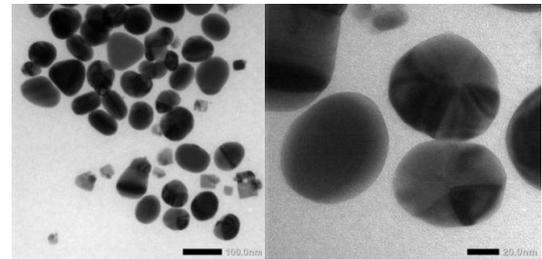
Gambar 4.10 merupakan hasil analisis XRD dari Ag 0,01 M yang disintesis dengan metode hidrotermal. Untuk sintesis tanpa *stabilizer*, dari gambar terlihat puncak yang muncul pada 2θ : $38,11^\circ$ (111) ; $44,23^\circ$ (200) ; $64,45^\circ$ (220) ; $77,43^\circ$ (311) ; $81,47^\circ$ (222) . Untuk sintesis dengan *stabilizer* DEA, dari gambar terlihat puncak yang muncul pada 2θ : $38,36^\circ$ (111) ; $44,69^\circ$ (200) ; $64,58^\circ$ (220) ; $77,73^\circ$ (311) ; $81,80^\circ$ (222). Struktur yang terbentuk adalah fcc yang sesuai dengan puncak Ag dengan nomor ICDD (International Centre for Diffraction Data 01-087-0718). Dari data pengukuran menggunakan XRD dapat ditentukan ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer. Setelah dilakukan perhitungan,

didapatkan nilai ukuran kristal 25 nm untuk sintesis tanpa *stabilizer* dan 50 nm untuk sintesis dengan *stabilizer* DEA.

3.6 Analisis Transmission Electron Microscopy (TEM)

TEM adalah alat yang teliti yang digunakan untuk menentukan ukuran nanopartikel karena resolusinya yang tinggi. Sampel yang berbentuk partikel akan dilakukan pendispersian dalam zat cair untuk proses pengukurannya. Hasil pengukuran TEM nanopartikel perak dari tumbuhan *L.valderianum* yang dilakukan oleh Roychoudhury dan Pal (2014) menunjukkan nanopartikel perak berbentuk *spherical*. [10]

3.6.1 Analisis TEM partikel Ag tanpa stabilizer



Gambar 4.12 : Analisis TEM nanopartikel perak dengan konsentrasi AgNO_3 0,01 M dengan metode hidrotermal tanpa *stabilizer*

Analisis TEM memperlihatkan bahwa partikel yang terbentuk berbentuk bulat dengan ukuran partikel rata-rata 70 nm. Ukuran yang lebih besar menandakan bahwa laju nukleasi partikel besar selama proses sintesis dikarenakan tidak adanya pengaruh *stabilizer* yang akan menghambat laju pertumbuhan partikel. Partikel yang dihasilkan dengan perlakuan ini masih tergolong skala nano karena ukurannya kecil dari 100 nm.

IV. Kesimpulan

Penelitian sintesis nanopartikel perak dari ekstrak daun gambir telah berhasil dilakukan. Variasi metode dan penggunaan *stabilizer* memperlihatkan hasil yang berbeda-beda. Analisa UV-vis memberikan informasi bahwa penggunaan *stabilizer* DEA lebih efektif untuk menghasilkan perak dengan ukuran partikel yang semakin kecil dibandingkan dengan tanpa *stabilizer* dan

dengan PVA. Hasil XRD dari metode hidrotermal memperlihatkan pola puncak logam Ag yang sesuai standar. Kristalinitas perak lebih bagus dengan penggunaan *stabilizer* DEA dibandingkan dengan yang tanpa *stabilizer*. Hasil TEM menunjukkan bahwa DEA lebih efektif untuk menghasilkan partikel yang lebih kecil dengan skala nano dengan ukuran sekitar 25 nm dibandingkan dengan tanpa stabilizer dengan ukuran sekitar 70 nm.

Referensi

1. Okafor,F., Janen,A., Kukhtareva,T., Edwards,V., Curley,M, 2014. Green Synthesis of Silver Nanoparticles, Their Characterization, Application and Antibacterial Activity. *International Journal of Environmental Research and Public Health*. ISSN 1660-4601
2. 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.
3. Rath M, Panda S, Dhal,N.K, 2014, Synthesis of silver nano particles from plant extract and its application in cancer treatment. *International Journal of Plant, Animal, and Environmental Sciences*. Volume 4
4. Rahmah, W, 2014, Sintesis nanokristal perak dengan menggunakan pereduksi alami, *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Andalas, Padang, 2014
5. Ortega,J.,Mendoza., Padilla,A., Vivanco, Toxqui,C., Zaca,P., Villegas,D., Chavez,F. Optical Fiber Sensor Based on Localized Surface Plasmon Resonance Using Silver Nanoparticles Photodeposited on the Optical Fiber End. *Sensors*. ISSN 1424-8220
6. Muzamil, M., Khalid, N., Aziz,M,D., Abbas,S,A, 2014, Synthesis of silver nanoparticles by silver salt reduction and its characterization. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 60.
7. Desai,R., Mankad,V., Gupta,S,K., Jha,P,K, 2012, Size Distribution of Silver Nanoparticles : UV-Visible Spectroscopic Assesment. *Nanoscience and Nanotechnology Letter*. Vol.4,
8. Quang,D,V., Chau,N,H, 2013, The Effect of Hydrothermal Treatment on SilverNanoparticles Stabiliz/ed by Chitosan and Its Possible Application to Produce Mesoporous Silver Powder. *Hindawi Publishing Corporation. Journal of Powder Technology*.Volume Article ID 281639
9. Monshi, A., Foroughi, M, R., Monshi, M, R., 2012, Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD. 2012. *World Journal of Nano Science and Engineering*, 2, 154-160
10. Roychoudhury,P., Pal,R, 2014, Synthesis and Characterization of Nanosilver-A blue green approach. *Indian Journal of Applied Research*, Volume :4, ISSN - 2249-555X