

JURNAL KIMIA UNAND

ISSN No. 2303-3401

Volume 4 Nomor 4
November, 2015



*Media untuk
mempublikasikan
hasil-hasil penelitian
mahasiswa dan dosen
Kimia FMIPA
Universitas Andalas*

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. OPTIMASI TRANSPOR METILEN BIRU MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH Elsa Fajrianti, Djufri Mustafa dan Refinel	1-22
2. KARAKTERISASI ELEKTRODA SUPERKAPASITOR BERBAHAN DASAR TEMPURUNG BIJI KARET Gesti Upramita, Olly Norita Tetra, dan Emriadi	23-27
3. UJI AKTIFITAS KATALITIK ZEOLIT ZSM-5 YANG DISINTESIS DARI ABU SEKAM PADI PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI DARI MINYAK JELANTAH Upita Septiani, Ervina Fahlefi, dan Safni	28-35
4. SINTESIS SrTiO_3 NANO KUBUS MENGGUNAKAN CETIL TRIMETIL AMONIUM BROMIDA (CTAB) SEBAGAI CAPPING AGENT DENGAN METODE SOLVOTERMAL Alvionita, Diana Vanda Wellia, dan Yulia Eka Putri	36-40
5. PENGARUH VARIASI KONSENTRASI GLISEROL DAN BERAT PATI TERHADAP SIFAT MEKANIK BIOPLASTIK DARI PATI BIJI DURIAN (<i>Durio zibethinus</i> Murr) Nanda Raudhatil Jannah, Novesar Jamarun, dan Yulia Eka Putri	41-46
6. OPTIMASI TRANSPOR ASAM BENZOAT MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH Novi Fauzi, Djufri Mustafa, Refinel	47-52
7. VARIASI PENAMBAHAN KONSENTRASI NITROGEN PADA PRODUKSI LIPID DARI MIKROALGA <i>Dunaliella salina</i> UNTUK BAHAN BAKU BIODIESEL Rini Yulia Ekanastiti, Marniati Salim, Zulkarnain Chaidir	53-59
8. UJI SENYAWA ANTIMIKROBA DARI ASAM LEMAK DAN FATTY ACID METHYL ESTER (FAME) MIKROALGA <i>Nannochloropsis oculata</i> Sari Rahmi, Marniati Salim, Zulkarnain Chaidir	60-66
9. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID SERTA UJI ANTIBAKTERI PADA DAUN <i>Ficus variegata</i> Blume M. Iqbal, Adlis Santoni, dan Mai Efdi	67-69

10. KARAKTERISASI ELEKTRODA SUPERKAPASITOR TiO_2/C BERPENDUKUNG KERAMIK 70-75
Aliza Rosdianty, Olly Norita Tetra, dan Admin Alif
11. PENENTUAN KADAR FENOLIK TOTAL DAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN MIKROALGA *Dunaliella salina* 76-82
Friscarini Medyanita, Armaini, dan Zulkarnain Chaidir
12. PEMANFAATAN BAYAM (*Amaranthus* sp) SEBAGAI FITOREMIDIATOR PADA TANAH YANG TERCEMAR LOGAM ALUMINIUM (Al) 83-88
Yogi Pernanda, Indrawati, dan Refilda
13. ISOLASI, KARAKTERISASIDAN UJI ANTIMIKROBA SENYAWA TRITERPENOID DARI EKSTRAK HEKSANA TUMBUHAN SUBANG-SUBANG (*Spilanthesspaniculata*Wall. ex DC.) 89-93
Suryati, Marniati Salim, dan Vivi Suci Endriyani
14. PENGARUH PENAMBAHAN NITROGEN TERHADAP PERTUMBUHAN *Nannochloropsis oculata* DAN PENENTUAN AKTIFITAS ANTIOKSIDAN 94-100
Yolani Syaputri, Elida Mardiah, dan Zulkarnain Chaidir
15. STUDI SPEKTROSKOPI *BLENDING* GARAM TRANSISI BESI(II) KLORIDA PADA ZnO DALAM ASETONITRIL 101-105
Rika Fitri Yeni, Syukri, dan Admi
16. ISOLASI, KARAKTERISASI DAN POTENSI ANTI BAKTERI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI FRAKSI ETIL ASETAT DAUN TANAMAN PACAR CINA (*Aglaia odorata* L) 106-110
Agus Rimus Liandi, Mai Efdi, dan Adlis Santoni
17. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI EKSTRAK KULIT BATANG KENANGA(*Cananga odorata* (Lam.) Hook.f. & Thomson) AKTIF SEBAGAI ANTIOKSIDAN 112-115
Donald Busrian, Bustanul Arifin, Afrizal
18. PENGARUH PENAMBAHAN GLISEROL DAN VARIASI BERAT PATI TERHADAP SIFAT MEKANIK BIOPLASTIK DARI PATI UMBI TALAS 116-121
Nia Permata Esy, Novesar Jamarun, Diana Vanda Wellia

- | | | |
|-----|--|----------------|
| 19. | SINTESIS SrTiO_3 DENGAN METODE SOLVOTERMAL DAN PENGUKURAN HANTARAN LISTRIKNYA
Rini Rahma Yanti, Diana Vanda Wellia, Yulia Eka Putri | 122-126 |
| 20. | PENENTUAN KONDISI OPTIMUM PENYERAPAN CO_2 HASIL PEMBAKARAN ARANG BATOK DAN SABUT KELAPA OLEH LARUTAN NATRIUM HIDROKSIDA
Sri Hardiati Qadri, Admin Alif, dan Olly Norita Tetra | 127-133 |

OPTIMASI TRANSPOR METILEN BIRU MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH

Elsa Fajrianti, Djufri Mustafa dan Refinel

Laboratorium Elektro/Fotokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: nafirefinel21@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

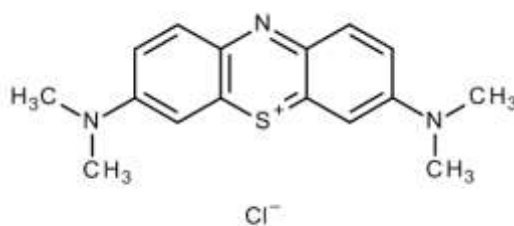
Methylene blue transport had been researched through bulk liquid membrane which consist of 6 mL methylene blue solution as a source phase, 12 mL HCl 0,01 N solution as acceptor phase and 30 mL of chloroform as membrane phase. The experiment operation technique was assisted by magnetic stirrer mixing at 250 rpm within 15 minutes equilibrium time. The content of methylene blue in source phase and acceptor phase was determined by UV-Visible Spectrophotometer at 661 nm of λ maxs. From the result, it can be concluded that the optimum condition of transport was $2,0 \times 10^{-5}$ M methylene blue with pH in source phase was 8, pH in acceptor phase was 2 and the optimum transport time was 4 hours. In this condition the percentage obtained transport of methylene blue in acceptor phase was 50,58 % and the remaining in the source phase was 19,49 %.

Keywords: Transport, Methylene Blue, Chloroform, Bulk Liquid Membrane

I. Pendahuluan

Dewasa ini, perkembangan industri semakin meningkat pesat baik di Indonesia maupun di Negara-negara lain. Perkembangan industri yang semakin pesat ini menghasilkan berbagai jenis limbah logam berat dan organik yang berbahaya sehingga dapat menjadi permasalahan serius bagi kesehatan dan lingkungan. Selain logam berat, terdapat senyawa zat warna yang sulit untuk diuraikan. Pembuangan limbah berwarna ke lingkungan merupakan sumber pencemaran dan dapat menimbulkan bahaya. Diperkirakan bahwa lebih dari 100.000 zat pewarna komersial tersedia dengan lebih dari 7×10^5 ton zat warna diproduksi setiap tahunnya [1]. Limbah zat warna cair yang tidak diolah ini dibuang ke perairan dapat menyebabkan kerusakan kehidupan air atau manusia dengan efek mutagenetik dan karsinogenik. Pembuangan limbah tersebut menyebabkan efek toksik bagi lingkungan [2]. Untuk itu, pemisahan dari limbah zat warna cair menjadi sesuatu yang penting untuk dilakukan.

Salah satu zat warna yang paling umum digunakan dalam industri tekstil adalah Metilen Biru. Metilen biru memiliki rumus molekul $C_{16}H_{18}N_3SCl$ dan termasuk salah satu kelompok zat warna *thiazine*. Struktur dari metilen biru dapat dilihat sebagai berikut:



Gambar 1. Struktur Metilen Biru

Metilen biru sering digunakan karena ekonomis dan mudah diperoleh. Metilen Biru juga termasuk zat warna dasar yang penting dalam proses pewarnaan kulit, kain mori, kain katun, dan lain-lain. Penggunaan senyawa ini dapat menimbulkan beberapa

efek, seperti iritasi saluran pencernaan jika tertelan, menimbulkan sianosis jika terhirup, dan iritasi pada kulit [3].

Akibatnya, banyak teknik serbaguna yang dikembangkan untuk mengatasi masalah pengolahan limbah ini. Banyak metode yang umum digunakan untuk mengatasi permasalahan limbah warna seperti metode biodegradasi [4], adsorpsi [5], ozonasi [6], dan fotodegradasi [7]. Beberapa teknik dapat memberikan hasil yang baik namun sering menimbulkan kesulitan pada perlakuannya [8]. Metode lain seperti ekstraksi pelarut juga sering dan umum digunakan. Metode ini didasarkan pada pemisahan ion atau molekul dengan cara mengekstraknya dari pelarut air ke dalam pelarut organik dan kemudian diekstraksi kembali ke dalam pelarut air. Bila ditinjau dari aspek ekonomis metoda ini kurang efektif karena selain membutuhkan bahan-bahan kimia relatif banyak juga waktu pemisahan yang lama. Oleh hal tersebut maka dicari suatu alternatif lain untuk proses pemisahan, yang salah satunya adalah dengan teknik membran cair fasa ruah [9].

Pemakaian membran cair untuk sistem pemisahan suatu spesies kimia tertentu dalam konsentrasi rendah telah dikenal secara luas dalam beberapa literatur [9]. Membran cair merupakan pilihan alternatif yang dapat digunakan untuk pemisahan spesi kimia tertentu karena bersifat selektif permialabel dengan cara memanfaatkan pelarut organik ataupun anorganik tertentu yang berfungsi sebagai lintasan transpor dari komponen kimia yang akan dipisahkan. Teknik membran cair fasa ruah ini dipilih karena memberikan keuntungan dibandingkan dengan proses lain diantaranya memiliki selektivitas yang tinggi, penggunaan energi yang rendah dan kemudahan cara pemakaian. Selain itu membran dapat didaur ulang serta proses ekstraksi dan ekstraksi balik (*stripping*) dari spesi kimia tertentu berlangsung dalam satu tahap secara kontinu sehingga memungkinkan proses ekstraksi dengan teknik membran cair fasa ruah ini lebih praktis dibandingkan dengan teknik ekstraksi pelarut yang dilakukan secara berulang-ulang [10-11].

Pada penelitian ini telah dilakukan optimasi transpor metilen biru menggunakan teknik membran cair fasa ruah tanpa adanya zat pembawa pada fasa membran. Penentuan kadar senyawa Metilen biru dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Vis pada panjang gelombang maksimum 661 nm. Dimana setiap sampel yang tertransport ke fasa penerima dan yang tersisa di fasa sumber ditentukan absorbannya untuk selanjutnya ditentukan konsentrasi dari metilen biru dengan metode kurva kalibrasi standar larutan metilen biru.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan keluaran Merck antara lain: kloroform p.a (CHCl_3), Metilen biru ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCL}$), amoniak (NH_4OH), Buffer Amoniak pH 7,8,9, dan 10, Buffer Asetat pH 6, asam klorida (HCl), dan akuades.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer UV-Vis (Genesys 20). pH meter (Metrohm 827), Neraca Analitik (ALJ 220-4NM), sel membran cair fasa ruah, magnetik stirrer (AGIMATIC REV-E), dan alat-alat gelas kimia lainnya.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan Larutan Fasa Sumber

Larutan induk metilen biru ($M_r = 319,86$ g/mol) dengan konsentrasi 0,01 M disiapkan dengan melarutkan 0,1599 g metilen biru dengan akuades dalam gelas piala dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades kedalam labu ukur 50 mL. Larutan induk metilen biru 0,01 M diambil 2,5 mL diencerkan dalam labu 25 mL dengan akuades, terbentuk metilen biru 10^{-3} M. Kemudian dari larutan metilen biru 10^{-3} M diambil 10 mL diencerkan dalam labu 100 mL dengan akuades, terbentuk larutan metilen biru 10^{-4} M. Selanjutnya Larutan metilen biru 10^{-4} M diambil sebanyak 10 mL kemudian ditambahkan NaOH 0,01 N untuk mengatur pH dan tambahkan 5 mL larutan buffer, encerkan dengan akuades kedalam labu ukur 50 mL sehingga diperoleh larutan metilen biru $2,0 \times 10^{-5}$ M.

2.2.2 Pembuatan Larutan Fasa Membran

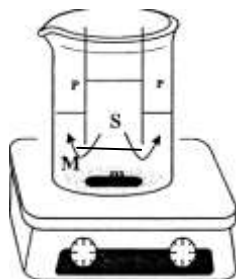
Fasa membran yang berupa kloroform dipipet sebanyak 30 mL.

2.2.3 Pembuatan Larutan Fasa Penerima

Dari larutan HCl 37% (12,04 N) diambil 21 mL dan diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan akuades, terbentuk larutan HCl 5 N. Dari larutan HCl 5 N diambil 10 mL dan diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan akuades, terbentuk larutan HCl 1 N. Kemudian, dari larutan HCl 1 N diambil 10 mL dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan akuades, terbentuk larutan HCl 0,1 N. Selanjutnya, dari larutan HCl 0,1 N diambil 10 mL dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan akuades, terbentuk larutan HCl 0,01 N.

2.3 Prosedur Kerja

Percobaan dilakukan dengan menggunakan Metoda Safavi seperti pada Gambar 2. Larutan yang terdiri dari kloroform sebanyak 30 mL ditempatkan pada dasar gelas piala yang mempertemukan 2 fasa larutan yaitu fasa sumber (di dalam tabung kaca silindris) dan fasa penerima (di bagian luar tabung kaca silindris).



Gambar 2. Sel membran cair fasa ruah (P: fasa penerima; S: fasa sumber; M: fasa membran; m: magnetik bar)

Fasa sumber berisi 6 mL metilen biru $2,0 \times 10^{-5}$ M dengan pH tertentu sedangkan fasa penerima berisi 12 mL HCl 0,01 M. Pada bagian bawah lapisan organik ditempatkan pengaduk magnetik dengan kecepatan 250 rpm. Larutan diaduk selama 1 jam dan didiamkan selama 15 menit. Banyaknya metilen biru yang ditranspor ke fasa penerima dan yang bersisa di fasa sumber ditentukan oleh Spektrofotometer UV-VIS.

2.4 Penentuan Kondisi Optimum Transpor Metilen Biru

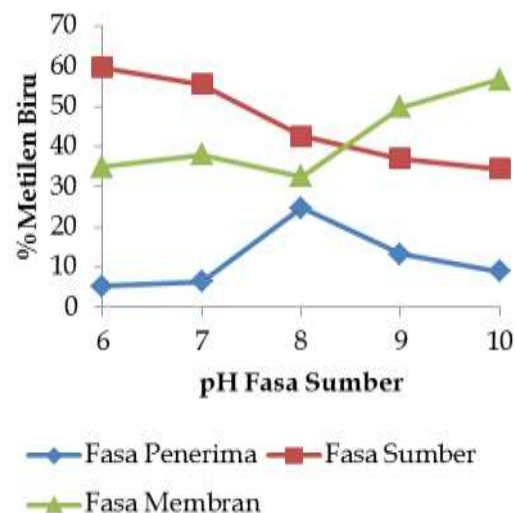
Pengaturan kondisi percobaan dengan variasi sebagai berikut:

1. Variasi pH pada Fasa Sumber (6,7,8,9 dan 10)
2. Variasi pH Fasa Penerima (1,2 dan 3)
3. Variasi Konsentrasi Fasa Sumber ($1,0 \times 10^{-5}$; $1,5 \times 10^{-5}$; $2,0 \times 10^{-5}$; $2,5 \times 10^{-5}$ dan $3,0 \times 10^{-5}$ M)
4. Variasi Waktu Transpor (1,2,3,4,5,dan 6 jam)

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengaruh pH Fasa Sumber Terhadap Persentase Transpor Metilen Biru

Penentuan pengaruh pH pada fasa sumber bertujuan untuk mendapatkan pH yang cocok dalam proses transpor metilen biru yang tinggi ke fasa penerima. pH merupakan faktor yang sangat penting untuk memperoleh metilen biru dalam bentuk molekul dalam air.



Gambar 3. Pengaruh pH fasa sumber terhadap persentase transpor metilen biru ke fasa penerima, fasa sumber dan fasa membran.

Kondisi Percobaan: Fasa sumber 6 mL metilen biru $2,0 \times 10^{-5}$ M dengan variasi pH, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL HCl 0,01 N.

Pada penelitian ini dilakukan variasi pH dari pH 6-10. Pemilihan variasi pH fasa sumber pada rentang pH tersebut karena sudah dilakukan percobaan pendahuluan

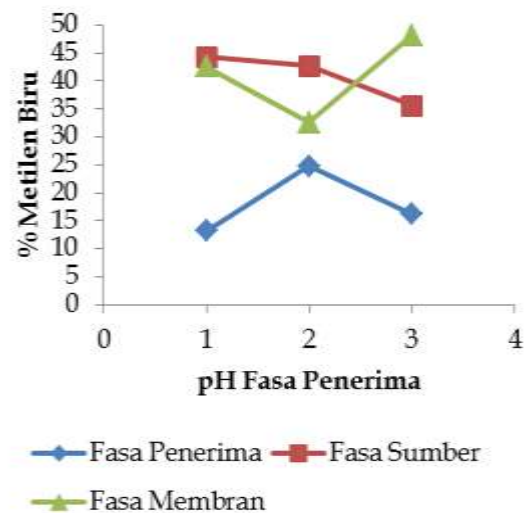
yaitu metilen biru diekstraksi dengan pelarut kloroform dari pH 2 sampai pH 12. Dari percobaan tersebut terlihat bahwa pada pH basa metilen biru lebih banyak masuk ke fasa organik (kloroform). Pada Gambar 3 terlihat bahwa pH 8 adalah pH optimum untuk transpor metilen biru dengan persentase ke fasa penerima sebesar 24,77 % dalam waktu 1 jam.

Dari kurva terlihat pada pH 8 konsentrasi metilen biru turun dengan tajam di dalam fasa sumber. Ini menunjukkan pada pH tersebut metilen biru membentuk struktur molekul, dimana pada kondisi tersebut kepolaran dari metilen biru hampir sama dengan kepolaran dari fasa membran sehingga metilen biru berdifusi ke fasa membran. Semakin basa pH pada fasa sumber konsentrasi metilen biru di fasa sumber semakin kecil, namun pada pH 9 dan 10 tidak memperlihatkan perubahan yang nyata. Pada pH yang lebih basa konsentrasi OH^- semakin besar sehingga terjadi kompetisi tempat antara OH^- dengan Cl^- dari metilen biru. Akibatnya metilen biru susah ditarik oleh fasa penerima dan mengakibatkan terjadinya penurunan jumlah transpor ke fasa penerima. Sedangkan pH kecil dari 8 metilen biru bermuatan positif dalam larutan air. Apabila larutan fasa sumber tidak dalam keadaan netral atau terionisasi, maka metilen biru di fasa sumber sulit masuk ke fasa membran sehingga metilen biru yang ditranspor sedikit ke fasa penerima.

3.2 Pengaruh pH Fasa Penerima Terhadap Persentase Transpor Metilen Biru

pH HCl pada fasa penerima merupakan faktor yang mempengaruhi transpor metilen biru yaitu berperan untuk menarik metilen biru yang ada di fasa membran agar sampai ke fasa penerima. Untuk itu perlu dilakukan pengaturan pH HCl dalam fasa penerima sehingga proses transpor metilen ke fasa penerima mencapai optimum. Pada penelitian ini dilakukan variasi pH pada larutan fasa penerima dari pH 1-3. Pemilihan variasi pH pada kondisi asam dipilih karena senyawa yang akan ditranspor merupakan senyawa basa. Dilihat dari struktur molekul metilen biru

(gambar 1), ada pasangan elektron sunyi dalam atom N yang dapat mengikat ion H^+ dalam fasa penerima yang asam sehingga terjadi interaksi antara metilen biru dengan fasa penerima yang asam.



Gambar 4. Pengaruh pH fasa penerima terhadap persentase transpor metilen biru di fasa penerima, fasa membran dan fasa sumber.

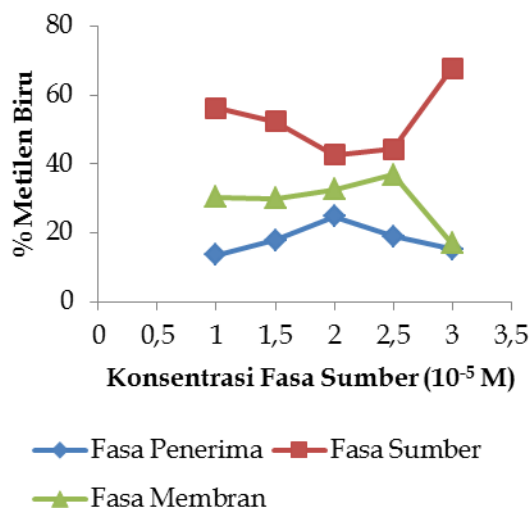
Kondisi Percobaan : Fasa sumber 6 mL metilen biru $2,0 \times 10^{-5}$ M pH 8, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL HCl dengan variasi pH.

Pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa metilen biru banyak ditranspor pada pH 2 di larutan fasa penerima. Pada pH tersebut sebanyak 24,77 % metilen biru ditranspor ke fasa penerima dalam waktu 1 jam. Pada kondisi tersebut metilen biru dalam bentuk ion dan stabil dalam fasa penerima dan tidak balik ke fasa membran. Sedangkan pada pH yang kurang asam yakni pada pH 3, transpor metilen biru mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena metilen biru kembali ke dalam bentuk molekul sehingga akan balik ke fasa membran. Hal ini sesuai dengan nilai pK_a nya metilen biru adalah 3,8. Sedangkan pH fasa penerima yang lebih asam yakni pada pH 1 terlihat metilen biru juga mengalami penurunan jumlah transpor. Hal ini mungkin saja disebabkan karena metilen biru sebagai senyawa basa organik lemah

dapat dirusak oleh pH yang terlalu asam ataupun terlalu basa.

3.3 Pengaruh Konsentrasi Fasa Sumber Terhadap Persentase Transpor Metilen Biru

Konsentrasi dari metilen biru di fasa sumber mempengaruhi jumlah metilen biru yang tertranspor hingga ke fasa penerima. Pada gambar 5 dapat dilihat bahwa kondisi optimum transpor dicapai pada saat konsentrasi metilen biru di fasa sumber $2,0 \times 10^{-5}$ M dengan persentase konsentrasi metilen biru di fasa penerima adalah 24,77% dalam waktu 1 jam.



Gambar 5. Pengaruh konsentrasi metilen biru pada fasa sumber terhadap persentase transpor metilen biru ke fasa penerima dan sisa metilen biru dalam fasa sumber.

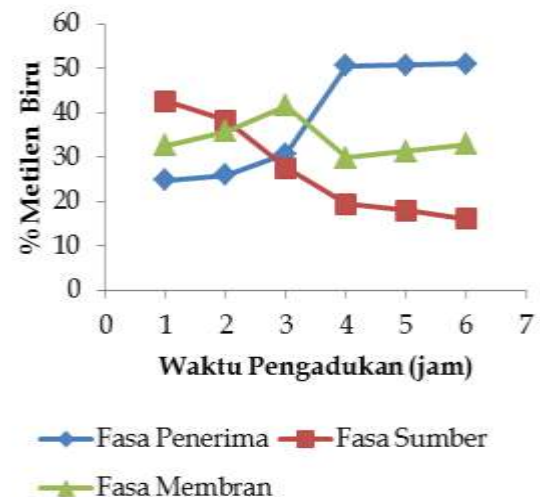
Kondisi Percobaan : Fasa sumber 6 mL metilen biru $2,0 \times 10^{-5}$ M pH 8, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL HCl 0,01 N.

Pada konsentrasi metilen biru yang lebih besar yaitu pada konsentrasi $2,5 \times 10^{-5}$ M dan pada konsentrasi $3,0 \times 10^{-5}$ M terjadi penurunan persentase transpor metilen biru yang ditranspor ke fasa penerima. Hal ini disebabkan karena daya tampung fasa membran atau media transpornya yang sudah jenuh. Selain itu juga disebabkan karena pengaturan pHnya tidak lagi cocok pada konsentrasi metilen biru yang lebih besar maupun pada konsentrasi yang lebih kecil yakni pada konsentrasi $1,0 \times 10^{-5}$ M

dan konsentrasi $1,5 \times 10^{-5}$ M sehingga menyebabkan metilen biru yang tertranspor juga sedikit.

3.4 Pengaruh Waktu Transpor Terhadap Persentase Transpor Metilen Biru

Faktor lama pengadukan sangat mempengaruhi interaksi tumbukan antar molekul dalam memperlancar terjadinya proses difusi [10]. Waktu transpor ditentukan dari lamanya waktu pengadukan yang dilakukan untuk mentranspor metilen biru dari fasa sumber ke fasa penerima.



Gambar 6. Pengaruh waktu transpor terhadap persentase transpor metilen biru di fasa penerima, fasa membran dan fasa sumber.

Kondisi Percobaan : Fasa sumber 6 mL metilen biru $2,0 \times 10^{-5}$ M pH 8, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL HCl 0,01 N.

Pada Gambar 6 menunjukkan waktu transpor 4 jam merupakan waktu transpor optimum metilen biru dari fasa sumber ke fasa penerima. Dimana pada waktu 4 jam terjadi kenaikan jumlah transpor yang cukup signifikan dan pada waktu yang sama konsentrasi metilen biru dalam fasa sumber mengalami penurunan. Persentase metilen biru yang tertranspor ke fasa penerima dalam waktu 4 jam adalah sebesar 50,58%. Terlihat bahwa semakin lama waktu transpor metilen biru maka makin banyak pula persentase metilen biru yang ditranspor ke fasa penerima, namun setelah

waktu 4 jam transpor metilen biru ke fasa penerima tidak menunjukkan kenaikan yang cukup signifikan dan sudah mulai jenuh. Hal ini disebabkan karena zat warna metilen biru tidak menggunakan zat pembawa dalam proses transpornya, selain itu proses transpor metilen biru tanpa menggunakan zat pembawa ini juga mempunyai batas kemampuan dalam mentranspor metilen biru itu sendiri. Ternyata dengan menggunakan zat pembawa, proses transpor metilen biru lebih tinggi seperti penelitian yang dilakukan oleh Madaeni (2011), kondisi optimum transpor metilen biru diperoleh sebesar 85% dengan menggunakan Cyanex 301 sebagai zat pembawa, namun dengan waktu transpor yang lebih lama yakni selama 7 jam [11].

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa transpor metilen biru dapat dilakukan melalui teknik membran cair fasa ruah. Kondisi optimum transpor metilen biru diperoleh pada saat pH fasa sumber 8, pH fasa penerima 2, konsentrasi Metilen biru sebagai fasa sumber sebesar $2,0 \times 10^{-5}$ M dan waktu transpor 4 jam. Pada kondisi ini didapatkan persentase transpor metilen biru dari fasa sumber ke fasa penerima sebesar 50,58% dan persentase metilen biru sisa di fasa sumber sebesar 19,49%.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Analis Laboratorium Elektro/Fotokimia Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas.

Referensi

1. Torres, J. M. O., Cardenas, C. V., Moron, S., Guzman, A. P. A., Thomas Edison, E., dela and Cruz, T. E. E. D, **2011**, Dye Decolorization Activities of Marine-Derived Fungi Isolated from Manila Bay and Calatagan Bay, Philippines, *Philippine J. of Science*, 140 (2), 133-143.
2. Razmara, R. S., Daneshfar, A., and Sahrai, R, **2011**, Determination of

methylene blue and sunset yellow in wastewater and food samples using salting-out assisted liquid-liquid extraction, *J. of Industrial and Engineering Chemistry*, 17, 533-536.

3. Yunani, N. Y., Fatimah, I., dan Riyanto, Preparasi Fe(III)-Montmorillonit Sebagai Katalis Pada Fotooksidasi Metilen Biru, *J. FMIPA Universitas Islam Indonesia*.
4. Ong, S. A., Toorisaka, E., Hirata, M., and Hano, T, **2005**, Biodegradation of redox dye Methylene Blue by up-flow anaerobic sludge blanket reactor, *J. of Hazardous Materials*, B124, 88-94.
5. Andini, S., Cioffi, R., Colangelo, F., Montagnaro, F., and Santoro L, **2008**, Adsorption of chlorophenol, chloroaniline and methylene blue on fuel oil fly ash, *J. of Hazardous Materials*, 157, 599-604.
6. Zhang, S., Wang, D., Zhang, S., Zhang, X., and Fan, P, **2013**, Ozonation and carbon-assisted ozonation of methylene blue as model compound: Effect of solution pH, *Procedia Environmental Sciences*, 18, 493 - 502.
7. Houas, A., Lachheb, H., Ksibi, H., Elaloui, E., Guillard, C., and Herrmann, J. M, **2001**, Photocatalytic degradation pathway of methylene blue in water, *Applied Catalysis B: Environmental*, 31, 145-157.
8. Memon, F. N., Memon, S., and Minhas, F. T, **2014**, Rapid Transfer of Methyl Red using calix[6]arene as a Carrier in a Bulk Liquid Membrane, *C. R. Chimie*, 17, 577-585.
9. Yulistia, V., Mustafa, D., dan Refinel, **2013**, Optimasi Transpor Asam Salisilat Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah, *J. Kimia Unand*, 2(3), 68-73.
10. Sari, Zulfiati Rahmi Permata, **2014** Transpor Iodin Melalui Membran Kloroform Dengan Asam Oksalat Sebagai Fasa Penerima Dalam Teknik Membran Cair Fasa Ruah, *Skripsi Kimia Universitas Andalas*, 6-7.
11. Madaeni, S. S., Jamali, Z., and Islami N, **2011**, Highly efficient and selective transpor of methylene blue through a bulk liquid membran containing Cyanex 301 as carrier, *Separation and Purification Technology*, 81, 116-123.

KARAKTERISASI ELEKTRODA SUPERKAPASITOR BERBAHAN DASAR TEMPURUNG BIJI KARET

Gesti Upramita, Olly Norita Tetra, Emriadi

Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: gestimita@yahoo.co.id / Olly512@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Characterization of the supercapacitor electrode made of rubber seed shell has been successfully carried out. Based on X-ray diffraction pattern, there are two broad peaks at 2θ angles around 25° and 41° are typical for carbon materials. The surface morphology of rubber seed shell carbon plate has a homogeneous surface morphology. The Effect of H_3PO_4 as the electrolyte is added to polyvinyl alcohol is done with H_3PO_4 concentrations to vary from 0.3 to 1.0 M. It was found that the optimum capacitance value contained at a concentration of 0.9 M H_3PO_4 in the amount of 69.85 nF and 53.4 nF.

Keywords: Supercapacitors, Rubber Seed Shell, Capacitance, Polyvinyl Alcohol

I. Pendahuluan

Superkapasitor adalah terobosan baru yang sedang dikembangkan pada saat sekarang ini. Penggunaan superkapasitor sebagai penyimpan energi dalam jumlah besar untuk memenuhi kebutuhan listrik menjadi solusi yang tepat karena memiliki banyak kelebihan dibanding dengan alat penyimpan energi yang lain seperti baterai. Superkapasitor merupakan perangkat penyimpan energi dengan kapasitas sangat tinggi. Dari sisi teknis, superkapasitor memiliki jumlah siklus yang relatif banyak (>100000 siklus), kerapatan energi yang tinggi, kemampuan menyimpan energi yang besar, prinsip yang sederhana dan konstruksi yang mudah.^[1] Superkapasitor terdiri dari tiga komponen yang penting yaitu elektroda, elektrolit dan pemisah.^[2] Elektroda merupakan suatu komponen yang penting dalam menentukan energi yang tersimpan dalam sebuah superkapasitor. Elektroda yang biasa digunakan dalam pembuatan superkapasitor adalah karbon nanotube ^[3], karbon aktif ^[4], logam oksida ^[5], dan polimer konduktif.^[6] Pada dasarnya material logam ini mahal dan susah dalam pembuatannya. Oleh sebab itu, dibutuhkan terobosan baru dalam pembuatan

superkapasitor dengan bahan yang murah dengan performa yang sama salah satunya adalah karbon. Karbon merupakan material yang biasa digunakan sebagai elektroda superkapasitor karena memiliki beberapa keunggulan diantaranya luas permukaannya dan porositas yang besar, mempunyai sifat konduktivitas listrik tinggi, mempunyai aksesibilitas yang tinggi dengan elektrolit dan stabil jika ingin dikembangkan untuk superkapasitor berkinerja tinggi.^[7]

Pemanfaatan elektroda berbahan dasar karbon untuk dijadikan superkapasitor telah pernah dilakukan, diantaranya pengaruh elektrolit H_2SO_4 terhadap sifat listrik dari elektroda campuran zeolit dari bottom ash dan resin damar sebagai superkapasitor dan didapat nilai konduktivitas maupun kapasitansi optimum yaitu masing - masing $26, 57 \cdot 10^{-5}$ S/cm dan 6, 39 nF.^[8] Pengaruh struktur pori terhadap kapasitansi elektroda superkapasitor yang dibuat dari karbon nano pori telah dilaporkan oleh Teguh Ariyanto (2014) dan diperoleh nilai kapasitansi sebesar 336 F/g.^[9] Serta efek penumbuhan nanopartikel platinum pada elektroda karbon terhadap prestasi superkapasitor telah dilaporkan oleh

Barmawi (2011) dan diperoleh nilai kapasitansi pada konsentrasi elektrolit H_2SO_4 0,25 M dan 0,5 M adalah sebesar 9,54 F/g dan 21,67 F/g.^[10]

Penggunaan karbon aktif dari serbuk gergaji kayu karet yang dijadikan elektroda superkapasitor dengan bervariasi waktu *ball milling* pada serbuk gergaji sebagai elektroda karbon telah pernah dilaporkan oleh Fitria P (2014) dan diperoleh waktu *ball milling* optimum dengan nilai kapasitansi spesifik sel sebesar 55,414 F/g selama 20 jam^[11] dan karbon aktif dari tempurung kelapa yang didoping dengan ZnO dengan bervariasi elektrolit yang digunakan yaitu H_3PO_4 , LiOH dan Na_2SO_4 telah dilaporkan oleh Rosi Memoria (2013) dan diperoleh nilai kapasitansi tertinggi sebesar 60,4 Fg⁻¹ dengan menggunakan elektrolit Na_2SO_4 .^[12]

Berdasarkan pada penelitian - penelitian tersebut belum ada dilaporkan pemanfaatan tempurung biji karet sebagai bahan elektroda superkapasitor maka pada penelitian ini dipelajari pengaruh elektrolit asam pospat (H_3PO_4) terhadap sifat listrik pada elektroda superkapasitor berbahan dasar tempurung biji karet, karena tempurung biji karet merupakan material yang dapat menghasilkan karbon aktif. Tempurung biji karet adalah limbah biomassa dan saat ini tidak memiliki nilai komersial. Oleh karena itu bahan karbon ini sangat potensial dimanfaatkan sebagai elektroda superkapasitor yang bernilai tinggi.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Tempurung biji karet yang merupakan limbah diambil dari perkebunan karet di Kabupaten Sijunjung, Lem Silikon (lem kaca), PoliVinil Alkohol (Bratachem), H_3PO_4 (Merck) dan akuades.

Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX), X-Ray Diffraction (XRD).

2.2. Prosedur penelitian

Pembuatan Bahan Elektroda

Tempurung biji karet diambil di Kabupaten Sijunjung, di potong kecil-kecil, dibersihkan

dengan akuades dan dikeringkan pada temperatur kamar. Tempurung biji karet yang telah kering, digerinda terlebih dahulu, setelah itu di oven selama 1 jam pada suhu 100 °C. Setelah itu tempurung biji karet di furnace pada suhu 300 °C selama 1 jam.^[13] Hasil furnace di giling menggunakan lumpang dan diayak dengan ayakan ultrasonik dengan ukuran 125 μm . Setelah itu serbuk tempurung biji karet ditambah lem silikon (lem kaca) dengan perbandingan 2 : 0,05, 2 : 1, dan 2 : 1,5 dan campuran dihomogenkan. Setelah itu dicetak dengan ukuran 3 cm x 3 cm dengan menggunakan kertas karton sebagai *template* elektroda.

Karakterisasi Elektroda

Elektroda yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan SEM - EDX (Scanning Electron Microscopes-Energy Dispersive X-Ray), dan XRD (X-Ray Diffraction).

Proses Pembuatan Polimer Elektrolit sebagai Separator atau Pemisah

Pembuatan polimer elektrolit dengan mencampurkan 1 gram poli vinil alkohol (PVA) dan 10 mL larutan H_3PO_4 (asam pospat). Konsentrasi H_3PO_4 yang digunakan adalah 0,3 M. Campuran tersebut kemudian didiamkan selama lebih kurang 1 jam. Kemudian dipanaskan pada suhu sekitar 45 °C selama 15 menit sambil diaduk. Setelah homogen, dituangkan kedalam cawan petri, dan dibiarkan kering secara alami. Elektrolit akan mudah dikeluarkan dari cawan petri setelah kering, kemudian dibentuk sesuai ukuran elektroda.

Pembuatan Superkapasitor

Struktur superkapasitor dibuat seperti *sandwich*, dimana diantara dua elektroda superkapasitor diselipkan satu buah polimer elektrolit. Elektroda tersebut kemudian ditempelkan pada lempengan logam tembaga (Plat Cu), selanjutnya ditekan dengan plat kaca agar rakitan tidak renggang dan dijepit dengan penjepit.

Pengukuran LCR Meter

Plat yang dibuat berdasarkan komposisi bahan diukur menggunakan LCR (Induktansi, Kapasitansi, Resistansi) Meter untuk melihat nilai kapasitansi. Pada pengukuran dengan pengaruh elektrolit pelat disusun 2 lapis dengan lapisan elektrolit terletak ditengah lapisan pelat elektroda

III. Hasil dan Pembahasan

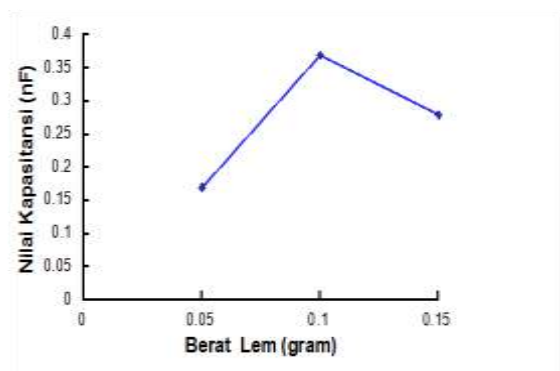
3.1. Karbon Aktif Tempurung Biji Karet

Tabel 3.1 Warna karbon aktif yang dihasilkan

Suhu (°C)	Warna
200	Coklat Kehitaman
300	Hitam
400	Abu

Karbon yang dihasilkan dari pembakaran suhu 300 °C lebih baik dibandingkan suhu yang lainnya. Hal ini terlihat dari perubahan warna yang dihasilkan dari pembakaran tempurung biji karet. Pada suhu 300 °C menghasilkan warna yang hitam dibandingkan suhu 200 °C dan suhu 400 °C. Pada suhu 400 °C warna abu-abu menandakan sebagian besar karbon sudah berubah menjadi abu (oksida)

3.2 Pengaruh Penambahan Lem Kaca pada Karbon Aktif Tempurung Biji Karet

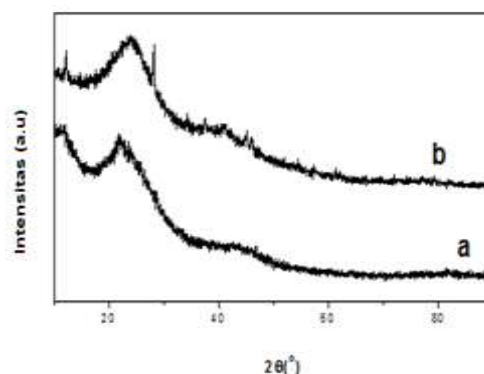


Gambar 3.1 Pengaruh Penambahan Lem Kaca terhadap Karbon Aktif Tempurung Biji Karet sebagai Elektroda Superkapasitor

Pada Gambar 3.1 terlihat bahwa penambahan lem kaca dapat mempengaruhi nilai kapasitansi elektroda karbon aktif tempurung biji karet. Nilai kapasitansi optimum terdapat pada penambahan lem kaca sebesar 0,1 gram. Semakin besar penambahan lem kaca maka semakin tinggi nilai kapasitansi elektroda karbon tempurung biji karet. Namun terjadi penurunan nilai kapasitansi pada penambahan lem 0,15 gram. Hal ini dikarenakan lem kaca dapat menutup pori-pori elektroda karbon tempurung biji karet, sehingga ion-ion positif maupun ion-ion negatif yang akan berkumpul pada antar muka elektroda dan elektrolit sedikit mengalami polarisasi dan nilai kapasitansi elektroda karbon yang dihasilkan kecil.

3.3 Karakterisasi Elektroda Karbon Tempurung Biji Karet

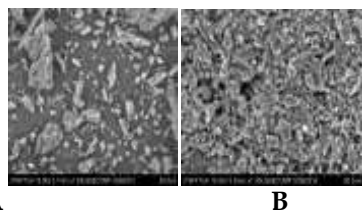
3.3.1 Karakterisasi XRD



Gambar 3.2 Difraktogram Plat Elektroda Karbon Tempurung Biji Karet (a) dan Karbon Tempurung Biji Karet (b)

Terlihat pada Gambar 3.2. Dua puncak lebar pada sudut 2θ sekitar 25 ° dan 41° merupakan tipe dari material karbon [12].

3.3.2 Karakterisasi menggunakan SEM EDX



Gambar 3.3. Foto SEM karbon tempurung biji karet , pembesaran 1000 x (A) dan plat elektroda tempurung biji karet 1000 x (B).

Pada gambar 4.3 terlihat morfologi permukaan dari karbon tempurung biji karet belum rata dan terdapat beberapa aglomerat. Karbon aktif tempurung biji karet sebagai elektroda didominasi oleh karbon 74.79 % dan oksigen 25.21% (Tabel 4.2). Hal ini menunjukkan bahwa karbon tempurung biji karet sebagian besar mengandung unsur karbon. Morfologi permukaan dari plat elektroda tempurung biji karet memiliki morfologi permukaan yang homogen. Pada plat elektroda karbon tempurung biji karet didominasi oleh unsur karbon 66.43 %, oksigen 25.31 % dan silikon 8.26 % (Tabel 4.3). Silikon berasal dari penambahan lem terhadap elektroda karbon tempurung biji karet (Tabel 4.3). Sedangkan karbon tempurung biji karet yang tidak ditambah dengan lem tidak mengandung Si.

Tabel 3.2 Persentase komposisi unsur penyusun karbon tempurung biji karet.

Unsur	Pengukuran			% Atom
	1	2	3	
C	73.53	77.04	73.82	74.79
O	26.47	22.96	26.18	25.21

Tabel 3.3 Persentase Komposisi unsur penyusun plat elektroda karbon tempurung biji karet

Unsur	Pengukuran			% Atom
	1	2	3	
C	70.61	65.00	63.68	66.43
O	26.50	31.47	17.98	25.31
Si	2.89	3.53	18.34	8.26

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa karbon tempurung biji karet dapat digunakan sebagai bahan dasar superkapasitor. Berdasarkan pola difraksi X-ray dari karbon tempurung biji karet merupakan material amorf, terdapat dua puncak lebar pada sudut 2θ sekitar 25° dan 41° yang merupakan tipe material karbon. Morfologi permukaan dari plat elektroda tempurung biji karet memiliki morfologi permukaan yang homogen.

V. Ucapan terima kasih

Penulis ingin mengucapkan terimakasih yang setulus-tulusnya kepada : Ibu Olly Norita Tetra, M.Si dan Bapak Pfor. Dr. Emriadi selaku pembimbing I dan II serta bapak Prof. Dr. Admin Alif yang telah memberikan petunjuk, bimbingan serta arahan dalam penelitian ini. Dan kepada LPPM melalui dana DiPA dosen muda 2015 sehingga terlaksananya penelitian ini. Serta terimakasih kepada semua analis laboratorium yang telah ikut membantu dalam penelitian ini.

Referensi

1. Simon, P., and Burke, A.,**2008**, Nanostructured Carbons : Double Layer Capacitance Electrochemical, *Society Interface*, 38-43.
2. Schneuwly, A., and Roland, G.,**2000**, Properties and Applications of Supercapacitors From the State-of-the art to Future Trends, *PCIM*, 1-10.
3. Du, N, Pan.,**2006**, Supercapacitors Using Carbon Nanotubes Films by Electrophoretic Deposition, *Journal of Power Sources*, 160, 1487-1494.
4. Hashim, M, A.,Sa'adu, L., andKarso, **2012**, Supercapacitors Based on Activated Carbon And Polymer Electrolyt, *Int Journal of Sustainable Energy and Environmental Research*, 1 (1), 1-6.
- Yuan, L.,**2011**, Flexible Solid- State Supercapacitors Based-on Carbon Nanoparticles/MnO₂ Nanorods HybridStructure, *American Chemical Society*, 1-6.
5. Ho, M, Y.,**2014**, Nano Fe₃O₄-Activated Carbon Composites for Aqueous Supercapacitors, *Sains Malaysiana*, 43(6), 885-894.
6. Chen, T., and Dai, L., **2013**, carbon Nanomaterials for High Performance Supercapacitors, *Jounal Materials Today*, 7(16), 272-273.
7. Yantika, R., 2014, Pengaruh Elektrolit H₂SO₄ Terhadap Sifat Listrik Elektroda Campuran Zeolit Dari Bottom Ash dan Resin Damar Sebagai Superkapasitor, *Skripsi*, FMIPA UNAND, Padang : UNAND.
8. Teguh, A., Prasetyo, I., dan Rochmadi, **2012**, Pengaruh Struktur Pori terhadap Kapasitansi Elektroda Superkapasitor yang dibuat dari Karbon Nanopori, *Reaktor*, 14(1), 25-32.
9. Barmawi, I., Taer, E., dan Akrajas A, U., **2011**, Efek Penumbuhan Nanopartikel Platinum pada Elektroda Karbon terhadap Prestasi Superkapasitor, *Jurnal Fisika Himpunan Fisika Indonesia*.11(1), 1-5.
10. Sari, F, P., Sugianto, dan Erman, T., **2014**, Efek Variasi Waktu Ball Milling terhadap Karakteristik Elektrokimia Sel Superkapasitor Berbasis Karbon, *JOM FMIPA*, 1(2), 217-227.
11. Rosi, M., **2013**, Syntheses and Characterizations of Supercapacitors Using Nano-sized ZnO/Nanoporous Carbon Electrodes and PVA-based Polymer-Hydrogel Electrolytes, *Jurnal Nanosain and Nanoteknologi*,737, 191-196.
12. Abechi, S, E., Gimba C, E., Uzairu A., and Dallatu Y,A.,**2013**, Preparation and Characterization of Activated Carbon from Palm Kernel Shell by Chemical Activation, *Journal of Chemical Sciences*, 3(7), 54-61.

UJI AKTIFITAS KATALITIK ZEOLIT ZSM-5 YANG DISINTESIS DARI ABU SEKAM PADI PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI DARI MINYAK JELANTAH

Upita Septiani^a, Ervina Fahlefi^a, dan Safni^b

^aLaboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^bLaboratorium Kimia Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: upitaseptiani@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA UNAND, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

The Synthesis of zeolite ZSM-5 from rice husk ash with proses hydrothermal has been conducted. Analysis X-Ray Fluorescence (XRF) was done the content of silica in rice husk ash and haven Al_2O_3 was further added as a source of Al in zeolite. The zeolite was synthesized using sea water solvent and merged with NaOH at a temperature of 550°C. The product was characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infra Red (FT-IR) and Scanning Electron Microscopy (SEM) couple with EDX. Analyzed XRD which showed that the zeolite ZSM-5 peak at $2\theta = 22^\circ$ and 44° . Analyzed FT-IR showed spectrum the zeolite ZSM-5 is typical peak at 1166.07cm^{-1} . Test catalytic zeolite ZSM-5 on reaction transesterifikasi from cooking oil at concentration catalyst varieties of 0; 0.25; 0.5; 0.75 and 1%, the time varieties of 1, 3 and 5 hours and stirring varieties of 100, 300 and 500 rpm. The resultant product of methyl ester was analyzed using Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS). The maximum biodiesel FAME yield of 39,32 % was achieved at 0,75% catalyst concentration, of methanol : oil as 3 : 1 at 60°C for 5 hours and 300 rpm.

Keywords: zeolite ZSM-5, rice husk ash, biodiesel, transesterification reaction, cooking oil

I. Pendahuluan

Biodiesel merupakan sumber energi yang diproduksi dari minyak tumbuhan atau minyak hewan yang memenuhi kualitas bahan bakar di dalam mesin diesel. Keuntungan dari biodiesel adalah angka setannya lebih tinggi dari angka setana solar pada saat ini, dan gas buangnya juga lebih ramah lingkungan karena hampir tidak mengandung gas SO_2 .

Biodiesel sering kali di hasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak nabati, akan tetapi kebutuhan terhadap minyak yang masih baru (minyak nabati) lebih mahal di dapat karena masih berguna untuk penggorengan

di rumah tangga, oleh karena itu peneliti melakukan produksi biodiesel menggunakan minyak jelantah. Hal ini karena minyak jelantah merupakan limbah, sehingga lebih murah didapat dan dimanfaatkan.

Pembuatan biodiesel dari minyak jelantah telah banyak dilakukan oleh para peneliti sebelumnya¹, melakukan pembuatan biodiesel dari sisa-sisa minyak goreng bekas yang telah disaring terlebih dahulu³.

Pada umumnya biodiesel yang dihasilkan memerlukan katalis homogen seperti asam atau basa. Akan tetapi penggunaan katalis homogen dapat mengurangi kemurnian

metil ester hasil reaksi transesterifikasi dan juga tidak dapat di daur ulang hingga hanya menjadi limbah setelah di pakai. Oleh karena itu peneliti mencari katalis heterogen dan bisa di daur ulang, salah satunya yaitu zeolit ⁴.

Zeolit digunakan sebagai katalis karena memiliki keunggulan mempunyai sisi aktif Bronsted dan Lewis yang tinggi dan memiliki pori yang dapat digunakan sebagai tempat inti aktif katalis dalam pembuatan biodiesel ⁵.

ZSM-5 (Zeolit Secony mobile 5) merupakan salah satu jenis zeolit yang memiliki rasio Si/Al yang tinggi. Zeolit ZSM-5 memiliki sifat yang ideal sebagai katalis yaitu memiliki ion yang dapat ditukar sehingga dapat dilakukan pertukaran kation dengan logam yang sesuai untuk katalis tertentu, bisa dilakukan tukar kation dengan H⁺, maka zeolit akan mempunyai situs asam yang cukup besar. Sintesis zeolit itu sendiri secara hidrotermal dapat disintesis salah satunya dari abu sekam padi ⁶.

Sekam padi merupakan sumber daya alam yang dapat diperbaharui, dimana keberadaannya sangat melimpah di Indonesia. Akan tetapi pemanfaatannya sangat terbatas dan bahkan hanya menjadi limbah pertanian yang tidak diinginkan. Selama ini limbah sekam padi hanya ditimbun lalu dibakar di penggilingan. Abunya digunakan sebagai abu gosok untuk keperluan rumah tangga, pembuatan batu bata, tembikar, dan keramik. Sekam padi merupakan bahan berlignoselulosa seperti biomassa lainnya, namun mengandung silika yang tinggi. Oleh karena kandungan silikanya yang tinggi, abu sekam padi dapat digunakan sebagai bahan dasar dalam sintesis zeolit ZSM-5.

Penelitian sebelumnya telah disintesis zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi dengan pelarut air laut. Abu sekam padi memiliki sumber silika yang cukup tinggi sehingga baik

digunakan sebagai sumber Si dalam zeolit. Pada penelitian ini merupakan penelitian lanjutan yaitu pengujian aktifitas katalitik zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi pada reaksi transesterifikasi dari minyak jelantah menghasilkan bahan bakar biodiesel (metil ester) sebagai sumber alternatif energi. Metil ester yang dihasilkan selanjutnya dianalisis menggunakan GC-MS.

II. Metodologi

2.1 Tempat dan Waktu

Penelitian ini dilaksanakan selama enam bulan bertempat di Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas. Analisis XRF dilakukan di laboratorium Instrument Kimia Universitas Negeri Padang. Analisis FT-IR dilakukan di laboratorium Farmasi Universitas Andalas, analisis XRD dilakukan di laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang, analisis SEM-EDX dilakukan di laboratorium Teknik Mesin Universitas Andalas. Pengukuran GC-MS dilakukan di laboratorium Instrument Teknologi Pertanian Universitas Andalas.

2.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya beberapa peralatan gelas, peralatan refluks, pipet tetes, lumpang, neraca analitis, corong pisah, *hotplate-stirrer*, *furnance*, dan *autoclave*. Instrumen yang digunakan adalah XRF, XRD (Philips X'pert Powder, PAalytical), FT-IR (FTIR Perki Elmer 1600 series), dan SEM-EDX (SEM S-3400 Hitachi, EDX Emax x-act 720, Horiba). Untuk Bahan digunakan sekam padi dari kecamatan Kuranji daerah Padang, Al₂O₃ (Merck), NaOH (Merck), silikalit, air laut pantai Padang, minyak jelantah dan metanol (Merck).

2.3 Pembuatan zeolit ZSM-5 dari sekam padi

Zeolit ZSM-5 disintesis dari bahan dasar abu sekam padi dan diproses secara

hidrotermal menggunakan air laut. Terlebih dahulu, sekam padi dibakar menggunakan *furnance* pada temperatur 600°C selama 4 jam. Abu sekam padi hasil pembakaran diambil sebanyak 9 gram dan dicampurkan dengan 0,3 gram Al_2O_3 , ditambahkan 3,06 gram NaOH (lampiran 3), dan kemudian di *furnance* pada suhu 550°C selama 1 jam. Hasil pencampuran dilarutkan dengan 46 mL air laut, ditambahkan silikalit 1% dari SiO_2 , diaduk selama 24 jam. Proses sintesis dilanjutkan dengan proses hidrotermal di dalam *autoclave* selama 2 hari pada suhu 170°C. Setelah perlakuan hidrotermal, produk yang diperoleh dicuci dengan akuades, dan kemudian dikeringkan pada suhu 110°C selama 24 jam.

2.4 Karakterisasi sampel

Karakterisasi pertama adalah pada abu sekam padi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui komposisi senyawa slika yang terkandung di dalam abu sekam padi. Selanjutnya dilakukan karakterisasi pada zeolit ZSM-5 hasil hidrotermal menggunakan FT-IR untuk melihat gugus fungsi struktur kimianya, selain itu dilakukan juga karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui jenis zeolitnya, sedangkan untuk mengetahui morfologi bentuk permukaan dan kandungan unsur-unsur yang terdapat pada zeolit dianalisis menggunakan SEM-EDX.

2.5 Uji aktifitas katalitik zeolit ZSM-5 dalam reaksi transesterifikasi

Untuk mempelajari aktifitas katalitik dari zeolit ZSM-5 maka dilakukan variasi konsentrasi katalis zeolit ZSM-5 terhadap minyak jelantah dan metanol, kecepatan pengadukan reaksi transesterifikasi dan lamanya waktu reaksi transesterifikasi.

2.5.1 Variasi Konsentrasi Zeolit ZSM-5

Variasi konsentrasi katalis terhadap minyak dan metanol (b/b) dalam pembuatan biodiesel dilakukan pada konsentrasi 0; 0,25

; 0,50 ; 0,75 dan 1,0% ; (b/b). Sejumlah 0,8417; 1,6835; 2,525 dan 3,36 gram katalis ditambahkan metanol dan minyak jelantah yang telah disaring, selanjutnya dilakukan pengadukan pada kecepatan 300 rpm selama 3 jam pada temperatur 60°C. Hasil yang terbentuk terdiri dari 2 lapisan, lapisan atas berupa biodiesel dan lapisan bawah berupa gliserol. Untuk memisahkan biodiesel yang terbentuk dilakukan dengan corong pisah. Biodiesel yang terpisah dianalisis dengan GC-MS.

2.5.2 Variasi Kecepatan Pengadukan dan waktu reaksi

Uji aktivitas katalitik zeolit ZSM-5 pada variasi waktu reaksi dan kecepatan pengadukan dilakukan cara kerja yang sama dengan variasi konsentrasi katalis. Namun menggunakan konsentrasi terbaik untuk variasi waktu reaksinya yaitu selama 1, 3 dan 5 jam dan menggunakan konsentrasi dan waktu reaksi terbaik untuk variasi kecepatan pengadukan 100, 300, dan 500 rpm.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Sintesis Zeolit ZSM-5 dari Abu Sekam Padi

Sintesis zeolit ZSM-5 diawali dengan sekam padi di pijar dan dibakar dalam *furnance* pada suhu 600°C. Selanjutnya di karakterisasi dengan XRF.

Berdasarkan hasil XRF, abu sekam padi mengandung 94,487 % SiO_2 sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai bahan dasar dalam mensintesa zeolit ZSM-5 dengan rasio Si/Al yang tinggi.

Abu sekam padi dicampurkan dengan Al_2O_3 dan NaOH, kemudian di *furnance* pada suhu 550°C selama 1 jam. Peleburan ini dilakukan untuk meningkatkan kristalinitas dari zeolit ZSM-5 dan mendekomposisi komponen silika dan alumina menjadi natrium silikat dan natrium aluminat hingga menjadi reaktif untuk sintesis zeolit.

Hasil pencampuran dilarutkan dengan air laut, air laut memiliki banyak mineral-mineral sehingga dapat membantu proses kristalisasi dibanding dengan aquades.

Tabel1. Kandungan oksida logam dari abu sekam padi

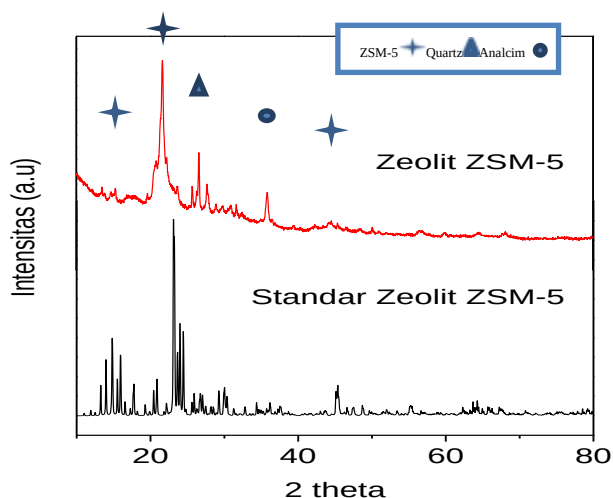
Unsur	% Berat	Senyawa	% Berat
Mg	0.559	MgO	0.658
Al	0.546	Al ₂ O ₃	0.69
Si	90.435	SiO ₂	94.462
P	1.058	P ₂ O ₅	0.847
S	0.702	SO ₃	0.606
Cl	0.202	K ₂ O	2.084
K	5.147	CaO	0.409
Ca	0.908	TiO ₂	0.002
Ti	0.004	MnO	0.09
Mn	0.22	Fe ₂ O ₃	0.025
Fe	0.055	CuO	0.002
Cu	0.005	ZnO	0.01
Zn	0.026	As ₂ O ₃	0
As	0	Rb ₂ O	0.007
Br	0.001	SrO	0.001
Rb	0.022	Y ₂ O ₃	0
Sr	0.002	Ag ₂ O	0.037
Y	0	BaO	0.001
Ag	0.103	PbO	0.001
Ba	0.002	Cl	0.069
Pb	0.002	Br	0

Selanjutnya ditambahkan silikalit 1% dan diaduk selama 24 jam. Pengadukan dilakukan untuk mempercepat proses penghomogenan campuran. Proses sintesis dilanjutkan dengan proses hidrotermal di dalam *autoclave* selama 2 hari pada suhu 170°C. Disini, akan terjadi kristalisasi dari zeolit. Endapan yang didapat di saring dan dicuci. Selanjutnya endapan di karakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDX dan FT-IR serta diuji aktifitas katalitiknya pada reaksi transesterifikasi dari minyak jelantah.

3.2 Analisis XRD

Pola difraksi akan dihasilkan apabila suatu material dikenai sinar-X. Begitu juga untuk zeolit. Analisa XRD berguna untuk

mengetahui struktur dan jenis dari zeolit ZSM-5.

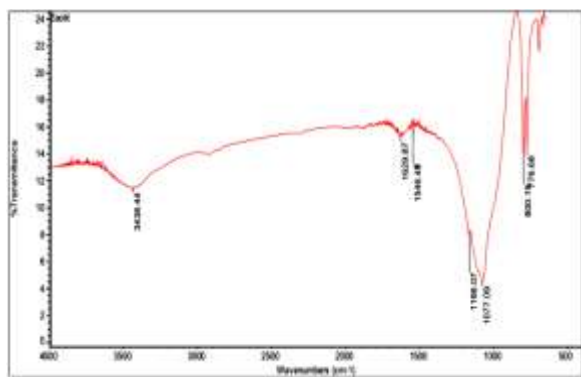


Gambar 1. Pola difraksi sinar-X zeolit ZSM-5 sintetik dari abu sekam padi dan standar zeolit ZSM-5

Dari puncak dapat terlihat terjadinya $2\theta = 2^\circ$ pergeseran antara zeolit ZSM-5 yang di sintesis dari abu sekam padi dengan zeolit ZSM-5 standar. Pergeseran disebabkan perbedaan ukuran kristal antara zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi dengan zeolit ZSM-5 standar. Akan tetapi zeolit ini masih merupakan tipe zeolit ZSM-5 karena puncaknya berada pada range $2\theta = 20-22$ yang menurut Tency merupakan puncak spesifik untuk zeolit ZSM-5. Untuk daerah $2\theta = 26^\circ$ adalah fasa kuarsa yang terbentuk akibat tingginya perbandingan komposisi SiO₂/Al₂O₃. Pada daerah $2\theta = 36^\circ$ merupakan fasa analcim dimana fase menstabil, akan tetapi ketika sintesis diperpanjang maka fase ini akan berubah menjadi fase zeolit ZSM-5.

3.3 Analisis FT-IR

Karakterisasi FT-IR pada zeolit ZSM-5 bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan struktur kimia dari zeolit ZSM-5.



Gambar 2. Spektrum FT-IR dari zeolit ZSM-5 dari abu sekam padi

Dari data tersebut dapat dibuktikan bahwa zeolit yang terbentuk adalah zeolit ZSM-5 dengan adanya pita pada daerah 1166.07 cm^{-1} yang menandakan adanya pita khas zeolit ZSM-5, pita ini sensitif untuk perubahan struktur sehingga puncak ini dijadikan dasar untuk mengetahui pembentukan zeolit ZSM-5 (hasil ini dapat dibuktikan dari pernyataan feyzi 2014). Selanjutnya dapat terlihat vibrasi internal SiO_4 dan AlO_4 tetrahedral yang merupakan pita khas zeolit ZSM-5 pada daerah $1077,09\text{ cm}^{-1}$.

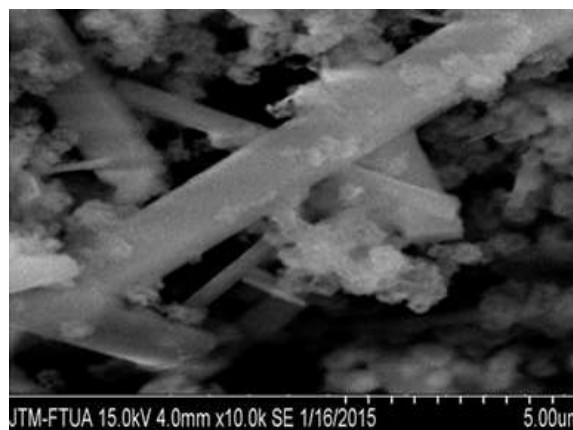
Untuk pita serapan $3438,44\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan bending dan streaching gugus OH^- dan air yang terikat pada zeolit ZSM-5. Untuk pita serapan $1546.58 - 1629.87\text{ cm}^{-1}$ ditemukan sisi asam bronsted dari zeolit ZSM-5 dan pada daerah $700,00$ menunjukkan adanya cincin lima pentasil pada kerangka zeolit.

Pada pita serapan $800,19\text{ cm}^{-1}$ ditemukan regangan Si-O-T , pita serapan tersebut menunjukkan daerah bilangan gelombang untuk senyawa zeolit karena zeolit terbentuk dari senyawa alumino silikat ⁷.

3.4 Analisis SEM-EDX

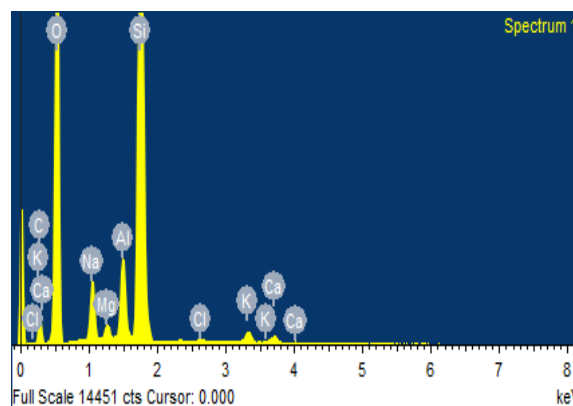
Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan pada zeolit ZSM-5 serta kandungan dari unsur-unsurnya. Pada prinsipnya, analisis permukaan melibatkan radiasi permukaan dengan

sumber energi yang cukup untuk menembus dan menimbulkan beberapa transisi yang menghasilkan emisi dari permukaan berkas energi yang bisa di analisis.



Gambar 3. Hasil karakterisasi SEM zeolit ZSM-5 pada pembesaran 10.000 kali

Dari analisis SEM terlihat bentuk morfologi nya ada yang berbentuk balok, ini menandakan bahwa zeolit tersebut merupakan zeolit ZSM-5. Namun terlihat bentuk lainnya seperti gumpalan, hal ini di akibatkan adanya fase kuarsa dan analcim diakibatkan karena bahan dasar yang dicampur sebelum hidrotermal belum sempurna.



Gambar 4. Spektrum EDX zeolit ZSM-5 sintetis dari abu sekam padi

Untuk data EDX menunjukkan rasio Si/Al yang tinggi pada zeolit ZSM-5 yang disintesis dari abu sekam padi, yaitu 10.88.

Dimana persen berat Si dalam zeolit ZSM-5 sintetis dari abu sekam padi adalah 32,33% dan Al 2,97%. Data yang terlihat selain mineral natrium di duga berasal dari airlaut.

Tabel 2. Tabel data EDX dari zeolit ZSM-5

Unsur	% Berat	Unsur	% Berat
C	12,08	Al	2,97
O	52,34	Si	32,44
Na	2,97	Cl	0,15
Mg	0,56	K	0,90
Ca	0,56	Total	100

3.5 Uji aktifitas katalitik pada reaksi transesterifikasi

Untuk uji aktifitas katalitik pada zeolit ZSM-5 dilakukan pada reaksi transesterifikasi dari minyak jelantah. Palarut yang digunakan adalah metanol dengan perbandingan metanol : minyak sebesar 3 : 1.

Metanol digunakan karena memiliki rantai pendek sehingga reaksi lebih cepat berlangsung. Pada awal pencampuran katalis, minyak dan metanol direfluks dan didiamkan selama 15 menit sebelum suhu diatur, hal ini untuk melarutkan katalisnya dan agar terbentuk metoksida yang akan direaksikan dengan trigliserida sehingga dapat membentuk metil ester yang lebih banyak.

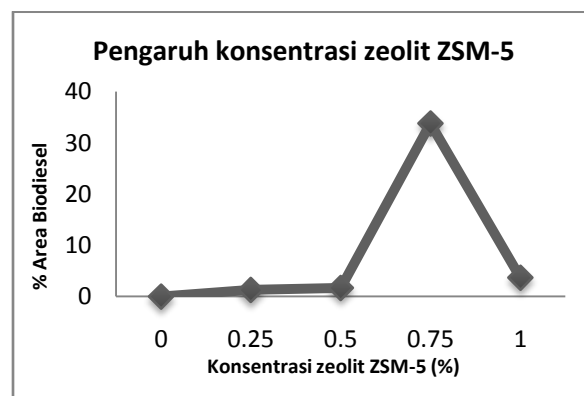
Proses ini dilakukan untuk berbagai variasi konsentrasi 0 ; 0,25 ; 0,5 ; 0,75, dan 1 % dan waktu pengadukan 1, 3, dan 5 jam serta kecepatan pengadukan 100, 300, dan 500 rpm. Variasi ini dilakukan karena mengingat konsentrasi, kecepatan pengadukan dan lama pengadukan memiliki peranan penting dalam reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel.

Selanjutnya larutan yang di dapat di masukkan ke dalam corong pisah dengan meninggalkan katalis di dalam labu, hal ini

karena katalis bersifat heterogen dan mudah untuk terpisah, larutan di dalam corong pisah didiamkan selama 24 jam agar terjadi pemisahan antara metil ester sebagai lapisan atas dan gliserol pada lapisan bawahnya. Lapisan atas yang berwarna kuning selanjutnya dianalisis menggunakan GC-MS untuk mengetahui jenis dan jumlah metil ester yang di hasilkan.

3.5.1. Pengaruh konsentrasi katalis

Pengaruh konsentrasi katalis dilakukan tolak ukur dengan membuat perbandingan yang signifikan.



Gambar 5. Grafik pengaruh konsentrasi katalis terhadap reaksi esterifikasi minyak jelantah

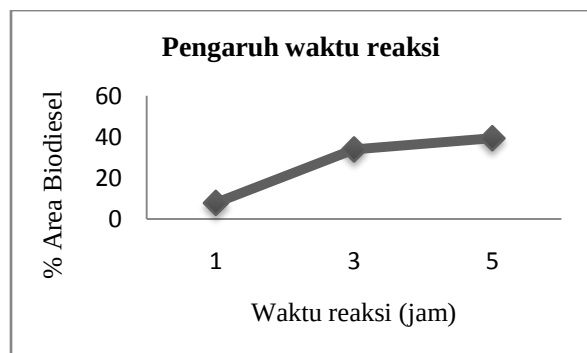
Dari grafik dapat terlihat pengaruh konsentrasi katalis 0 % tidak ada metil ester yang terbentuk, hal ini karena katalis sangat berperan penting dalam pembentukan biodiesel dari minyak jelantah, sehingga dengan tidak adanya katalis maka proses transesterifikasi tidak berjalan sempurna. Pada variasi 0,25 dan 0,5 % terjadi kenaikan hasil metil ester, akan tetapi masih sedikit, hal ini karena sedikit pula katalis yang ditambahkan sehingga pengaruh hasil dari pembentukan metil ester tidak signifikan.

Untuk variasi konsentrasi 0,75 %, total metil ester yang di hasilkan 33,82 %. Terjadi tahanan yang jauh persen areanya di banding konsentrasi lainnya, hal ini dikarenakan konsentrasi 0,75% merupakan

kondisi optimum katalis pada proses transesterifikasi untuk minyak jelantah tetapi angka yang didapat masih kecil, penyebabnya adalah minyak jelantah ini telah dilakukan lima kali pemanasan pada saat penggorengan, sehingga struktur karbon nya mengalami perubahan dari minyak yang tidak dilakukan pemanasan (minyak nabati) dan pemanasan pada minyak akan meningkatkan kadar asam lemak bebas yang nantinya menghambat proses reaksi transesterifikasi. Selanjutnya untuk penambahan katalis pada 1 % menyebabkan menurunnya metil ester yang di hasilkan. Hal ini dikarenakan campuran metanol, katalis dan minyak menjadi sangat kental sehingga membutuhkan energi yang tinggi dalam pengadukan.

3.5.2. Pengaruh waktu reaksi

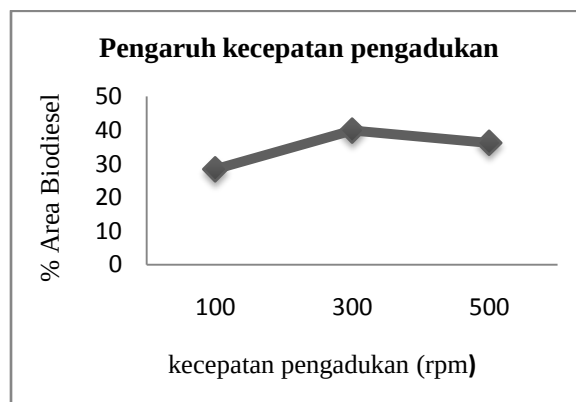
Pengaruh waktu reaksi dilakukan pada variasi 1, 3 dan 5 jam, sangat penting menentukan waktu terhadap reaksi transesterifikasi ini, karena semakin lamanya waktu maka pembentukan metil ester juga akan mengalami tahapan yang semakin sempurna yaitu Trigliserida tambah 1 mol Metanol menghasilkan Digliserida + 1 mol Metil Ester, Digliserida tambah 1 mol Metanol menghasilkan Monogliserida tambah 1 mol Metil Ester, dan Monogliserida tambah 1 mol Metanol menghasilkan Metil Ester dan Gliserol.



Gambar 6. Grafik perbandingan waktu reaksi terhadap hasil metil ester pada proses transesterifikasi minyak jelantah

Dari grafik dapat terlihat pengaruh waktu reaksi transesterifikasi. Terlihat bahwa semakin lama waktu reaksi maka jumlah metil ester yang dihasilkan semakin banyak. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu reaksi maka semakin sempurna pembentukan metil ester dari trigliserida. Metil ester yang paling banyak terbentuk adalah saat waktu reaksi 5 jam dengan hasil biodiesel sebanyak 39,32 %

3.5.3. Pengaruh kecepatan pengadukan



Gambar 7. Grafik perbandingan kecepatan pengadukan terhadap hasil metil ester pada proses transesterifikasi minyak jelantah

Dari grafik dapat terlihat pengaruh hasil metil ester tertinggi terjadi pada kecepatan pengadukan 300 rpm yaitu 39,32 %. Kenaikan jumlah metil ester dari 100 rpm menjadi 300 rpm disebabkan karena kecepatan pengadukan berpengaruh terhadap hasil reaksi yaitu semakin tinggi kecepatan pengadukan maka konversi reaksi akan semakin meningkat (pada suhu reaksi yang sama), karena dengan adanya pengadukan akan menambah frekuensi tumbukan antara molekul zat pereaksi dengan zat yang bereaksi makin baik sehingga mempercepat reaksi dan reaksi terjadi sempurna. Akan tetapi untuk kecepatan pengadukan 500 rpm terjadi penurunan hasil metil ester yang didapat,

hal ini disebabkan kecepatan pengadukan yang terlalu tinggi dapat mempercepat kecepatan *desorpsi* dibandingkan kecepatan *absorpsi* sehingga proses pengikatan substrat dan katalis tidak berlangsung sempurna, akibatnya produk metil ester yang dihasilkan lebih sedikit.

IV. Kesimpulan

Zeolit ZSM-5 dapat disintesis dari abu sekam padi secara hidrotermal. Hasil XRF menunjukkan abu sekam padi dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit dengan kandungan silika yang tinggi. Zeolit ditambahkan Al_2O_3 sebagai sumber Al, disintesis dengan menggunakan pelarut air laut dan *di furnace* dengan penambahan NaOH pada suhu 550°C .

Terbentuknya zeolit ZSM-5 dibuktikan dari beberapa karakterisasi diantaranya SEM-EDX, XRD, dan FTIR. Zeolit ZSM-5 juga memiliki kemampuan sebagai katalis dalam proses reaksi transesterifikasi dari minyak jelantah. Jumlah terbesar metil ester yang didapat yaitu 39,32 % dengan konsentrasi katalis 0,75 %, perbandingan metanol dan minyak sebesar 3 : 1 dengan suhu reaksi sebesar 60°C , kecepatan pengadukan 300 rpm dan waktu reaksi 5 jam.

Referensi

1. Alex, K., 2000, The Two Stage Adaptation of Mikes Kelley Recives, *Jurnal Journey Forrever*, 139, 17.
2. Aurama, T., Hartanto D., Prasetyoko, 2011, Esterifikasi Asam Lemak Bebas Dalam Minyak Jelantah Menggunakan Katalis H-ZSM-5 Mesopori Dengan Variasi Waktu Agin, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 12, 2.
3. Zhariah, S., 2009, Esterifikasi Asam Lemak Bebas Dalam Minyak Jelantah Menggunakan Katalis TiO_2 /Montmorillonit Dan Pengaruhnya Terhadap Biodiesel Yang Dihasilkan.

Universitas Sebelas Maret Surakarta, 12, 2.

4. Kansedo, J., Lee, K.T., Bhatia, S., 2009, Biodiesel Production From Palm Oil Via heterogeneous Transesterification. *Jurnal Biomass And Bioenergy*, 33, 271-276.
5. Sharma, Y.C., Singh, B., Korstad, J., 2011, Latest Developments On Application Of Heterogeneous Basic Catalysts For An Efficient And Ecofriendly Synthesis Of Biodiesel A Review, 90, 1309 - 1324.
6. Abello, S., Adriana B., Ramirez, J. P., 2009, Mesoporous ZSM-5 Zeolite Catalysts Prepared By Desiccation With Organic Hydroxydes And Comparison With NaOH Leaching. *Jurnal Applied Catalysis A General*, 364, 91-198.
7. Feyzi, M., Khajavi, G., 2014, Investigation Of Biodiesel Production Using Modified Strontium Nanocatalyst Supported On The ZSM-5 Zeolite, *Industrial Crops And Product*, 58, 298-304.

SINTESIS SrTiO_3 NANO KUBUS MENGGUNAKAN CETIL TRIMETIL AMONIUM BROMIDA (CTAB) SEBAGAI CAPPING AGENT DENGAN METODE SOLVOTERMAL

Alvionita, Diana Vanda Wellia, dan Yulia Eka Putri

Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: yuliaekaputri@fmipa.unand.ac.id,
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Strontium titanate (SrTiO_3) is one of the potential material that can be used as alternative energy. The synthesis of SrTiO_3 nanocubes by solvothermal method using CTAB as capping agent aimed to modify its morphology, which the condition of the synthesis was obtained at 160°C for 24 hours with molar ratio of SrTiO_3 and capping agent was 1:1. The product of synthesis were characterized using XRD, FTIR and TEM. XRD peaks showed that SrTiO_3 had perovskite structure with a higher intensity of (110) and the crystallite size was 41 nm. FTIR showed a shift in absorption peak that indicates an interaction between SrTiO_3 and CTAB. TEM image showed that CTAB successfully had a role as capping agent on the synthesis of SrTiO_3 , obtained cubic-like particles of SrTiO_3 .

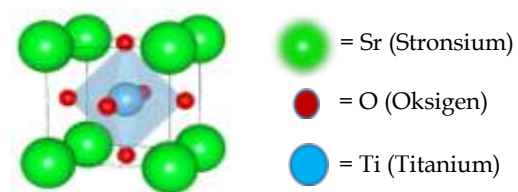
Keywords: Strontium titanate (SrTiO_3) nanocube, capping agent, CTAB, solvothermal.

I. Pendahuluan

Pada saat ini penelitian material yang memiliki fungsi spesifik seperti sifat listrik, sifat magnet, sifat optik dan lain-lain banyak menarik perhatian para peneliti, karena material ini menjanjikan perkembangan alat-alat generasi baru sehubungan dengan sifat-sifat unik yang dimilikinya, seperti termoelektrik, feroelektrik, dielektrik, piezoelektrik dan lain-lain¹. Salah satu material yang menarik untuk diteliti disini adalah material termoelektrik yang memiliki fungsi konversi panas menjadi listrik secara langsung.

Termoelektrik merupakan bahan semikonduktor yang mampu mengubah panas menjadi listrik dengan memanfaatkan efek *Seebeck* sehingga material bisa dievaluasi dengan nilai tanpa satuan ZT , $ZT = \alpha^2 \sigma T / k$ dimana α adalah koefisien *Seebeck*, σ adalah konduktivitas listrik, T adalah suhu dan k adalah konduktivitas termal². Beberapa material termoelektrik yang sedang diteliti adalah Bismut telurida (Bi_2Te_3), magnesium silika (MgSi_2), senyawa klatrat, dan strontium titanat (SrTiO_3). Penelitian kali ini difokuskan pada material termoelektrik strontium titanat (SrTiO_3).

Strontium titanat (SrTiO_3 , disingkat STO), adalah material semikonduktor dengan struktur kristal perovskit, dan band gap $3,2\text{eV}$ ³. Unit selnya berbentuk kubik, dimana struktur perovskit TiO_6 berada didalam unit sel kubik dengan titanium (Ti) sebagai atom pusat, oksigen (O) di sisi tengah dan stronsium (Sr) berada di sudut kubus, seperti terlihat pada gambar 1⁴⁻⁵.



Gambar 1. Struktur kubik tipe perovskit SrTiO_3

SrTiO_3 memiliki sifat termoelektrik yang unggul karena memiliki hantaran listrik (σ) dan koefisien *Seebeck* (α) yang tinggi, akan tetapi dikarenakan hantaran panas (κ) yang juga tinggi mengakibatkan menurunnya nilai ZT , sehingga kinerja termoelektrik generator menjadi tidak maksimal. Salah satu cara yang efektif untuk menurunkan hantaran panas adalah dengan modifikasi

morfologi membentuk SrTiO_3 nano kubus 3 dimensi (3D). Berdasarkan teori, SrTiO_3 nano kubus efektif dalam menurunkan hantaran panas tanpa merubah hantaran listrik².

Capping agent adalah senyawa yang dapat membantu mempertahankan bentuk suatu partikel, terutama dalam mempertahankan bentuk kubus selama proses sintesis menggunakan metode⁵. *Capping agent* dalam larutan berfungsi untuk menstabilkan permukaan pada saat terjadi nukleasi sehingga energi permukaan inti akan berkurang. Inti dengan ukuran nano memiliki permukaan dengan energi yang tinggi (aktif) sehingga pertumbuhan kristal (*crystal growth*) akan sulit dikontrol dan menyebabkan partikel yang terbentuk semakin besar. Oleh karena itu, dengan adanya *capping agent* maka energi permukaan inti SrTiO_3 akan turun sehingga pertumbuhan kristal bisa diatur menjadi lebih lambat dan ukuran partikel yang terbentuk berukuran nano dengan bentuk kubus⁵. *Capping agent* yang digunakan dalam penelitian ini adalah cetil trimetil ammonium bromide (CTAB) dengan stuktur molekul $\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah beberapa peralatan gelas, lumpang, timbangan, oven, magnetik stirer, magnetik bar, *Parrbomb*, pH meter, *sentrifuge*, batang pengaduk, spatula, aluminium foil, timbangan analitik, pipet tetes, *injection* (suntikan dengan skala 0,1 mL), batu es, XRD (X-pert Powder PAN Analytical), XRD (Philips X-pert powder diffractometer), TEM (JEOL JEM 1400) dan FTIR (JEOL JSM-6390).

Bahan yang digunakan adalah etanol p.a, TTIP (*Titanium Tetra Isopropoxide*) (Merck), NaOH (Merck), $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ (Merck), CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) digunakan sebagai *capping agent*, dan *aquabidest*.

2.2. Prosedur penelitian

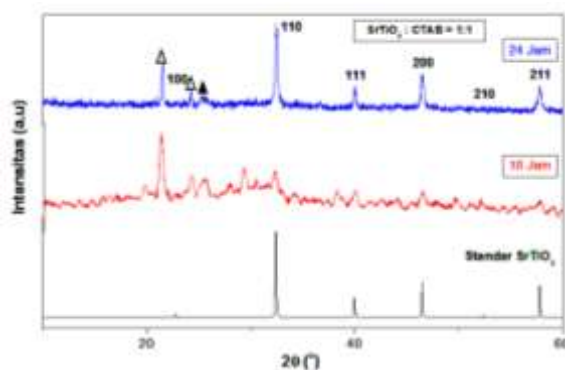
Sintesis dilakukan dengan mempersiapkan larutan yang dibuat dengan melarutkan 1,5 mL Titanium Tetra Isopropoxide (TTIP) ke dalam 25 mL etanol tetes demi tetes, sambil distirrer selama 10 menit (300 rpm). Setelah homogen, kedalam larutan dimasukan NaOH 1 M distirrer selama 10 menit (300 rpm) sampai pH mendekati 14. Kemudian ditambahkan 1,0582 g $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ dengan perbandingan mol Sr:Ti (1:1) yang ditempatkan dalam *ice bath* terlebih dahulu sambil tetap diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai homogen ± 20 menit (300 rpm) sehingga dihasilkan larutan putih yang tidak begitu kental. Setelah homogen, ke dalam larutan ditambahkan CTAB dengan perbandingan 1:1 dan 1:1,5 = 1,8224 g dan 2,7335 g sambil tetap diaduk sampai homogen ± 1 jam (300 rpm). Larutan putih dimasukkan dalam bejana teflon dan ditempatkan dalam *Parrbomb*. Proses solvothermal dilakukan dengan memvariasikan 2 kondisi yaitu waktu (18 jam dan 24 jam) dan suhu (140°C , 160°C dan 180°C). Setelah proses solvothermal selesai, larutan didinginkan, dipindahkan dalam tabung reaksi, kemudian disentrifus dengan kecepatan 3000 rpm, lalu filtratnya didekantasi dan endapannya dicuci dengan akuabides. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 5 jam. Serbuk yang dihasilkan setelah proses solvothermal dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan FTIR dan TEM.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisa XRD

Senyawa SrTiO_3 berstruktur perovskit disintesis dengan menggunakan pelarut etanol, dengan penambahan $\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_4$ sebagai sumber Ti^{4+} dan $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ sebagai sumber Sr^{2+} kemudian dilakukan proses solvothermal dan diperoleh produk berupa serbuk⁶.

Analisa XRD dilakukan untuk mengetahui pola difraksi dari SrTiO_3 yang disintesis. Analisa XRD ini dilakukan pada 2θ antara 10° sampai 90° dengan radiasi sinar yang bersumber dari $\text{CuK}\alpha$.



Gambar 2. Pola XRD SrTiO_3 untuk perbandingan mol SrTiO_3 : CTAB = 1 : 1 pada suhu sintesis 160°C dengan berbagai variasi waktu (18 jam dan 24 jam)

keterangan :

Δ = pengotor yang belum diketahui

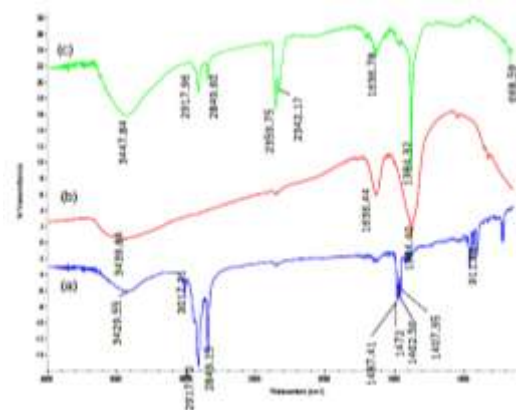
$\blacktriangle$ = SrCO_3

Hasil analisa XRD dari SrTiO_3 yang disintesis selama 18 dan 24 menunjukkan bahwa puncak sesuai dengan standar SrTiO_3 pada 2θ : 22.72° (100), 32.56° (110), 39.90° (111), 46.41° (200), 52.27° (210), dan 57.71° (211) yang terindeks sebagai kristal SrTiO_3 dengan struktur perovskit. Pada 24 jam, puncak difraksi yang dihasilkan lebih tajam dan kuat dibandingkan pada 18 jam hal ini menunjukkan bahwa derajat kristalinitas SrTiO_3 yang disintesis pada suhu tersebut lebih tinggi. Sementara, SrTiO_3 yang disintesis selama 18 jam, belum cukup waktu untuk membentuk kristal SrTiO_3 , sehingga yang terbentuk adalah senyawa semikristalin.

Hasil XRD bisa digunakan untuk menghitung ukuran kristal partikel SrTiO_3 menggunakan persamaan Scherrer. Hasil pengukuran pada puncak tertinggi (110) menunjukkan bahwa didapatkan nilai ukuran kristal 41 nm, sehingga ukuran kristal SrTiO_3 adalah mesokristal.

3.2 Analisa FTIR

Pengukuran FTIR ini digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada SrTiO_3 yang diselubungi oleh CTAB, sehingga bisa diketahui interaksi antar senyawanya.



Gambar 3. Hasil FTIR antara (a) CTAB (b) SrTiO_3 tanpa CTAB (c) SrTiO_3 dengan CTAB.

Gambar 3. Menunjukkan perbandingan hasil FTIR antara (a) CTAB dengan (b) SrTiO_3 tanpa CTAB (perbandingan mol SrTiO_3 : CTAB = 1:0) pada 160°C selama 24 jam dan (c) SrTiO_3 dengan CTAB (perbandingan mol SrTiO_3 : CTAB = 1:1) pada suhu sintesis 160°C selama 24 jam.

Vibrasi dari molekul CTAB ditunjukkan pada Gambar 3 (a). Diamati pada serapan 2917.70 cm^{-1} dan 2849.15 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya CH_3 stretching dan CH_2 stretching. Kemudian puncak serapan lemah berpusat di 3017.31 cm^{-1} . Selain itu, pada daerah sidik jari, juga diamati CH_2 scissoring pada puncak serapan 1462 dan 1472 cm^{-1} . Namun, simetris dan asimetris ($\text{CH}_3\text{-N}^+$) bending dari kelompok kepala metal $[\text{N}(\text{CH}_3)_3]$ berpusat di 1487 dan 1431 cm^{-1} , kemudian CH_3 bending teramati pada 1385 cm^{-1} , serta (CN^+) stretching juga teramati pada 912 dan 904 cm^{-1} ⁷⁻⁹.

Sintesis SrTiO_3 tanpa CTAB (capping agent) juga dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari senyawa tersebut dengan melihat interaksinya pada bilangan gelombang masing-masing. Pada gambar 4.2.1 (b) dapat dilihat, terdapat puncak serapan yang luas pada 3439.84 cm^{-1} yang merupakan interaksi O-H stretching. Selain itu, pada 1384.40 cm^{-1} merupakan puncak serapan yang kuat dari nitrat diduga berasal dari $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ¹⁰.

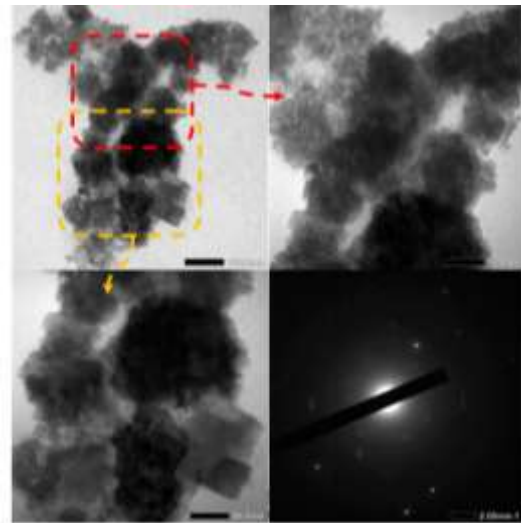
Selanjutnya, CH_3 asimetri dan CH_2 simetri terdapat pada 2917.96 cm^{-1} dan 2849.60 cm^{-1} dapat dilihat pada gambar 4.2.1 (c). Selain itu, juga teramati adanya CO_2 pada serapan 2359.75 cm^{-1} , kemudian terjadi pergeseran puncak serapan pada 1384.40 cm^{-1} menjadi 1384.32 cm^{-1} merupakan serapan paling kuat yang mengindikasikan adanya interaksi antara SrTiO_3 dan CTAB dan juga dikonfirmasi munculnya gugus O-Ti-O pada daerah serapan 668.59 cm^{-1} ¹¹.

3.3 Analisa TEM

Pengukuran TEM ini digunakan untuk mengetahui morfologi SrTiO_3 yang dihasilkan.

Dari penelitian sebelumnya, karakterisasi TEM dilakukan pada SrTiO_3 tanpa adanya CTAB (*capping agent*) diperoleh partikel dengan ukuran yang besar (200-500 nm) dan berbentuk seperti kubus yang tidak beraturan¹. Oleh karena itu, dilakukan pengerjaan pada serbuk SrTiO_3 dengan adanya CTAB sebagai *capping agent* yang disintesis pada suhu sintesis 160°C selama 24 jam untuk melihat pengaruh CTAB terhadap pembentukan partikel SrTiO_3 .

Dari gambar hasil pengukuran TEM disamping dapat diamati bahwa SrTiO_3 yang dihasilkan adalah berbentuk seperti kubus (*cube-like*) dengan adanya aglomerasi CTAB yang belum larut sehingga menutupi beberapa bagian partikel SrTiO_3 . Hal ini sebenarnya bisa dihilangkan dengan cara melarutkannya dengan pendispersi yang dapat melarutkan CTAB sehingga kubus yang terbentuk terlihat lebih jelas. Selain itu, beberapa bagian dari partikel SrTiO_3 terlihat bentuknya seperti kubus yang tidak sempurna. Hal ini disebabkan oleh CTAB belum sempurna meng-*capping* SrTiO_3 secara merata dan menyeluruh, menyebabkan partikel SrTiO_3 yang dihasilkan seperti kubus yang tidak menyatu dengan baik atau bentuk kubus dengan sisi-sisi yang tidak sama sehingga ukuran partikel tidak dapat dihitung. Hasil pola SAED juga menunjukkan pola yang menyebar (*diffuse*), hal ini menunjukkan bahwa daerah selektif yang diamati tidak sempurna karena adanya aglomerasi.



Gambar 4. Hasil TEM dari SrTiO_3 dengan adanya CTAB sebagai *capping agent* pada suhu sintesis 160°C selama 24 jam.

IV. Kesimpulan

Sintesis SrTiO_3 menggunakan CTAB sebagai *capping agent* dengan perbandingan mol SrTiO_3 : CTAB adalah 1 : 1 melalui metoda solvothermal (160°C selama 24 jam) dengan XRD memperlihatkan bahwa puncak difraksi yang dihasilkan merupakan SrTiO_3 dengan struktur perovskit, dengan ukuran kristal sebesar 41 nm. Terdeteksi juga SrCO_3 sebagai pengotor pada 2θ : 25.35° . Hasil FTIR, terjadi pergeseran puncak serapan pada 1384.40 cm^{-1} menjadi 1384.32 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya interaksi antara SrTiO_3 dan CTAB. Gambar TEM menunjukkan bahwa bentuk, morfologi dari SrTiO_3 seperti kubus dengan adanya aglomerasi CTAB yang belum larut dan data SAED menunjukkan bahwa partikel SrTiO_3 yang terbentuk merupakan polikristalin.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Analis Laboratorium dan semua pihak yang membantu dalam penelitian ini.

Referensi

1. Fujinami, K., Katagiri, K., Kamiya, J., Hamanaka, T., and Koumoto, K., **2010**, Sub-10 nm strontium titanate nanocubes highly dispersed in non-

- polar organic Solvents, *Journal Royal Society of Chemistry (nanoscale)*, 2, 2080.
2. Nam-Hee, P., Dang, F., Wan, C., Seoc, W., Koumoto, K., **2013**, Self-originating two-step synthesis of core-shell structured La-doped SrTiO_3 Nanocubes, *Journal of Asian Ceramic Societies*, 1, 35.
3. Dang, F., Chunhel, W., Nam-Hee, P., **2013**, Thermoelectric Performance SrTiO_3 Enhanced by Nanostructuring-Self Assembled Particulate Film of Nanotubes, *American Chemical Society*, 5, 10933.
4. George Hartley Smith, A., **2011**, Structural and Defect Properties of Strontium Titanate, Department of Chemistry, *Tesis*, Department of Chemistry, University College London, London, 17-19.
5. Arif, N., Septia E, M., Hanani, D., Robby, H., Ilham, **2013**, Modul 3, Termoelektrik, Jurusan Fisika, Institut Teknologi Bandung.
6. Yustikawati, Y., **2012**, Sintesis dan karakteristik keramik CSZ berdasarkan pengaruh penambahan Na_2CO_3 , Universitas Pendidikan Indonesia.
7. Viana, R. B., B. F. da Silva, A., and Pimentel, A. S., **2010**, Infrared Spectroscopy of Anionic, Cationic, and Zwitterionic Surfactants., *Hindawi Publishing Corporation*, 903272, 5-9.
8. Ramimoghdam, D., Zobir Bin Hussein, M., and Hin Taufiq-Yap, Y., **2012**, The Effect of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) and Cetyltrimethylammonium Bromide (CTAB) on the Properties of ZnO Synthesized by Hydrothermal Method, *International Journal of Molecular Sciences*, 13, 13275-13293.
9. A. Gavrilko, T., O. Puchkovska, G., I. Styopkin, V., V. Bezrodna, T., Baran, J., Drozd, M., **2013**, Molecular Dynamics And Phase Transitions Behavior Of Binary Mixtures Of Fatty Acids And Cetyltrimethylammonium Bromide As Studied Via Davydov Splitting Of Molecular Vibrational Modes, *J. Phys*, 58, 7, 640.
10. Vaidya, S., Patra, A., dan K. Ganguli, A., **2010**, Core-shell nanostructures and nanocomposites of $\text{Ag}@\text{TiO}_2$: effect of capping agent and shell thickness on the optical properties, *J Nanopart Res*, 12, 1040.
11. Nam-Hee, P., Wang, Y., Seon, W., Dang, F., Wana, C., and Koumoto, K., **2013**, Solution synthesis and growth mechanism of SrTiO_3 mesocrystals, *CrystEngComm*, 15, 680.

PENGARUH VARIASI KONSENTRASI GLISEROL DAN BERAT PATI TERHADAP SIFAT MEKANIK BIOPLASTIK DARI PATI BIJI DURIAN (*Durio zibethinus* Murr)

Nanda Raudhatil Jannah, Novesar Jamarun, dan Yulia Eka Putri

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: novesar62@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

The research on the use of *Durio zibethinus* Murr starch and plasticizer glycerol as the raw material of bioplastics have been conducted. *Durio zibethinus* Murr starch-based plastic prepared with various concentration of glycerol (10, 15, 20, 25, and 30%) and various weight of starch (4, 6, 8, 10 and 12 gram). Bioplastics with 20% glycerol concentration and 10 gram weight of starch gave the highest tensile strength value of 50.28 MPa with 13.3% an extension (elongation). FTIR (Fourier Transform InfraRed) spectrum did not show the formation of a new functional groups in bioplastics. The morphology analysis of bioplastics by SEM (Scanning Electron Microscopy) showed that the surface of bioplastic was less homogeneity because of the amylopectin molecules that have not been broken. The degradability of bioplastics were 100% on a week with degradation rate 0.0221 g/day.

Keywords: bioplastics, *Durio zibethinus* Murr starch, glycerol, tensile strength

I. Pendahuluan

Penanganan limbah dan sampah merupakan salah satu permasalahan besar di Indonesia. Seiring dengan pertumbuhan penduduk dan perkembangan teknologi, maka produksi limbah juga meningkat dengan pesat, termasuk limbah plastik. Limbah plastik adalah limbah non-organik yang membutuhkan waktu yang sangat lama agar dapat terurai di dalam tanah. Hal ini dapat menimbulkan permasalahan lingkungan seperti pencemaran air dan menjadi racun bagi organisme dalam tanah^[1]. Plastik yang umum digunakan untuk kemasan makanan adalah plastik sintesis seperti polietilen (PE) yang menggunakan minyak bumi sebagai bahan dasarnya. Selain tidak bisa terurai dalam tanah, limbah plastik ini juga tidak efektif untuk dibakar karena akan menghasilkan emisi karbon yang menyebabkan terjadinya pencemaran udara. Salah satu solusi yaitu pembuatan bioplastik atau plastik *biodegradable* yang menggunakan bahan dasar dari alam. Bioplastik memiliki keunggulan seperti aman digunakan

sebagai kemasan makanan, mudah terurai karena menggunakan bahan alami dan menghasilkan lebih sedikit emisi karbondioksida (CO₂) jika dibakar^[2].

Pengembangan bioplastik banyak dilakukan dengan menggunakan bahan yang mengandung pati dan selulosa yang merupakan jenis polimer alam polisakarida. Penggunaan pati dalam pembuatan bioplastik umumnya menggunakan pati, seperti pati singkong^[2], pati umbi talas^[3], pati sagu^[4] dan ada juga yang memanfaatkan limbah seperti kulit ubi kayu^[5] dan kulit pisang^[6]. Salah satu sumber pati yang bisa dimanfaatkan dari limbah adalah pati dari biji buah durian. Buah durian merupakan buah musiman yang banyak ditemukan di daerah tropis, khususnya Indonesia.

Tabel 1. Kandungan Nutrisi Biji Durian

Zat	Per 100 gram biji segar (mentah) tanpa kulitnya	Per 100 gram biji telah dimasak tanpa kulitnya
Kadar air	51,5 g	51,1 g
Lemak	0,4 g	0,2-0,23 g
Protein	2,6 g	1,5 g
Karbohidrat total	43,6 g	43,2 g

(Sumber: Nurfiana dkk, 2009)

Selama ini, bagian dari buah durian yang umum dikonsumsi adalah daging buahnya, sedangkan kulit dan biji belum dimanfaatkan secara maksimal dan lebih banyak terbuang menjadi limbah. Kadar karbohidrat yang tinggi dari biji durian ini memungkinkan untuk dapat diolah menjadi tepung^[7]. Nathiqoh (2013) telah melakukan pembuatan bioplastik dari biji durian dengan pengaruh penambahan khitosan terhadap ketahanan plastik terhadap air^[8].

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan Instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan adalah biji durian, gliserol (Merck), air kapur, dan akuades.

Peralatan yang digunakan antara lain gelas piala, gelas ukur dan peralatan gelas lainnya, neraca analitik, oven, *hot plate stirrer*, mikrometer sekrup, cetakan kaca berukuran 19,5 cm x 19,5 cm dan ayakan. Peralatan pengujian yang digunakan terdiri dari *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR Perkin Elmer 1600 series), *Scanning Electron Microscopy* (Hitachi S-3400N), dan uji kuat tarik dengan COM-TEN Testing Machine 95T Series.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan Pati Biji Durian

Biji durian dikupas dan dibersihkan dengan air hingga bersih, dipotong kecil-kecil dan direndam dengan air kapur selama 12 jam. Biji durian kemudian ditiriskan dan dicuci dengan air bersih yang selanjutnya dikeringkan dengan bantuan sinar matahari. Biji durian kering diblender dan ditambahkan air dengan perbandingan 1:2, kemudian diperas dan diambil filtratnya.

Filtrat didiamkan selama 12 jam untuk mendapatkan endapan. Endapan diambil dan dikeringkan di bawah sinar matahari selama 48 jam, dan didapatkan pati biji durian. Pati yang didapatkan kemudian diayak untuk mendapatkan ukuran yang lebih kecil dan memudahkan proses pelarutan.

2.2.2 Pembuatan Bioplastik dengan Variasi Konsentrasi Gliserol

Sebanyak 10 gram pati dilarutkan dalam air panas sambil diaduk selama 5 menit pada suhu 90°C. Kemudian ditambahkan gliserol dengan variasi 10%, 15%, 20%, 25%, 30% dari berat pati, diaduk kembali selama 2 menit sampai terbentuk gel plastik. Larutan kemudian dituang ke dalam cetakan, diratakan, dan diletakkan di dalam oven pada suhu 45°C selama 30 menit dan didinginkan pada suhu kamar selama 24-48 jam.

2.2.3 Pembuatan Bioplastik dengan Variasi Berat Pati

Pati dilarutkan dalam air panas dengan berat pati divariasikan (4, 6, 8, 10, dan 12 gram). Kedua bahan tersebut dipanaskan pada suhu 90°C sambil diaduk selama 5 menit untuk mendapatkan larutan yang homogen. Kemudian ditambahkan gliserol (hasil optimum dari variasi sebelumnya) dan diaduk kembali selama 2 menit sampai terbentuk gel plastik. Larutan kemudian dituangkan ke dalam cetakan, diratakan, dan diletakkan di dalam oven pada suhu 45°C selama 30 menit dan didinginkan pada suhu kamar selama 24 - 48 jam.

2.2.4 Uji Kuat Tarik (*Tensile Strength*)

Uji kuat tarik dilakukan dengan menggunakan COM-TEN testing Machine 95T Series. Sampel diuji sesuai dengan ASTM D638 untuk polimer plastik.

2.2.5 Analisis FTIR

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari sampel. Gugus fungsi dari komponen penyusun bioplastik ini dibandingkan dengan gugus fungsi pada tepung biji durian (pati) sehingga dapat diperkirakan jenis interaksi

yang terjadi pada bioplastik yang dihasilkan.

2.2.6 Analisis SEM

Karakteristik morfologi sampel dianalisis dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Sampel yang dianalisis merupakan sampel dengan kualitas baik dari ketiga prosedur yang dilakukan.

2.2.7 Uji Biodegradabilitas

Uji biodegradabilitas dilakukan untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan sampel plastik sampai mengalami degradasi. Uji biodegradabilitas dilakukan dengan menggunakan teknik *soil burial test*. Sampel berukuran 7 x 1 cm² dikubur dalam tanah dan dibiarkan terkena udara terbuka tanpa ditutupi kaca. Pengamatan terhadap sampel dilakukan selama 7 hari dengan pengamatan satu hari sekali. Pengamatan dilakukan dengan melihat perubahan berat dari film plastik.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Analisis Pati Biji Durian

Hasil karakteristik secara fisik dari pati biji durian yang dihasilkan yaitu berbentuk serbuk, berwarna putih (Gambar 1) dan masih memiliki aroma biji durian.



Gambar 1. Pati Biji Durian

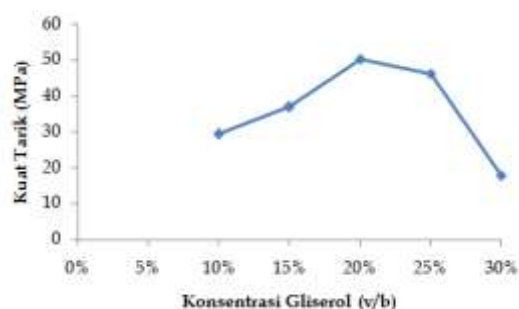
Analisis pati biji durian dilakukan berdasarkan metode analisis proksimat dengan hasil yang ditunjukkan pada tabel berikut:

Tabel 2. Analisis Kandungan Pati Biji Durian

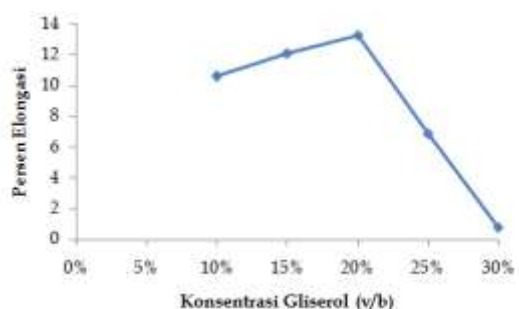
No.	Komponen	Kandungan %
1.	Karbohidrat	75,8764%
2.	Protein	8,5259%
3.	Lemak	0,7026%
4.	Air	12,4888%
5.	Abu	2,4063%

3.2 Pengaruh Konsentrasi Gliserol terhadap Sifat Mekanik Bioplastik

Sifat mekanik plastik dipengaruhi oleh komposisi dari komponen penyusunnya. Film plastik dengan bahan dasar pati saja memiliki kuat tarik dan elongasi yang rendah, sehingga perlu ditambahkan *plasticizer* untuk memperbaiki sifat mekaniknya. Pati memiliki sifat hidrofilik, dan air merupakan jenis pemlastis yang cocok untuk digunakan. Namun, kadar air dan sifat pemlastisnya terhadap pati sangat tergantung pada suhu dan kelembaban penyimpanan plastik, sehingga kurang efisien untuk diaplikasikan. Penambahan senyawa gliserol yang memiliki sifat hidrofilik dan higroskopis diharapkan mampu meningkatkan kestabilan film plastik^[9].



Gambar 2. Pengaruh Konsentrasi Gliserol terhadap Kuat Tarik Bioplastik

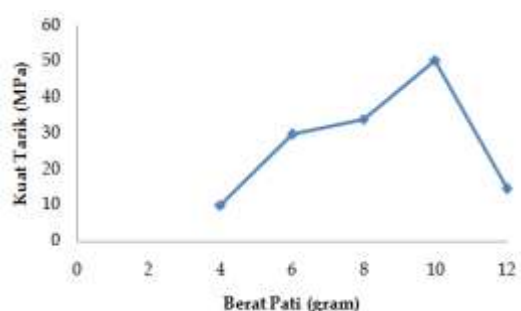


Gambar 3. Pengaruh Konsentrasi Gliserol terhadap Elongasi Bioplastik

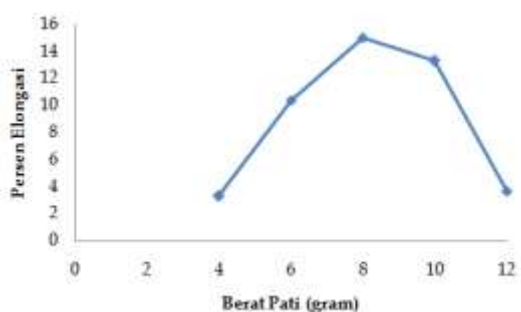
Penambahan gliserol akan mempengaruhi ikatan kimia yang terjadi antar molekul dari masing-masing komponen. Gambar 2 menunjukkan bahwa kekuatan tarik dan elongasi (perpanjangan) bioplastik

meningkat seiring dengan bertambahnya gliserol sampai pada penambahan 20%, namun mengalami penurunan pada penambahan gliserol 25% dan 30%. Kenaikan dan penurunan ini berhubungan dengan ikatan yang terjadi antara molekul polisakarida dari pati dengan gliserol. Gliserol akan menyebabkan gaya tarik menarik antar molekul dalam film plastik semakin melemah. Penambahan gliserol berlebih akan menyebabkan semakin banyak ikatan polisakarida yang diputus dan semakin berkurangnya interaksi intermolekular pada rantai polimer yang terdapat dalam pati^[33]. Nilai kuat tarik dan elongasi maksimum yang dicapai adalah pada konsentrasi gliserol 20% dengan nilai kuat tarik 50,28 MPa dan elongasi (perpanjangan) 13,3%.

3.3 Pengaruh Variasi Berat Pati terhadap Sifat Mekanik Bioplastik



Gambar 4. Pengaruh Berat Pati terhadap Kuat Tarik Bioplastik



Gambar 5. Pengaruh Berat Pati terhadap Elongasi Bioplastik

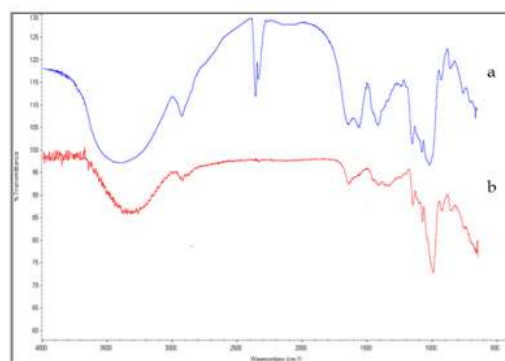
Pati memiliki sifat sukar larut dalam air, tetapi apabila dilakukan pemanasan akan terjadi gelatinisasi pada pati. Gelatinisasi terjadi pada saat energi kinetik molekul air menjadi lebih kuat dibandingkan daya tarik

menarik antara molekul pati dalam granula sehingga menyebabkan masuknya molekul air ke dalam granula dan menyebabkan pati menjadi mengembang. Masing-masing pati memiliki suhu gelatinisasi yang berbeda-beda, untuk pati biji durian dibutuhkan suhu 90°C agar granula pati pecah^[8].

Hubungan berat pati dengan nilai elongasi disebabkan oleh semakin banyak kandungan pati maka semakin banyak interaksi kuat antara molekul pati. Ikatan yang terjadi antara molekul pati semakin rapat sehingga semakin sulit untuk film plastik mengalami perenggangan atau pemanjangan^[9].

Pada prosedur ini didapatkan kondisi optimum pembuatan bioplastik dari pati biji durian dengan menggunakan 10 gram pati dengan nilai kuat tarik sebesar 50,28 MPa dengan elongasi 13,3%.

3.4 Analisis FTIR



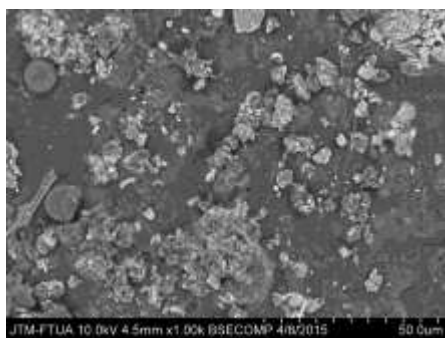
Gambar 6. Perbandingan Spektrum FTIR (a) pati biji durian dan (b) bioplastik (10 gram pati-20% gliserol)

Analisis FTIR dilakukan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada pati dan membandingkannya dengan bioplastik dari pati biji durian. Puncak spesifik yang ditemukan yaitu pada bilangan gelombang 3300-an cm^{-1} menunjukkan puncak O-H hidroksil yang diperkuat oleh rentangan C-O pada bilangan gelombang 1300-1000 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus fungsi alkohol yang berasal dari struktur glukosa pada pati, gliserol dan CPO. Intensitas dari puncak O-H ini menurun pada gambar 5 (b) dikarenakan telah terjadinya interaksi antara pati dengan

gliserol^[11]. Pada puncak lain seperti C=O karbonil ditunjukkan pada bilangan gelombang 1820-1600 cm^{-1} dan C-O ester pada 1000-1150 cm^{-1} ^[12].

Dari spektrum bioplastik yang diperoleh tidak terdapat gugus fungsi baru apabila dibandingkan dengan spektrum FTIR dari pati biji durian. Adanya gugus C-O ester dan C=O karbonil pada bioplastik menunjukkan bahwa bioplastik yang disintesis bersifat *biodegradable* (memiliki kemampuan untuk terdegradasi), karena gugus fungsi C-O ester dan C=O karbonil merupakan gugus yang bersifat hidrofilik. Komponen penyusun bioplastik seperti pati dan gliserol memiliki sifat hidrofilik yang akan mengikat molekul air dari sekitar lingkungan dan memudahkan terjadinya degradasi^[13].

3.5 Analisis SEM



Gambar 7. Morfologi bioplastik (10 gram pati-20% gliserol)

Gambar 6 adalah hasil observasi morfologi bioplastik dengan perbesaran 1000x yang menunjukkan permukaan bioplastik kurang homogen dan kasar. Hal ini dikarenakan perbandingan amilosa dan amilopektin yang tinggi pada pati biji durian. Amilopektin memiliki molekul yang lebih besar dari pada amilosa. Hal ini menyebabkan butiran-butiran amilopektin membutuhkan waktu yang lama untuk mulai tergelatinisasi^[3].

3.6 Uji Biodegradabilitas

Bioplastik dengan komposisi 10 gram pati dan 20% gliserol menunjukkan tingkat degradasi sebesar 38,9% pada hari ke-5, namun pada hari ke-6 plastik yang dikubur telah menyatu dengan tanah dan sulit untuk

dibersihkan dan ditimbang. Pada hari ke-7, film plastik ini mengalami degradasi 100% dengan laju degradasi sebesar 0,0221 g/hari.

Adanya kandungan gliserol dalam plastik akan mengikat kelembaban di udara. Hal ini menyebabkan bioplastik akan mudah menyerap air dalam tanah sehingga daya *swelling* (penggembungan film plastik oleh adanya air) menjadi lebih besar yang menyebabkan plastik lebih mudah terpecah menjadi fragmen-fragmen yang akan mudah didegradasi oleh bakteri/jamur dalam tanah^[9].

IV. Kesimpulan

Bioplastik merupakan salah satu solusi yang inovatif dan ekonomis dalam menggantikan plastik sintetis. Penambahan konsentrasi gliserol dan berat pati mempengaruhi nilai kuat tarik dan elongasi bioplastik. Kondisi optimum pembuatan bioplastik didapatkan pada campuran 10 gram pati biji durian dan 20% pemlastis gliserol dengan nilai kuat tarik tertinggi yaitu 50,28 MPa dan elongasi 13,3%.

Dari hasil analisis FTIR tidak ditemukan gugus fungsi baru pada spektrum bioplastik dibandingkan dengan spektrum pati biji durian. Uji biodegradabilitas menunjukkan selama 7 hari bioplastik telah terurai sempurna 100% dengan laju degradasi 0,0221 g/hari.

V. Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada analis Laboratorium Kimia Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas.

Referensi

1. Reddy, R. L., Reddy, V. S., and Gupta, G. A., **2013**, Study of Bio-plastics As Green & Sustainable Alternative to Plastics, *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*, 3, 82-89.
2. Ezeoha, S.L., and Ezenwanne, J. N., **2013**, Production of Biodegradable Plastic Packaging Film from Cassava

- Starch. *IOSR Journal of Engineering (IOSRJEN)*, 3, 14-20.
3. Sinaga, F. R., Ginting, G. M., Ginting, M. H. S., dan Hasibuan, R., **2014**, Pengaruh Penambahan Gliserol terhadap Sifat Kekuatan Tarik dan Pemanjangan Saat Putus Bioplastik dari Pati Umbi Talas, *Jurnal Teknik Kimia USU*, Vol. 3. No. 2, 19-24.
 4. Zuraida, A., Yusliza, Y., Anuar, H., and Muhaimin, M. K. R., **2012**, The effect of water and citric acid on sago starch bioplastics, *Food Research Journal*, 19(2), 715-719.
 5. Munthoub, I. D., and Rahman, W. A. W. A., **2011**, Tensile and Water Absorption Properties of Biodegradable Composites Derived from Cassava Skin/Polyvinyl Alcohol with Glycerol as Plasticizer, *Sains Malaysiana*, 40(7), 713-718.
 6. Widyaningsih, S., Kartika, D., dan Nurhayati, Y. T., **2012**, Pengaruh Penambahan Sorbitol dan Kalsium Karbonat terhadap Karakteristik dan Sifat Biodegradasi Film dari Pati Kulit Pisang, *Molekul*, Vol. 7. No. 1, 69-81.
 7. Djaeni, M., dan Prasetyaningrum, A., **2010**, Kelayakan Biji Durian Sebagai Bahan Pangan Alternatif: Aspek Nutrisi Dan Tekno Ekonomi, *Riptek*, Vol. 4. No. 11, 37-45.
 8. Al Ummah, N., Uji Ketahanan Biodegradable Plastik Berbasis Tepung Biji Durian (*Durio Zibethinus* Murr) Terhadap Air dan Pengukuran Densitasnya. *Skripsi*, FMIPA, Universitas Negeri Semarang, Semarang, 2013.
 9. Averous, L., and Pollet, E., *Biodegradable Polymers*. Springer: 2012.
 10. Tudorachi, N., Cascaval, C. N., Rusu, M., Pruteanu, M., **2000**, Testing polyvinyl alcohol and starch mixtures as biodegradable polymer materials. *Elsevier Science*, 19, 785-799.
 11. Anggarini, F., Aplikasi *Plasticizer* Gliserol Pada Pembuatan Plastik *Biodegradable* Dari Biji Nangka, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Negeri Semarang, Semarang, 2013.
 12. Sitorus, M., *Spektroskopi: Elusidasi Struktur Molekul Organik*, Edisi Pertama, Yogyakarta: Graha Ilmu, 2009, 36-38.
 13. Septiosari, A., Latifah, L., dan Kusumastuti, E., **2014**, Pembuatan dan Karakterisasi Bioplastik Limbah Biji Mangga dengan Penambahan Selulosa dan Gliserol. *Indonesian Journal of Chemical Science*, Vol. 3. No. 2, 1.

OPTIMASI TRANSPOR ASAM BENZOAT MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH

Novi Fauzi, Djufri Mustafa, Refinel

Laboratorium Elektro Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas.

E-mail: nafirefinel21@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Transport of benzoic acid from the source phase into the receiver phase had been investigated through bulk liquid membrane which consisted of 12 mL benzoic acid as a source phase, 24 mL NaOH as a receiver phase and 30 mL chloroform as a membrane phase. The experiment operation technique was assisted by magnetic stirrer mixing at 250 rpm speed within 15 minutes equilibrium time. The measurement of benzoic acid concentration that transported to receiver phase and residue in source phase was determined by titration method. The research results that optimum condition were achieved at pH 3 of source phase; 0,01 N benzoic acid concentrate at source phase; 0,007 N NaOH concentrate at receiver phase and 120 minutes transport time with benzoic acid percentage which was transported to receiver phase 93,88% and residue in source phase 5,07%.

Keywords : *benzoic acid, bulk liquid membrane, titration*

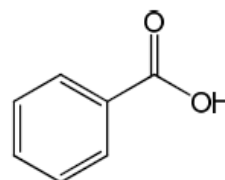
I. Pendahuluan

Pada era global sekarang ini banyak senyawa kimia yang digunakan dalam bidang makanan, industri tekstil, maupun bidang kedokteran. Penggunaan yang berlebihan diberbagai bidang tersebut akan menghasilkan limbah di lingkungan perairan. Limbah ini akan berdampak buruk, apabila limbah tersebut melewati nilai ambang batas nya.

Asam Benzoat merupakan senyawa organik yang banyak digunakan sebagai bahan pengawet dalam makanan atau minuman. Penggunaan bahan pengawet dapat menjadikan bahan makanan bebas dari kehidupan mikroba baik yang bersifat patogen maupun non patogen yang dapat menyebabkan kerusakan bahan makanan seperti pembusukan.

Asam benzoat banyak digunakan dalam makanan yang bersifat asam karena bahan ini lebih efektif bekerja pada pH 2,5-4,0.

Penggunaan asam benzoat didalam makanan tidak boleh melebihi 0,1%, karena akan memberikan dampak yang buruk terhadap manusia maupun lingkungan^{1dan2}.

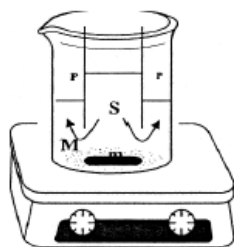


Gambar 1. Struktur Asam benzoat

Asam benzoat memiliki berat molekul 122,22 yang berupa padatan kristal putih, mempunyai titik leleh 122,4 °C dan titik didih 249,2 °C, tersublimasi pada suhu 100 °C, dan bersifat volatil. Asam benzoat sukar larut dalam air dan mudah larut dalam alkohol⁶.

Metoda pemisahan senyawa asam benzoat dari campurannya yang sering digunakan adalah metode ekstraksi pelarut. Metode ini didasarkan pada pemisahan ion atau molekul dengan cara mengekstraknya dari pelarut air

kedalam pelarut organik dan kemudian diekstraksi kembali kedalam pelarut air. Bila dilihat kembali pada metode ekstraksi pelarut masih kurang efektif dari segi ekonomisnya, karena banyak memakai bahan kimia dan juga waktu yang diperlukan cukup lama. Oleh karena itu dicari suatu metoda pemisahan yang lebih efektif baik dalam segi ekonomis maupun dalam waktu pengerjaannya, salah satunya adalah dengan metoda membran cair fasa ruah.



Gambar 2. Model Percobaan Transpor Asam Benzoat Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah

Membran cair fasa ruah memiliki beberapa keuntungan diantaranya pada cara pembuatan yang lebih mudah dan praktis dibandingkan dengan metoda ekstraksi cair-cair, dimana pada proses pemisahan dengan membran cair fasa ruah berlangsung secara kontinu, karena proses ekstraksi dan *stripping* dari spesi kimia tertentu berlangsung satu tahap sehingga dapat memungkinkan sistem proses ekstraksi dengan teknik membran cair fasa ruah ini lebih praktis dibandingkan dengan teknik ekstraksi pelarut yang dilakukan berulang-ulang^{3dan4}.

Selain itu membran cair merupakan pilihan yang tepat untuk pemisahan spesi kimia tertentu karena bersifat selektif permiablel dengan cara memanfaatkan pelarut organik ataupun anorganik tertentu yang berfungsi sebagai lintasan transpor dari komponen kimia yang akan dipisahkan. Pada penelitian ini dilakukan transpor asam benzoat dengan teknik membran cair fasa ruah dan menemukan kondisi optimum pada

pemisahan asam benzoat dengan teknik ini, melihat belum adanya penelitian yang melakukan pemisahan senyawa tersebut⁵.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang akan digunakan diantaranya adalah kertas pH, neraca analitik Ainsworth, sel membran, sel membran cair fasa ruah, magnetik stirer, dan alat-alat gelas kimia.

Bahan yang digunakan diantaranya adalah Asam Benzoat (C_6H_5COOH) (Merck), kloroform ($CHCl_3$) (Merck), Natrium Hidroksida ($NaOH$) (Merck), Phenolphthalein (indikator PP), Asam Oksalat ($H_2C_2O_4$) (Merck), HCl, Akuades.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan Reagen untuk Keperluan Analisis

2.2.1.1 Pembuatan larutan fasa sumber

Asam Benzoat ($M_r = 122,12$ gram/mol) dengan konsentrasi 0,02 N disiapkan dengan melarutkan 1,2212 gram asam benzoat kedalam 500 mL akuades pada labu ukur dan diencerkan sampai tanda batas, kemudian diencerkan secara bertingkat menjadi konsentrasi 0,015 N, 0,012 N, 0,01 N, 0,009 N, dan 0,008 N.

2.2.1.2 Pembuatan larutan fasa membran

Sebanyak 30 mL larutan kloroform digunakan sebagai membran.

2.2.1.3 Pembuatan larutan fasa penerima

$NaOH$ ($M_r = 40$ gram/mol) dengan konsentrasi 0,01 N di siapkan dengan melarutkan 0,1 gram $NaOH$ ke dalam 250 mL akuades pada labu ukur dan diencerkan sampai tanda batas, kemudian diencerkan kembali secara bertingkat menjadi konsentrasi 0,009 N, 0,008 N, 0,007 N, 0,006 N, dan 0,005 N.

2.2.1.4 Standarisasi Larutan $NaOH$ dengan Larutan Standar Primer Asam Oksalat ($H_2C_2O_4$)
 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ dengan konsentrasi 0,1 N dibuat dengan melarutkan 0,63 gram asam oksalat ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda

batas. Dari larutan oksalat 0,1 N diencerkan secara bertingkat hingga 0,005 N. Larutan oksalat 0,005 N dipipet 5 mL dan ditambahkan indikator fenolftalein serta dititrasi dengan NaOH hingga timbul warna merah muda.

2.2.2 Penentuan transpor asam benzoat dengan teknik membran cair fasa ruah

Proses transpor dilakukan seperti percobaan savafi, disiapkan beker gelas 100 mL dan dimasukkan 30 mL kloroform sebagai fasa membran. Dalam larutan fasa membran ini dicelupkan sebuah kaca slindris dan dipipetkan 12 mL larutan fasa sumber berupa larutan asam benzoat dengan konsentrasi tertentu.

Diluar tabung gelas dipipetkan 24 mL fasa penerima NaOH 0,007 N. Teknis operasi dilakukan melalui pengadukan dengan memakai magnetic stirer pada kecepatan 250 rpm selama 1 jam. Setelah 15 menit, fasa penerima dan fasa sumber diambil untuk diukur jumlah konsentrasi asam benzoat yang terkandung didalamnya dengan metoda titrasi.

2.2.3 Penentuan Konsentrasi Asam Benzoat dengan Metode Titrasi

2.2.3.1 Konsentrasi Asam Benzoat Sisa di Fasa Sumber

Fasa sumber sesudah transpor dipipet sebanyak 5 mL. kemudian ditambahkan indikator fenolftalein sebanyak 2 tetes, setelah itu di titrasi dengan NaOH 0,005 N hingga berubah warna menjadi merah muda.

2.2.3.2 Konsentrasi Asam Benzoat yang Tertranspor ke Fasa Penerima

Fasa penerima sesudah transpor dipipet sebanyak 5 mL dan ditambahkan 2 tetes indikator fenolftalein. Kemudian dititrasi dengan HCl hingga berubah warna menjadi bening.

2.2.4 Penentuan kondisi optimum transpor asam benzoat

2.2.4.1 Variasi pH pada fasa sumber

Percobaan yang dilakukan sama dengan 3.4.1 dengan variasi pH fasa penerima divariasikan yaitu pH 2, 3, 4, dan 5.

2.2.4.2 Variasi konsentrasi pada fasa sumber (asam benzoat)

Percobaan yang dilakukan sama dengan 3.4.1 dengan variasi konsentrasi fasa sumber (asam benzoat) divariasikan yaitu 0,008 N, 0,009 N, 0,01 N, 0,012 N, dan 0,015 N.

2.2.4.3 Variasi konsentrasi fasa penerima (NaOH)

Percobaan yang dilakukan sama dengan 3.4.1 dengan variasi konsentrasi fasa penerima (NaOH) yaitu 0,005 N, 0,006 N, 0,007 N, 0,008 N, dan 0,009 N.

2.2.4.4 Variasi waktu pengadukan

Percobaan yang dilakukan sama dengan 3.4.1 dengan variasi waktu pengadukan 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, 150 menit, dan 180 menit.

III. Hasil dan Pembahasan

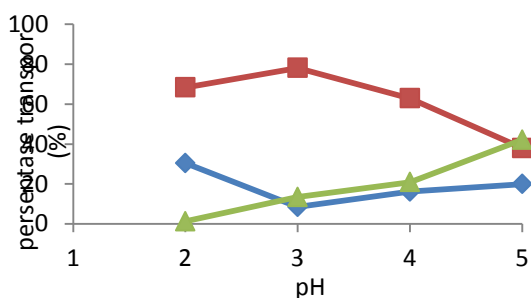
3.1 Pengaruh pH pada fasa sumber

Pengaruh pH pada fasa sumber merupakan faktor yang terpenting dalam teknik membran cair, dimana penentuan pH ini dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum tertranspornya asam benzoat di fasa sumber ke fasa penerima dengan baik.

Dalam hal ini pH mempengaruhi kesetimbangan spesi kimia yang terlibat dalam proses transpor asam benzoat ke natrium hidroksida selaku fasa penerima. Asam benzoat merupakan golongan dari asam lemah yang terdisosiasi sebagian di dalam air, sedangkan untuk masuknya asam benzoat ke fasa membran dalam keadaan tidak terionisasi atau dalam bentuk molekul.



Untuk mendapatkan asam benzoat dalam bentuk molekul, maka pada fasa sumber harus diberi asam (H^+) agar kesetimbangan bergeser ke kiri sehingga asam benzoat cenderung dalam bentuk molekul.



Gambar 3. Pengaruh pH pada fasa sumber terhadap persentase transpor asam benzoat ke fasa penerima (■), sisa asam benzoat dalam fasa sumber (■) dan sisa asam benzoat dalam fasa membran (▲)

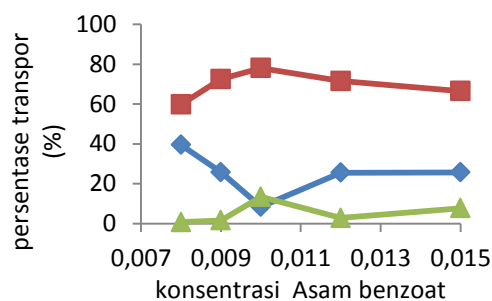
Kondisi percobaan : Fasa sumber 12 mL Asam Benzoat 0,01 N dengan variasi pH, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 24 mL NaOH 0,007 N.

Pada gambar 3 dapat dilihat bahwa pH optimum dari asam benzoat berada pada pH 3, dimana pada pH tersebut kondisi asam benzoat tertranspor dengan baik. Hal ini dapat dilihat dari persentase asam benzoat yang tertranspor ke fasa penerima adalah 78,14 %.

Sedangkan pada pH 4 dan 5 terjadi penurunan di fasa penerima, dan kenaikan pada fasa sumber, hal ini disebabkan karena terjadinya pembentukan garam yang terion, sehingga asam benzoat yang berbentuk molekul sedikit dan persen dari hasil transpor pun menurun.

3.2 Pengaruh konsentrasi fasa sumber (Asam Benzoat)

Pengaruh konsentrasi asam benzoat dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum dari fasa sumber agar tertranspor dengan baik.



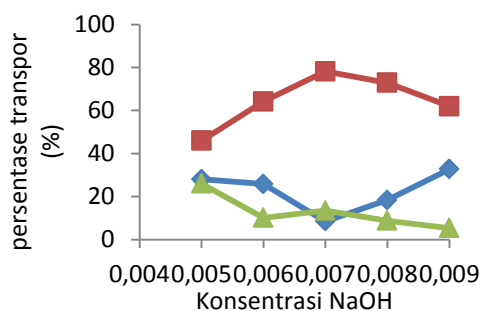
Gambar 4. Pengaruh konsentrasi asam benzoat pada fasa sumber terhadap persentase transpor asam benzoat ke fasa penerima (■), sisa asam benzoat dalam fasa sumber (■) dan sisa asam benzoat dalam fasa membran (▲)

Kondisi percobaan: Fasa sumber 12 mL Asam Benzoat dengan variasi konsentrasi, pH 3, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 24 mL NaOH 0,007 N.

Pada gambar 4 dapat dilihat kondisi optimum transpor dari asam benzoat difasa sumber pada konsentrasi 0,01 M dengan persen transpornya sebesar 78,14 %. Pada konsentrasi asam benzoat yang lebih besar terjadi penurunan karena besarnya konsentrasi dari fasa sumber akan menyulitkan tertranspor ke membran hal ini disebabkan oleh kemampuan atau kapasitas di fasa membran yang terbatas sebagai tempat media proses lintasan molekul asam benzoat untuk sampai ke fasa penerima.

3.3 Pengaruh Konsentrasi Fasa Penerima (NaOH)

Pengaruh konsentrasi fasa penerima merupakan faktor penting dalam proses transpor asam benzoat yaitu berperan sebagai penarik asam benzoat yang berada pada membran agar sampai ke fasa penerima dengan mencapai keadaan yang optimum.

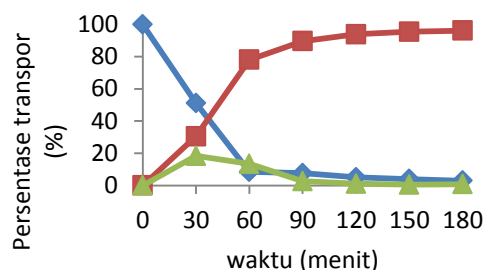


Gambar 5. Pengaruh konsentrasi NaOH pada fasa penerima terhadap persentase transpor asam benzoat ke fasa penerima (■) sisa asam benzoat dalam fasa sumber (■) dan sisa dalam fasa membran (■).
Kondisi percobaan : Fasa sumber 12 mL Asam Benzoat dengan konsentrasi 0,01 N, pH 3, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 24 mL NaOH dengan variasi konsentrasi.

Pada gambar 5 dapat dilihat bahwa kondisi optimum dari proses transpor pada konsentrasi NaOH 0,007 M dengan persen transpor sebesar 78,14 %. Pada saat konsentrasi NaOH yang lebih kecil hasil persen transpor menurun, hal ini disebabkan oleh belum cukup kuatnya NaOH menarik asam benzoat di dalam membran, begitu juga saat konsentrasi NaOH dinaikkan persen transpor menurun hal ini disebabkan oleh terurainya garam benzoat (C_6H_5COONa) yang sebagian terhidrolisis bereaksi dengan air membentuk molekul asam benzoat, sehingga bisa saja molekul tersebut kembali berdifusi balik ke dalam fasa membran dan ke dalam fasa sumber.

3.4 Pengaruh Lama Pengadukan

Waktu transpor dapat ditentukan dari lamanya waktu pengadukan dari proses transpor asam benzoat dari fasa sumber ke fasa penerima. Pengaruh lama waktu pengadukan ini sangat mempengaruhi interaksi antar molekul dengan fasa membran. Penentuan pengaruh waktu pengadukan dilakukan dengan pH optimum, konsentrasi fasa sumber dan fasa penerima optimum.



Gambar 6. Pengaruh waktu pengadukan terhadap persentase transpor asam benzoat ke fasa penerima (■) sisa asam benzoat dalam fasa sumber (■) dan sisa dalam fasa membran (■).
Kondisi percobaan : Fasa sumber 12 mL Asam Benzoat dengan konsentrasi 0,01 N, pH 3, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 24 mL NaOH dengan konsentrasi 0,007 N, dan waktu pengadukan yang divariasikan.

Pada gambar 6 dapat dilihat bahwa pada waktu 60 menit asam benzoat sudah tertranspor sebanyak 78,14 %, dan sisa asam benzoat di fasa sumber adalah 8,42 %, sedangkan semakin lamanya waktu pengadukan maka asam benzoat yang tertranspor semakin banyak, ini dapat dilihat pada waktu 120 menit asam benzoat yang tertranspor sebanyak 93,88 %.

Hal ini disebabkan karena molekul asam benzoat yang masih berada dalam fasa membran dengan bertambahnya waktu pengadukan sedikit demi sedikit keluar menuju fasa penerima, sehingga semakin banyak asam benzoat yang tertranspor ke fasa penerima (NaOH).

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa asam benzoat dapat ditranspor dengan menggunakan teknik membran cair fasa ruah, dengan keadaan optimum pada pH 3, konsentrasi fasa sumber (asam benzoat) dan fasa penerima (NaOH) 0,01 N dan 0,007 N, serta lama waktu pengadukan selama 120 menit.

Pada kondisi ini didapatkan persentase transpor asam benzoat ke fasa penerima sebesar 93,88 % dan persentase formalin sisa di fasa sumber sebesar 5,07 %.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan teima kasih kepada Analis labor Elektro/Fotokimia jurusan Kima FMIPA UNAND.

Referensi

1. Siaka, M., **2009** Analisis Bahan Pengawet Benzoat Pada Saos Tomat yang Beredar Di Wilayah Kota Denpasar, *Jurnal Kimia*, Universitas Udayana, 2(2), 87-92.
2. Winarno, F. G., **2009**, Kimia Pangan dan Gizi, *Gramedia*, Jakarta.
3. Wulandari, O., **2014**, Optimasi Transpor Asam Asetat Melalui Metoda Membran Cair Fasa Ruah dengan Trimetilamin Sebagai Carrier, *Skripsi*, FMIPA, UNAND, Padang.
4. Lubis, P. S., Mustafa, D., Alif, A., **2013**, Optimasi Transpor P-Nitrofenol Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah, *Jurnal Kimia*, 2(2).
5. Rachmat, J., **2014**, Pengaruh Co (II) Pada Transpor Ni (II) Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah dengan Zat Pembawa Dimetilglioksim, *Skripsi*, FMIPA, UNAND, Padang.
6. Putri, S. A., **2009**, Aplikasi Reaksi Canizzaro Terhadap Benzaldehid dan P-Anisaldehyd dengan Kondisi Tanpa Pelarut, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Sebelas Maret Surakarta.

VARIASI PENAMBAHAN KONSENTRASI NITROGEN PADA PRODUKSI LIPID DARI MIKROALGA *Dunaliella salina* UNTUK BAHAN BAKU BIODIESEL

Rini Yulia Ekanastiti, Marniati Salim, Zulkarnain Chaidir

Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas
E-mail: bundosalim@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Microalgae is an alternative feedstock for biodiesel production because microalgae can accumulate lipid in the biomass quickly. In this study, the effect of nitrogen concentration on biomass accumulation and lipid content were observed. The most biomass of *Dunaliella salina* obtained from the medium with concentration of NaNO_3 0.35 g/L which is as much as 0.3089 g/L. Lipid of microalgae extracted with hexane by sonication methods. Most lipids content obtained from the medium with concentration of NaNO_3 0.05 g/L as many as 17,42% of the dry weight. Lipids were then transesterified using metanol with a catalyst H_2SO_4 concentrated and produce fatty acid methyl ester (FAME) or biodiesel. From GC-MS analysis, the most dominant type of methyl ester is methyl palmitate. Based on this research can be seen that reducing the concentration of nitrogen in the culture medium can increase lipid production but reduce the amount of biomass.

Keywords: Microalgae, *Dunaliella salina*, Lipid, Biodiesel

I. Pendahuluan

Konsumsi masyarakat Indonesia akan bahan bakar minyak masih tergantung pada energi konvensional seperti minyak bumi. Jika dilakukan eksplorasi secara terus menerus maka minyak bumi akan berkurang. Sehingga diperlukan energi alternatif yang dapat menggantikan minyak bumi. Biodiesel merupakan salah satu energi pengganti minyak bumi yang bersifat terbarukan. Biodiesel berasal dari lemak alami, seperti minyak nabati, minyak hewan atau minyak goreng bekas yang dapat dimanfaatkan secara langsung maupun ditambahkan dengan minyak diesel¹.

Mikroalga adalah mikroorganisme uniseluler fotosintetik yang mampu mengubah air dan karbondioksida menjadi biomasa dengan bantuan cahaya matahari. Laju fotosintesis yang tinggi memungkinkan mikroalga menjadi platform yang efektif untuk menangkap karbon sehingga akumulasi lipid dalam biomassa mikroalga berlangsung dengan cepat. Karena spesies mikroalga dapat dibudidayakan di lahan non-pertanian, produksi biomassa alga tidak

menempati tambahan strain dalam produksi pangan. Untuk alasan ini, sekarang mikroalga menjadi salah satu bahan baku alternatif pembuatan biodiesel².

Mikroalga merupakan sumber biodiesel yang dapat diperbarui dan dapat memenuhi permintaan minyak untuk transportasi. Mikroalga sebagai biodiesel lebih kompetitif dibandingkan komoditas lain. Rata-rata hasil produksi biodiesel dari mikroalga mencapai 10 sampai 20 kali lebih banyak dan membutuhkan area yang lebih sedikit dari pada sumber bahan bakar lainnya³.

Dunaliella merupakan mikroalga uniseluler dari kelompok alga hijau yang memiliki kemampuan mengakumulasi lipid secara cepat, yang berpotensi sebagai sumber energi terbarukan dengan kandungan lipid 10-20% dari berat keringnya. Dalam beberapa penelitian telah diketahui bahwa *nutrient stress condition* seperti pengurangan kadar nitrogen (N), phosphorus (P), urea dan temperatur yang rendah dapat meningkatkan kadar lipid dari berbagai jenis mikroalga⁴.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pompa aquarium, selang (diameter 10 mm), neraca, spektrofotometer UV-Vis Genesys 20, sonikator, autoklaf, mikroskop cahaya, Kromatografi Gas-Spektrum Massa (GC-MS), sentrifus, dan peralatan gelas lainnya.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah mikroalga *Dunaliella salina* yang diperoleh dari stok yang sudah tersedia di laboratorium biokimia, media pertumbuhan Medium Bold's Basal (BBM), Walne, air laut Pantai Purus Kota Padang, *aquadest*, kloroform, n-heksan dan metanol.

2.2. Prosedur penelitian

2.1.1 Pengamatan Sel Mikroalga

Kultur mikroalga *Dunaliella salina* yang diperoleh dari stok kultur yang tersedia di laboratorium biokimia diambil sebanyak 10 mL. Sampel mikroalga kemudian ditetaskan di kaca preparat dan kemudian diamati selnya menggunakan mikroskop cahaya.

2.1.2 Pembuatan Medium Pertumbuhan BBM, BBM Air Laut, dan Walne

Pembuatan medium kultur BBM dilakukan dengan melarutkan nutrisi dengan akuades. Larutan kemudian di autoklaf dan didinginkan hingga suhu ruang sebelum digunakan. Sedangkan untuk pembuatan medium BBM air laut dilakukan dengan cara melarutkan nutrisi dengan air laut steril, larutan di autoklaf dan didinginkan hingga suhu ruang sebelum digunakan.

Pembuatan medium Walne Modifikasi dilakukan dengan cara menyiapkan komponen nutrisi yang diperlukan dalam medium Walne Modifikasi, nutrisi kemudian di autoklaf dan didinginkan hingga suhu ruang. Nutrien kemudian dilarutkan dengan air laut steril.

2.1.3 Penentuan Kurva Pertumbuhan *Dunaliella salina* dengan Memvariasikan Sumber Cahaya

Dunaliella salina dikultur dengan volume kultur 100 mL dengan perbandingan kultur dan medium adalah 1:10. Penumbuhan

kultur dilakukan pada suhu ruang dengan sumber penyorotan berasal dari cahaya matahari dan lampu 2500 lux dengan periode penyorotan 12:12 (gelap:terang). Untuk mendapatkan kurva pertumbuhan *Dunaliella salina* dilakukan pengamatan terhadap nilai absorbansi pada panjang gelombang 680 nm setiap hari hingga nilai absorbansi mengalami penurunan.

2.1.4 Kultur Mikroalga

2.1.4.1 Pemeliharaan Kultur Murni *Dunaliella salina*

Mikroalga yang diperoleh dari stok di laboratorium diidentifikasi dengan mikroskop cahaya untuk memastikan spesies mikroalga adalah murni *Dunaliella salina*. Mikroalga *Dunaliella salina* dikultur dengan menambahkan medium dengan perbandingan tertentu. Setiap kultur yang terlihat sangat rapat ditambahkan medium kembali untuk menjaga kultur murni *Dunaliella salina* tidak mati.

2.1.4.2 Pertumbuhan Kultur Mikroalga *Dunaliella salina* dengan Variasi Konsentrasi Nitrogen pada Medium Pertumbuhan

Dunaliella salina ditumbuhkan dalam media cair. Untuk melihat pengaruh konsentrasi nitrogen pada pertumbuhan *Dunaliella salina*, dibuat 5 variasi konsentrasi nitrogen dengan sumber nitrogen yang digunakan yaitu NaNO_3 . Pada penelitian ini dibuat lima variasi konsentrasi NaNO_3 dalam medium yaitu 0,35 g/L, 0,25 g/L, 0,15 g/L, 0,05 g/L dan 0 g/L. Kultur disimpan pada suhu kamar (25-30°C) dengan sumber cahaya berasal dari lampu dengan intensitas cahaya 2500 lux.

2.1.5 Estimasi Pertumbuhan dan Biomassa Kering

Berat kering biomassa *Dunaliella salina* pada puncak fasa eksponensial dalam medium pertumbuhan ditentukan dengan kurva kalibrasi standar yang ditentukan dari persamaan regresi antara absorbansi dan berat kering. Enam kultur (10 mL) mikroalga dibuat dengan menambahkan medium dengan perbandingan 0:10, 2:8, 4:6, 6:4, 8:2 10:0 (kultur : medium). Masing-masing kultur diukur serapannya pada 680

nm kemudian dilakukan sentrifugasi untuk mendapatkan biomasa, biomasa yang diperoleh dikeringanginkan hingga beratnya stabil, berat kering biomasa ditentukan secara gravimetri.

2.1.6 Pemanenan Mikroalga *Dunaliella salina*

Mikroalga pada fase akhir eksponensial dipanen dengan sentrifugasi 3500 rpm selama 10 menit. Mikroalga basah dikeringkan dalam oven $\pm 40^{\circ}\text{C}$ 12 jam lalu disimpan dalam lemari pendingin 2°C .

2.1.7 Ekstraksi Lipid

Mikroalga kering (200 mg) dicampurkan dengan 20 mL n-heksana, kemudian disonikasi selama 30 menit pada sonikator dengan resonansi 35 Hz. Setelah selesai, sampel disentrifus pada 3500 rpm selama 10 menit. Filtrat dipisahkan dan endapan yang didapatkan kemudian ditambahkan n-heksana kembali untuk dilakukan proses ekstraksi, proses diulang hingga ekstraksi lipid selesai dilakukan. Filtrat yang didapatkan dibiarkan pada suhu kamar selama 2 hari untuk menguapkan pelarut. Berat ekstrak lipid ditimbang hingga berat stabil⁵.

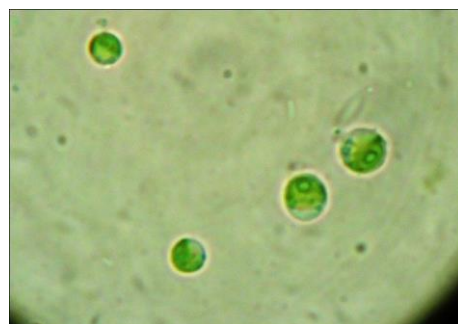
2.1.8 Transesterifikasi dan Analisis FAME dengan GC-MS

Lipid mentah hasil ekstraksi ditransesterifikasi menggunakan metanol dengan perbandingan lipid : metanol 1:6 dengan katalis H_2SO_4 pada suhu 80°C selama 1 jam. Setelah selesai ditambahkan 4 mL kloroform dan 4 mL akuades kemudian dilakukan sentrifugasi. Lapisan kloroform diambil kemudian pelarut diuapkan. Produk hasil transesterifikasi (FAME) kemudian dianalisa menggunakan Gas Chromatograph-Mass Spectrometer^{2,6}.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengamatan Sel Mikroalga

Bedasarkan hasil pengamatan sel mikroalga *Dunaliella salina* dengan mikroskop cahaya perbesaran 1000x didapatkan bentuk sel mikroalga *Dunaliella salina* pada gambar 1.

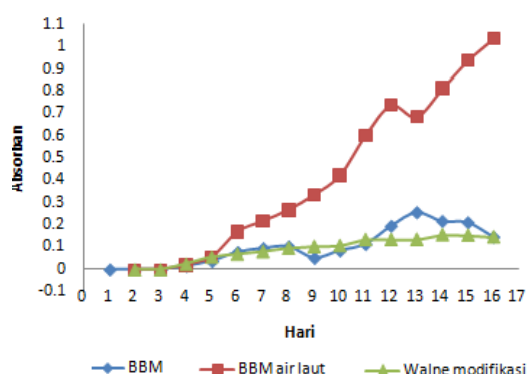


Gambar 1. Sel mikroalga *Dunaliella salina*

Dari gambar 1 dapat dilihat bahwa bentuk sel *Dunaliella salina* adalah bulat namun tidak simetris. Namun, bentuk sel *Dunaliella* bervariasi dari elips, lonjong, silinder dan hampir bulat. Bentuk sel dari spesies tertentu dapat berubah tergantung pada kondisi tertentu, ukuran sel juga tergantung pada kondisi pertumbuhan dan intensitas cahaya. Kloroplas menempati sebagian besar tubuh sel *Dunaliella salina*. Bentuknya dapat berupa cangkir dan lonceng⁷.

3.2 Variasi Medium Pertumbuhan *Dunaliella salina*

Kurva pertumbuhan *Dunaliella salina* dengan variasi medium kultur dapat dilihat pada gambar 2. Berdasarkan data laju pertumbuhan pada gambar 2 dapat diketahui bahwa laju pertumbuhan terbaik dari mikroalga *Dunaliella salina* adalah kultur dengan medium BBM air laut. Pada medium pertumbuhan ini *Dunaliella salina* mencapai nilai absorbansi tertinggi (1,037) dibandingkan medium lainnya.



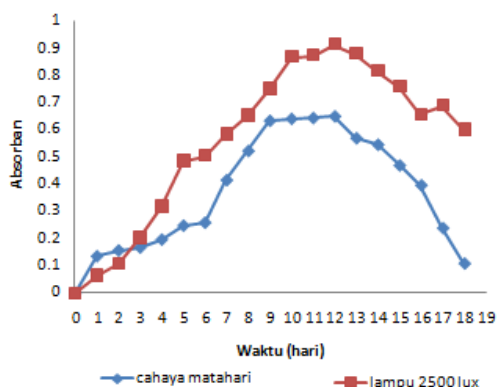
Gambar 2. Kurva pertumbuhan *Dunaliella salina* pada 3 jenis medium yaitu BBM, BBM air laut dan medium Walne.

Hal ini disebabkan oleh *Dunaliella salina* merupakan mikroalga laut sehingga penggunaan air laut sangat cocok untuk medium kultur mikroalga *Dunaliella salina*. Selain itu, dalam air laut terkandung ion-ion dari unsur Na, K, Mg, dan Ca yang dibutuhkan untuk pertumbuhan *Dunaliella salina*⁸.

Laju pertumbuhan *Dunaliella salina* pada medium Walne Modifikasi dan medium BBM menunjukkan hasil yang lebih rendah dimana puncak tertinggi pertumbuhan mikroalga hanya mencapai 0,256 untuk medium BBM dan 0,155 untuk medium Walne. Hal ini disebabkan pada medium BBM penggunaan pelarut akuades tidak cocok untuk mikroalga *Dunaliella salina* yang merupakan mikroalga laut dengan habitat hidupnya adalah di laut atau di perairan dengan kadar garam tinggi. Sedangkan pada medium walne modifikasi, terdapat beberapa nutrient yang tidak digunakan sehingga mempengaruhi pertumbuhan *Dunaliella salina*.

3.3 Kurva Pertumbuhan *Dunaliella salina* dengan Memvariasikan Sumber Cahaya

Pada penelitian ini penentuan kurva pertumbuhan *Dunaliella salina* dilakukan pada kultur dengan perbedaan sumber penyinaran yaitu cahaya matahari dan cahaya lampu 2500 lux. Kurva pertumbuhan *Dunaliella salina* dapat dilihat pada gambar 3.



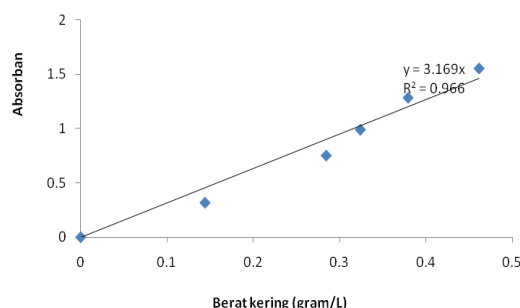
Gambar 3. Kurva Pertumbuhan *Dunaliella salina*

Gambar 3 menunjukkan bahwa sumber penyinaran terbaik adalah cahaya lampu 2500 lux dengan fase eksponensial dimulai

pada hari ke-3 dan puncak fase eksponensial terjadi pada hari ke-10 dengan nilai absorban 0,867. Sedangkan kultur dengan sumber penyinaran cahaya matahari memulai fase eksponensial pada hari ke-6 dan mengalami puncak fase eksponensial pada hari ke-9 dengan nilai absorban 0,632. Kultur dengan penyinaran lampu 2500 lux memiliki laju pertumbuhan lebih baik dibandingkan cahaya matahari karena intensitas cahaya lampu lebih besar dibandingkan cahaya matahari yang berkisar dari 1500 lux – 1800 lux. Intensitas cahaya lampu yang lebih besar ini menyebabkan laju pertumbuhan mikroalga *Dunaliella salina* lebih baik dibandingkan cahaya matahari.

3.4 Estimasi Biomasa Mikroalga *Dunaliella salina*

Hubungan antara derajat absorbansi dan konsentrasi biomasa dalam medium kultur dapat diketahui dengan cara membuat kurva kalibrasi berupa garis linear yang menghubungkan antara absorbansi (OD) media kultur dengan konsentrasi biomasa (gram/ /L) di dalamnya⁹.



Gambar 4. Kurva kalibrasi berat kering kultur standar *Dunaliella salina*

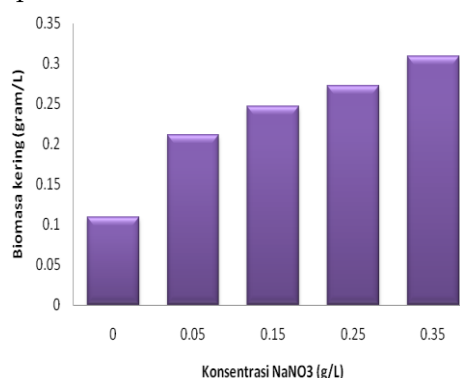
Dari kurva pada gambar 4 didapatkan persamaan regresi yang memberikan informasi bahwa dengan absorban 1 mempunyai berat kering 0,315 dalam kultur sebanyak 1 L.

3.5 Pengaruh Konsentrasi Nitrogen terhadap Biomasa

Mikroalga tidak bisa tumbuh tanpa adanya sumber nitrogen dan pertumbuhannya secara langsung dipengaruhi oleh konsentrasi nitrogen yang terdapat dalam medium petumbuhan. Dengan

meningkatnya konsentrasi nitrogen dalam medium akan meningkatkan pula jumlah biomasa yang didapatkan dari kultur pertumbuhan mikroalga *Dunaliella salina* begitu juga sebaliknya.

Nitrogen merupakan zat yang diperlukan dalam pembentukan klorofil yang diperlukan dalam proses fotosintesis. Ketika konsentrasi nitrogen diturunkan maka pembentukan klorofil akan terhambat yang menyebabkan proses fotosintesis akan terhambat. Terhambatnya proses fotosintesis akan mengakibatkan pertumbuhan mikroalga menjadi terhambat, oleh karena itu konsentrasi nitrogen dalam medium pertumbuhan sangat mempengaruhi biomasa mikroalga yang diperoleh¹⁰.

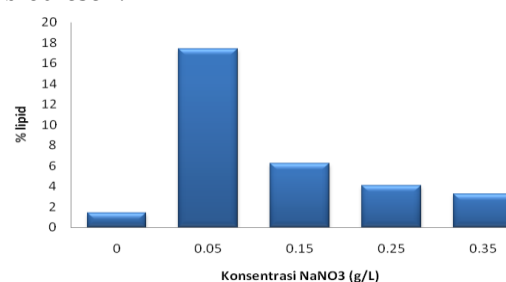


Gambar 5. Pengaruh konsentrasi nitrogen terhadap jumlah biomasa *Dunaliella salina*

Dari penelitian ini diketahui peningkatan konsentrasi NaNO₃ (0; 0,05; 0,15; 0,25; 0,35 g/L) yang merupakan sumber nitrogen juga meningkatkan jumlah biomasa mikroalga *Dunaliella salina* yang diperoleh. Diagram pada gambar 5 menunjukkan biomasa terbanyak diperoleh pada kultur dengan konsentrasi NaNO₃ 0,35 g/L yaitu sebanyak 0,3089 g/L. Hasil dari penelitian ini sesuai dengan hasil penelitian yang telah dilakukan sebelumnya. Sudha menyatakan dalam penelitiannya bahwa jumlah biomasa terbanyak dari kultur *Dunaliella salina* diperoleh pada kultur dengan konsentrasi nitrogen tertinggi¹¹.

3.6 Pengaruh Konsentrasi Nitrogen terhadap Kadar Lipid

Dalam penelitian ini ingin diketahui konsentrasi NaNO₃ yang dapat menghasilkan lipid paling optimal. Gambar 6 menginformasikan bahwa kadar lipid terbanyak didapatkan pada kultur dengan konsentrasi NaNO₃ 0,05 gram/L dengan kadar lipid sebanyak 17,42 %. Dengan kadar lipid sebanyak 17,42 % tersebut, *Dunaliella salina* dapat dijadikan sebagai sumber penghasil lipid untuk bahan baku biodiesel⁴.



Gambar 6. Pengaruh konsentrasi nitrogen terhadap kadar lipid

Pada kondisi stress lingkungan yaitu konsentrasi nitrogen rendah, mikroalga cenderung membentuk lipid sebagai cadangan makanan dari pada membentuk karbohidrat dan senyawa lainnya. Hal ini disebabkan karena mikroalga lebih banyak menggunakan atom karbon untuk membentuk lipid dari pada karbohidrat, sebagai meningkatnya aktivitas enzim asetil ko-A karboksilase¹⁰.

Gambar 6 menunjukkan bahwa pengurangan konsentrasi nitrogen dalam media kultur dapat meningkatkan kadar lipid yang diperoleh dari mikroalga *Dunaliella salina*. Penelitian lain yang mendukung hasil penelitian ini adalah Sudha dan Yilancioglu, dimana dalam penelitiannya juga didapatkan kadar lipid optimal yaitu pada media kultur dengan konsentrasi nitrogen yang terendah^{11,12}.

3.7 Analisis FAME *Dunaliella salina* dengan GC-MS

Jenis asam lemak yang bervariasi pada mikroalga dapat dimanfaatkan untuk biodiesel. Pengukuran FAME dari lipid mikroalga bertujuan untuk menunjukkan jumlah lipid yang dapat dikonversi menjadi biodiesel. Biodiesel merupakan campuran

dari *alkali ether* dan asam lemak yang diperoleh dari proses transesterifikasi lipid. Tabel 1 menunjukkan profil FAME yang terdapat dalam lipid mikroalga *Dunaliella salina*.

Tabel 1. Profil FAME dari lipid mikroalga *Dunaliella salina*

No	Fatty acid methyl ester FAME	% Area
1	Methyl palmitate	19,63
2	Methyl linoleate	6,15
3	Methyl linolenate	5,72
4	Methyl octadec-9-enoate	5,45
5	Methyl Stearate	4,59

Dari tabel 1 diketahui jenis FAME dominan dari lipid *D. salina* adalah *methyl palmitate*, *methyl linoleate*, *methyl linolenate*, *methyl octadecenoate* dan *methyl stearate* yang merupakan jenis FAME yang biasa ditemui dalam biodiesel. Hal ini menunjukkan bahwa lipid yang dihasilkan *Dunaliella salina* dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel serta didukung juga oleh kadar lipid yang dihasilkan mencapai 17,42 %.

IV. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa medium yang paling tepat untuk pertumbuhan *Dunaliella salina* adalah medium Bold's Basal Modifikasi menggunakan air laut (BBM air laut). Jumlah biomasa *Dunaliella salina* terbanyak diperoleh pada medium dengan konsentrasi NaNO_3 0,35 g/L dengan jumlah biomasa yaitu 0,3089 g/L. Untuk kadar lipid terbanyak diperoleh pada medium dengan konsentrasi NaNO_3 0,05 g/L dimana kadar lipid yang diperoleh adalah 17,42% dari berat kering mikroalga.

Analisis FAME hasil transesterifikasi lipid *Dunaliella salina* dengan GC-MS menunjukkan jenis metil ester yang dominan yaitu *methyl palmitate*, *methyl lionoleat*, *methyl linolenate*, *methyl octadec-9-enoate* dan *methyl stearate*.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada analis Laboratorium Biokimia Universitas Andalas Padang.

Referensi

- Kristanti, W. A., Satwiko, dan Noor, F., **2012**, Ekstraksi minyak nabati dari *Scenedesmus sp.* menggunakan gelombang mikro, *Seminar Nasional Fisika*.
- Shin, H. Y., Ryu, J. H., Bae, S. Y., Crofcheck, C., and Crocker, M., **2014**, Lipid Extraction from *Scenedesmus sp.* Microalgae for Biodiesel Production Using Hot Compressed Hexane, *Fuel*, 130, 66-69.
- Yulianti, **2014**, Isolasi dan identifikasi Mikroalga yang Berpotensi Sebagai Penghasil Bahan Baku Biopdiesel dari Muara Penjalinan Kota Padang, *Thesis*, FMIPA, Universitas Andalas, Padang.
- Liu J., Mukherjee J., Hakwes J. J., and Wilkinson J., **2013**, Optimization of Lipid Production for Algal Biodiesel in Nitrogen Stressed Cells of *Dunaliella salina* Using FTIR Analysis, *JChem Technol Biotechnol*, 88, 1807-1814.
- Maria, et, al, **2013**, Improvement in microalgae lipid extraction using a sonication-assisted method, *Renewable energy*, 55, 525-53.
- Amini, S. R., **2014**, Biodiesel Properties of Native Strain of *Dunaliella salina*, *International Journal of Renewable Energi Research*.
- Borowitzka, L., J., Borowitzka, M., A., **1989**, β -Carotene (Provitamin A) Production with Algae, *Biotechnology of Vitamins, Pigments and Growth Factors*, 15-26.
- Yufdy, M. P., dan Jumberi, A, Pemanfaatan hara air laut untuk memenuhikebutuhan tanaman. *dpi.nsw.gov.au*. diakses Selasa 30 Juni 2015.
- Febriana, E.D., Mukti, H., dan Zullaikah, S, Pengaruh nutrisi dan salinitas terhadap produktivitas lipida dari *Botryococcus braunii*.
- Ernest, P, **2012**, Pengaruh Kandungan Ion Nitrat terhadap pertumbuhan *Nanochloropsis, sp*, *Skripsi*, Universitas Indonesia, Jakarta.
- Sudha, K. S. C., Shalma, S. M., Naveena, B. E., and Prakash, S., **2013**, Effect of nitrogen concentration on growth and lipid content of *Chlorella marina* dan

- Dunaliella salina* for biodiesel production. *International Journal of Intregative, innovation and Technology*, 2, 28-32.
12. Yilancionglu, K., Cokol, M., Pastirmaci, I., Erman, B., and Cetiner, S, **2014**, Oxidative stress in mediator for increase lipid accumulation in a newly isolated *Dunaliella salina* strain, *Plos one*, 9, Iss 3, e91957.

UJI SENYAWA ANTIMIKROBA DARI ASAM LEMAK DAN FATTY ACID METHYL ESTER (FAME) MIKROALGA *Nannochloropsis oculata*

Sari Rahmi, Marniati Salim, Zulkarnain Chaidir

Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: bundosalim@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Microalgae contains many bioactive molecules including lipid that can be useful for development of antimicrobial compounds. The aim of this research is to test antimicrobial compounds from fatty acid and *fatty acid methyl ester* (FAME) from microalgae *Nannochloropsis oculata*. Lipid from microalgae was extracted using hexane and transesterfied using methanol dan sulfuric acid p.a as catalist. Antimicrobial activities were tested using disc diffusion methode against *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, and yeast *Candida albicans*, at varying concentrations are 100, 200, and 300 mg/L. The result shown that fatty acids and FAME from microalgae *Nannochloropsis oculata* have antibacterial activity and do not have anti-candidal activity against *Candida albicans*. Antibacterial activity of fatty acids is higher than antibacterial activity of FAME on both bacteria. The result shown that fatty acids and FAME contained in lipid of microalgae *Nannochloropsis oculata* are palmitic acid, stearic acid, methyl lauric, and methyl stearic.

Keywords: *Nannochloropsis oculata*, fatty acid, FAME, disc diffusion, antimicrobial.

I. Pendahuluan

Mikroalga merupakan tumbuhan air yang berukuran mikroskopik, memiliki berbagai potensi yang dapat dikembangkan sebagai sumber pakan, pangan, dan bahan kimia lainnya.¹ Mikroalga mengandung banyak molekul bioaktif termasuk lipid yang bisa digunakan untuk mengembangkan senyawa antimikroba. Mikroalga laut telah menjadi sumber dari bahan kimia farmasi, kosmetik, agen antikanker, enzim, pigmen, antioksidan, asam lemak rangkap satu rantai panjang (PUFA), suplemen harian, dan *biofuel*. Mikroalga memproduksi metabolit sekunder yang terakumulasi pada media pertumbuhan pada akhir fasa eksponensial dan fasa stasioner. Senyawa yang biasanya mempunyai aktifitas antibakteri pada mikroalga seperti asam lemak, asam organik lain, bromofenol, inhibitor fenolik lain, tannin, terpenoid, polisakarida dan karbohidrat lain dan alkohol.²

Banyak penelitian telah menyebutkan bahwa metabolit dari mikroalga dapat

menghambat pertumbuhan bakteri dan jamur yang merugikan, tetapi sedikit sekali penelitian yang diketahui senyawanya. Beberapa penelitian menyebutkan bahwa asam lemak dan *fatty acid methyl ester* (FAME) berpotensi sebagai senyawa antimikroba.³ dan ⁴ Agustini melaporkan bahwa ekstrak asam lemak mikroalga *Nannochloropsis sp* dengan pelarut petroleum eter dan etanol mempunyai potensi sebagai antibakteri.⁵ Surendhiran *et. al.* melaporkan FAME dari mikroalga *Nannochloropsis oculata* (*N. oculata*) berpotensi sebagai senyawa antimikroba terhadap bakteri dan jamur.⁶

Mikroalga *N. oculata* merupakan mikroalga yang mudah dikultur secara massal, tidak menimbulkan racun atau kerusakan ekosistem di bak pemeliharaan larva, memiliki kandungan antibiotik.⁷ dan ⁸ Mikroalga *N. oculata* dapat menghasilkan lipid sekitar 20-30 %.⁹

Oleh karena itu, peneliti ingin menguji senyawa antimikroba dari asam lemak dan

fatty acid methyl ester (FAME) mikroalga *Nannochloropsis oculata*.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan adalah n-heksana, metanol, Medium *Bold's Basal* (BBM), Medium *Nutrient Agar* (NA), Medium *Potato Dextrose Agar* (PDA), kloroform, H₂SO₄ pekat, air laut steril, kertas saring Whatman No. 1, akuades, *streptomycin sulphate* (kontrol positif bakteri), *ketoconazole* (kontrol positif jamur), bakteri gram-negatif *Escherichia coli* (*E. coli*), bakteri gram-positif *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*), dan jamur *Candida albicans* (*C. albicans*).

Spektrofotometer UV-Vis Genesys 20, lampu neon spiral 24 watt (Visalux), sentrifus, petridish, jarum ose, *autoclave*, *laminar flow*, *cotton bud*, mikroskop cahaya, ultrasonikator Bandelin Sonorex Digitec, corong pisah, pipet mikro, jangka sorong Kromatografi Gas-Spektrum Massa (GC-MS), aplikasi Luxmeter, serta peralatan gelas laboratorium.

2.2 Prosedur penelitian

2.2.1 Pengamatan sel mikroalga

Mikroalga yang diperoleh dari stok di laboratorium diidentifikasi dengan mengambil kultur mikroalga *N. oculata* sebanyak 10 mL. Sampel mikroalga kemudian ditetaskan di kaca preparat dan kemudian diamati morfologinya menggunakan mikroskop cahaya.

2.2.2 Pembuatan medium BBM dan BBM modifikasi

Medium BBM dan medium BBM yang dimodifikasi menggunakan air laut steril. Stok larutan medium BBM dibuat dengan memipet makronutrien (1-6) dipipet sebanyak 10 mL dan mikronutrien (7-10) sebanyak 1 mL diencerkan dengan akuades sampai volume 1 L kemudian medium diautoklaf dan medium didinginkan hingga suhu ruang sebelum digunakan. Sedangkan stok larutan medium BBM air laut dibuat dengan memipet makronutrien (1-6) sebanyak 10 mL dan mikronutrien (7-10)

sebanyak 1 mL diencerkan dengan air laut steril kemudian medium diautoklaf dan medium didinginkan hingga suhu ruang sebelum digunakan.

Medium yang paling cocok akan digunakan untuk pertumbuhan kultur mikroalga *N. oculata* selanjutnya.

2.2.3 Pembuatan kurva pengaruh medium terhadap pertumbuhan mikroalga

Mikroalga *N. oculata* ditumbuhkan pada medium yang berbeda yaitu medium BBM dan medium BBM air laut dalam botol gelas 100 mL dengan volume kultur 88 mL. Cahaya diperoleh dari cahaya matahari. Suhu selama kultivasi adalah suhu ruangan ± 28 °C. Udara diaerasikan ke medium dari mulut botol gelas menggunakan pompa udara. Untuk mendapatkan kurva pertumbuhan mikroalga dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm¹⁰ setiap harinya hingga nilai absorbansi mengalami penurunan.

2.2.4 Pembuatan kurva pengaruh sumber cahaya terhadap pertumbuhan mikroalga

Mikroalga *N. oculata* ditumbuhkan pada medium BBM dalam botol gelas 100 mL dengan volume kultur 88 mL, dan cahaya dari lampu neon spiral dengan intensitas 3000 lux dan fotoperiode 12 jam terang dan 12 jam gelap.⁵ Suhu selama kultivasi adalah ± 30 °C berasal dari lampu. Untuk mendapatkan kurva pertumbuhan mikroalga dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm setiap harinya hingga nilai absorbansi mengalami penurunan.

2.2.5 Kultur mikroalga

2.2.5.1 Pemeliharaan kultur murni *N. oculata*

Mikroalga *N. oculata* diperoleh dari laboratorium Biokimia Unand dan dikultivasi pada medium yang paling cocok dengan menambahkan medium pada kultur dengan perbandingan tertentu. Cahaya selama kultivasi diperoleh dari cahaya

matahari. Suhu selama kultivasi adalah suhu ruangan $\pm 28^\circ\text{C}$. Udara diaerasikan ke medium dari mulut botol gelas menggunakan pompa udara. Setiap kultur terlihat sangat rapat dilakukan kembali penambahan medium secara bertahap. Metode ini dilakukan untuk memelihara kultur murni *N. oculata* agar tidak mati.

2.2.5.2 Estimasi pertumbuhan dan biomassa kering

Berat kering biomassa *N. oculata* pada akhir fasa eksponensial dalam medium pertumbuhan ditentukan dengan kurva kalibrasi standar yang ditentukan dari persamaan regresi antara absorban dan berat kering. Enam kultur (10 mL) mikroalga dibuat dengan menambahkan medium dengan perbandingan 0:10, 2:8, 4:6, 6:4, 8:2 10:0 (medium : kultur). Masing-masing kultur diukur serapannya pada 540 nm kemudian dilakukan sentrifugasi untuk mendapatkan biomassa, biomassa yang diperoleh dikeringanginkan hingga beratnya konstan, berat kering biomassa ditentukan secara gravimetri. Dibuat kurva kalibrasi standar dengan absorban sebagai x dan berat kering sebagai y.

2.2.6 Pemanenan mikroalga

Mikroalga pada fasa akhir eksponensial dipanen dengan sentrifugasi 3500 rpm selama 10 menit. Mikroalga basah dikeringkan pada suhu ruangan dan disimpan dalam lemari pendingin -20°C .

2.2.7 Ekstraksi lipid

Ekstraksi lipid mikroalga dilakukan dengan cara sonikasi. Mikroalga kering (100 mg) dicampurkan dengan n-heksana 10 mL, kemudian disonikasi selama 30 menit pada sonikator dengan resonansi 35 kHz. Filtrat dipisahkan dan pelet yang didapatkan kemudian ditambahkan n-heksana kembali untuk dilakukan proses ekstraksi, proses diulang hingga ekstraksi lipid selesai dilakukan. Filtrat yang didapatkan dibiarkan pada suhu kamar untuk menguapkan pelarut.¹¹

2.2.8 Transesterifikasi lipid

Ekstrak lipid ditambahkan dengan metanol (1:6 b/b) dengan 2 tetes katalis H_2SO_4 p.a, dipanaskan dalam oven selama 30 menit pada suhu 80°C . Setelah selesai 4 mL akuades dan 4 mL kloroform ditambahkan, campuran disentrifugasi. Lapisan kloroform diambil kemudian diuapkan pada suhu ruangan sampai kering.¹²

2.2.9 Uji aktifitas antimikroba

Uji aktifitas antimikroba dari asam lemak dan FAME mikroalga *N. oculata* secara *in vitro* dilakukan menggunakan metoda difusi cakram.⁴ dan ¹³

2.2.9.1 Uji aktifitas antimikroba asam lemak

Medium NA dan PDA steril dituangkan kedalam cawan petri yang berbeda dan didiamkan pada suhu kamar hingga memadat. Suspensi bakteri dituangkan kedalam cawan petri berisi medium NA, suspensi jamur dituangkan kedalam cawan petri berisi medium PDA diratakan dengan bantuan *cotton bud* sampai membasahi semua permukaan media. Cakram steril (kertas saring Whatman No. 1) dicelupkan kedalam ekstrak lipid yang telah dilarutkan dengan n-heksana untuk konsentrasi masing-masing 100, 200, dan 300 mg/L, diletakkan diatas lapisan agar yang telah memadat. Kontrol positif digunakan untuk bakteri adalah *streptomycin sulphate*, untuk jamur adalah *ketconazole* dengan konsentrasi 10 mg/L dan kontrol negatif adalah n-heksana. Cawan petri diinkubasi pada suhu 37°C selama 24 jam, zona hambat yang terbentuk disekitar kertas cakram diukur diameternya.

2.2.9.2 Uji aktifitas antimikroba FAME

Medium NA dan PDA steril dituangkan kedalam cawan petri yang berbeda dan didiamkan pada suhu kamar hingga memadat. Suspensi bakteri dituangkan kedalam cawan petri berisi medium NA, suspensi jamur dituangkan kedalam cawan petri berisi medium PDA, diratakan dengan bantuan *cotton bud* sampai membasahi semua permukaan media. Cakram steril (kertas saring Whatman No. 1) dicelupkan kedalam FAME yang telah dilarutkan

dengan n-heksana untuk konsentrasi masing-masing 100, 200, dan 300 mg/L diletakkan diatas lapisan agar yang telah memadat. Kontrol positif digunakan untuk bakteri adalah *streptomycin sulphate*, untuk jamur adalah *ketoconazole* dan kontrol negatif adalah n-heksana. Cawan petri diinkubasi pada suhu 37 °C selama 24 jam, zona hambat yang terbentuk disekitar kertas cakram diukur diameternya.

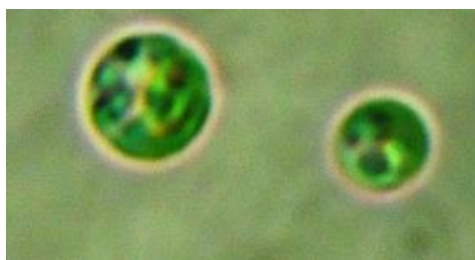
2.2.10 Analisis GC-MS

Produk hasil transesterifikasi (FAME) dianalisis menggunakan GC-MS dengan eksternal standar metil nonadekanoat.^{11 dan 12}

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengamatan Sel Mikroalga

Berdasarkan hasil pengamatan sel mikroalga *N. oculata* dengan mikroskop cahaya pada perbesaran 1000 x didapatkan morfologi mikroalga *N. oculata* pada gambar 1.



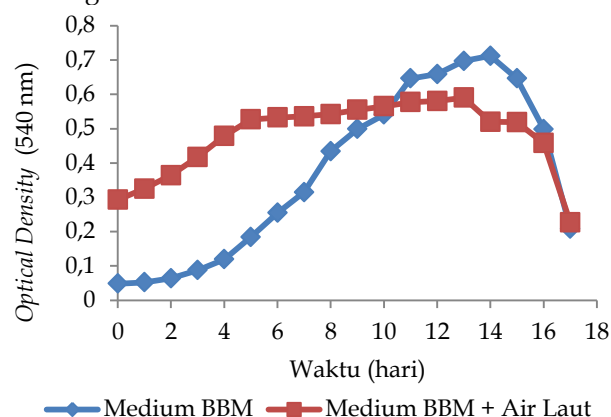
Gambar 1. Sel mikroalga *N. oculata* dengan perbesaran 1000 x

Hasil pengamatan menunjukkan bahwa mikroalga *N. oculata* yang digunakan adalah murni dengan sel berbentuk bola, berwarna kehijauan, tidak motil dan tidak berflagel.

3.2 Pengaruh Medium Terhadap Pertumbuhan Mikroalga

Laju pertumbuhan mikroalga *N. oculata* lebih baik pada medium BBM (gambar 2) dimana nilai absorban tertingginya mencapai 0,712. Nilai absorban yang tinggi menunjukkan bahwa biomassa yang dihasilkan juga semakin banyak. Laju pertumbuhan *N. oculata* pada medium BBM air laut menunjukkan hasil yang lebih rendah dimana nilai absorban tertinggi hanya mencapai 0,5905. Hal ini dikarenakan stok kultur mikroalga *N. oculata* yang didapatkan dipelihara pada medium BBM

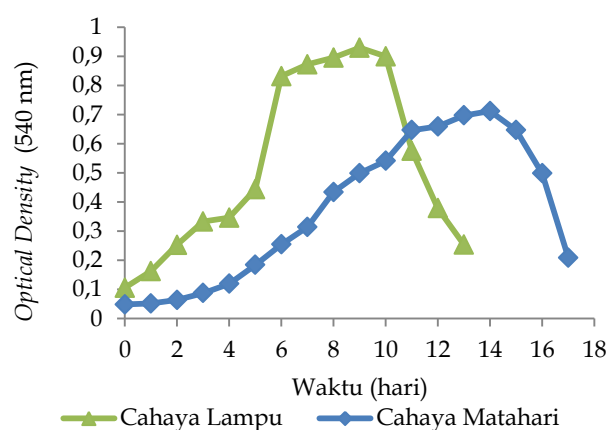
sehingga mikroalga *N. oculata* akan lebih baik tumbuh karena telah beradaptasi dengan medium BBM.



Gambar 2. Kurva pertumbuhan *N. oculata* dengan media yang berbeda

3.3 Pengaruh Sumber Cahaya Terhadap Pertumbuhan Mikroalga

Sumber penyinaran terbaik untuk pertumbuhan *N. oculata* adalah cahaya lampu dengan intensitas 3000 lux (gambar 3) dengan fase eksponensial dimulai pada hari ke-1 dan puncak fase eksponensial terjadi pada hari ke-6 dengan nilai absorban 0,8315. Sedangkan kultur dengan sumber penyinaran cahaya matahari memulai fase eksponensial pada hari ke-4 dan mengalami puncak fase eksponensial pada hari ke-11 dengan nilai absorban 0,6465.



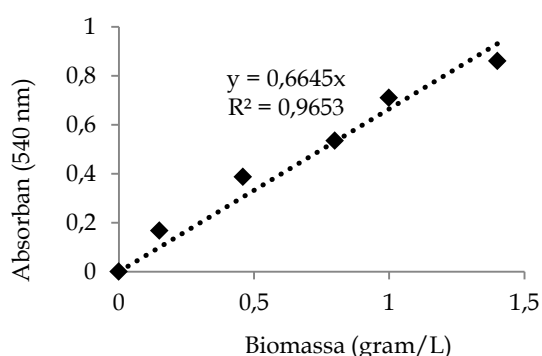
Gambar 3. Kurva pertumbuhan *N. oculata* dengan sumber cahaya yang berbeda

Kultur dengan penyinaran lampu 3000 lux memiliki laju pertumbuhan lebih baik

dibandingkan cahaya matahari karena intensitas cahaya lampu lebih besar dan konstan dibandingkan cahaya matahari. Intensitas cahaya lampu yang lebih besar ini menyebabkan laju pertumbuhan mikroalga *N. oculata* lebih baik dibandingkan cahaya matahari.

3.4 Estimasi Biomassa

Hubungan antara derajat absorbansi dan konsentrasi biomassa dalam medium kultur dapat diketahui dengan cara membuat kurva kalibrasi berupa garis linear yang menghubungkan antara absorbansi (OD) media kultur dengan konsentrasi biomassa (gram/L) didalamnya.



Gambar 4. Kurva hubungan densitas optis (OD) dan berat biomassa kering mikroalga

Pengukuran pertumbuhan mikroalga dilakukan dengan mengukur nilai OD pada 540 nm. Berdasarkan persamaan regresi diatas pada absorbansi 1 A didapatkan berat kering biomassa mikroalga sebanyak 1,5049 g dalam 1 L kultur.

3.5 Ekstraksi Lipid

Dari hasil ekstraksi dengan metoda sonikasi didapatkan kadar lipid sebesar 7,2293 % dari biomassa kering *N. oculata*.

3.6 Uji Aktivitas Antimikroba Asam Lemak dan FAME

Asam lemak dan FAME mikroalga *N. oculata* mempunyai aktifitas antibakteri dan tidak mempunyai aktifitas antijamur terhadap jamur *Candida albicans* seperti terlihat pada tabel 1. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa bakteri gram positif lebih sensitif terhadap asam lemak mikroalga *N.*

oculata daripada bakteri gram negatif. Hasil yang sama juga ditemukan pada ekstrak asam lemak mikroalga *Nannochloropsis sp*, FAME dari *Blind Your-Eye mangrove* from India, dan ekstrak lipofilik dari berbagai bagian tanaman *Pistacia vera*.^{3, 5 dan 14}

Tabel 1. Diameter zona bening asam lemak dan FAME mikroalga *N. oculata*

	Konsentrasi (mg/L)	Diameter zona bening (mm)		
		<i>E. coli</i>	<i>S. aureus</i>	<i>C. albicans</i>
Asam Lemak	100	0,595	0,745	-
	200	1,68	2,63	-
	300	2,55	2,855	-
FAME	100	0,925	0,845	-
	200	1,53	1,34	-
	300	2,13	1,555	-
Kontrol positif		8,35	9,17	2,37
Kontrol negatif		2,45	2,155	-

Dari tabel 1 juga dapat dilihat bahwa bakteri gram negatif lebih sensitif terhadap FAME mikroalga *N. oculata* daripada bakteri gram positif hal ini dikarenakan karakteristik permeabilitas dari molekul FAME tersebut.⁴ Aktivitas antibakteri asam lemak lebih besar dibandingkan aktivitas FAME. Asam lemak dan FAME dapat bersifat toksik bagi bakteri karena efeknya seperti surfaktan yang terdapat pada membran sel bakteri dan menghambat sintesis protein.³

Zona bening yang dihasilkan oleh asam lemak dan FAME mikroalga *N. oculata* relatif kecil artinya senyawa antimikroba yang dihasilkan mempunyai aktivitas antimikroba yang kecil.

3.7 Analisis Asam Lemak dan FAME Mikroalga *N. oculata* dengan GC-MS

Pengukuran FAME dari lipid mikroalga bertujuan untuk menunjukkan komposisi asam lemak dan FAME yang terdapat pada mikroalga *N. oculata* yang bertindak sebagai senyawa antimikroba.

Tabel 2. Profil Asam Lemak dari mikroalga *N. oculata*

Nama Umum	Nama Kimia	Struktur Molekul	Kandungan (%)
Asam Palmitat	Asam Heksadekanoat	$C_{16}H_{32}O_2$	7,68

(C16:0)			
Asam Stearat (C18:0)	Asam Oktadekanoat	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	2,14

Tabel 3. Profil FAME dari mikroalga *N. oculata*

Nama Umum	Nama Kimia	Struktur Molekul	Kandungan (%)
Metil Laurat	Metil Dodekanoat	C ₁₃ H ₂₆ O ₂	0,94
Metil Stearat	Metil Oktadekanoat	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	0,61

Dari hasil GC-MS dapat dilihat bahwa senyawa asam lemak yang terdapat pada mikroalga *N. oculata* adalah asam palimitat dan asam stearat dengan komposisi masing-masing 7,68 dan 2,14 % dan FAME yang terdapat pada mikroalga *N. oculata* adalah metil laurat dan metil stearat dengan komposisi masing-masing 0,94 dan 0,61 %. Hal inilah yang menyebabkan aktifitas asam lemak dan FAME mikroalga *N. oculata* sangat kecil.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa mikroalga *N. oculata* tumbuh lebih baik pada mediu BBM dengan sumber cahaya lampu dengan intensitas 3000 lux dan fotoperiode 12 jam terang dan gelap. Asam lemak dan FAME yang terdapat pada mikroalga *N. oculata* dapat menghambat pertumbuhan bakteri. Kandungan asam lemak dan FAME yang terdapat dalam mikroalga *N. oculata* adalah asam palmitat, asam stearat, metil laurat, dan metil stearat.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan teima kasih kepada analis Laboratorium Biokimia Universitas Andalas, Padang.

Referensi

1. Harsanto, S., **2009**, Analisis Asam Lemak Mikroalga *Nannochloropsis oculata*, Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
2. Metting, B., **1986**, Reviews Biologically Active Compounds from Microalgae, *Enzyme Microb Technol*, 8, 386-394.
3. Agoramoorthy, G., Chandrasekaran, M., Venkatesalu, V., and Hsu, M. J., **2007**, Antibacterial and Antifungal Activities of Fatty Acid Methyl Esters of The Blind-Your-Eye Mangrove from India, *Braz J Microbiol*, 38, 739-742.
4. MubarakAli, D., Praveenkumar, R., Shenbagavalli, T., Nivetha, T. M., Ahamed, A. P., Al-Dhabi, N. A., and Thajuddin, N., **2012**, New Reports on Anti-Bacterial and Anti-Candidal Activities of Fatty Acid Methyl Esters (FAME) Obtained from *Scenedesmus bijugatus* va. *Bicellularis* Biomass. *RSC Advances*, , 2, 11552-11556.
5. Agustini, N. W. S., Afriastini, M., dan Maulida, Y., **2014**, Potensi Asam Lemak dari Mikroalga *Nannochloropsis sp* Sebagai Antioksidan dan Antibakteri, *Seminar Nasional XI Pendidikan Biologi FKIP UNS*, 1(11), 149-155.
6. Surendhiran, D., Vijay, M., Sirajunnisa, A. R., Subramaniam, T., Shellomith S. A., and Tamilselv, K., **2014**, A green synthesis of antimicrobial compounds from marine microalgae *Nannochloropsis oculata*, *J Coast Life Med*, 2(11), 859-863.
7. Ernest, P., **2012**, Pengaruh Kandungan Nitrat Terhadap Pertumbuhan *Nannochloropsis sp.*, Skripsi, Fakultas Teknik Kimia Universitas Indonesia: Jakarta.
8. Raposo, M. F. de J., Morais, R. M. S. C. de, and Morais, A. M. M. B. de., **2013**, Health applications of bioactive compounds from marine microalgae, *Elsevier Life Sciences*, 93, 479-486.
9. Widianingsih, Hartati, R., Endrawati, dan Iriani, V. R., **2011**, Kandungan lipid total *nannochloropsis oculata* pada kultur dengan berbagai fotoperiod, *Ilmu Kelautan*, 17(3), 119-124.
10. Inthe, I. C. E., **2012**, Efek Pencahayaan Terhadap Produksi Biomassa *Nannochloropsis sp.* Pada Reaktor Pelat Datar, Skripsi, Depok: UI.
11. Maria, et. al. **2013**, Improvement in microalgae lipid extraction using a sonication-assisted method, *Renew Energy*, 55, 525-531.

12. Shin, H.Y., Ryu, J.H., Bae, S.Y., Crofcheck, C., and Crocker, M, **2014**, Lipid Extraction from *Scenedesmus* sp. Microalgae for Biodiesel Production Using Hot Compressed Hexane, *Fuel*, 130, 66-69.
13. Kokou, F., *et al*, **2011**, Antibacterial Activity in Microalgae Cultures, *Aquacultures Research*, 1-8.
14. Özçelik, B., Aslan, M., Orhan, I., and Karaoglu, T., **2005**, Antibacterial, Antifungal and Antiviral Activities of The Lipophylic Extracts of *Pistacia vera*, *Microbiol. Res*, 160, 159-164.

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

E-mail: 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 *Lieberman-Burchard*, pereaksi Sianidin, FeCl₃ 5%, bakteri uji *Eschericia 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 *Lieberman-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 *Lieberman-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 *di autoclave* selama 15 menit pada suhu 121°C. Dimasukkan nutrisi agar kedalam petri dist dan dilakukan peremajaan bakteri dengan menggoreskan bakteri uji *Escherichia 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	Lieberman-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	R _f
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.
- 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*.
- Haryjanto, L., **2012**, Growth variation of Fifteen Families *Ficus variegata* Blume at seedling level, *Wana Benih*, 13(2): 89 – 98.
- Widyana, W., **2014**, Aktivitas Antibakteri Ekstrak Lumut *Octoblepharum albidum* Hedw terhadap pertumbuhan *Staphylococcus epidermis* dan *Pseudomonas aeruginosa* Protobiont, 3(2):166-170.

KARAKTERISASI ELEKTRODA SUPERKAPASITOR TiO_2/C BERPENDUKUNG KERAMIK

Aliza Rosdianty, Olly Norita Tetra*, Admin Alif

Laboratorium Elektro-Fotokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas.

E-mail: Olly512@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Effect of calcinations temperature on the performance of TiO_2/C reinforced ceramics as supercapacitors electrodes has been investigated. The ceramic electrodes were coated by TiO_2 sols with temperature calcined variant 150°C, 250°C, 350°C, 450°C, and without calcined. Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) characterization was shown that ceramic electrodes without coated has 0,61% Carbon and there is no Titanium. Ceramic electrodes was coated without calcined has 32,55% Carbon and 0,39% Titanium. Increase of Carbon composition was obtained from iso-propyl Alkohol, Diethanol Amin, and Titanium Tetra Isopropoksida as precursor to synthesize TiO_2 sols. Ceramic electrodes was coated by TiO_2 sols with 150°C calcined temperature has 6,9% Carbon and 15,39% Titanium. Carbon composition was decrease because the solvent evaporated.

Keywords: Supercapacitors, sol-gel methods, TiO_2 , capacitance, electrolyte hydrogel polymer

I. Pendahuluan

Superkapasitor menjadi perangkat penyimpan energi listrik yang sekarang sedang berkembang secara meluas. Hal ini karena sifatnya yang mampu menutupi kekurangan dari *fuel cell* dan baterai. Superkapasitor mempunyai nilai kapasitansi yang lebih besar, rapat daya yang besar, dan siklus hidup yang lebih lama jika dibandingkan dengan baterai¹. Superkapasitor terbagi menjadi dua, yaitu pseudokapasitor yang berdasarkan pada reaksi redoks yang terjadi pada elektrodanya dan EDLC (*Electrochemical Double Layer Capacitors*) yang penyimpanan energi listriknya berdasarkan pada muatan elektrolit di antarmuka elektrolit dan elektroda².

Material yang biasanya digunakan sebagai elektroda EDLC adalah karbon, oksida logam, dan polimer konduktif. Secara umum penggunaan karbon sebagai elektroda EDLC lebih besar karena keunggulan sifatnya dibandingkan dua material lainnya. Oksida logam biasanya mahal dan polimer konduktif bersifat tidak stabil. Karbon memiliki luas permukaan yang besar sehingga memungkinkan untuk

banyak menyimpan muatan dari elektrolit. Keuntungan penggunaan karbon sebagai bahan elektroda adalah mudah didapatkan, harganya yang murah, dan stabil. Karbon yang digunakan sebagai elektroda dapat berupa *graphene*, *carbon nanotube*, *carbon aerogel*, maupun komposit mineral karbon³.

Salah satu cara meningkatkan nilai kapasitansi superkapasitor adalah meningkatkan luas permukaan material elektroda menggunakan material berpori, contohnya adalah karbon dan zeolit. Semakin luas permukaan elektroda, maka semakin banyak muatan listrik yang dapat tersimpan oleh elektroda superkapasitor. Penelitian-penelitian tentang modifikasi karbon sebagai elektroda dilaporkan mampu meningkatkan nilai kapasitansi superkapasitor, diantaranya penggunaan oksida logam dan polimer sebagai elektroda, pemanfaatan elektroda karbon aktif yang dicampurkan dengan platina, sintesis campuran *Carbon Nanopores/ZnO*, dan campuran polimer polianilin yang dicampurkan dengan karbon aktif⁴⁻⁶.

Elektroda superkapasitor berbahan dasar zeolit sintesis dilaporkan mempunyai nilai kapasitansi dan konduktivitas yang masih

rendah. Sulitnya pembuatan plat elektroda juga menjadi kekurangan dari elektroda ini karena sifatnya yang rapuh dan terbuat dari butiran halus sehingga sulit dikompaksi⁷. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan TiO_2 sebagai elektroda yang kemudian ditumbuhkan pada *template* keramik lantai sehingga tidak perlu melalui proses kompaksi.

Penggunaan TiO_2 sebagai bahan pembuat elektroda juga telah banyak dilakukan, salah satunya adalah elektroda superkapasitor dari campuran TiO_2 dan karbon aktif⁸. Pada penelitian ini, TiO_2 disintesis menggunakan metode sol-gel dan kemudian *dicoating* pada keramik lantai sebagai elektroda. Modifikasi pembakaran tidak sempurna TiO_2 pada berbagai variasi suhu pembakaran elektroda superkapasitor diharapkan dapat memberikan jumlah karbon yang cukup banyak untuk membentuk nanokomposit Karbon- TiO_2 pada keramik dan memperluas permukaan elektroda sehingga dapat meningkatkan nilai kapasitansi dari superkapasitor⁹.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah keramik lantai (Materina), Asam Posfat (H_3PO_4 , Merck), Polivinil Alkohol ($(\text{CH}_2\text{CHOH})_n$, Bratachem), Titanium Tetra Isopropoksida ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ 97% (Aldrich)), Isopropanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}_3$, (Merck)), Dietilen Amin ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$ (Merck)), dan Akuades.

Alat-alat yang digunakan adalah plat tembaga, kaca (4x4 cm), batu asahan, kabel buaya, resistor (6,68 M Ω), neraca analitis Ainsworth, oven, *furnace*, *hot plate*, dan peralatan gelas laboratorium lainnya. Instrumentasi yang digunakan adalah *charger* (Handphone Nokia 8,62 V), Multimeter (Heles UX-838TR), LCR-Meter (Lutron LCR-9073), XRD (Simadzu XRD 7000), dan SEM-EDX (SEM HITACHI S-3400).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Persiapan Elektroda Keramik Lantai

Keramik yang digunakan diperoleh dari keramik lantai yang ada di pasaran dan

biasa digunakan sebagai keramik lantai rumah. Keramik tersebut berasal dari merek yang sama. Keramik diambil bagian dalamnya saja, sedangkan bagian yang licinnya dibuang. Keramik ini kemudian ditipiskan menggunakan batu asahan hingga ketebalannya 2,5 mm, dibentuk lingkaran berdiameter 4 cm, dan selanjutnya keramik dibersihkan dengan Akuades⁹.

2.2.2 Pembuatan Sol TiO_2 (Titania)

Proses pembuatan sol titania dilakukan dengan mencampurkan 45 mL Isopropanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}_3$), 6 mL Dietanol Amin ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$), dan 9 mL Titanium Tetra Isopropoksida ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) ke dalam gelas piala 100 mL. Campuran tersebut kemudian *distirrer* selama 4 jam pada suhu kamar⁹.

2.2.3 Pelapisan Elektroda Keramik dengan sol Titania

Selanjutnya untuk pelapisan, keramik yang telah ditipiskan sesuai ukuran dicelupkan ke dalam sol titania selama 2 menit. Proses pelapisan ini dilakukan pada semua sisi keramik. Keramik yang telah *dicoating* kemudian dikeringanginkan⁹.

2.2.4 Proses Pengeringan dan Pembakaran

Setelah didapatkan keramik yang telah *dicoating*, kemudian dilakukan pemanasan didalam oven dengan suhu 100°C selama 1 jam bertujuan untuk pengeringan elektroda sebelum dibakar. Selanjutnya keramik dibakar didalam *furnace* dengan variasi suhu pembakaran selama 2 jam.

Tabel 1. Variasi Suhu Pembakaran Elektroda Keramik

Elektroda	Suhu Pembakaran (°C)
1	Blanko (Tanpa <i>dicoating</i> dan tanpa dibakar)
2	Tanpa dibakar
3	150
4	250
5	350
6	450

2.2.5 Karakterisasi Elektroda

Karakterisasi terhadap elektroda yang telah dilapisi oleh sol titania dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan

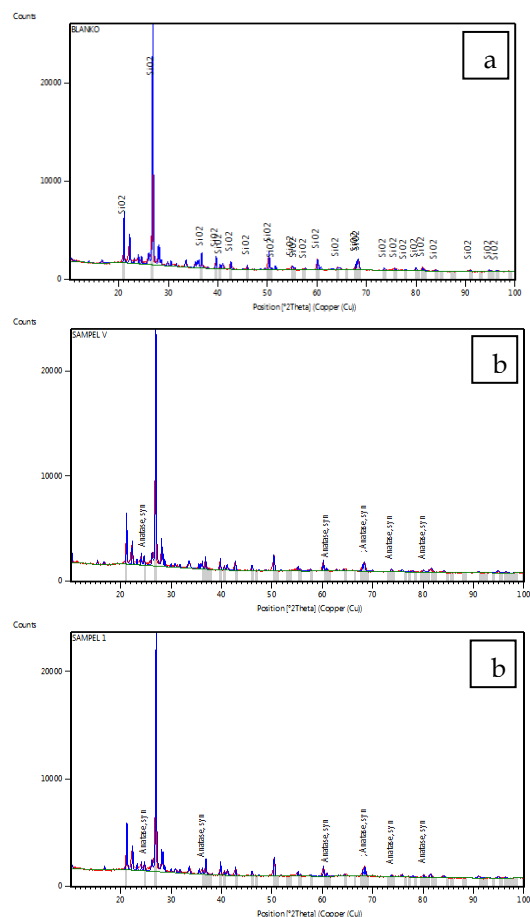
Scanning Electron Microscopy-Energi Dispersive X-Ray (SEM-EDX).

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Karakterisasi Elektroda

3.1.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk menentukan ukuran dan struktur kristal suatu material. Jenis material dapat diketahui dengan membandingkan hasil karakterisasi XRD berupa puncak hasil difraksi. Berdasarkan Gambar 1 (a) dapat dilihat bahwa keramik lantai tanpa pelapisan titania tidak memperlihatkan puncak TiO_2 .



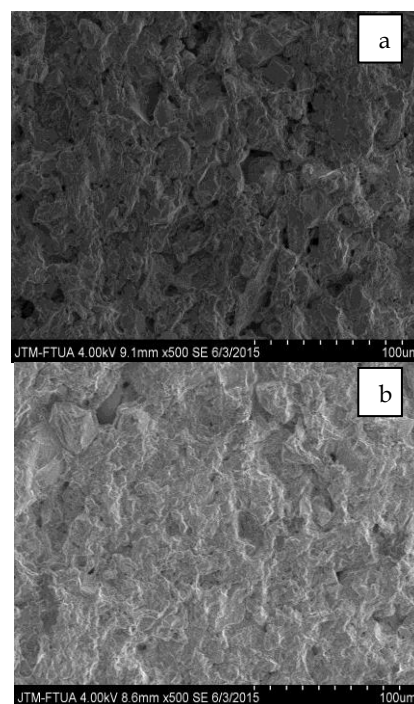
Gambar 1. Pola Difraksi elektroda keramik: (a) tanpa pelapisan sol TiO_2 , (b) dilapisi sol titania tanpa dibakar, dan (c) dilapisi sol titania dan dibakar pada suhu 150°C .

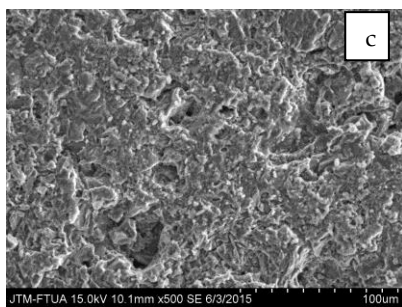
Pola difraksi TiO_2 dari elektroda yang dilapisi titania memperlihatkan puncak pada TiO_2 anatase, namun dengan intensitas yang sangat rendah. Pola difraksi TiO_2

tanpa melalui proses pembakaran juga memberikan intensitas yang rendah. Hal ini menandakan bahwa TiO_2 mulai terbentuk pada suhu pembakaran 150°C maupun tanpa melalui proses pembakaran seperti terlihat pada Gambar 1 (b) dan Gambar 1 (c).

3.1.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Hasil SEM menunjukkan ukuran partikel elektroda keramik sebesar $100\ \mu\text{m}$. Pada Gambar 2 (a) dapat dilihat bahwa keramik lantai tanpa dilapisi titania memiliki pori yang cukup besar dan tergolong pada partikel berukuran makro. Hal ini didasarkan pada klasifikasi ukuran pori oleh IUPAC, dimana ukuran pori dibagi menjadi 3 yaitu: mikropori (diameter $< 2\ \text{nm}$), mesopori (diameter $2\text{-}50\ \text{nm}$), dan makropori (diameter $>50\ \text{nm}$)². Bentuk permukaan elektroda keramik setelah dilapisi dengan titania dan dibakar pada suhu 150°C pada Gambar 2 (b) terlihat lebih halus karena telah menghasilkan TiO_2 yang menutupi permukaan keramik. Namun TiO_2 yang terbentuk pada suhu ini sangat sedikit karena masih berada dibawah suhu optimum untuk pembentukan TiO_2 , yaitu $200\text{-}600^\circ\text{C}$ untuk TiO_2 anatase berdasarkan hasil penelitian yang telah dilaporkan oleh Mahshid dkk¹⁰.





Gambar 2. Hasil Karakterisasi SEM dengan perbesaran 500x pada elektroda keramik: (a) tanpa pelapisan, (b) pelapisan dengan titania dan pembakaran 150°C, dan (c) pelapisan dengan titania tanpa dibakar.

Meskipun bentuk permukaan antara keramik tanpa pelapisan titania dan setelah 1x pelapisan dengan pembakaran pada 150°C tidak terlalu memberikan perbedaan bentuk permukaan, namun permukaan setelah dilapisi titania sedikit lebih halus dibandingkan keramik tanpa pelapisan, karena TiO_2 yang terbentuk telah mengisi pori-pori keramik. Hal ini menandakan bahwa keramik telah terlapisi oleh TiO_2 meskipun hanya dalam jumlah yang sangat sedikit.

Penelitian sebelumnya yang telah dilakukan dengan 5x pelapisan titania telah dapat menghasilkan pori-pori yang jauh lebih halus dibandingkan dengan 3x pelapisan. 3x pelapisan titania tetap memberikan bentuk morfologi yang tidak jauh berbeda dengan keramik sebelum pelapisan¹¹.

Gambar 2 (c) menunjukkan bahwa elektroda keramik tanpa dibakar juga memiliki bentuk permukaan yang tidak jauh berbeda dengan keramik tanpa pelapisan. Meskipun telah dilakukan pelapisan dengan titania, namun bentuk permukaan keramik masih kasar dengan ukuran pori yang besar. Hal ini terjadi karena pada suhu ini jumlah TiO_2 yang terbentuk jauh lebih sedikit dibandingkan elektroda yang dibakar pada suhu 150°C.

3.1.3 Energy Dispersiver X-Ray (EDX)

Analisis EDX terhadap elektroda keramik menunjukkan komposisi material yang

terdapat di masing-masing elektroda. Tabel 2 menunjukkan kandungan keramik lantai tanpa pelapisan titania. Dari hasil analisis ini dapat terlihat bahwa keramik lantai tidak mengandung titania, sedangkan kandungan terbesar dari keramik lantai adalah Oksigen, Aluminium, dan Silikon. Unsur tersebut berasal dari senyawa penyusun keramik lantai yaitu Al_2O_3 dan SiO_2 ⁹. Unsur Na kemungkinan berasal dari mineral lain yang terkandung dalam keramik namun dalam komposisi yang sangat kecil.

Tabel 2. Komposisi unsur elektroda keramik tanpa pelapisan TiO_2

Unsur	% Berat	% Atom
C	0,61	1,03
O	49,15	61,69
Na	4,96	4,33
Al	15,39	11,46
Si	30,31	21,67

Tabel 3. Komposisi unsur elektroda keramik dilapisi titania tanpa dibakar

Unsur	% Berat	% Atom
C	32,55	44,44
O	41,71	42,75
Al	4,25	2,59
Si	13,01	7,60
Ti	0,39	0,13

Tabel 4. Komposisi unsur elektroda keramik dilapisi titania dan dibakar pada suhu 150°C

Unsur	% Berat	% Atom
C	6,90	11,67
O	46,32	58,80
Al	10,14	7,63
Si	21,25	15,37
Ti	15,39	6,53

Pada elektroda keramik lantai yang dilapisi titania tanpa dibakar, jumlah karbon dan titaniumnya lebih besar dibandingkan dengan elektroda keramik tanpa dilapisi titania. Meningkatnya persentase jumlah karbon setelah proses pelapisan dengan sol TiO_2 berasal dari proses *coating*. Karbon tersebut berasal dari Isopropanol, Dietanol Amin, dan Titanium Tetra Isopropoksida sehingga jumlah karbon meningkat dan jumlah Titanium pun bertambah. Pada elektroda keramik lantai yang dilapisi titania dan dibakar pada suhu 150°C, jumlah

karbon berkurang karena pelarut-pelarut pada sol titania tersebut telah menguap sebagian dan terbakar.

Dari Tabel 3 dapat dilihat komposisi dari elektroda keramik lantai yang dilapisi titania tanpa dibakar. Pada elektroda ini telah mengandung titanium dalam jumlah yang masih sedikit. Hal ini menandakan bahwa pada elektroda keramik tanpa dibakar telah terbentuk TiO_2 . Komposisi karbon pada elektroda ini lebih besar dibandingkan dengan elektroda tanpa dilapisi titania. Karbon tersebut berasal dari prekursor Titanium Isopropoksida ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) dan pelarut Isopropanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}_3$) yang digunakan untuk sintesis sol TiO_2 dan masih belum bereaksi secara keseluruhan membentuk TiO_2 .

Pada Tabel 4 dapat dilihat bahwa elektroda keramik yang dilapisi titania dan dibakar pada suhu 150°C mengandung jumlah titanium yang lebih besar dibandingkan elektroda keramik tanpa dibakar. Hal ini dikarenakan TiO_2 yang terbentuk pada elektroda yang dibakar pada suhu 150°C lebih banyak dibandingkan dengan elektroda keramik tanpa dibakar. Pada elektroda ini, jumlah karbon lebih kecil dibandingkan dengan elektroda tanpa dibakar. Hal ini dikarenakan prekursor Titanium Isopropoksida ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) dan pelarut Isopropanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}_3$) yang digunakan untuk sintesis sol TiO_2 lebih banyak bereaksi membentuk TiO_2 .

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa elektroda keramik lantai yang dilapisi sol titania tanpa dibakar mengandung jumlah karbon sebesar 32,55 % dan kandungan Titanium 0,39%. Elektroda keramik lantai yang dilapisi sol titania dan dibakar pada suhu 150°C menunjukkan komposisi Carbon yang lebih kecil dibandingkan tanpa dibakar, yaitu sebesar 6,9%, namun komposisi titanium yang lebih besar yaitu 15,39%. Hal ini dikarenakan oleh pelarut yang telah menguap pada sol TiO_2 . Elektroda keramik lantai tanpa dilapisi titania tidak menunjukkan puncak TiO_2 pada

hasil karakterisasi XRD, hal ini menandakan bahwa elektroda keramik tanpa dilapisi tidak mengandung Titanium, sedangkan komposisi karbon sebesar 0,61%.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Analis Laboratorium Jurusan Kimia Universitas Andalas dan semua pihak yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

Referensi

1. Scherson, D. A., and Palencsar, A., **2006**, Batteries and Electrochemical Capacitors, *The Electrochemical Society Interface*.
2. Pandolfo, A. G., and Hollenkamp, A. F., **2006**, Carbon Properties and Their Role in Supercapacitors. *Journal of Power Source*, 157, 11-17.
3. Ho, M. Y., Khiew, P. S., Tan, T. K., Chiu, W. S., Chia, C. H., Hamid, M. A., and Shamsudin, R., **2014**, Nano Fe_3O_4 -Activated Carbon Composites for Aqueous Supercapacitors, *Sains Malaysiana*, 43, 6, 885-894.
4. Liu, Y., Hu, Z., Xu, K., Zheng, X., and Gao, Q., **2008**, Surface Modification and Performance of Activated Carbon Electrode Material, *Acta Phys. Chim. Sin.*, 7, 24, 1143-1148.
5. Barmawi, I., Taer, E., Umar, A. A., Lukita, J., dan Lustania., **2012**, Penumbuhan Nanopartikel Logam dengan Metode Kimia Basah untuk Meningkatkan Prestasi Superkapasitor Elektrokimia. *Prosiding SNTK TOPI*, Pekanbaru.
6. Jing, F., Mu, C., Hai, L., Zhi-An, Z., Yan-Qing, L., and Ji, L., **2009**, Hybrid Supercapacitor Based on Polyaniline Doped with Lithium Salt and Activated Carbon Electrodes, *J. Cent. South Univ. Technol*, 16, 0434-0439.
7. Khairati, M., **2014**, Pengaruh Elektrolit H_3PO_4 terhadap Sifat Listrik pada Elektroda Superkapasitor dari Campuran Zeolit dan Resin Damar, *Skripsi*, FMIPA Universitas Andalas, Padang.
8. Fitriana, V. N., Diantoro M., dan Nasikhudin, **2014**, Sintesis dan

- Karakterisasi Superkapasitor Berbasis Nanopartikel TiO_2/C , *Skripsi*, FMIPA Universitas Negeri Malang.
9. Alif, A., Tetra, O., dan Efdi, M., **2010**, Penggunaan Membran Keramik Modifikasi Titania dalam Penjernihan Air Rawa Gambut, *Proceeding: Seminar dan Rapat Tahunan BKS-PTN Indonesia bagian Barat Bidang MIPA*.
 10. Mashid, S., Askari, M., and Ghamsari, M. S., **2007**, Synthesis of TiO_2 Nanoparticles by Hydrolysis and Peptization of Titanium Isopropoxide Solution, *Journal of Materials Processing Technology*, 189, 269-300.
 11. Haria, R., Aziz, H., dan Alif A., **2012**, Penggunaan Membran Keramik Dimodifikasi dengan Titania yang Dilengkapi dengan Prefilter dalam Penjernihan Air Rawa Gambut, *RRS-Kimia Unand*.
 12. Barmawi, I., Taer, E., dan Umar A. I., **2011**, Efek Penumbuhan Nanopartikel Platinum pada Elektroda Karbon terhadap Prestasi Superkapasitor, *Jurnal Fisika Himpunan Fisika Indonesia*, 11, 1-5.

PENENTUAN KADAR FENOLIK TOTAL DAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN MIKROALGA *Dunaliella salina*

Friscarini Medyanita, Armaini, Zulkarnain Chaidir

Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: armaini_59@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Determining of antioxidant activity used extract solvent at polarity differences. Extract of *Dunaliella salina* has obtained by maseration technique with methanol, ethyl acetate, and hexane. Total phenolic compound was determined with Folin Ciocalteu method, antioxidant activity was determined by DPPH radical scavenging activity method and identification of active compound used HPLC method. Optimal growth was obtained at day 15th. Anti oxidant activity determining was harvested at day 16th stationary phase. Clorophyl A and B contain was obtained 3.459 mg/L and 9.76 mg/L whereas caratenoid contain 650.96 mg/L. Solvent extract of ethyl acetate give the highest total phenolic compound were 0,2675 µg GAE/g dry weight. The highest antioxidant activity found on ethyl acetate extract with DPPH radical scavenging activity 52,04% and IC₅₀ 6,8 ppm.

Keywords: Microalgae, *Dunaliella salina*, total phenolic compound, antioxidant activity

I. Pendahuluan

Antioksidan merupakan senyawa yang dapat menghambat reaksi oksidasi, dengan mengikat radikal bebas. Antioksidan dapat menghambat kerusakan sel [1]. Beberapa antioksidan sintetik, seperti *butylated hydroxytoluene* (BHT) dan *butylated hydroxyanisole* (BHA) saat ini banyak digunakan secara komersial, tetapi antioksidan sintetik ini bersifat toksik dan karsinogenik pada hewan model [2]. Oleh karena itu dibutuhkan sumber antioksidan alami untuk menangkal radikal bebas dan tidak bersifat toksik bagi tubuh.

Antioksidan memiliki peran penting untuk menjaga kesehatan. Hal ini disebabkan oleh kemampuan antioksidan dalam menghambat radikal bebas. Radikal bebas merupakan molekul kimia yang memiliki elektron bebas dan bersifat sangat reaktif untuk mencari pasangan elektron agar menjadi stabil. Saat ini banyak produk biomassa alga dibudidayakan untuk nutrisi manusia, bahan kosmetik dan produk kesehatan. Selain bidang makanan, kesehatan juga telah menggunakan mikroalga sebagai suplemen gizi manusia dan hewan untuk waktu yang lama [3].

Mikroalga *Dunaliella salina* mengandung kadar karatenoid yang tinggi, sehingga diduga bahwa mikroalga *Dunaliella salina* memiliki aktivitas antioksidan.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan yaitu isolat mikroalga *Dunaliella salina*, natrium nitrat (NaNO₃), dikalium hidropospat (K₂HPO₄), kalium hidropospat (KH₂PO₄), magnesium sulfat (MgSO₄·7H₂O), kalsium klorat (CaCl₂·2H₂O), natrium klorida (NaCl), kalium hidroksida (KOH), besi(II) sulfat (FeSO₄·7H₂O), asam borat (H₃BO₃), zink(II) sulfat (ZnSO₄·7H₂O), molibdat trioksida (MoO₃), tembaga(II) sulfat (CuSO₄·5H₂O), kobalt(II) nitrat (Co(NO₃)₂·6H₂O), natrium etilendiamin tetraasetat (Na₂EDTA), seng(II) klorida (ZnCl₂), kobalt(II) klorida (CoCl₂·6H₂O), amonium molibdat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O), feri(III) klorida FeCl₃·6H₂O, mangan(II) klorida (MnCl₂·4H₂O), asam borak (H₃BO₃), natrium dihidrogen pospat (NaH₂PO₄·2H₂O), vitamin B kompleks, akuades dan air laut steril, metanol, etil asetat, heksan, reagen Folin-Ciocalteu, Na₂CO₃, dan asam galat, asam askorbat.

Alat-alat yang digunakan yaitu neraca analitik, autoklaf, mikroskop cahaya, lampu neon putih 36 watt, aerator, Spektrofotometer UV-Vis *Thermo Scientific Genesys 20*, sentrifus, sonikator *Bandelin Sonorex Digitec*, oven, gelas piala, gelas ukur, pipette ukur, tabung reaksi, botol kaca.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan Reagen

A. Pembuatan larutan induk asam galat (5 mg mL⁻¹)

Asam galat ditimbang sebanyak 0,25 g, kemudian dilarutkan dalam akuades sampai volume 50 mL.

B. Pembuatan Reagen DPPH 0,1 mM

0,0019 mg DPPH ditimbang kemudian dilarutkan dalam 50 mL metanol. Panjang gelombang maksimum diukur dari 400 nm – 700 nm.

2.2.2 Pembuatan Medium Mikroalga

Media yang digunakan adalah medium BBM, BBM Modifikasi dan Walne. Pada penelitian ini, medium dibuat sesuai komposisi medium.

2.2.2.1 Pembuatan Medium BBM

10 mL masing-masing (NaNO₃ 2,5%; K₂HPO₄ 0,75%; KH₂PO₄ 1,75%; MgSO₄·7H₂O 0,75%; CaCl₂·2H₂O 0,25%; NaCl 0,25% dan 1 mL masing-masing (KOH 3,1%; FeSO₄·7H₂O 0,498%; H₃BO₃ 1,142%; ZnSO₄·7H₂O 0,882%; MnCl₂·7H₂O 0,144%; MoO₃ 0,071%; CuSO₄·5H₂O 0,157%; Co(NO₃)₂·6H₂O 0,049%; Na₂EDTA 5%) diencerkan dengan akuades sampai volume 1000mL. Sterilisasi dengan menggunakan autoclave pada suhu 121°C selama 15 menit.

2.2.2.2 Pembuatan Medium BBM Modifikasi

10 mL masing-masing (NaNO₃ 2,5%; K₂HPO₄ 0,75%; KH₂PO₄ 1,75%; MgSO₄·7H₂O 0,75%; CaCl₂·2H₂O 0,25%; NaCl 0,25% dan 1 mL masing-masing (KOH 3,1%; FeSO₄·7H₂O 0,498%; H₃BO₃ 1,142%; ZnSO₄·7H₂O 0,882%; MnCl₂·7H₂O 0,144%; MoO₃ 0,071%; CuSO₄·5H₂O 0,157%; Co(NO₃)₂·6H₂O 0,049%; Na₂EDTA 5%) diencerkan dengan air laut steril sampai volume 1000mL. Sterilisasi dengan menggunakan autoclave pada suhu 121°C selama 15 menit.

2.2.2.3 Pembuatan Medium Walne

A. Pembuatan Larutan *Trace Metal*

2,1 g ZnCl₂ ditambahkan 2 g CoCl₂·6H₂O, 0,9 g (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O, 2 g CuSO₄·5H₂O diencerkan dengan akuades sampai 100 mL

B. Larutan Vitamin

10g vitamin B kompleks diencerkan sampai volume 100 mL dengan akuades

C. Pembuatan Larutan Nutrisi

1,3 g FeCl₃·6H₂O ditambahkan 0,36 g MnCl₂·4H₂O, 33,6 g H₃BO₃, 45 g EDTA, 20 g NaH₂PO₄·2H₂O, 100 g NaNO₃, 1 mL larutan *trace metal*, diencerkan hingga 1L dengan air laut steril.

D. Pembuatan Medium Walne

1mL larutan nutrisi ditambahkan 0,1 mL larutan vitamin diencerkan hingga volume 1 L dengan air laut steril.

2.2.3 Penentuan Kurva Pertumbuhan Mikroalga *Dunaliella salina*

Sampel mikroalga *Dunaliella salina* masing-masing dikultivasi pada medium BBM, BBM Modifikasi dan Walne. Kultivasi dilakukan dalam botol kaca dengan perbandingan volume kultur dan media 1:2, diaerasi terus menerus serta diterangi lampu neon putih 36 watt (12/12 gelap/terang) selama 30 hari. Pertumbuhan mikroalga ditentukan berdasarkan absorbansinya (OD) dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Thermo Scientific Genesys 20* pada panjang gelombang 680nm. Pertumbuhan mikroalga dianalisa dengan kurva pertumbuhan yang dibuat berdasarkan data yang didapatkan per satuan waktu. Medium yang menunjukkan kurva pertumbuhan terbaik digunakan sebagai medium kultivasi pertumbuhan mikroalga.

2.2.4 Kultivasi Mikroalga

Sampel mikroalga *Dunaliella salina* dikultivasi pada medium modifikasi BBM Air Laut. Kultivasi dilakukan dalam botol kaca dengan perbandingan volume kultur dan media 1:2, diaerasi terus menerus serta diterangi lampu neon putih 36 watt (12/12 gelap/terang) sampai akhir fasa stasioner. Pertumbuhan mikroalga ditentukan berdasarkan absorbansinya (OD) dengan

menggunakan spektrofotometer UV-Vis Thermo Scientific Genesys 20 pada panjang gelombang 680nm. Biomassa dipanen dengan cara sentrifus dan kemudian dikeringkan.

2.2.5 Ekstraksi Mikroalga

Metoda ekstraksi ditentukan berdasarkan Choocote, 2014 [4] dengan sedikit modifikasi. 0,5 gram biomassa kering diekstrak dengan 5 mL metanol selama 24 jam. Larutan disentrifus dan supernatan diambil. Ekstraksi diulangi dengan perlakuan yang sama hingga pelarut tidak berwarna. Supernatan digabung dan dikering anginkan sampai didapatkan ekstrak kering. Kemudian ekstrak kering ini ditimbang dan disimpan. Hal yang sama juga dilakukan dengan menggunakan pelarut etil asetat dan heksan.

2.2.6 Penentuan Pigmen Klorofil

Kandungan pigmen klorofil (a dan b) ditentukan berdasarkan Sartory & Grobbelar, 1984 [5]. 2 mL sel mikroalga disentrifugasi pada 4000 rpm selama 5 menit. Pellet diambil dan disuspensikan dalam 2 mL metanol 90% lalu diinkubasi dalam waterbath 64,7°C selama 5 menit. Kemudian dilanjutkan dengan maserasi selama 20 jam dalam gelap dan disentrifugasi pada 4000 rpm selama 5 menit. Pigmen terlarut diukur pada panjang gelombang 470nm, 650 nm dan 665 nm.

Klorofil a = $(16,5 \times A_{665}) - (8,3 \times A_{650})$

Klorofil b = $(33,8 \times A_{650}) - (12,5 \times A_{665})$

Karotenoid = $1000 \times A_{470} - 2,860 \times \text{Klorofil A}$

$$- \frac{129,2 \times \text{Klorofil B}}{245}$$

2.2.7 Penentuan Kadar Total Fenolik

2.2.7.1 Pengukuran Kurva Kalibrasi Asam Galat

Larutan induk asam galat (5 mg mL⁻¹) diencerkan dengan variasi konsentrasi (10, 20, 30, 40, 50 mg/L). Masing-masing konsentrasi dipipet 200µL dan ditambahkan 1 mL reagen Folin-Ciocalteu. Campuran dikocok dan didiamkan. Setelah 4 menit ditambahkan larutan natrium karbonat 7,5% sebanyak 800µL. Campuran dikocok dan diinkubasi selama 2 jam. Seluruh konsentrasi asam galat diukur

absorbansinya pada panjang gelombang 765 nm, kemudian dibuat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi asam galat dengan absorbansinya.

2.2.7.2 Penentuan Kadar Fenolik Total Pada Sampel

Penentuan kadar fenolik total ditentukan dengan menggunakan metode Folin-Ciocalteu. 0,2 mL larutan ekstrak pelarut metanol, etil asetat, heksan masing-masing ditambahkan 1 mL reagen folin-ciocalteu (1:10). Setelah didiamkan selama 4 menit, ditambahkan 0,8 mL natrium karbonat dan diinkubasi selama 2 jam. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang 765 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis Thermo Scientific Genesys 20. Hasil yang didapatkan dinyatakan sebagai mg ekuivalen asam galat (GAE) / gram biomassa kering.

2.2.8 Uji Aktivitas Antioksidan

2.2.8.1 Uji Aktivitas Antioksidan Secara Kualitatif

Cakram direndam dalam larutan DPPH 0,1 mM selama 10 menit dan akan menunjukkan warna ungu DPPH. Cakram ini kemudian direndam dalam larutan ekstrak mikroalga Dunaliella salina. Jika warna ungu pada cakram berubah memudar maka ekstrak dapat dikatakan memiliki aktivitas antioksidan.

2.2.8.2 Uji Aktivitas Antioksidan Secara Kuantitatif

Larutan ekstrak diencerkan dengan metanol dengan berbagai konsentrasi (10, 20, 30, 40, 50 mg/L). Dari larutan ekstrak pada setiap konsentrasi, dipipet 1 mL dan ditambahkan ke dalam 1 mL DPPH 0,1 mM. Campuran dikocok dan kemudian didiamkan pada suhu kamar selama 30 menit dalam gelap. Absorbansi campuran ini diukur pada 517 nm terhadap blanko yaitu metanol. Asam askorbat digunakan sebagai referensi standar. IC₅₀ ditentukan dengan perhitungan yang terdapat pada lampiran 2.

Aktivitas radikal (dalam persentase) adalah ukuran penurunan absorbansi DPPH dan dihitung dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Aktivitas Radikal (\%)} = \left[\frac{A_0 - A}{A_0} \right] \times 100\%$$

dimana :

- A_0 adalah absorbansi kontrol (larutan DPPH tanpa sampel)
- A adalah absorbansi ekstrak sampel dengan larutan DPPH
- Nilai IC_{50} merupakan konsentrasi sampel yang diperlukan untuk menghambat 50% aktivitas radikal.

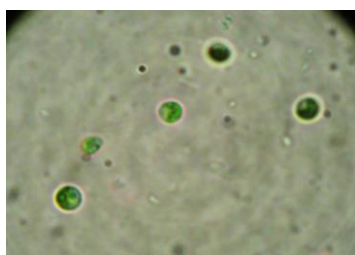
2.2.9 Analisis Asam Galat dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi - Diode Array Detector (KCKT-DAD)

Metoda analisis dengan KCKT-DAD ditentukan berdasarkan Sawant, 2010 [6] dengan sedikit modifikasi. Biomassa kering isolat mikroalga (0,2 g diekstraksi dengan 30 mL metanol-air (70:30, v/v) menggunakan ultrasonikator waterbath selama 20 menit pada suhu ruang. Hasil sonikasi disentrifus pada 4000 gravitasi selama 5 menit dan supernatant diambil. Larutan standar disiapkan masing-masing untuk asam askorbat dan asam galat dengan konsentrasi $100 \mu\text{g mL}^{-1}$. Senyawa-senyawa pada sampel dipisahkan dengan menggunakan kolom C-18 (4.6 mm x 100 mm) dengan volume injeksi 0,02 mL. Fasa gerak terdiri dari larutan A = asam asetat 0,1% (v/v) dan larutan B = metanol dengan laju alir $0,1 \text{ mL min}^{-1}$. Pendeteksian dilakukan pada panjang gelombang 278 nm menggunakan Diode Array Detector.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengamatan Sel Mikroalga

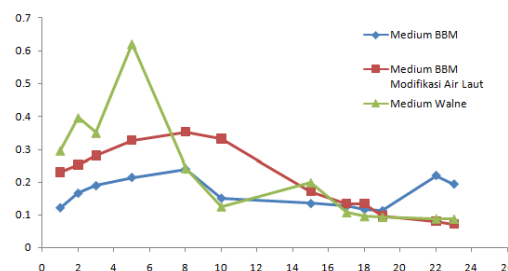
Berdasarkan hasil pengamatan menggunakan mikroskop cahaya dengan perbesaran 1000x, didapatkan hasil pengamatan sel mikroalga *Dunaliella salina* seperti Gambar 1.



Gambar 1. Morfologi Mikroalga *Dunaliella salina* perbesaran 1000x

3.2 Pengamatan Kurva Pertumbuhan Mikroalga *Dunaliella salina* dalam Medium BBM, BBM Modifikasi dan Walne.

Kurva pertumbuhan mikroalga dibuat dengan cara mengukur nilai *Optical Density* (OD). Kurva ini ditentukan agar fasa pertumbuhan dapat diketahui.



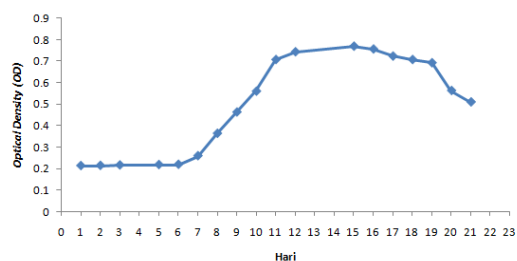
Gambar 2 Kurva Pertumbuhan *Dunaliella salina* dalam medium BBM, BBM Modifikasi, Walne

Berdasarkan kurva pertumbuhan yang diperoleh, dapat dilihat bahwa medium pertumbuhan mikroalga *Dunaliella salina* terbaik didapatkan pada medium BBM Modifikasi. Hal ini dapat disimpulkan karena grafik medium BBM modifikasi menunjukkan fase kehidupan yang lengkap yaitu fase eksponensial, fase stasioner dan fase kematian. Sedangkan pada medium BBM dan medium Walne, fase pertumbuhan yang didapatkan tidak lengkap dan mengalami pertumbuhan yang tidak stabil. Berdasarkan hasil ini, maka dipilih medium BBM modifikasi untuk medium pertumbuhan mikroalga.

3.3 Kurva Pertumbuhan Mikroalga *Dunaliella salina* dalam Medium BBM Modifikasi

Dari hasil pengukuran *optical density* (OD), didapatkan kurva pertumbuhan seperti Gambar 3. Pada umumnya, mikroalga mengalami 4 fasa pertumbuhan yaitu fasa lag, fasa eksponensial, fasa stasioner dan fasa kematian. Berdasarkan kurva pertumbuhan (Gambar 3), mikroalga *Dunaliella salina* membutuhkan fasa lag selama 6 hari dan memasuki fasa eksponensial pada hari ke-7. Mikroalga *Dunaliella salina* mencapai fasa stasioner pada hari ke-12, dimana pada fasa ini, jumlah nutrisi yang terdapat dalam medium pertumbuhan lebih sedikit dibandingkan

banyak sel mikroalga sehingga mengakibatkan kematian. Kondisi ini memicu produksi metabolit sekunder pada mikroalga yang hidup.



Gambar 3 Kurva Pertumbuhan Mikroalga *Dunaliella salina* dalam medium BBM modifikasi pada OD_{680 nm}

Antioksidan termasuk golongan metabolit sekunder sehingga panen dilakukan pada akhir fasa stasioner yaitu hari ke-16. Pada hari ke-17, mikroalga *Dunaliella salina* mengalami fasa kematian. Hal ini diakibatkan karena medium pertumbuhan tidak lagi mengandung nutrisi yang dibutuhkan mikroalga untuk tumbuh.

3.4 Penentuan Pigmen Klorofil dan Karatenoid

Klorofil merupakan kelompok pigmen fotosintesis yang mampu menyerap cahaya merah, biru dan ungu. Berdasarkan Tabel 1, dapat dilihat bahwa mikroalga *Dunaliella salina* mengandung klorofil A sebesar 3,459 mg/L, klorofil B sebesar 9,76 mg/L dan karatenoid 650,96 mg/L.

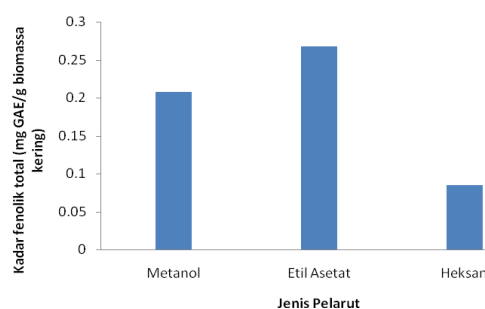
Tabel 1 Kandungan pigmen klorofil dan karatenoid mikroalga *Dunaliella salina* pada fasa stasioner

Jenis Klorofil	Kandungan Klorofil (mg/L)
A	3,459
B	9,76
Karatenoid	650,96

3.5 Pengaruh Pelarut Terhadap Kadar Fenolik Total

Senyawa fenolik memiliki peran yang penting dalam antioksidan. Hal ini disebabkan oleh kemampuan fenolik dalam menyumbangkan atom hidrogen untuk mengikat radikal bebas agar membentuk radikal stabil [23]. Metode yang digunakan untuk menentukan kadar fenolik total ini adalah metode Folin Ciocalteu. Metode ini didasarkan oleh gugus fenolik yang

bereaksi dengan fosfotungstate-fosfomolibdat yang menghasilkan warna biru. Kadar fenolik total didapatkan dari perhitungan melalui persamaan regresi dari kurva standar asam galat dan hasil dinyatakan dalam GAE (*Galic Acid Equivalent*). Dalam penelitian ini, dilakukan pengujian kadar fenolik total dengan 3 jenis pelarut ekstrak yang memiliki tingkat kepolaran yang berbeda.

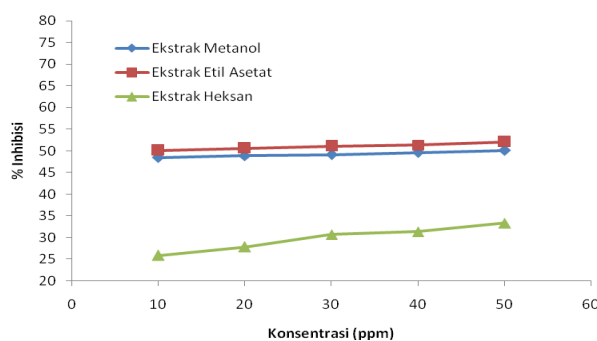


Gambar 4 Kadar Fenolik Total sampel mikroalga *Dunaliella salina*

Berdasarkan gambar 4, dapat dilihat bahwa ekstrak etil asetat menunjukkan kandungan fenolik yang lebih besar dibandingkan ekstrak metanol dan heksan. Hal ini dapat disebabkan karena senyawa fenolik yang terkandung dalam mikroalga *Dunaliella salina* lebih banyak bersifat semipolar sehingga senyawa fenolik ini lebih banyak larut dalam etil asetat yang bersifat semipolar. Hasil ini berbeda dengan laporan Hemalatha, A et al. (2013) [7], dimana ekstrak metanol *Dunaliella salina* menunjukkan kandungan fenolik yang lebih tinggi dibandingkan ekstrak aseton dan heksan.

3.6 Penentuan Aktivitas Antioksidan

Penentuan aktivitas antioksidan dilakukan dengan metode pengukuran serapan radikal DPPH tereduksi pada panjang gelombang 517 nm. Metode ini menunjukkan besar aktivitas suatu antioksidan dalam meredam radikal bebas DPPH. Hal ini terjadi karena senyawa fenolik yang terkandung dalam sampel memberikan atom hidrogen yang akan berikatan dengan atom radikal pada DPPH. Hasil yang didapatkan berupa persen inhibisi radikal DPPH dan dapat dilihat pada Gambar 5.

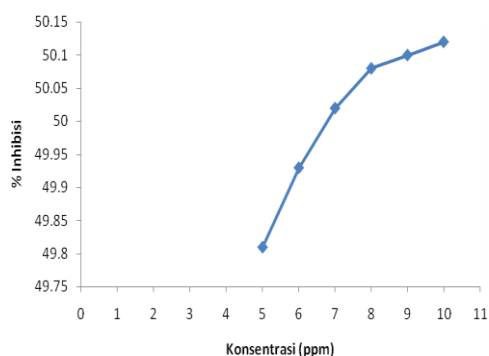


Gambar 5 Kurva Aktivitas Antioksidan Mikroalga *Dunaliella salina* dari tiga macam pelarut.

Berdasarkan hasil yang didapatkan, ekstrak etil asetat menunjukkan persen inhibisi tertinggi yaitu 52,04% pada konsentrasi 50 mg/L. Sedangkan ekstrak metanol menunjukkan persen inhibisi tertinggi 50,12% dan ekstrak heksan 33,33%. Hal ini menunjukkan banyaknya antioksidan yang bersifat semipolar daripada antioksidan bersifat polar yang terkandung dalam mikroalga *Dunaliella salina* dalam medium BBM modifikasi.

3.7 Penentuan Konsentrasi IC_{50} Ekstrak Etil Asetat

Aktivitas antioksidan dapat ditentukan dengan nilai IC_{50} , yaitu konsentrasi dimana suatu sampel dapat menghambat 50% radikal. Radikal yang digunakan pada analisa nilai IC_{50} ini adalah radikal DPPH. Semakin kecil nilai IC_{50} maka akan semakin bagus kemampuan sampel sebagai antioksidan.



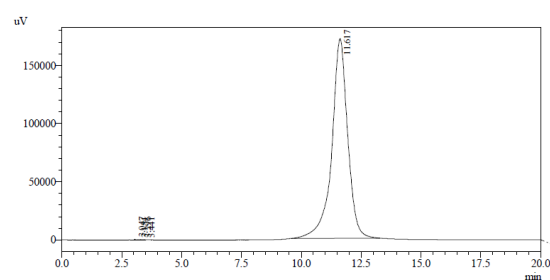
Gambar 6 Persen Inhibisi Ekstrak Etil Asetat

Berdasarkan kurva persen inhibisi diatas dapat dilihat bahwa pada konsentrasi 7mg/L , ekstrak etil asetat mikroalga

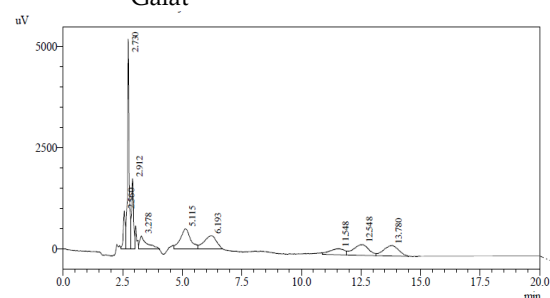
Dunaliella salina sudah mampu menghambat lebih dari 50% radikal DPPH.

3.8 Analisis Asam Galat dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi-Diode Array Detector (KCKT-DAD)

Analisis asam galat dengan metode KCKT-DAD didasarkan pada pemisahan senyawa-senyawa menggunakan fasa gerak cair berdasarkan waktu retensi yang dihasilkan. Berdasarkan kromatogram standar asam galat (Gambar 7), waktu retensi yang dihasilkan dari asam galat berada pada menit 11,617.



Gambar 7 Kromatogram Larutan Standar Asam Galat



Gambar 8 Kromatogram Sampel Mikroalga *Dunaliella salina*

Berdasarkan kromatogram hasil sampel mikroalga *Dunaliella salina*, dapat dilihat pada menit 11,548 juga terdapat puncak yang menandakan adanya senyawa asam galat dalam sampel. Hal ini berarti mikroalga *Dunaliella salina* mengandung asam galat dan senyawa-senyawa fenol lainnya yang berperan sebagai antioksidan.

IV. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa kadar fenolik total yang terdapat pada ekstrak metanol, etil asetat, heksan mikroalga *Dunaliella salina* adalah 0,208; 0,268; 0,085 μg GAE (*Galic Acid Equivalent*) / g biomassa kering dan kadar fenolik total tertinggi terdapat pada pelarut etil asetat.

Persen inhibisi tertinggi ekstrak mikroalga *Dunaliella salina* dalam pelarut metanol, etil asetat dan heksan yaitu sebesar 50,12%, 52,04%, 33,33% dan aktivitas antioksidan tertinggi terdapat pada pelarut etil asetat.

V. Ucapan Terima Kasih

Melalui kesempatan ini penulis menyampaikan banyak terima kasih kepada analis yang telah membantu dalam penyelesaian penelitian ini.

Referensi

1. Winarsih, H., **2007**, *Antioksidan alami dan radikal bebas (5nd ed.)*, Yogyakarta, Kanisius.
2. Li, H. B., Cheng, K. W., Wong, C. C., and Fan K. W., **2007**, Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fractions of selected microalgae, *Food Chem*, 102, 771-776.
3. Apt, K. E. and Behrens P. W., **1999**, Review: commercial developments in microalgae biotechnology, *Journal of Phycol*, 35, 215-226.
4. Choocote, W., Linchong, S. and Duangjai, O., **2014**, Evaluation of antioxidant capacities of green microalgae, *International Journal Applied Phycology*, 26, 43-48.
5. Sartory, D. P. and Grobbelar, G., **1984**, Extraction of Chlorophyll from Freshwater Phytoplankton for Spectrophotometric Analysis, *Journal of Hydrobiologia*, 114, 177-187, South Africa.
6. Sawant, L., Bala, P. and Nancy, P., **2010**, Quantitative HPLC Analysis of Ascorbic Acid and Gallic Acid in *Phyllanthus Emblica*, *Journal of Analytical and Bioanalytical Techniques*, India
7. Hemalatha, A. and Girija, P., **2013**, Antioxidant Properties and Total Phenolic Content of a Marine Diatom, *Navicula clavata* and green microalgae, *Chorella marina* and *Dunaliella salina*, *Journal of Applied Science Research*, 4(5), 151-157.
8. Kumar, K. S., Ganesan, K. and Subba, P. V., **2008**, Antioxidant potential of solvent extracts of *Kappaphycus alvarezii* (Doty) Doty—an edible seaweed, *Food Chem*, 107, 289-295.
9. Spectrova, L. V., Goronkova, O. I., Nosova, L. P., and Albitskaya, O. N., **1982**, High density culture of Marine microalgae promising items for mariculture. I. *Mineral feeding regime and installions for culturing Dunaliella tertiolecta* Butch, *Aquaculture*, 26, 289-302.
10. Becker, E. W., **1994**, *Microalgae Biotechnology and Microbiology*, 55, Cambridge University Press. New York.
11. Antolovich, M., Paul, D., Prenzler, E. and Patsalides, S., **2002**, *Methods for Testing Antioxidant Activity*. *Analyst*, 127, 183-198.
12. Tsao, R. and Yang, R. J., **2003**, Optimization of a new mobile phase to know the complex and real polyphenolic composition: towards a total phenolic index using high-performance liquid chromatography, *Journal Chromatogr A*, 1018, 29-40.
13. Escarpa, A. and González, M. C., **2000**, Optimization strategy and validation of one chromatographic method as approach to determine the phenolic compounds from different sources, *Journal Chromatogr A*, 897, 161-170.
14. Escarpa, A. and González, M. C., **2001**, Approach to the content of total extractable phenolic compounds from different food samples by comparison of chromatographic and spectrophotometric methods, *Anal Chim Acta*, 427, 119-127.
15. Revilla, E. and Ryan, J. M., **2000**, Analysis of several phenolic compounds with potential antioxidant properties in grape extracts and wines by high-performance liquid chromatography-photodiode array detection without sample preparation, *Journal Chromatogr A*, 881, 461-469.
16. Singh, D. P., Govindarajan, R. and Rawat, A. K. S., **2008**, High-performance liquid chromatography as a tool for the chemical standardisation of Triphala an Ayurvedic formulation, *Phytochem Anal*, 19, 164-168.

PEMANFAATAN BAYAM (*Amaranthus* sp) SEBAGAI FITOREMIDIATOR PADA TANAH YANG TERCEMAR LOGAM ALUMINIUM (Al)

Yogi Pernanda, Indrawati, dan Refilda*

Laboratorium Kimia Lingkungan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: refilda_59@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Utilization of plants or microorganisms to improve polluted environment, known as phytoremediation have been carried out. Previous researchers have used thorns spinach (*Amaranthus spinosus* L) as bioremediation of the cadmium (Cd) and mercury (Hg) metal in the contaminated soil⁶, but *Amaranthus* sp against Al has not been investigated yet. Al as micronutrients needed by plants, but in large quantities would be toxic for the plant and if consumed in high dose can cause injury to the intestine. This study uses 35 pots as planting media containing 700 g soil was treated with 100 ml of Al (III) 0, 25, 50, 75, and 100 mg/L at the time of contact 21, and 35 days were analyzed using Absorption Spectrophotometer Atom (AAS). The results showed that the spinach (*Amaranthus* sp) have the ability to absorb the Al metal in contaminated soil visible from the highest uptake by plants spinach at 1.4 mg/g with the addition of 100 mg/L solution of Al (III) into the soil at the time of contact 21 days with the highest percentage of absorption of 65.70% on contact time of 35 days. The average score decreased levels of Al in the soil that is >50%. From the analysis, showed that the growth of spinach are not affected by the Al content is added to the soil

Keyword : *Amaranthus* sp, Aluminum (Al), Phytoremediation, Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

I. Pendahuluan

Aluminium adalah salah satu unsur berlimpah dan tersebar luas di bumi dan logam yang berguna di dunia sekarang ini. Selain digunakan secara luas oleh manusia, dia dapat merusak berbagai tanaman, termasuk hasil panen tanaman. Aluminium diperlukan dalam pertumbuhan tanaman sebagai mikronutrien, namun dalam jumlah besar akan menjadi toksik bagi tumbuhan.¹ Menurut Canadian Council of Resource and Environment Ministers (1987), bagi keperluan pertanian sebaiknya memiliki kadar aluminium sekitar 5,0 mg/L. Kadar aluminium untuk keperluan air minum sekitar 0,2 mg/L.² Bagi kepentingan industri, misalnya pembangkit tenaga listrik, tenaga uap, kadar aluminium perairan yang dianggap baik tidak lebih dari 0,1 mg/L. Aluminium banyak dihasilkan dari beberapa industri seperti

industri kertas, pewarna, penyamakan, industri kilang minyak, peleburan metal, serta industri lainnya. Aluminium dalam dosis tinggi dapat menimbulkan luka pada usus. Aluminium yang berbentuk debu akan diakumulasi di paru-paru. Aluminium juga dapat menyebabkan iritasi kulit, selaput lender di dalam saluran pernapasan. Aluminium telah dianggap berpotensi pada penyakit Parkinson dan Alzheimer untuk beberapa tahun.³

Berdasarkan keterangan di atas, maka upaya pengurangan kadar aluminium pada tanah ataupun perairan perlu dilakukan. Salah satu upaya pengendalian tersebut dikenal dengan fitoremediasi yaitu salah satu metode yang menggunakan tumbuhan untuk menghilangkan, memindahkan, menstabilkan atau menghancurkan bahan pencemar baik berupa senyawa organik maupun anorganik. Perlakuan dengan

menggunakan organisme hidup semakin mendapat perhatian karena merupakan alternatif yang efektif, murah dan aman secara ekologis. Dasar dari fitoremediasi adalah adanya kemampuan tumbuhan mengakumulasi logam atau senyawa organik (fitoakumulasi) sesuai dengan karakteristik tumbuhan yang digunakan. Lokasi akumulasi logam berat pada tanaman terdistribusi hampir di seluruh bagian tanaman, yaitu akar, daun, dan bunga.⁴

Beberapa penelitian dengan menggunakan tumbuhan yang pernah dilakukan diantaranya penelitian tentang efektivitas kangkung air, selada air dalam mengabsorpsi logam berat (Alfa, 2003), penggunaan enceng gondok sebagai penyerap logam berat (Herawati, 1997; Aningsih, 1999; Santi, 2000). Pada penelitian sebelumnya juga telah dilakukan dengan menggunakan media tanam tanah andosol, tanaman bayam mampu menyerap Pb dengan konsentrasi di akar 137.18 ppm, di batang 88.61 ppm dan di daun 35.52 ppm.⁵ Menurut Mohamad (2011) tanaman bayam dapat meremediasi kadmium (Cd), menurut Irsyad (2014) bayam (*Amaranthus spinosus* L) juga dapat mentranslokasikan merkuri (Hg) pada tanah tercemar, namun belum diketahui pada bagian tumbuhan mana yang terakumulasi paling tinggi dari logam tersebut.⁶ Oleh karena itu, perlu dilakukan pengujian lebih lanjut untuk melihat akumulasi tertinggi pada bagian tumbuhan tersebut. Proses remediasi aluminium dengan dosis yang berlebihan juga belum pernah dilakukan, maka penelitian kali ini dilakukan proses remediasi aluminium oleh tanaman dengan berbagai variasi konsentrasi dan waktu kontak yang berbeda yaitu 0, 21, dan 35 hari.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bibit tanaman bayam (*Amaranthus* sp), aluminium klorida hexahidrat ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), asam nitrat (HNO_3) 65%, asam perklorat (HClO_4) 60%, kalium klorida (KCl), kertas saring Whatman No. 42, dan akuades, pot plastik, ayakan tanah,

timbangan, neraca analitik 4 digit (Adventure), sendok zat, pH meter Merk Lovibond, sprayer, baskom, oven, labu kjeldahl, penangas, pipet volum dan beberapa alat gelas yang umum digunakan dalam laboratorium kimia serta seperangkat alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nya Merk AA 7000 dengan gas asetilen.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Pengambilan Sampel Tanah

Pengambilan sampel tanah dilakukan di daerah Limau Manis, Padang menggunakan metoda secara acak pada kedalaman 0-20 cm. Tanah yang diambil berwarna gelap yang menandakan kesuburannya masih terjaga.

2.2.2 Pembuatan Media Tanam

Tanah yang diambil dikeringanginkan dan dihaluskan. Tanah tersebut diukur pH nya dan selanjutnya 700 gram tanah tersebut dicampurkan dengan 100 mL variasi larutan Al^{3+} yaitu 0, 25, 50, 75, dan 100 mg/L serta diaduk secara merata. Kemudian dimasukkan ke dalam media tanam yang telah disediakan dan diaklimatisasi selama 5 hari hingga menghasilkan tanah yang tercemar aluminium.

2.2.3 Pembibitan Tanaman Bayam

Benih tanaman bayam merupakan bibit unggul yang dibeli di toko pertanian. Benih tanaman disemai pada tempat semaian dengan cara menaburkan pada tanah yang telah diberi sedikit air. Selanjutnya benih disiram setiap hari dengan air destilasi hingga tumbuh bibit tanaman. Bibit tanaman yang sudah berumur 5 hari dengan kesuburan yang sama selanjutnya dipindahkan ke media tanam.

2.2.4 Remediasi Media Tanah oleh Tanaman Bayam

2.2.4.1 Perlakuan Tanaman Bayam

Bibit tanaman yang sudah tumbuh beberapa dalam pot dipindahkan ke medium perlakuan dengan konsentrasi masing-masing, dibiarkan tumbuh selama 21 dan 35 hari. Tanaman bayam dikontrol pertumbuhannya tiap hari.

2.2.4.2 Pemanenan Tanaman Bayam

Pemanenan tanaman bayam dilakukan pada waktu remediasi 21, dan 35 hari.

3.2.4.3 Pengeringan Tanaman Bayam

Tanaman yang sudah dipanen kemudian dicuci dengan menggunakan air dan dibersihkan kembali dengan akuades hingga bersih. Semua bagian tanaman bayam (*Amaranthus* sp) diambil, dikering anginkan dan ditentukan kadar airnya. Selanjutnya bagian tanaman dipisahkan antara akar dan batangnya, kemudian dipotong-potong kecil supaya mudah untuk dihaluskan.

2.2.5 Pendestruksian Media Tanah dan Tanaman Bayam

Setelah penentuan kadar air dan penghalusan tanaman, dilanjutkan proses destruksi dengan menggunakan HNO_3 65% dan HClO_4 60% sampai terbentuk larutan berwarna bening. Larutan hasil destruksi diencerkan dalam labu ukur 50 mL.

2.2.6 Pengukuran Al pada Media Tanah dan Tanaman Bayam

Larutan hasil destruksi akan dilakukan pengukuran jumlah Al dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala.

2.2.7 Penentuan Al pada Media Tanah dan Tanaman Bayam

Penentuan aluminium dalam media tanah dan tanaman bayam dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan Atom (SSA)-nyala menggunakan kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansi dari larutan standar aluminium dan larutan sampel hasil destruksi. Konsentrasi aluminium dalam sampel dapat dihitung berdasarkan persamaan garis regresi larutan standar. Larutan standar Al dibuat 0, 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L kemudian ditambahkan HNO_3 65% kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom (SSA)-nyala.

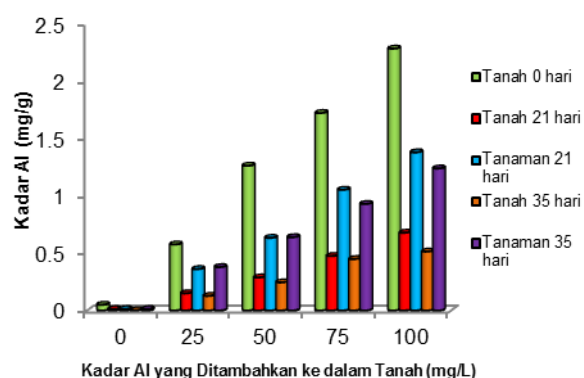
2.3 Analisis Data

Data berupa kadar Al yang tersisa pada media tanah dan terserap oleh tanaman ditabulasi dengan memperhatikan kadar airnya.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Remediasi Kadar Al dalam Tanah oleh Tanaman Bayam dengan Waktu Kontak 21 dan 35 hari

Berdasarkan Gambar 3.1 terlihat penurunan kadar Al dalam tanah pada waktu kontak 0, 21, dan 35 hari. Hal ini sesuai dengan pernyataan dari Kasmara (2005) dalam Putri (2012), yang menyebutkan bahwa akan terjadi penurunan konsentrasi logam berat pada tanah setelah fitoremediasi dibandingkan sebelum fitoremediasi.⁷



Gambar 3.1. Diagram Kadar Al dalam Tanah dan Tanaman Bayam dengan Waktu Kontak 21, dan 35 hari

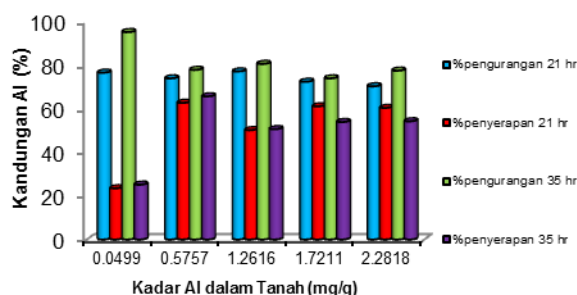
Oleh karena itu, penurunan kadar Al dalam tanah ini mengindikasikan bahwa telah terjadi pemindahan logam dari tanah ke tanaman bayam. Pada gambar terlihat bahwa logam Al terserap oleh tanaman bayam dimana penyerapan tertinggi terdapat pada waktu kontak 21 hari yaitu sebesar 1,3782 mg/g dengan variasi kadar Al yang ditambahkan 100 mg/L ke dalam tanah. Pada waktu kontak 35 hari, penyerapan Al tertinggi sebesar 1,2378 mg/g dengan konsentrasi Al yang ditambahkan 100 mg/g ke dalam tanah. Namun, pada waktu kontak 35 hari penyerapan Al oleh tanaman bayam menurun dibandingkan pada waktu kontak 21 hari. Hal ini disebabkan karena situs aktif akar dari tanaman bayam yang telah mengalami stress dan biomassa tanaman yang semakin bertambah sehingga penyerapan terhadap logam Al juga akan terhambat. Menurut Chusettijowati (2012)

dalam Irsyad (2014), peningkatan konsentrasi pada tanaman bayam duri disebabkan karena tanaman berada dalam proses pertumbuhan sehingga proses penyerapan berlangsung optimum, namun penurunan konsentrasi pada waktu remediasi selanjutnya disebabkan karena akar telah mengalami stress atau jenuh.⁸

Berdasarkan data yang diperoleh melihtakan bahwa ion Al semakin banyak terakumulasi pada tanaman bayam seiring meningkatnya konsentrasi Al yang ditambahkan. Hasil penelitian yang sama telah dilakukan oleh Ghosh dan Singh (2005) pada tanaman *Brassica juncea*, *B. campestris*.⁹ Dalam menyerap logam berat, tumbuhan membentuk suatu enzim reduktase di membran akarnya yang berfungsi mereduksi logam. Tumbuhan juga merespon logam berat menggunakan sistem pertahanan dengan mensintesis protein pengikat seperti fitokhelatin (PC).¹⁰

3.2 Efektivitas Penyerapan Al oleh Tanaman Bayam

Berdasarkan Gambar 3.2 terlihat bahwa persentase penurunan kadar Al dalam tanah semakin meningkat dengan lamanya waktu remediasi. Nilai tertinggi penurunan kadar Al dalam tanah adalah sebesar 76,55% dan 95,19% pada waktu kontak 21, 35 hari untuk konsentrasi tanah 0,0499 mg/g.



Gambar 3.2 Diagram Persentase Pengurangan dan Penyerapan Kadar Al oleh Tanaman Bayam dengan Waktu Kontak 21 dan 35 hari

Besarnya persentase penurunan kadar Al dalam tanah rata-rata berkisar >50%. Namun, untuk persentase penyerapan

kadar Al oleh tanaman bayam berbeda-beda setiap variasi. Persentase penyerapan kadar Al oleh tanaman bayam tertinggi terdapat pada konsentrasi tanah 0,5757 mg/g yaitu sebesar 62,73% pada waktu kontak 21 hari dan 65,70% pada waktu kontak 35 hari.

Secara umum, besarnya penyerapan kadar Al dalam tanah oleh tanaman bayam berkisar >50%. Artinya, besarnya pengurangan kadar Al dalam tanah hampir sebanding dengan besarnya penyerapan kadar Al oleh tanaman bayam. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa tanaman bayam mampu secara efektif menyerap logam Al dalam tanah.

3.3 Pengamatan Pengaruh Kadar Al terhadap Pertumbuhan Tanaman Bayam

Pengamatan terhadap pengaruh kadar Al terhadap pertumbuhan tanaman bayam dilakukan beberapa pengukuran terhadap beberapa parameter berikut yaitu panjang akar, tinggi batang, jumlah daun, dan bobot basah. Hasil pengamatan terhadap masing – masing parameter dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Hasil Pengamatan Pertumbuhan Tanaman Bayam

Konsentrasi Al yang Ditambahkan (mg/L)	Panjang Akar (cm)		Tinggi Batang (cm)		Jumlah Daun (helai)		Bobot Basah (g)	
	21 hari	35 hari	21 hari	35 hari	21 hari	35 hari	21 hari	35 hari
0	4,60	11,6	9,20	25,40	8,00	12,00	4,32	54,04
25	4,60	8,30	9,40	30,50	8,00	13,00	5,39	49,09
50	4,80	9,50	9,40	24,50	8,00	12,00	6,22	49,70
75	6,70	13,20	12,20	30,40	8,00	12,00	9,48	41,61
100	3,80	9,50	7,90	19,70	7,00	10,00	5,18	43,91

3.3.1 Analisis Panjang Akar

Akar merupakan salah satu organ yang berperan penting dalam menyerap unsur-unsur mineral dari lingkungan untuk aktivitas metabolisme di dalam tanaman tersebut. Berdasarkan Tabel 3.1 tidak terlihat perbedaan yang terlalu jauh dari pertumbuhan akar dari tanaman tersebut. Pertumbuhan akar terus bertambah dengan semakin lama waktu pemaparan. Panjang akar tertinggi ditunjukkan pada konsentrasi 75 mg/L dengan waktu pemaparan 21 hari dan 35 hari berturut-turut sebesar 6.70 cm dan 13.20 cm. Pada konsentrasi 100 mg/L terlihat adanya pengaruh konsentrasi Al

terhadap pertumbuhan akar, namun tidak mengganggu pertumbuhan tanaman secara umum.

3.3.2 Analisis Tinggi Batang

Bertambah tinggi atau panjangnya suatu tanaman diakibatkan meristem ujung menghasilkan sel-sel baru di ujung akar dan batang.¹¹ Berdasarkan tabel tersebut, ditunjukkan bahwa pertumbuhan tinggi bayam tidak dipengaruhi oleh konsentrasi Al dalam tanah. Hal ini terlihat bahwa tinggi tanaman setiap perlakuan tidak terlalu jauh. Rata-rata tinggi tanaman bayam berkisar antara 7 – 12 cm pada waktu pemaparan 21 hari dan 19 – 30 cm pada waktu pemaparan 35 hari.

3.3.3 Analisis Jumlah Daun

Pertumbuhan tanaman juga ditandai dengan semakin banyak jumlah daun dari tanaman tersebut. Daun akan digunakan oleh tumbuhan untuk melakukan metabolisme internal seperti fotosintesis dan pernapasan untuk kelangsungan hidupnya.

Data terhadap jumlah daun pada media perlakuan yang ditunjukkan oleh Tabel 3.1 menunjukkan bahwa jumlah daun tanaman bayam meningkat seiring dengan lamanya waktu kontak tanaman tersebut. Pada waktu remediasi 21 hari, jumlah daun dari tanaman bayam rata-rata berkisar 8 helai, sedangkan pada waktu remediasi 35 hari, jumlah daun meningkat dengan rata-rata berkisar 12 helai. Hal ini membuktikan terlihat bahwa kadar Al perlakuan tidak mempengaruhi terhadap jumlah daun dari tanaman bayam dengan semakin lamanya waktu remediasi (kontak).

3.3.4 Analisis Bobot Basah

Bobot basah suatu tanaman sangat menentukan proses pertumbuhan tanaman tersebut. Hal ini berhubungan dengan semakin tinggi massa tumbuhan tersebut, maka pertumbuhannya juga semakin baik. Berdasarkan Tabel 3.1 terlihat bahwa bobot basah tanaman bayam mengalami peningkatan dari waktu pemaparan 21 hari ke 35 hari. Hal ini menandakan bahwa pertumbuhan tanaman bayam mengalami kenaikan dari waktu 21 ke 35 hari.

Berdasarkan data analisis panjang akar, tinggi batang, jumlah daun, dan bobot basah dapat disimpulkan bahwa pemberian kadar Al dalam tanah dengan lamanya waktu pemaparan secara umum tidak memberikan pengaruh yang berbeda nyata terhadap pertumbuhan tanaman. Artinya tanaman bayam masih toleran terhadap penambahan jumlah kadar Al yang terdapat dalam tanah tersebut dan tidak terlalu terganggu dengan kadar Al yang ditambahkan ke dalam tanah.

IV. Kesimpulan

Penurunan kadar Al tertinggi oleh tanaman bayam yaitu sebesar 76,55% dan 95,19% pada waktu kontak 21, 35 hari untuk konsentrasi tanah 0,0499 mg/g. Sedangkan persentase penyerapan kadar Al oleh tanaman bayam tertinggi terdapat pada konsentrasi tanah 0,5757 mg/g yaitu sebesar 62,73% pada waktu kontak 21 hari dan 65,70% pada waktu kontak 35 hari. Artinya, tanaman bayam mampu secara efektif menyerap logam Al dalam tanah. Pertumbuhan tanaman bayam selama pemaparan dengan tanah tercemar logam Al yang ditambahkan tidak mellihatkan gangguan secara signifikan, namun terdapat kecenderungan penurunan pada perlakuan dengan dosis tinggi (pemberian larutan Al 100 mg/L).

V. Ucapan terima kasih

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada Analis Laboratorium Kimia Lingkungan dan semua pihak yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

Referensi

1. Raj, J., Rebecca, L. J., 2014, Phytoremediation of Aluminium and Lead Using *Raphanus sativus*, *Vigna radiata* and *Cicer arietinum*, *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 6(5), 1148-1152.
2. Environment Canada, Health Canada, 2000, Priority substances list state of the science report for aluminum chloride, aluminum nitrate, and aluminum sulfate, Canada.

3. Slamet, J. S., **1994**, Kesehatan Lingkungan. Bandung: *Gadjah Mada University press*. 1994, 82-113.
4. Hardiani, H., **2009**, Potensi Tanaman dalam Mengakumulasi Logam Cu pada Media Tanah Terkontaminasi Limbah Padat Industri Kertas, *Jurnal Selulosa*, 44(1), 27-40.
5. Irwan, A., **2008**, Study of Cd, Ni and Pb Absorption with Some Variation of Concentrations on Roots, Stem and Leaves of Spinach (*Amaranthus tricolor* L.), *Sains dan Terapan Kimia*, (2), 53-63.
6. Mohamad, E., **2011**, Fitoremediasi Logam Berat Kadmium (Cd) dalam Tanah dengan Menggunakan Bayam Duri (*Amaranthus spinosus* L.), *Tesis*, Program Pascasarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya, Malang.
7. Putri, L.M, **2012**, Fitoremediasi Tanah Tercemar Logam Berat Timbal (Pb) dengan Menggunakan Tumbuhan Lidah Mertua (*Sansiviera trifasciata*) di Kelurahan Tambak, Wedi, Kecamatan Kenjeran, Surabaya, *Skripsi-S1*, Fakultas Teknik ITS Surabaya.
8. Irsyad, Sikanna, M., dan Musafira, R., **2014**, Translokasi Merkuri (Hg) pada Daun Tanaman Bayam Duri (*Amaranthus spinosus* L) dari Tanah Tercemar, *Online Jurnal of Natural Science*, 3(1), 8-17.
9. Gosh, M., and Singh, S.P., **2005**, Comparative Intake and Phytextraction Study of Soil Induced Chromium by Accumulation and High Biomass Sweetweed Species, *Applied Ecology And Environmental Research*, 3(2), 67-79.
10. Mejare, M., dan Bulow, L., **2001**, Metal-Binding Proteins and Peptides in Bioremediation and Phytoremediation of Heavy Metals, *Trends in Biotechnology*, 2(19), 67-72.
11. Haryati, Purnomo, M.T., dan Kuntjoro, S., **2012**, Kemampuan Tanaman Genjer (*Limnocharis flava* (L.) Bunch.) Menyerap Logam Berat Timbal (Pb) Limbah Cair Kertas pada Biomassa dan Waktu Paparan yang Berbeda. *Lentera Bio*, 1(3), 131-138.

ISOLASI, KARAKTERISASI DAN UJI ANTIMIKROBA SENYAWA TRITERPENOID DARI EKSTRAK HEKSANA TUMBUHAN SUBANG-SUBANG (*Spilanthes paniculata* Wall. ex DC.)

Suryati^a, Marniati Salim^b, Vivi Suci Endriyani^a

^aLaboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^bLaboratorium Biokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: suryati_chemua@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Isolation of triterpenoid from hexane extract of subang-subang (*Spilanthes paniculata* Wall. ex DC.) has been done using extraction and chromatography methods. The extraction of subang-subang has been done by maceration using hexane, ethyl acetate, and methanol. Hexane extract was separated by using column chromatography in Step Gradients Polarity (SGP). Isolated compound was obtained in solid form of white needle with a melting point of 147-148 °C. Thin Layer Chromatography (TLC) test with eluent hexane:ethyl acetate (8:2) give a single red stain by using Liebermann-Burchard reagent (R_f 0.62). Ultraviolet (UV) spectrum (at 207.69 nm) indicate unconjugation double bonds. Infrared (IR) spectrum shows O-H stretching, C-O stretching, C-H stretching, and specific absorption of triterpenoid of a geminal dimethyl. Antimicrobial assay of isolated compound (1000 mg/L) showed medium activity (inhibition zone 6 mm) against bacteria *Streptococcus mutans* and weakly activity (inhibition zone 1.34 mm) against fungi *Candida albicans*.

Keywords: *Spilanthes paniculata* Wall. ex DC., Triterpenoid, Antimicrobial

I. Pendahuluan

Tumbuhan subang-subang (*Spilanthes paniculata* Wall. ex DC.) merupakan salah satu tumbuhan liar yang mudah ditemukan disemak, selokan dan dipekarangan sekitar rumah. Secara tradisional, tumbuhan ini dapat digunakan untuk penyembuhan beberapa penyakit, antara lain: sakit gigi, sakit kepala, asma, rematik, demam, radang tenggorokan, dan wasir¹. Hasil uji profil fitokimia tumbuhan ini diketahui mengandung senyawa triterpenoid, flavonoid, alkaloid, tannin, steroid, glikosida, karbohidrat, minyak, dan asam amino². Berbagai bioaktivitas dari tumbuhan ini juga telah dilaporkan, antara lain memiliki aktivitas antimikroba, antioksidan, dan sitotoksik¹⁻⁴.

Berdasarkan uji fitokimia dari masing-masing ekstrak (heksana, etil asetat, dan metanol) tumbuhan subang-subang memberikan uji positif triterpenoid terhadap ketiga ekstrak, maka pada

penelitian ini dilakukan isolasi senyawa triterpenoid dari ekstrak heksana tumbuhan subang-subang dan menguji aktivitas antimikrobanya. Mikroba yang digunakan dalam penelitian ini adalah bakteri *Streptococcus mutans* dan jamur *Candida albicans*. Pemilihan mikroba ini didasarkan pada penggunaan tumbuhan ini secara tradisional sebagai obat sakit gigi, sehingga digunakan bakteri *Streptococcus mutans* dan jamur *Candida albicans* yang merupakan mikroba mulut^{5,6}.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah tumbuhan subang-subang, heksana (C₆H₁₄), etil asetat (C₄H₈O₂), metanol (CH₃OH), silika gel (0,063–0,200 mm), plat KLT (silica gel 60 F₂₅₄), Kertas saring (Whatman No. 40), pereaksi Meyer, pereaksi Liebermann-Burchard, pereaksi Sianidin, besi (III) klorida (FeCl₃) 5%, natrium hidroksida (NaOH), bakteri *Streptococcus mutans*, jamur *Candida albicans*,

medium *Blood Agar Plate*, medium *Potato Dextrose Agar* amoxicillin dan ketokonazol.

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat distilasi, *rotary evaporator* (Heidolph Laborota 4000), *Melting Point* (Stuart SMP10), spektrofotometer *Ultraviolet Visible* (Thermo scientific seri evolution 201), spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (Thermo Scientific Nicolet iS10), kolom kromatografi, lampu UV (λ 254 dan 365 nm), autoklaf, inkubator, *laminar air flow*, cawan petri, dan jarum ose.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Persiapan Sampel dan Determinasi Tumbuhan

Tumbuhan subang-subang diperoleh dari Kawasan Kampus Universitas Andalas, Limau Manis, Padang, Sumatera Barat. Identifikasi tumbuhan dilakukan di Herbarium Universitas Andalas. Sampel segar ditimbang, kemudian dicuci, dipotong-potong, dikeringanginkan dan dihaluskan. Sampel berupa bubuk ditimbang.

2.2.2. Ekstraksi dan Pemurnian

Sampel berupa serbuk halus ($\pm$ 1.050 g) dimaserasi dengan pelarut heksana selama 4 hari dan disaring. Maserasi dilakukan berulang-ulang selama 5 kali sampai maserat hampir tidak berwarna lagi. Setiap maserat yang diperoleh diuapkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator* kemudian ekstrak pekat heksana ditimbang. Selanjutnya, ampas dari ekstrak heksana dimaserasi kembali dengan etil asetat dengan perlakuan yang sama sehingga didapatkan ekstrak kental etil asetat. Kemudian ampas dari ekstrak etil asetat dimaserasi kembali dengan pelarut metanol dengan perlakuan yang sama dan diperoleh ekstrak kental metanol. Terhadap masing-masing ekstrak dilakukan uji pendahuluan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), uji fitokimia, dan antimikroba.

Ekstrak yang menunjukkan pemisahan bercak noda yang jelas dan sederhana serta memberikan aktivitas antimikroba dilakukan pemisahan dengan menggunakan kromatografi kolom dengan metode

pemisahan SGP (*Step Gradien Polarity*) dengan fasa diam silika gel dan fasa gerak heksana, etil asetat, dan metanol. Terhadap hasil elusi dilakukan uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) kembali, eluat dengan nilai R_f dan pola noda yang sama digabungkan menjadi 1 fraksi kemudian dilakukan rekromatografi kolom. Dari hasil rekromatografi kolom dilakukan uji kromatografi lapis tipis (KLT) dengan penambahan pereaksi spesifik LB (*Liebermann-Burchard*), adanya noda merah ataupun ungu menandakan positif triterpenoid.

Uji kemurnian dilakukan melalui uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menggunakan beberapa perbandingan kepolaran eluen. Senyawa murni akan memberikan bercak noda tunggal setelah dielusi secara berulang-ulang dengan berbagai variasi tingkat kepolaran eluen. Kemudian dilakukan identifikasi golongan senyawa, untuk mengetahui kandungan senyawa dari senyawa hasil isolasi. Apabila terbentuknya warna merah atau ungu setelah penambahan pereaksi LB (*Liebermann-Burchard*) menandakan adanya triterpenoid. Kemudian dilakukan pengukuran titik leleh senyawa hasil isolasi dengan *melting point apparatus*.

2.2.3. Karakterisasi

Senyawa hasil isolasi dikarakterisasi menggunakan spektroskopi UV dan IR.

2.2.4. Aktivitas Antimikroba

Suspensi mikroba yang telah disiapkan dituang kedalam media yang telah padat sesuai pertumbuhan dari masing-masing mikroba bakteri *Streptococcus mutans* pada media *Blood Agar Plate* dan jamur *Candida albicans* pada media *Potato Dextrose Agar*. Kertas saring *Whatman* (diameter 5 mm) dicelupkan ke dalam masing-masing ekstrak dengan variasi konsentrasi 20.000 mg/L, 15.000 mg/L, 10.000 mg/L, 5.000 mg/L, 0 mg/L kemudian diletakkan pada cawan petri yang berisi media tumbuh mikroba. Untuk senyawa hasil isolasi variasi konsentrasi yang digunakan adalah 1000 mg/L, 750 mg/L, 500 mg/L, 250 mg/L dan 0 mg/L. Amoxicillin digunakan sebagai

kontrol positif untuk bakteri dan ketokonazol digunakan sebagai kontrol positif untuk jamur. Media biakan tersebut diinkubasi selama 1x24 jam sampai 3x24 jam pada suhu 37 °C. Setelah masa inkubasi dilakukan pengamatan zona hambat.

II. Hasil dan Pembahasan

3.1. Persiapan Sampel dan Determinasi Tumbuhan

Hasil identifikasi tumbuhan subang-subang di Herbarium Universitas Andalas didapatkan informasi bahwa tumbuhan ini merupakan famili dari asteraceae, genus *Spilanthes* dan spesies *Spilanthes paniculata* Wall. ex DC.

3.2. Profil Fitokimia

Hasil uji fitokimia dari tumbuhan segar tumbuhan subang-subang dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Uji Fitokimia Tumbuhan Subang-subang (*Spilanthes paniculata* Wall. ex DC.)

Senyawa Kimia	Hasil Uji
Alkaloid	+
Flavonoid	+
Fenolik	+
Steroid	+
Atriterpenoid	+
Kumarin	+
Saponin	-

3.3. Analisis Senyawa Hasil Isolasi

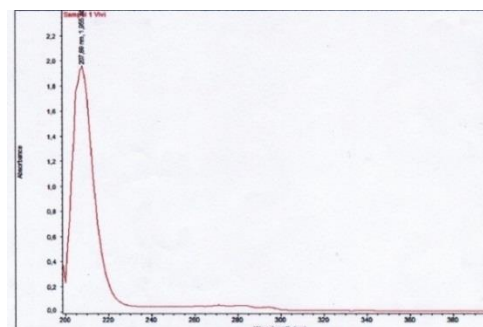
Senyawa hasil isolasi yang diperoleh berupa padatan berbentuk jarum berwarna putih dengan titik leleh 147-148 °C. Hasil uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) senyawa hasil isolasi memberikan bercak noda tunggal berwarna merah dengan berbagai variasi eluen, hasilnya dicantumkan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Uji Kemurnian dengan KLT

No.	Eluen	R _f
1.	heksana : etil asetat (9:1)	0,22
2.	heksana : etil asetat (8:2)	0,62
3.	heksana : etil asetat (7:3)	0,65

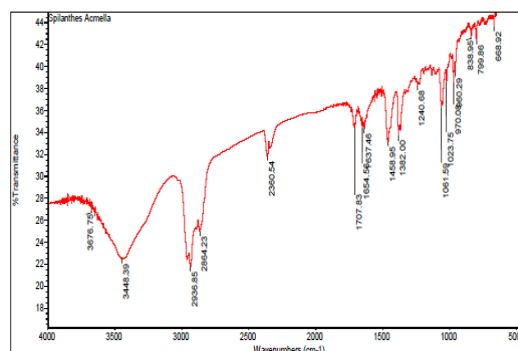
Spektrum UV senyawa hasil isolasi (Gambar 1) memberikan serapan maksimum pada

panjang gelombang 207,69 nm yang mengindikasikan adanya transisi dari $\pi \rightarrow \pi^*$ yang menunjukkan bahwa adanya ikatan rangkap yang tidak berkonjugasi pada senyawa hasil isolasi.



Gambar 1. Spektrum UV senyawa hasil isolasi

Dari spektrum IR senyawa hasil isolasi (Gambar 2) menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 3448,39 cm^{-1} menunjukkan adanya O-H *stretching* yang didukung adanya serapan C-O *stretching* pada 1061,59 cm^{-1} , pada 2936,85 cm^{-1} , dan 2864,23 cm^{-1} menunjukkan adanya C-H *stretching*, pada 1654,56 cm^{-1} menunjukkan adanya C=C *stretching*, pada 1458,95 cm^{-1} dan 1382,00 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan khas senyawa triterpenoid yaitu geminal dimetil.



Gambar 2. Spektrum IR senyawa hasil isolasi

3.4. Aktivitas Antimikroba

Aktivitas antimikroba ditentukan melalui hasil pengamatan dari zona hambat yang ditunjukkan dengan adanya daerah bening disekitar kertas cakram. Hasil pengamatan tercantum pada Tabel 3, 4 dan 5.

Tabel. 3. Hasil Uji Antimikroba dari Ekstrak Tumbuhan Subang-subang terhadap bakteri *Streptococcus mutans*

Sampel	Diameter Zona Hambat (mm) pada variasi konsentrasi					Kontrol positif (Amoxicillin) 3.000 mg/L
	0 mg/L	5.000 mg/L	10.000 mg/L	15.000 mg/L	20.000 mg/L	
Ekstrak heksana	-	-	3	5,50	7	29,25
Ekstrak etil asetat	-	-	4,50	4,70	6,50	27,50
Ekstrak methanol	-	-	4,25	6,75	23	25,25

Tabel. 4. Hasil Uji Antimikroba dari Ekstrak Tumbuhan Subang-subang terhadap jamur *Candida albicans*

Sampel	Diameter Zona Hambat (mm) pada variasi konsentrasi					Kontrol positif (Ketokonazol) 1.000 mg/L
	0 mg/L	5.000 mg/L	10.000 mg/L	15.000 mg/L	20.000 mg/L	
Ekstrak heksana	-	-	2	3,5	4	15,60
Ekstrak etil asetat	-	1	2,5	3,5	4,5	15,42
Ekstrak methanol	-	1,5	2,5	4	14	17,43

Tabel 5. Hasil Uji Aktivitas Antimikroba Senyawa Hasil Isolasi terhadap bakteri *Streptococcus mutans* dan jamur *Candida albicans*

Mikroba	Diameter Zona Hambat (mm) pada variasi konsentrasi					Kontrol positif
	0 mg/L	250 mg/L	500 mg/L	750 mg/L	1000 mg/L	
Bakteri <i>Streptococcus mutans</i>	-	-	3	4,50	6	29,50
Jamur <i>Candida albicans</i>	-	-	-	1,22	1,34	16,85

Dari data zona hambat pertumbuhan mikroba dapat disimpulkan bahwa ketiga ekstrak memiliki kemampuan dalam menghambat pertumbuhan mikroba. Namun berdasarkan kategori kemampuan senyawa dalam menghambat pertumbuhan mikroba⁷, uji terhadap bakteri *Streptococcus mutans* ekstrak heksana dan etil asetat menunjukkan aktivitas sedang dengan zona hambat masing-masingnya kisaran 5-10 mm kecuali pada ekstrak metanol 20.000 mg/L yang menunjukkan aktivitas yang sangat kuat dengan zona hambat 23 mm, sedangkan kemampuan daya hambat pertumbuhan jamur *Candida albicans* menunjukkan aktivitas lemah pada ekstrak heksana dan etil asetat dengan zona hambat masing-masingnya <5 mm kecuali ekstrak metanol pada konsentrasi 20.000 mg/L yang menunjukkan aktivitas yang kuat dengan zona hambat 14 mm. Untuk hasil uji aktivitas antimikroba senyawa teriterpenoid hasil isolasi, pada konsentrasi 1000 mg/L menunjukkan aktivitas yang sedang

terhadap bakteri *Streptococcus mutans* dan aktivitas yang lemah terhadap jamur *Candida albicans* dengan zona hambat masing-masingnya 6 mm dan 1,34 mm.

IV. Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan golongan senyawa triterpenoid dengan titik leleh 147-148 °C yang memberikan hasil positif menggunakan pereaksi *Liebermann-Burchard* (LB) dan adanya serapan khas senyawa triterpenoid yaitu geminal dimetil pada spektrum IR. Dari data zona hambat pertumbuhan mikroba dan berdasarkan kategori kemampuan senyawa dalam menghambat pertumbuhan mikroba dapat disimpulkan bahwa senyawa triterpenoid hasil isolasi pada konsentrasi 1.000 mg/L menunjukkan aktivitas yang sedang (zona hambat 6 mm) terhadap bakteri *Streptococcus mutans* dan aktivitas yang lemah (zona hambat 1,34 mm) terhadap jamur *Candida albicans*.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih diberikan kepada Ditjen Dikti atas dana Hibah PKM, Analisis Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam Jurusan Kimia Universitas Andalas yang telah membantu penulis selama penelitian berlangsung.

Referensi

1. Wongsawatkul, O., Prachayasittikul, S., Isarankura-Na-Ayudhya, C., Satayavivad, J., Ruchirawat, S., dan Prachayasittikul, V., **2008**, Vasorelaxant and Antioxidant Activities of *Spilanthes acmella* Murr., *International Journal of Molecular Sciences*, 9, pp. 2724-2744
2. Rao, T. M., Rao, B. G., Rao, Y. V., **2012**, Antioxidant Activity of *Spilanthes acmella* Extracts, *International Journal of Phytopharmacology*, 3(2), pp. 216-220
3. Ahmed, S., Rahman, A., Muslim, T., Sohrab, M. H., Akbor, M. A., Siraj, S., Sultana, N., dan Al-Mansur, M. A., **2012**, Antimicrobial Cytotoxicity and Phytochemical Activities of *Spilanthes acmella*, *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, 47(4), pp. 437-440
4. Thomas, T., **2011**, Antibacterial Action of Gradient Extracts of Flower Heads of *Spilanthes paniculata* Wall. ex DC. *Plant Sciences Feed*, 1(11), pp. 186-189
5. Sabir, A., **2005**, Aktivitas Antibakteri Flavonoid Propolis *Trigona sp* terhadap Bakteri *Streptococcus mutans* (in vitro), *Maj. Ked. Gigi. (Dent. J.)*, 38(3), pp. 135-141
6. Soemiati, A., Berna, E., **2002**, Uji Pendahuluan Efek Kombinasi Antijamur Infus Daun Sirih (*Piper betle* L.), Kulit Buah Delima (*Punica ganatum* L.), dan Rimpang Kunyit (*Curcuma domestica* Val.) terhadap Jamur *Candida albicans*. *Jurnal Sains*, 6(3)
7. Darwis, W., Romauli, M., Kasrina., **2013**, Uji Efektivitas Ekstrak Daun Iler-Iler (*Coleus scutellarioides* (Linn.) Benth) Sebagai Antibakteri *Staphylococcus aureus*, *Jurnal Ilmiah Konservasi Hayati*, 9(2), pp. 55-59

PENGARUH PENAMBAHAN NITROGEN TERHADAP PERTUMBUHAN *Nannochloropsis oculata* DAN PENENTUAN AKTIFITAS ANTIOKSIDAN

Yolani Syaputri, Elida Mardiah, Zulkarnain Chaidir

Laboratorium Biokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: yolanisyputri@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Effect of nitrogen towards growth of *Nannochloropsis oculata* had been done. Nitrogen source is used KNO_3 and NH_4NO_3 . Nitrogen concentration of KNO_3 was varied to 300 mg/L, 600 mg/L and 900 mg/L. Growth was observed by measuring absorbance of medium. Antioxidant compounds are extracted with methanol, then antioxidant activity was determined by DPPH method. Growth *Nannochloropsis oculata* is giving better results in medium was added nitrogen from KNO_3 , addition of nitrogen concentration does not provide a significant increase in growth. At concentration 25% of microalgae extract of without nitrogen and medium 300 mg/L of nitrogen from KNO_3 provided that inhibition against free radicals 78,4% and 84.1%, concentration of carotenoids 156,01 mg/L and 592.5242 mg/L and concentration of phenolic compounds 0,2910 mg GAE/g and 0.2856 mg GAE/g, respectively.

Keyword : *Nannochloropsis oculata*, antioxidant, coconut water, phenolic, carotenoid

I. Pendahuluan

Radikal bebas (*free radical*) adalah suatu senyawa atau molekul yang mengandung satu atau lebih elektron tidak berpasangan pada orbital luarnya. Adanya elektron yang tidak berpasangan menyebabkan senyawa tersebut sangat reaktif mencari pasangan, dengan cara menyerang dan mengikat elektron molekul yang berada di sekitarnya.¹ Reaksi ini akan terjadi secara terus menerus dalam tubuh dan apabila tidak dihentikan akan menimbulkan berbagai penyakit.

Senyawa antioksidan dapat menstabilkan radikal bebas dengan melengkapi kekurangan elektron yang dimiliki radikal bebas dan menghambat terjadinya reaksi berantai dari pembentukan radikal bebas yang dapat menimbulkan stres oksidatif.² Antioksidan banyak terdapat dalam tumbuhan dan hewan baik berukuran makro maupun mikro. Mikroalga adalah salah satu contoh penghasil antioksidan yang baik. Hal ini dikarenakan mikroalga memiliki kandungan fenolik, asam lemak, protein, beta-karoten dan senyawa lain yang dapat digunakan sebagai antioksidan.

Mikroalga merupakan tanaman yang mudah dibudidayakan secara kontinyu dan memiliki masa panen yang singkat. Pada penelitian ini, digunakan mikroalga *Nannochloropsis oculata* karna mudah dikultur secara massal, tidak menimbulkan racun atau kerusakan ekosistem dibak pemeliharaan larva, pertumbuhan relatif cepat dan memiliki kandungan antibiotik.³ Penelitian ini menggunakan medium air kelapa muda untuk dapat mengkultivasi mikroalga *Nannochloropsis oculata*.

Air kelapa muda dipilih karena memiliki kandungan makromolekul seperti protein, lemak dan karbohidrat serta memiliki kandungan mikromolekul seperti kalsium, fosfor dan besi yang dibutuhkan oleh mikroalga. Serta air kelapa muda memiliki kandungan nutrisi yang lebih banyak dibandingkan dengan air kelapa tua. Didalam air kelapa muda juga memiliki nutrisi anorganik sebagai komponen penyusun sel serta sebagai kofaktor enzim, sebagai komponen pembentuk klorofil. Round (1970) menyatakan bahwa, vitamin C, B₁, B₂, B₃, B₅, B₆ yang berperan sebagai faktor pemicu biosintesis sel mikroalga

sehingga dapat membuat pertumbuhan semakin cepat.⁴

Medium yang digunakan divariasikan dengan penambahan nitrogen untuk dapat melihat pengaruh nitrogen terhadap pertumbuhan *Nannochloropsis oculata* dan juga ditentukan aktifitas antioksidan pada mikroalga. Sumber nitrogen yang akan digunakan adalah KNO_3 dan NH_4NO_3 . Dipilih KNO_3 dan NH_4NO_3 karna sumber nitrogen yang terbaik didapatkan dari nitrat yang nantinya akan diubah menjadi amonium pada siklus reduksi nitrat dalam sel, namun tidak membuat kondisi sel terlalu basa atau terlalu asam. Penambahan nitrogen dipilih karena dalam air kelapa muda kandungan nitrogen sangat sedikit dan hanya diperoleh dari protein yang terkandung dalam air kelapa muda, walau dalam jumlah sedikit, air kelapa muda tersusun atas asam – asam amino yang lengkap.

Ernest melaporkan bahwa dengan penambahan nitrogen akan meningkatkan jumlah karotenoid dalam sel.³ Karotenoid merupakan pigmen organik yang ditemukan dalam kloroplas dan dapat bertindak sebagai antioksidan. Rumus molekul karotenoid yang merupakan isopren dapat menangkalkan radikal bebas dengan memberikan elektron kepada radikal bebas dan berkonjugasi yang memungkinkan elektron dalam molekul untuk bergerak bebas sehingga terjadi resonansi ikatan rangkap dan dengan demikian karotenoid dapat menstabilkan diri kembali.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan kimia yang digunakan yakni ; air kelapa muda, air laut steril, Ammonium nitrat (NH_4NO_3 pa) (Merck), Kalium Nitrat (KNO_3 pa) (Merck), metanol pa, reagen Folin-Ciocalteu 50%, akuades, Na_2CO_3 2% (Merck), asam askorbat, larutan Difenil Pikril Hidrazil (DPPH), asam galat.

Spektrofotometer UV-Vis Genesis 20, airator, alat-alat gelas, mikropipet, *shaker*, termometer, autoklaf, neraca analitis, *waterbath* (GFL Shaker-Waterbath-

Germany), aluminium foil, plastik wrap, selang, sentrifus dan desikator.

2.2 Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan Medium Air Kelapa

Air kelapa muda digunakan sebagai medium, disterilisasi dengan metoda pasteurisasi – *low temperature long time* (LTLT) dengan suhu 63°C selama 30 menit. Air kelapa yang sudah disterilisasi dicampurkan dengan air laut steril dengan jumlah air kelapa sebanyak 5% dari total campuran.

2.2.2 Pembuatan Medium Air Kelapa dengan Variasi Sumber Nitrogen

Untuk pembuatan medium dengan sumber nitrogen dari KNO_3 , kedalam 500 mL medium air kelapa, ditimbang sejumlah KNO_3 untuk mendapatkan konsentrasi 300, 600, 900 mg/L kandungan nitrogen dari KNO_3 . Untuk pembuatan medium dengan sumber nitrogen dari NH_4NO_3 kedalam 500 mL medium air kelapa, ditimbang sejumlah NH_4NO_3 untuk mendapatkan konsentrasi 300mg/L kandungan nitrogen dari NH_4NO_3 .

2.2.3 Kultivasi *Nannochloropsis oculata* pada Variasi Sumber Nitrogen dan Variasi Konsentrasi Nitrogen dari KNO_3

Nannochloropsis oculata diperoleh dari laboratorium Biokimia Universitas Andalas, dikultifasi pada medium air kelapa dengan penambahan nitrogen dari KNO_3 dan NH_4NO_3 . Pertumbuhan diukur dengan panjang gelombang 550 nm. Hal yang sama dilakukan pada konsentrasi 300, 600 dan 900 mg/L nitrogen dari KNO_3 untuk mendapatkan konsentrasi optimum dari sumber KNO_3 . Blanko yang digunakan adalah air kelapa 5% dari jumlah medium dan telah diencerkan dengan air laut steril.

2.2.4 Ekstraksi Senyawa Antioksidan dari Mikroalga *Nannochloropsis oculata*

Sel mikroalga disentrifus dengan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit, pelet yang berisikan mikroalga dipisahkan dengan supernatan, disimpan dalam desikator dengan suhu ruang dan ditimbang berulang kali hingga beratnya konstan. Ekstraksi dilakukan dengan menimbang biomassa kering *Nannochloropsis oculata*

sebanyak 0,5 gram dan ditambahkan dengan pelarut metanol sampai merendam sampel. Dishaker selama 72 jam, ekstrak kemudian disaring dan pelet diekstrak kembali dengan pelarut yang sama, penambahan pelarut dihentikan sampai pelarut berwarna bening. Supernatan dikumpulkan sehingga diperoleh ekstrak dengan pelarut. Untuk mendapatkan ekstrak murni, dihilangkan pelarutnya dengan dikering anginkan sampai pelarut hilang dalam wadah yang lebar. Ekstrak dilindungi dari cahaya sampai digunakan kembali.

2.2.5 Pengujian Antioksidan dengan DPPH

Aktifitas radikal bebas DPPH dihitung dengan menggunakan metoda Chandini dkk yang telah dimodifikasi. Ekstrak mikroalga dibuat dengan konsentrasi 5%, 10%, 15%, 20% dan 25% (v/v) dalam 2 mL metanol, masing – masing larutan dicampurkan dengan 1 mL DPPH 100 μ M. Campuran kemudian diinkubasi selama 30 menit pada suhu ruangan dalam suasana gelap. Absorban diukur dengan panjang gelombang maksimum yang sudah ditentukan dari hasil *scanning* yang telah dilakukan. Asam Askorbat digunakan sebagai kontrol positif. Aktifitas radikal dihitung dengan mengkalkulasikan dari rumus :

$$\% \text{ Inhibisi} = \frac{\text{Abs Kontrol} - \text{Abs Sampel}}{\text{Abs Kontrol}}$$

Dimana :

Abs Kontrol : Absorban 100 μ M DPPH dalam metanol

Abs Sampel : Ekstrak dengan konsentrasi yang telah ditentukan + 2 mL metanol + 1 mL 100 μ M DPPH dan sampel yang telah divariasikan konsentrasinya

2.2.6 Analisis Karotenoid

Kandungan pigmen klorofil (a & b) dan total karotenoid (Car) ditentukan berdasarkan Sartory dan Grobbelar (1984). 0,0027 gram biomassa kering, diekstrak dengan 2 mL metanol (90%) lalu diinkubasi dalam *waterbath* 63°C selama 5 menit, dilanjutkan maserasi 20 jam dalam gelap. Sentrifugasi 4000 rpm 5 menit. Pigmen terlarut lalu diukur pada panjang

gelombang 665 dan 650 nm (klorofil a dan b) dan 470 untuk karotenoid.

$$\text{Klorofil a} = (16,5 \times A_{665}) - (8,3 \times A_{650})$$

$$\text{Klorofil b} = (33,8 \times A_{650}) - (12,5 \times A_{665})$$

$$\text{Karotenoid} = 1000 A_{470} - 2,860 \text{ Chl.a} - 129,2 \text{ Chl.b}/245$$

Dimana :

Chl.a = Klorofil a

Chl.b = Klorofil b

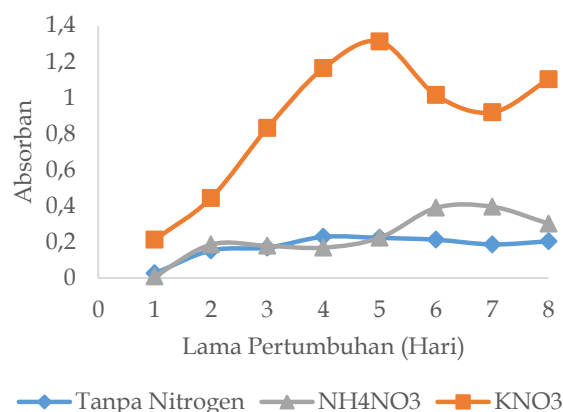
2.2.7 Total Kandungan Fenol dalam Mikroalga

Total fenol dalam ekstrak diukur dengan menggunakan metoda reagen Folin-Ciocalteu. 0.1 mL ekstrak mikroalga dilarutkan dalam 2 mL Na₂CO₃ 2% dan 0,1 mL reagen Folin - Ciocalteu 50%. Kemudian diinkubasi pada temperatur ruangan selama 30 menit dalam suasana gelap. Absorban dari campuran diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 720 nm. Asam galat digunakan sebagai kurva standar.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengaruh Sumber Nitrogen terhadap Pertumbuhan *Nannochloropsis oculata*

Digunakan variasi sumber nitrogen dari KNO₃ dan NH₄NO₃. Sumber nitrogen yang optimum, akan digunakan untuk pengujian aktifitas antioksidan, senyawa fenolik dan karotenoid.



Gambar 1. Kurva Pertumbuhan *Nannochloropsis oculata* pada medium Air Kelapa Muda dengan Penambahan Variasi Nitrogen dari KNO₃ dan NH₄NO₃

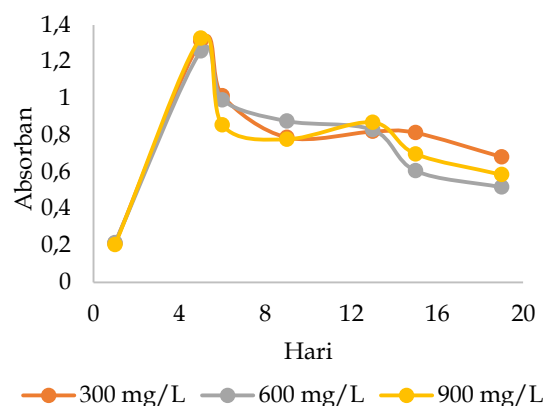
Pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa nilai absorban pada penambahan KNO₃ lebih besar dibandingkan dengan penambahan

NH_4NO_3 dan tanpa penambahan nitrogen. Absorban berbanding lurus dengan kerapatan sel mikroalga. Jika nilai absorban yang ditampilkan besar, maka kerapatan sel mikroalga yang didapatkan juga besar. Sehingga dapat disimpulkan semakin besar nilai absorban, maka pertumbuhan semakin bagus. Pada penambahan KNO_3 , mikroalga tidak memiliki fasa lag atau fasa adaptasi. Dengan penambahan KNO_3 , pertumbuhan relatif cepat dimana pada hari ke 5, laju pertumbuhan sudah mencapai puncak fasa eksponensial.

Dengan penambahan NH_4NO_3 , laju pertumbuhan mikroalga *Nannochloropsis oculata* relatif lebih rendah. Pertumbuhan mikroalga dengan medium penambahan NH_4NO_3 mencapai puncak fasa eksponensial pada hari ke 6. Pertumbuhan tanpa penambahan nitrogen memiliki kerapatan sel yang paling rendah. Mikroalga tidak hanya membutuhkan nitrogen dalam pembentukan sel, namun juga membutuhkan unsur mikronutrisi yang lain dalam pembentukan selnya. Tanpa penambahan nitrogen dalam medium, mikroalga tetap tumbuh, namun memiliki nilai absorban yang rendah.

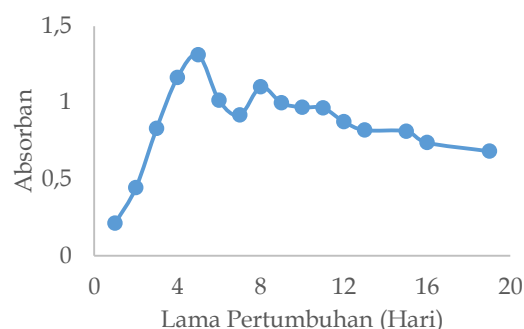
3.2 Pengaruh Konsentrasi Nitrogen dari KNO_3 terhadap pertumbuhan *Nannochloropsis oculata*

Jika konsentrasi nitrogen dalam media kultur optimal maka kegiatan metabolisme sel akan berjalan dengan baik, termasuk klorofil. Dengan adanya kandungan klorofil yang meningkat maka proses fotosintesis akan berjalan dengan baik sehingga pertumbuhan mikroalga akan maksimal.



Gambar 2. Kurva Pertumbuhan *Nannochloropsis oculata* dengan Medium Air Kelapa dan Penambahan Variasi Konsentrasi Nitrogen dari KNO_3

Pada Gambar 2 dilihat bahwa, dengan penambahan 600 dan 900 mg/L nitrogen dari KNO_3 tidak memiliki perubahan absorban yang signifikan dibandingkan dengan penambahan nitrogen 300 mg/L, hal ini menandakan bahwa penambahan nitrogen tersebut tidak memberikan peningkatan pertumbuhan. Oleh karena itu, untuk penentuan aktifitas antioksidan diambil mikroalga yang tumbuh pada medium yang ditambah 300 mg/L nitrogen.



Gambar 3. Kurva Pertumbuhan *Nannochloropsis oculata* pada Medium Air Kelapa dengan Penambahan 300 mg/L Nitrogen dari KNO_3

Pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa mikroalga *Nannochloropsis oculata* memiliki fasa stationer yang singkat, dimana fasa stationernya kurang dari 1 hari, sehingga tidak terlihat pada gambar. Namun pada hari ke 6 sampai hari ke 11 absorban tidak mengalami penurunan yang tajam, pada

hari tersebut mikroalga masih menghasilkan metabolit sekunder untuk mempertahankan diri. Pada hari ke 12 terjadi laju penurunan absorban, hal tersebut menandakan kehidupan mikroalga tidak dapat bertahan dan mencapai fasa kematian.

3.3 Aktivitas Antioksidan *Nannochloropsis oculata*

Digunakan metanol p.a sebagai pelarut dalam merendam mikroalga. Pemeriksaan aktivitas antiradikal bebas DPPH secara spektrofotometri dilakukan dengan mengukur sampel dengan larutan DPPH pada panjang gelombang maksimum DPPH 516 nm. Serapan kontrol negatif yang didapatkan adalah 1,559. Dengan adanya penambahan ekstrak, nilai serapan menjadi lebih kecil. Setelah dilakukan pengujian aktivitas antioksidan, didapatkan aktivitas antioksidan *Nannochloropsis oculata* pada medium air kelapa.

Dari Tabel 1, dapat dilihat bahwa ekstrak mikroalga *Nannochloropsis oculata* mampu bersifat sebagai antioksidan. Dengan bertambahnya kandungan nitrogen dalam medium, dapat meningkatkan persen inhibisi ekstrak dalam menangkal radikal bebas.⁵ Dan dengan bertambahnya konsentrasi ekstrak mikroalga *Nannochloropsis oculata* dapat menambah aktivitas antioksidan dalam memberikan elektron kepada radikal bebas DPPH.³

Tabel 1 Aktivitas Antioksidan *Nannochloropsis oculata* pada medium air kelapa tanpa penambahan nitrogen dan dengan penambahan 300 mg/L nitrogen

Konsentrasi Ekstrak Mikroalga (%)	% Inhibisi	
	0 mg/L	300 mg/L
5%	71,5202	74,9198
10%	73,7652	78,8326
15%	76,331	82,2963
20%	78,127	82,9378
25%	78,3836	84,0924

3.4 Kadar karotenoid dalam Mikroalga *Nannochloropsis oculata*

Nitrogen merupakan makronutrisi yang dapat mempengaruhi pertumbuhan mikroalga dalam kegiatan metabolisme sel. Nitrogen juga berperan dalam sintesis klorofil dan enzim yang mengontrol seluruh proses metabolisme. Dengan adanya penambahan nitrogen yang optimum akan membuat bertambahnya kandungan karotenoid dalam sel.

Tabel 2 : Total kandungan karotenoid dalam sel mikroalga *Nannochloropsis oculata*

	Konsentrasi Nitrogen Medium	
	0 mg/L	300 mg/L
Klorofil a (mg/L)	1,0686	3,3292
Klorofil b (mg/L)	1,3364	13,1873
Total Karotenoid (mg/L)	156,0766	592,5242

Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa dengan ditambahnya nitrogen, dapat menambah jumlah karotenoid dalam sel. Karotenoid dapat berikatan dengan radikal bebas dengan memberikan atom hidrogen pada bagian tengah molekul, sehingga untuk menstabilkan dirinya, karotenoid berkonjugasi agar tidak menjadi radikal bebas dan dapat menghentikan proses oksidasi.⁶

3.5 Total Kandungan Fenol dalam Mikroalga *Nannochloropsis oculata*

Pada uji total kandungan fenolik digunakan reagen Folin-Ciocalteu. Pada saat direaksikan antara reagen Folin-Ciocalteu dengan senyawa fenolik akan terjadi perubahan warna hijau menjadi biru. Intensitas warna biru ditentukan dengan banyaknya kandungan fenol dalam larutan sampel. Semakin besar konsentrasi senyawa fenolik dalam sampel semakin pekat warna biru yang terlihat.⁷

Menurut Singleton dan Rossi (1965), warna biru yang teramati berbanding lurus dengan konsentrasi ion fenolat yang terbentuk, semakin besar

konsentrasi senyawa fenolik maka semakin banyak ion fenolat yang terbentuk sehingga warna biru yang dihasilkan semakin pekat.⁸ Aktivitas antioksidan dari fenolik memiliki peranan utama dalam redoks. Yang termasuk memiliki peranan penting sebagai pendonor hidrogen dalam menyerap dan menetralisasi radikal bebas.⁹

Pada penentuan konsentrasi fenolik, digunakan asam galat sebagai standar. Konsentrasi fenolik pada ekstrak dari mikroalga *Nannochloropsis oculata* dapat ditentukan dengan menggunakan kurva standar regresi. Konsentrasi fenolik ditampilkan dalam *Galate Acid Equivalent* (GAE)

Tabel 3: Total Kandungan Fenol dalam Sel Mikroalga *Nannochloropsis oculata*

Konsentrasi Nitrogen dalam Medium	Total Kandungan Fenolik
0 mg/L	0,2910 mg GAE/g
300 mg/L	0,2856 mg GAE/g

Didapatkan bahwa pertambahan nitrogen ke dalam medium mengakibatkan turunnya kandungan fenol. Dengan bertambahnya nitrogen kedalam sel, maka akan membuat sel mencukupi kebutuhan nutrisinya. Fenolik akan banyak diproduksi oleh mikroalga jika mikroalga berada dalam kondisi *stress*.¹⁰

IV. Kesimpulan

Sumber nitrogen yang berasal dari KNO_3 memberikan pertumbuhan yang lebih baik dibandingkan dengan NH_4NO_3 . Peningkatan konsentrasi nitrogen dari 300 mg/L menjadi 600 dan 900 mg/L tidak memberikan peningkatan yang signifikan. Aktivitas antioksidan mikroalga dalam medium dengan penambahan 300 mg/L nitrogen meningkat dibandingkan dengan medium tanpa penambahan nitrogen. Pada konsentrasi ekstrak 25% terjadi peningkatan inhibisi radikal bebas dari 78,1270% menjadi 84,0924%. Pada medium tanpa penambahan nitrogen dan

dengan penambahan 300mg/L nitrogen dari KNO_3 didapatkan kadar karotenoid berturut - turut adalah 156,0766 mg/L dan 592,5242 mg/L, serta konsentrasi senyawa fenolik berturut - turut adalah 0,2910 mg GAE/g dan 0,2856 mg GAE/g.

Acknowledgements

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada Analis Laboratorium Biokimia dan Analitik Universitas Andalas yang telah mendukung penelitian ini hingga selesai.

Referensi

- 1 Rohmatussolihat, **2009**, Antioksidan, Penyelamat Sel - Sel Tubuh Manusia, *BioTrends*, 4(1).
- 2 Siti N., **2009**, Perbandingan aktifitas - Literatur, Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Jakarta, 1-5.
- 3 Ernest, Prima., **2012**, Pengaruh Kandungan Nitrat Terhadap Pertumbuhan *Nannochloropsis sp.*, *Skripsi*, Fakultas Teknik Kimia Universitas Indonesia : Jakarta.
- 4 Purnama, Swastika Agung., **2013**, Efek Anti-inflamasi, *Skripsi*. Universitas Airlangga : Surabaya.
- 5 Baky, H. A .L, Hanaa., ElBaz F. K and El-Baroty G. S., **2007**, Enhancement of Antioxidant Production in *Spirulina Plantensis* Under Oxidative Stress, *American-Eurasian Journal of Scientific Research*, 2, 170-179
- 6 Miranda, M. S., **1998**, Antioxidant Activity of the Mikroalga *Spirulina maxima*, *Brasillian Journal of Medical and Biological Research*, 31, 1075 - 1078
- 7 Manivannan, K., Anantharaman P., and Tbalasubramanian T., **2012**, Evaluation of antioxidant properties of marine mikroalga *Chlorella marina*, *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*. 342-346
- 8 Ismail, J., Runtuwene M. R. J., dan Fatimah F., **2012**, Penentuan Total Fenolik dan Uji Aktivitas Antioksidan pada Biji dan Kulit Buah Pinang Yaki (*Areca vestiaria* Giseke), *Jurnal Ilmiah Sains*. 12 (84 - 88)
- 9 Goiris, K., Muylaert K., and Fraeye I., **2012**, Antioxidant Potential of Mikroalgae in Relation to Their Phenolic

- and Carotenoid Content. *Jurnal Appl Phycol*, 10, 9804-9806
- 10 Sae-Lee, N., Kerdchoechuen O., and Laohakunjit N., **2014**, Enhancement of Phenolics, Resveratrol and Antioxidant Activity by Nitrogen Enrichment in Cell Suspension Culture of *Vitis vinifera*, *J. Molecules*, 19 (7901 – 7912)
- 11 Uma, R., Sivasubramanian dan Devaraj S. N., **2011**, Evaluation of in vitro Antioxidant Activity and antiproliferative activity of green microalgae, *Desmococcus olivaceus* and *Chlorococcum humicola*, *Jurnal of Algal Biomassa Utilization*, 2, 82 – 93.
- 12 Putri, B., Vickry A., dan Maharani H. W., **2013**, Pemanfaatan Air Kelapa sebagai Pengkaya Media Pertumbuhan Mikroalga *Tetraselmis* sp., *Prosiding Semirata FMIPA*, Universitas Lampung : Lampung
- 13 Laungsuwon, Ratiphan, dan Chulalaksananukul W., **2013**, Antioxidant and anticancer activities of freshwater green algae, *Cladophora glomerata* and *Microspora floccosa*, from Nan River in northern Thailand, *Maejo Int. J. Sci. Technol*, 7, 181-188.
- 14 Sae-Lee, N., Kerdchoechuen O., and Laohakunjit N., **2014**, Enhancement of Phenolics, Resveratrol and Antioxidant Activity by Nitrogen Enrichment in Cell Suspension Culture of *Vitis vinifera*, *Journal Molecules*, 19, 7901 – 7912.
- 15 A. Budhiyanti, Siti., **2012**. Antioxidant Activity Of Brown Algae *Sargassum Species* Extract From The Coastline Of Java Island, Yogyakarta - Indonesia. *American Journal of Agricultural and Biological Sciences*, 7 (337-346)
- 16 Lee, Seung-Hong., **2009**, Potential Antioxidant Activities of Enzymatic Digests from Fresh Water Microalgae, *Pediastrum duplex* and *Dactylococcopsis fascicularis*. *Algae*, 24, 169-177.
- 17 Simić, S., KoSanić M., dan RanKović B., **2012**, Evaluation of In Vitro Antioxidant and Antimicrobial Activities of Green Microalgae *Trentepohlia umbrina*, *Electronic 1842-4309, Not Bot Horti Agrobo*, 40, 86-91.
- 18 Diharmi A., **2001**, Pengaruh Pencapaian Terhadap Kandungan Pigmen Bioaktif Mikroalga *Spirulina platensis* Strain Local (Ink). Institut Pertanian Bogor:

STUDI SPEKTROSKOPI *BLENDING* GARAM TRANSISI BESI(II) KLORIDA PADA ZnO DALAM ASETONITRIL

Rika Fitri Yeni, Syukri, Admi

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas.

E-mail: syukri.darajat@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Catalyst is one of important material in a reaction. The catalyst activity can be improved by combining with another substance. In this work, an iron(II) chloride blended on ZnO in a solvent ligand has been carried out. The blend obtained process was identified by Fourier Transform Infra Red (FT-IR) and Atom Absorption Spectroscopy (AAS). FTIR analyst showed that blending product occur in the form of Fe(II) acetonitrile on the surface of ZnO. From AAS measurement it can be calculated that Fe-loading and leaching are in accordance with a typical good heterogeneous catalyst.

Keywords : ZnO-Fe(II) Acetonitrile chloride, Blending, ZnO

1. Pendahuluan

Pesatnya perkembangan ilmu pengetahuan pada saat sekarang ini, memberikan dampak yang sangat besar pada teknologi, khususnya bidang teknologi katalis. Katalis memiliki peranan yang penting dalam suatu proses reaksi. Adanya katalis dapat menurunkan energi aktivasi dan mempercepat laju reaksi. Pemanfaatan katalis banyak digunakan pada industri seperti energi, bahan bakar, farmasi, bahan kimia dan kesehatan. Kemampuan suatu katalis dapat ditingkatkan jika dikombinasikan dengan material lain, sehingga dampak terhadap lingkungan dapat diminimalisir sekecil mungkin.¹

Studi mengenai senyawa kompleks logam transisi dengan ligan pelarut organik menjadi kajian intensif terkait dengan sifat logam yang dapat diaplikasikan sebagai katalis. Sifat-sifat logam pusat seperti muatan, bilangan oksidasi, konfigurasi elektron dan geometri memberikan pengaruh pada reaktivitas senyawa kompleks tersebut.² Dalam beberapa pelarut organik seperti tetrahidrofur, toluen, katalis-katalis tersebut larut dengan mudah membentuk homogen. Untuk mengheterogenkannya dilakukan proses amobilisasi pada material support sehingga dipeoleh system tidak larut. Katalis senyawa kompleks logam transisi dengan rumus umum $[M(L)_n]_x[A]_y$ dimana M adalah ion pusat, L adalah ligan lemah dan A adalah

anion yang berdaya koordinasi lemah atau tidak memiliki daya koordinasi.³

Untuk proses heterogenisasi katalis senyawa kompleks logam transisi pada material pendukung telah banyak dilakukan dan memiliki daya katalitik dalam berbagai reaksi, misalnya yang diheterogenisasi pada silika modifikasi, Al-MCM-41 (Alumunium Mobile Crystalline Material-41), dan Al-MCM-48 (Alumunium Mobile Crystalline Material-48).⁴

Pratikha R.S, dkk telah mengheterogenisasi kompleks Cu(II) asetonitril pada material pendukung silika yang dimodifikasi dan aktivitas katalitiknya diuji pada reaksi transesterifikasi.⁵ Selain itu, pada reaksi pembentukan aldehyd dari toluen juga telah dilakukan oleh S. Syukri, A. Sakthive, dkk dengan mengheterogenisasikan Ru(II) (salen)(PPh₃)₂ pada MCM-41/SBA-15 mesopori.⁶

Pemanfaatan serta penggunaan katalis homogen yang diheterogenisasi pada material pendukung telah banyak dilakukan. Misalnya senyawa besi dengan ligan asetonitril yang diheterogenisasi pada silika modifikasi. Katalis heterogen tersebut menunjukkan aktivitas katalitik dan telah diujikan pada reaksi transesterifikasi minyak untuk menghasilkan biodiesel.⁷ Keunggulan dari katalis heterogen ini yaitu sangat mudah

dipisahkan dari sistem diakhir proses atau reaksi dan dapat digunakan kembali.⁸

Pada penelitian ini, telah disintesis katalis heterogen dari proses blending garam logam transisi Besi(II) klorida pada ZnO dalam asetonitril. ZnO (Seng Oksida) yang biasa digunakan sebagai katalis dapat juga digunakan sebagai material pendukung (*support*). Asetonitril yang merupakan *solvent-ligand*, selain sebagai pelarut juga diharapkan sebagai ligan dan membentuk kompleks dengan Besi(II) membentuk kompleks Fe(II) asetonitril klorida. Mengingat bahwa kompleks logam transisi memiliki daya katalitik, tujuan dari proses ini ialah mempelajari sifat interaksi antara Fe(II) asetonitril klorida dengan ZnO secara spektroskopi dengan FT-IR dan AAS.

2. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah ZnO(Merck), Fe(II) klorida tetrahidrat ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Merck), asetonitril (CH_3CN , Merck), metanol (CH_3OH , destilasi), minyak nabati.

Peralatan yang digunakan adalah: beberapa peralatan gelas, *magnetic stirrer*, neraca analitik., dan corong Buchner. Instrumen yang digunakan adalah oven, FT-IR (JASCO FT-IR 460 plus), AAS (Younglin 8020 AAS).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1. Aktivasi prekursor ZnO

Perlakuan pertama yang dilakukan terhadap ZnO adalah penghalusan dengan menggunakan nanomiling selama 1 jam. Kemudian ZnO diaktifasi pada temperatur 200 °C selama 5 jam. Pada saat diaktifasi ZnO harus diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* serta dibantu pengadukan manual dengan menggunakan batang pengaduk.

2.2.2. Perlakuan terhadap FeCl_2 hidrat

Material FeCl_2 hidrat yang digunakan terlebih dahulu dilakukan proses anhidrasi. FeCl_2 hidrat dipanaskan pada oven pada suhu 110-140°C selama kurang lebih 5 jam. Proses anhidrasi ditandai dengan berubahnya warna dari FeCl_2 , dimana FeCl_2 hidrat berwarna

hijau sedangkan untuk FeCl_2 anhidrat yaitu coklat muda.

2.2.3. Sintesis Blending ZnO-Fe(II)Asetonitril Klorida

Disiapkan suatu perbandingan mol Fe : Zn 1:100 ; 5:100 ; 10:100. Sejumlah FeCl_2 anhidrat dilarutkan dengan 30 ml asetonitril dan direfluks selama 30 menit pada temperatur 60 °C. Proses refluks dilanjutkan selama 2 jam setelah penambahan katalis ZnO sejumlah 100 mol dengan perbandingan mol Fe : Zn 1 : 100. Padatan yang didapatkan dipisahkan dengan menggunakan kertas saring dan corong buncher, kemudian dicuci dengan asetonitril. Residu yang didapatkan disimpan dalam desikator dan dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR, SEM, XRD. Hal yang sama juga dilakukan pada sintesis *blending* ZnO-Fe(II)asetonitril klorida dengan perbandingan mol Fe : Zn = 5:100 ; dan 10:100.

2.2.4 Penentuan kandungan logam dari ZnO-Fe(II)Asetonitril Klorida

Filtrat yang diperoleh pada percobaan sebelumnya, ditentukan kadar logam Fe nya dengan AAS. Dari selisih jumlah Fe mula-mula yang di blending dengan jumlah Fe yang ditemukan pada filtrat, maka jumlah Fe yang tertahan pada ZnO bisa dikalkulasi. Hal yang sama juga dilakukan untuk perbandingan Fe : Zn lainnya.

2.2.5 Penentuan tingkat leaching logam ZnO-Fe(II)Asetonitril Klorida

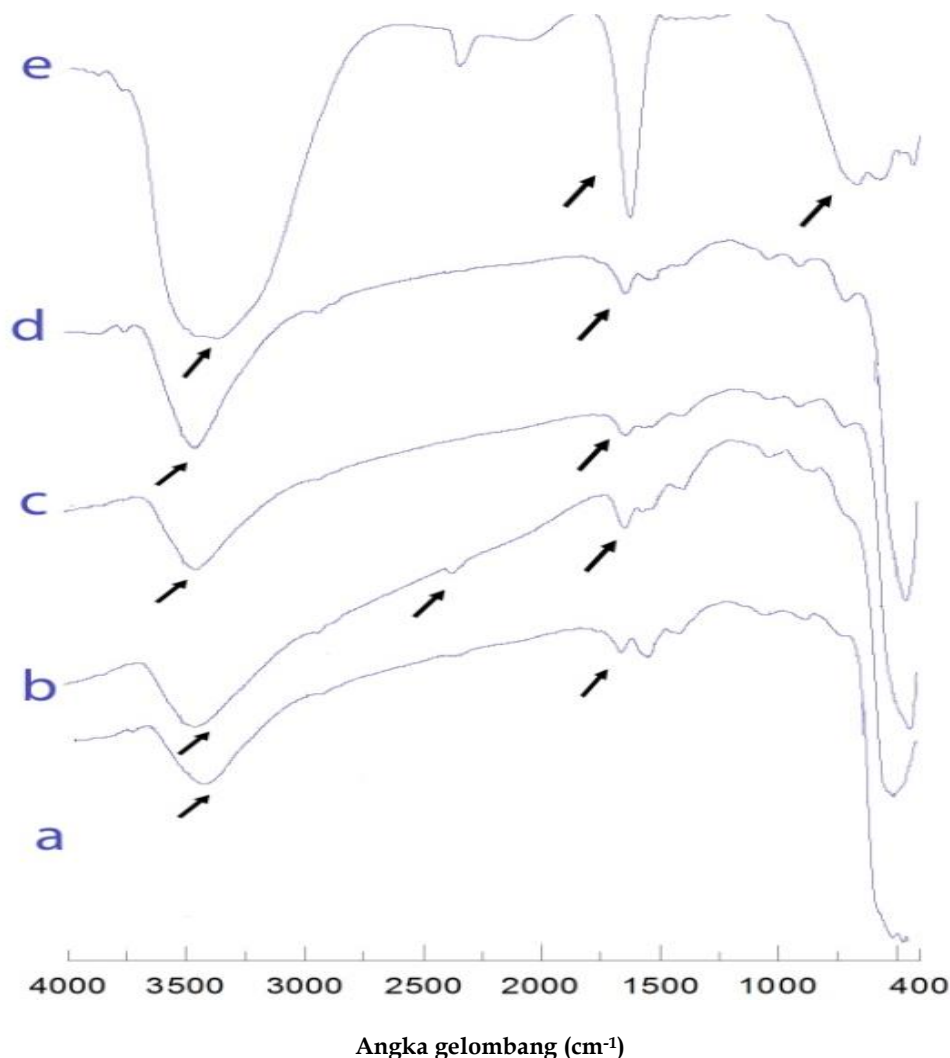
Sejumlah ZnO-Fe(II)asetonitril klorida (misalkan untuk perbandingan Fe : Zn = 1:100) dicampurkan dengan 30 mL asetonitril dalam Erlenmeyer dan distirer selama 24 jam. Filtrat yang diprediksi mengandung ion Fe(II) dipisahkan dari padatannya dengan penyaringan untuk ditentukan jumlah Fe dengan AAS. Berdasarkan kandungan Fe yang diperoleh pada percobaan sebelumnya dan jumlah Fe pada filtrat yang diperoleh pada pengukuran dengan AAS maka tingkat leaching bisa ditentukan. Hal yang sama juga dilakukan untuk perbandingan Fe : Zn lainnya.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Analisis Hasil Karakterisasi Katalis Teramobilisasi dengan FT-IR

Analisis FT-IR dapat digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada suatu senyawa

organik maupun senyawa polimer pada daerah sidik jari 400-4000 cm^{-1} .



Gambar 1. Spektrum FT-IR Katalis heterogen dengan variasi perbandingan mol a. ZnO b. ZnO-Fe(II)asetonitril klorida (perbandingan mol Fe:Zn 1 : 100) c. ZnO-Fe(II)asetonitril klorida (perbandingan mol Fe:Zn 5 : 100) d. ZnO-Fe(II)asetonitril klorida (perbandingan mol Fe:Zn 10 : 100) e. FeCl_2 anhidrat

Spektrum 1a merupakan spektrum FT-IR dari ZnO yang digunakan. Serapan spesifik dari ZnO terdeteksi pada angka gelombang 400 – 500 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur dari Zn-O. Pada daerah 1250 – 1750 cm^{-1} merupakan vibrasi dari Zn-O-Zn. Serapan yang tajam terjadi pada angka gelombang 3300 – 3500 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur dari O-H gugus hidroksil dari permukaan. Spektrum 1b-1d merupakan spektrum FT-IR dari katalis blending ZnO-Fe(II)Asetonitril klorida. Adanya serapan baru pada angka

gelombang 2357 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur CN dari asetonitril. Serapan yang muncul dengan intensitas yang sangat lemah, sehingga diasumsikan bahwa asetonitril membentuk kompleks dengan atom pusat besi(II).

Spektrum 1e merupakan spektrum FT-IR dari FeCl_2 anhidrat. Pada spektrum serapan yang paling tajam muncul pada angka gelombang 3300 – 3500 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya vibrasi ulur O-H gugus hidroksil dari permukaan. Penarikan air dari udara pada

FeCl₂ tidak dapat dihindarkan, karena sifat dari FeCl₂ yang cepat mengikat air dari udara jika dalam keadaan terbuka.

Dari pola spektra pada gambar 1 dapat disimpulkan bahwa ikatan yang terjadi antara kompleks Fe(II)asetonitril klorida dengan ZnO adalah interaksi fisika. Hal ini ditandai dengan tidak berubahnya spektrum dari ZnO jika kompleks tersebut telah terikat pada ZnO.

3.2 Analisis Uji Leaching dengan AAS

Karakterisasi dengan AAS bertujuan untuk menentukan kandungan logam yang terikat pada amobilat (metal loading) dan melihat nilai lepasnya logam ke pelarut kembali (leaching). Leaching ini bertujuan untuk melihat kestabilan atom pusat Fe untuk tertahan dalam kompleksnya. Nilai metal loading dan nilai leaching dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Nilai metal loading dan metal leaching dalam berbagai variasi

Jenis Katalis	Metal Loading (%)	Leaching (%)
Fe : Zn = 1 : 100	0,92 %	1,14 %
Fe : Zn = 5 : 100	3,63%	0.48 %
Fe : Zn = 10 : 100	6,85%	0.68 %

Dari data pada tabel 1 dapat dilihat bahwa nilai metal loading dari katalis yaitu 0,92 – 6,85%. Ini berarti sedikit logam Fe yang terikat pada kompleks. Untuk nilai uji leaching memberikan nilai yang kecil yaitu 0,48 – 1,14%. Ini dapat disimpulkan bahwa katalis yang disintesis memiliki kestabilan yang baik dan relatif kuat.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian pada sintesis *blending* ZnO-Fe(II)asetonitril klorida dapat disimpulkan bahwa interaksi yang terjadi pada ZnO-Fe(II)asetonitril klorida ialah interaksi fisika. Katalis ZnO-Fe(II)asetonitril klorida termasuk salah satu jenis dari katalis heterogen yang baik karena memiliki nilai metal loading yang tinggi dan leaching yang cukup kecil.

5. Ucapan terima kasih

Ucapan terimakasih kepada analis Laboratorium Kimia Material dan Laboratorium Pengukuran serta semua pihak yang telah membantu penelitian ini.

Referensi

1. Syukri, Hijazi, A. K., Sakthivel, Al-Hmaideen, A. S., and Kühn, F. E., **2006**, Heterogenization of Solvent-Ligated Copper(II) Complexes on Poly(4-vinylpyridine) for the Catalytic Cyclopropanation of Olefins, *Inorganica Chimica Acta*, 360.
2. Saito, T., Ismunandar, **1996**, Buku Teks Kimia Anorganik (Terjemahan), Iwanami Publishing Company.
3. Putri, E. G., **2012**, Sintesis dan Karakterisasi Katalis Kobal dan Tembaga yang di Amobilisasi pada Silika Mesopori dan Uji Aktivitas Katalitik dalam Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit, *Padang : Thesis Pasca Sarjana Universitas Andalas*.
4. Sakthivel, Hijazi, A. K., Yeong, H. Y., Köhler, K., Nuyken, O., and Kühn, F. E., **2005**, Heterogenization Of a Manganese(II) Acetonitrile Complex On Al-MCM-41 And Al-MCM-48 Molecular Sieves By Ion Exchange, *J. Mater. Chem.*, 15, 4441-4445.
5. Pratikha, R. S., Syukri and Admi, **2013**, Synthesis And Characterization Of Acetonitrile Ligated Cu(II)-Complex And Its Catalytic Application For Transesterification Of Frying Oil In Heterogeneous Phase, *Indonesian J. of Chem.*
6. Syukri, S., Sakthivel, Sun, W., Kühn, F. E., **2009**, Immobilization of Ru(II)(salen)PPh₃)₂ on Mesoporous MCM-41/SBA-15 : Characterization and Catalytic Applications, *Catalyst Letter*, 128 : 18 – 24.
7. Delia, I., Admi, Syukri, **2012**, Penentuan Kondisi Optimum Aktivitas Katalitik Fe(II)-Asetonitril Yang Diamobilisasi Pada Silika Modifikasi Dalam Reaksi Transesterifikasi, *Jurnal Kimia Unand*, Volume 1, Nomor 1.

8. Firdaus, L. H., Wicaksono, A. R., Widayat, **2013**, Pembuatan Katalis H-Zeolit Dengan Impregnasi KI/KIO₃ dan Uji Kinerja Katalis Untuk Produksi Biodiesel, *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, Volume 2, Nomor 2, 148-154.

ISOLASI, KARAKTERISASI DAN POTENSI ANTI BAKTERI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI FRAKSI ETIL ASETAT DAUN TANAMAN PACAR CINA (*Aglaia odorata* L)

Agus Rimus Liandi, Mai Efdi, Adlis Santoni

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

E-mail: maiefdi@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Aglaia odorata is one of the types of medical plants in Indonesia. To isolate the secondary metabolites of *aglaia odorata* plant, the leaves of plants powdered were extracted by maceration using hexane, ethyl acetate, and methanol solvents. The ethyl acetate extract was separated by column chromatography using silica gel as stationary phase and hexane, ethyl acetate, and methanol as mobile phase in Step Gradient Polarity (SGP) which was re-chromatography column with isocratic system with hexane : ethyl acetate solvent (4:6). The isolated compound is a white crystals, melts at 216-217 °C, and test on TLC gave single spot with light green color in LB reagen. Based on the UV spectra indicate the presence of double bonds in the isolated compound λ_{maks} at 219 nm and 283,59 nm and IR spectra showed functional group OH at 3255,52 cm^{-1} , -CH stretching at 2966,34 cm^{-1} , C=O at 1670,28 cm^{-1} and C=C at 1596,13 cm^{-1} . Antibacterial activity test showed that the hexane and ethyl acetate extract active in inhibiting the growth of gram-negative bacteria *Escherichia coli* and gram-positive bacteria *Staphylococcus aureus*. While methanol extract just active in inhibiting the growth of gram-negative bacteria *Escherichia coli*.

Keywords: *Aglaia odorata*, Steroid, Antibacterial

I. Pendahuluan

Indonesia merupakan Negara kaya akan flora yang banyak digunakan masyarakat sebagai alternatif pengobatan. Penggunaan tumbuh-tumbuhan sebagai obat merupakan warisan turun temurun dari nenek moyang kita sejak dahulu hingga sekarang. Bahan obat yang digunakan dapat berasal dari daun, batang, akar, bunga dan biji bijian. Salah satu tumbuhan yang berkhasiat dan digunakan sebagai obat adalah tumbuhan pacar cina (*Aglaia odorata*).

Tanaman pacar cina atau pacar culam tersebar di India, Cina bagian selatan, Laos, Asia Tenggara, Australia bagian utara dan kepulauan di Samudra Pasifik. Di Indonesia tumbuhan ini dapat ditemui tumbuh di pulau Sumatera, Kalimantan, Jawa, Sulawesi, Bali dan Flores. Tanaman pacar cina sering digunakan sebagai obat tradisional oleh masyarakat Indonesia. Bunga tanaman pacar cina berkhasiat sebagai obat perut kembung, sukar

menelan, batuk, pusing dan mempercepat persalinan. Daunnya berkhasiat untuk mengatasi memar, bisul, darah haid banyak, bau badan, diare, demam, kencing nanah, penyakit kulit, dan obat gatal^[1]. Genus *Aglaia* merupakan sumber senyawa aglain, rocamid dan golongan dolabellane yang berkhasiat sebagai sitotoksik, antibakteri, antifungi, antiviral, molluskisida dan fitotoksik^[2].

Berdasarkan literatur yang didapatkan tanaman pacar cina mengandung senyawa metabolit sekunder seperti alkaloid, saponin, flavonoid, tanin, serta minyak atsiri. Pada daun *Aglaia odorata* selain rocamida juga ditemukan dan tiga senyawa turunannya, yaitu desmetilrocamida, metil rocamid dan rocamid yang merupakan insektisida alami yang efektif terhadap larva serangga Spodoptera^[3]. Pada kali ini akan dilakukan isolasi senyawa steroid serta uji antibakteri terhadap ekstrak daun tanaman *Aglaia odorata*.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah tumbuhan subang-subang, pelarut organik (heksana, etil asetat, metanol), silika gel (0,063 – 0,200 mm), plat KLT (silica gel 60 F₂₅₄), Kertas saring Whatman No. 40, pereaksi Meyer, pereaksi Liebermann-Burchard, pereaksi Sianidin, FeCl₃ 5%, NaOH, bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*.

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat distilasi, *rotary evaporator* (Heidolph Laborota 4000), *Melting Point* (Stuart SMP10), spektrofotometer *Ultraviolet Visible* (Thermo scientific seri evolution 201), spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (Thermo scientific seri Smart OMNI-Transmission), kolom kromatografi, lampu UV (λ 254 dan 365 nm), autoklaf, inkubator, *laminar air flow*, cawan petri, dan jarum ose.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Persiapan Sampel

Tumbuhan Pacar Cina diperoleh dari Kawasan Lubuk Minturun, Padang, Sumatera Barat. Identifikasi tumbuhan dilakukan di Herbarium Universitas Andalas. Sampel segar ditimbang, kemudian dicuci, dipotong-potong, dikeringanginkan dan dihaluskan dengan mesin *grinder*. Sampel berupa bubuk ditimbang.

2.2.2 Uji Fitokimia Daun *Aglaia odorata*

Uji fitokimia daun *Aglaia odorata* dilakukan dengan tahap yang sama dengan Duong (2005)^[4].

2.2.3 Ekstraksi dan Pemurnian

Sebanyak 2600 gram sampel kering yang berupa serbuk halus, diekstrak dengan metode maserasi berturut-turut dengan menggunakan pelarut n-heksana, etil asetat, dan metanol. Maserasi dengan pelarut n-heksana dilakukan selama 3-4 hari kemudian disaring dan dilakukan berulang kali hingga intensitas warna maserat berkurang. Hasil maserasi kemudian digabungkan dan diuapkan pelarutnya dengan menggunakan *rotary evaporator* dengan suhu 40°C hingga didapatkan ekstrak kental n-heksana. Ampas yang didapat dimaserasi kembali dengan pelarut etil asetat dan metanol dengan cara yang

sama. Terhadap masing-masing ekstrak dilakukan uji pendahuluan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), dan uji fitokimia.

Ekstrak etil asetat yang didapatkan dilakukan pemisahan dengan menggunakan kromatografi kolom dengan sistem pelarut SGP (*Step Gradien Polarity*) dengan fasa diam silika gel dan fasa gerak heksana, etil asetat, dan metanol. Hasil elusi dimonitoring dengan kromatografi lapis tipis (KLT), kemudian dikelompokkan berdasarkan nilai R_f dan pola noda. Dari fraksi penggabungan hasil kromatografi kolom yang memiliki pola pemisahan noda yang sederhana dilakukan pemisahan menggunakan rekromatografi kolom dengan sistem isokratik. Dari hasil rekromatografi kolom dilakukan uji kromatografi lapis tipis (KLT) dengan penambahan berbagai pereaksi spesifik. Uji kemurnian dilakukan dengan KLT dan dielusi dengan beberapa perbandingan eluen. Kemudian dioleskan dengan pereaksi LB (*Liebermann-Burchard*) dipanaskan. Senyawa murni akan memberikan bercak noda tunggal. Selanjutnya diukur titik leleh dengan *melting point apparatus*. Senyawa hasil isolasi dianggap murni apabila jarak titik lelehnya $\leq 2^\circ\text{C}$.

2.2.3. Karakterisasi

Senyawa hasil isolasi dikarakterisasi menggunakan spektroskopi UV dan IR.

2.2.4. Aktivitas Antimikroba

Aktifitas antibakteri dari senyawa metabolit sekunder yang diisolasi dilakukan terhadap 2 jenis bakteri yang telah dibiakkan selama 1 hari. Bakteri gram negatif yang digunakan adalah *Escherichia coli* dan bakteri gram positif yang digunakan adalah *Staphylococcus aureus* kedua bakteri ini diinkubasi pada suhu kamar selama 1 hari.

Aktifitas antibakteri dilakukan dengan metode difusi kertas cakram. Medium (2,4 g NA di dalam 100 mL akuades, diautoklaf pada suhu 121°C selama 30 menit) kemudian didinginkan pada suhu kamar. Medium (15 mL) dituangkan ke dalam petridish steril dan dibiarkan mengeras. Setelah mengeras bakteri biakan digoreskan

secara merata dipermukaan medium. Kertas cakram yang steril direndam dalam larutan ekstrak n-heksana, etil asetat dan metanol dimasukkan ke dalam petridish yang telah berisi bakteri yang selanjutnya diinkubasi selama 1 hari. Zona bening yang terbentuk diamati (dalam diameter mm). kesensitifan bakteri juga dilakukan terhadap kontrol positif (amoxicillin) dan kontrol negatif (pelarut n-heksana, etil asetat dan metanol)^{[5][6]}.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Uji Fitokimia

Hasil uji fitokimia dari tanaman pacar cina dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Uji Fitokimia *Aglaia odorata*

Senyawa Kimia	Hasil Uji
Alkaloid	+
Flavonoid	+
Fenolik	+
Triterpenoid	+
Steroid	+
Kumarin	+
Saponin	+

3.2. Analisis Senyawa Hasil Isolasi

Senyawa hasil isolasi yang diperoleh berupa padatan berbentuk jarum berwarna putih. Nilai Rf dari hasil uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) senyawa hasil isolasi dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Uji Kemurnian dengan KLT

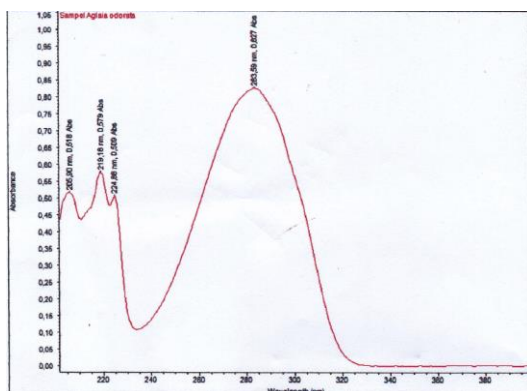
No.	Eluen	Rf
1.	heksana : etil asetat (6:4)	0,12
2.	heksana : etil asetat (5:5)	0,29
3.	heksana : etil asetat (4:6)	0,39
4.	heksana : etil asetat (3:7)	0,49
5.	heksana : etil asetat (2:8)	0,51

Berdasarkan hasil uji KLT dengan berbagai perbandingan eluen, dan ditambah dengan pereaksi LB (*Liebermann-Burchard*) didapat noda tunggal pada setiap perbandingan

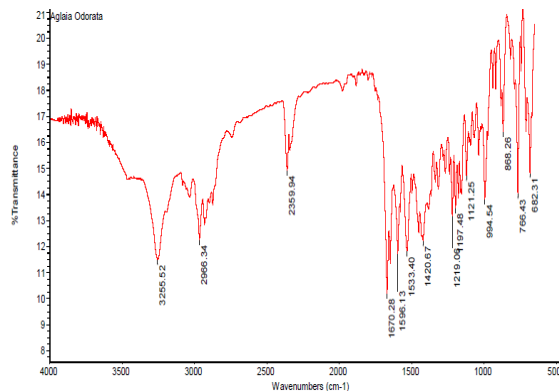
eluenya. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi telah murni. Noda yang didapatkan setelah penambahan pereaksi LB (*Liebermann-Burchard*) didapatkan noda berwarna hijau. Hal ini mengindikasikan bahwa senyawa yang diperoleh tergolong ke dalam kelompok senyawa steroid.

Dari hasil pengujian titik leleh didapatkan senyawa hasil isolasi yang berbentuk padatan berwarna putih tersebut meleleh pada suhu 216-217 °C. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa tersebut sudah murni karena memiliki interval kurang dari 2 °C. Spektrum uv senyawa hasil isolasi (Gambar 1) menunjukkan adanya serapan maksimum pada $\lambda_{\max}$ = 219 nm. Serapan maksimum pada spektrum UV tersebut menandakan adanya eksitasi elektron dari π ke π^* . Selanjutnya pada serapan $\lambda_{\max}$ = 283 nm menandakan adanya eksitasi elektron dari n ke π^* . Eksitasi elektron ini menandakan adanya ikatan rangkap pada senyawa hasil isolasi.

Karakterisasi senyawa hasil isolasi dengan spektroskopi FTIR (Gambar 2) memperlihatkan beberapa serapan penting pada angka gelombang 3255,52 cm^{-1} , 2966,34 cm^{-1} , 2359,94 cm^{-1} , 1670,28 cm^{-1} , 1596,13 cm^{-1} dan 1121,25 cm^{-1} . Spektrum IR tersebut menunjukkan pita serapan yang melebar pada bilangan gelombang 3255,52 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus hidroksil, pita serapan pada bilangan gelombang 2966,34 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya serapan dari C-H alifatik, pita serapan pada bilangan gelombang 1670,28 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya serapan dari C=O, pita serapan pada bilangan gelombang 1596,13 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya serapan dari C=C, dan pita serapan pada bilangan gelombang 1121,25 cm^{-1} mengidentifikasi adanya gugus C-O^[7].



Gambar 1. Spektrum UV senyawa hasil isolasi



Gambar 2. Spektrum IR senyawa hasil isolasi

3.3. Uji Aktivitas Antibakteri

Hasil uji aktivitas antibakteri ekstrak n-heksana, etil asetat, dan metanol terhadap bakteri gram positif *Staphylococcus aureus*

dan gram negatif *Escherichia coli* dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil uji antibakteri ekstrak daun pacar cina

No	Bakteri Uji	Sampel Uji	Diameter Zona Bening (mm)
1	<i>Staphylococcus aureus</i>	Ekstrak n-heksana (1012 mg/L)	9
		Ekstrak etil asetat (1002 mg/L)	8
		Ekstrak metanol (994 mg/L)	7,5
		Pelarut n-heksan	7,75
		Pelarut etil asetat	7
		Pelarut metanol	11
		Amoxicillin (1024 mg/L)	14
2	<i>Escherichia coli</i>	Ekstrak n-heksana (1012 mg/L)	10,75
		Ekstrak etil asetat (1002 mg/L)	12,5
		Ekstrak metanol (994 mg/L)	13
		Pelarut n-heksan	8,5
		Pelarut etil asetat	9,5
		Pelarut metanol	9,5
		Amoxicillin (1024 mg/L)	11.5

Berdasarkan diameter zona bening yang ditunjukkan pada Tabel diatas dapat dikatakan bahwa ekstrak heksana dan etil asetat aktif terhadap bakteri gram positif *Staphylococcus aureus*. Sedangkan ekstrak metanol tidak aktif terhadap bakteri uji *Staphylococcus aureus*. Hal ini dapat dilihat dari hasil perbandingan dengan kontrol negatif pada masing-masing ekstraknya. Pada ekstrak n-heksana dan etil asetat memiliki zona hambat yang lebih besar dari pada zona hambat yang disebabkan oleh pelarut n-heksana dan etil asetat. Sedangkan pada ekstrak metanol memiliki zona hambat

yang lebih kecil dari pada zona hambat yang disebabkan oleh kontrol negatifnya (pelarut metanol).

Untuk uji aktifitas terhadap bakteri gram negatif, dapat dilihat bahwa ekstrak n-heksana, etil asetat, dan metanol aktif menghambat pertumbuhan bakteri *Escherichia coli*.

IV. Kesimpulan

Senyawa hasil isolasi diperoleh dari ekstrak etil asetat daun pacar cina (*Aglaia odorata* L) berupa padatan berwarna putih yang meleleh pada suhu 216-217 °C. Senyawa

hasil isolasi berupa senyawa golongan steroid yang dibuktikan dengan uji kualitatif menggunakan pereaksi Liebermann-Burchard. Hasilnya menunjukkan noda tunggal berwarna hijau muda dengan penambahan pereaksi Liebermann-Burchard. Hasil uji antibakteri menunjukkan bahwa ekstrak heksan, ekstrak etil asetat dan ekstrak metanol aktif terhadap bakteri gram negatif *Escherichia coli*, dan bakteri gram positif *Staphylococcus aureus*.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih diberikan kepada Analis Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam Jurusan Kimia Universitas Andalas yang telah membantu penulis selama penelitian berlangsung.

Referensi

1. Setiawati, W., Murtiningsih, R., Gunaeni, N., dan Rubiati, T., **2008** : *Tumbuhan Bahan Pestidisanabati Dan Cara Pembuatannya Untuk Pengendalian Organisme Pengganggu Tumbuhan (OPT)*. Edisi 1, Bandung: Balai Penelitian Tanaman Sayuran, 136-138.
2. Erma, N., Yudianto, B., **Kusumajaya, N., dan Zaini, C., 2014** : Aktivitas Antimikroba dan analisis KLT-Densitometri Metabolit Fraksi-Fraksi Ekstrak Endofit dari *Aglaia odorata*. *Jurnal Farmasi*, 3(1), 20-27.
3. Tukiran, **2009** : Senyawa Etil *P*-Metoksisinamat Dari Ekstrak Kloroform Kulit Batang Tumbuhan *Aglaia elaeagnoidea* (A.Juss.) Benth (Meliaceae). *Jurnal Kimia*, 339-343.
4. Duong, N., **2005** : *Isolation and Structure Elucidation of Insecticidal Secondary Metabolites from Aglaia species collected in Vietnam*. Disertasi, 70-95.
5. Edrizi, H., Mastouri, M., Mahjoub, M.A., Mighri, Z., Mahjoub, A., dan verschaeve, L., **2012** : Antibacterial, Antifungal and Cytotoxic Activities of Two Flavonoids from *Retama raetam* Flowers. *Journal Molecules*, 17, 7284-7293.
6. Zearah, S.A., dan Al-Kanary, G., **2014** : Antimicrobial Activity of Flavonoid Compound Isolated from *Inula Greaveolens* L. Plant on Selected Pathogenic Bacteria. *Journal Chemistry*, 1(1), 1-10.
7. Kasal, A., Budesinsky, M., dan Griffiths, W.J., **2010** : *Spectroscopic Methods of Steroid Analysis*. Czech Republic: Institute of Organic Chemistry and Biochemistry, Academy of Sciences of the Czech Republic, 27-62.

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI EKSTRAK KULIT BATANG KENANGA (*Cananga odorata* (Lam.) Hook.f. & Thomson) AKTIF SEBAGAI ANTIOKSIDAN

Donald Busrian, Bustanul Arifin, Afrizal

Laboratorium Kimia Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: ba_arifin@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Isolation and characterization of secondary metabolites from the stem bark of ylang-ylang (*Cananga odorata* (Lam.) Hook.f. & Thomson) has been performed. Isolation begins with the extraction by maceration method using the solvent n-hexane, ethyl acetate and methanol. Each extract was tested antioxidant with free radical method of 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH) and the results show that all three of the extract is an antioxidant. The methanol extract was active as an antioxidant with IC_{50} value of 40,59 mg/L. The methanol extract was column chromatographed using a silica gel as the stationary phase and n-hexane, ethyl acetate and methanol as the mobile phase in the Step Gradient Polarity (SGP). The Compounds isolated white colored solid form as much as 0.001% which provides a single stain with some eluent, namely the n-hexane, ethyl acetate and methanol to thin-layer chromatography. The results of the characterization of chemical isolation and spectroscopy indicated compounds including coumarin compounds. The Isolated compounds act as antioxidants are considered to be very active with IC_{50} value of 14.80 mg/L.

Keywords: *Cananga odorata* (Lam.) Hook.f. & Thomson, coumarin, antioxidant

I. Pendahuluan

Indonesia terkenal sebagai negara tropis yang banyak ditumbuhi berbagai jenis tumbuhan dan tanaman. Hampir seluruh wilayah Indonesia kaya akan tumbuhan dan tanaman obat yang mengandung senyawa aromatik. Keanekaragaman hayati ini merupakan aset Nasional yang menjanjikan di bidang pemberdayaan sumber daya alam untuk berbagai keperluan sumber bahan kimia yang pontesial. Umumnya kandungan kimia tersebut dapat bermanfaat bagi manusia yaitu, untuk menyembuhkan berbagai penyakit seperti, penyakit kanker, tumor, jantung, ginjal, kencing manis dan penyakit yang disebabkan virus HIV.¹ Kenanga (*Cananga odorata* (Lam.) Hook.f. & Thomson) adalah salah satu tanaman yang mengandung senyawa kimia dan banyak dimanfaatkan sebagai obat serta dijadikan tanaman hias bagi masyarakat Indonesia.

Kenanga dapat tumbuh dengan baik hampir di seluruh wilayah di Indonesia dengan

tinggi pohon hingga 50 meter. Tamanan ini banyak dijadikan sebagai tanaman hias di halaman rumah, dengan ketinggian dari 3 meter.²

Bunga kenanga memiliki aroma wangi yang khas dan mengandung minyak atsiri. Kandungan minyak atsiri inilah yang banyak dimanfaatkan sebagai pewangi pakaian, pewangi rambut, ruangan dan juga parfum. Di Indonesia, khususnya di pulau Jawa, bunga kenanga digunakan sebagai bahan 'ngadisalira' (perawatan tubuh) para anggota keluarga keraton. Selain sebagai pewangi, bunga kenanga juga berkhasiat untuk penyembuhan bronchitis, asma, sesak nafas, malaria serta pembersih bagi ibu-ibu yang baru melahirkan.³

Berdasarkan literatur yang didapat, kulit batang kenanga memiliki kandungan senyawa alkaloid, flavonoid, saponin, tanin, steroid, triterpenoid dan kumarin.⁴ Untuk mengetahui bahwa adanya senyawa kumarin pada kulit batang kenanga

dilakukan penelitian lebih lanjut dengan mengisolasi senyawa kumarin dari fraksi kulit batang kenanga dan mengidentifikasi aktivitas antioksidannya serta di karakterisasi dengan menggunakan Spektrofotometer UV, spektrofotometer FT-IR, serta diuji dengan penampak noda NaOH 1%.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang dalam penelitian ini adalah pelarut teknis yang telah di distilasi yaitu heksana (Brataco), etil asetat (Brataco) dan metanol (Brataco). Bahan kimia lainnya adalah silika gel 60 (0,063-0,200 mm/Merck), raksa (II) klorida (Merck), kalium iodida (Merck), asam klorida pa (Merck), bubuk magnesium, besi (III) klorida, asam sulfat (Merck), akuades, anhidrida asetat, plat kromatografi lapis tipis, natrium hidroksida, asam asetat (Merck), n-butanol (Merck), kloroform (Merck), amoniak (Merck), kalium iodida, asam nitrat, dan bismuth nitrat.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gerinda, neraca analitik, seperangkat alat distilasi, *Rotary Evaporator*, lampu UV $\lambda=254$ dan 365 nm, spektrofotometer UV 1700 Series (Shimadzu), dan spektrofotometer FT-IR (*Thermo scientific* seri *Smart omni-tranmission*).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Persiapan Sampel

Sampel kulit batang kenanga diambil di sekitar kampus Universitas Andalas Limau Manis, Padang. Sampel segar kulit batang kenanga dikering anginkan untuk mengurangi kandungan air yang terdapat pada sampel. Selanjutnya sampel digerinda dan diambil sampel dalam bentuk serbuk sebanyak 750 gram untuk diisolasi senyawa metabolit sekundernya.

2.2.2. Ekstraksi

Serbuk sampel kulit batang kenanga yang telah dihaluskan diekstraksi menggunakan metode maserasi berturut-turut dengan menggunakan pelarut n-heksana, etil asetat, dan metanol. Maserasi dengan pelarut n-heksana dilakukan selama 5 hari kemudian disaring dan dilakukan berulang kali hingga

intensitas warna hasil maserasi berkurang. Hasil maserasi kemudian digabungkan dan diuapkan pelarutnya dengan menggunakan *rotary evaporator* pada suhu 40°C sampai didapatkan ekstrak kental n-heksana. Ampas yang didapat dimaserasi kembali dengan pelarut etil asetat dan metanol dengan cara yang sama. Terhadap masing-masing ekstrak ditimbang dan dilakukan uji pendahuluan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), uji fitokimia, dan pengujian aktivitas antioksidannya.

2.2.3 Kromatografi Kolom

Ekstrak metanol di kromatografi kolom dengan menggunakan eluen n-heksana, etil asetat dan metanol dengan metode SGP (*step gradien polarity*). Hasil kromatografi kolom ditampung dalam vial dan diuji dengan plat KLT, kemudian hasil elusi dengan plat KLT tersebut dilihat pada lampu UV 254 dan 365 nm serta uap I_2 . Berdasarkan hasil KLT, vial yang memiliki pola noda dan nilai R_f yang sama pada KLT digabung menjadi beberapa fraksi-fraksi yang lebih sederhana.

2.2.4 Kromatografi Kertas Fraksi Hasil Kromatografi Kolom

Berdasarkan hasil kromatografi kolom dipilih salah satu fraksi yang memiliki pola noda sedikit dan jumlah senyawa yang terdapat pada vial cukup banyak untuk dilakukan analisis pendahuluan dengan kromatografi kertas. Eluen yang digunakan adalah campuran n-butanol : asam asetat : air (4 : 1 : 5). Kertas saring yang digunakan adalah kertas Whatmann No. 1. Untuk melihat noda hasil kromatografi kertas dilihat pada lampu UV 365 nm dengan pereaksi NaOH 1 %.

2.2.5 Kromatografi Kertas Preparatif

Setelah dilakukan uji pendahuluan kromatografi kertas, maka di pilih fraksi yang pola nodanya sederhana. Selanjutnya dilakukan kromatografi kertas preparatif pada fraksi tersebut dengan campuran eluen n-butanol : asam asetat : air (4 : 1 : 5). Noda yang terlihat pada lampu UV 365 nm ditandai dengan pensil dan dipotong kecil-kecil. Kemudian dimaserasi dengan metanol dibiarkan kira-kira 2 jam sambil diaduk dan disaring. Ulangi maserasi ini tiga kali untuk

ekstraksi lebih sempurna. Selanjutnya ekstrak di gabung dan diuapkan, kemudian endapan yang didapatkan di monitor dengan plat KLT dengan penampak noda lampu UV 254 dan 365 nm, uap I₂, serta penampak noda NaOH 1 %.

2.2.6 Karakterisasi Senyawa Hasil Isolasi

Senyawa hasil isolasi dikarakterisasi secara kimia dan spektroskopi. Karakterisasi secara kimia dilakukan dengan menggunakan pereaksi NaOH 1 %, sitroborat, uap iod, dan Liebermann-Buchard serta uji kemurnian senyawa menggunakan beberapa perbandingan eluen. Karakterisasi secara spektroskopi dengan menggunakan spektroskopi UV dan IR.

2.2.7 Pengujian Aktivitas Antioksidan

Pengujian aktivitas antioksidan dilakukan dengan menggunakan metoda DPPH.⁵ Larutan DPPH 0,1 mM dibuat dengan cara melarutkan DPPH 0,004 gram dengan metanol hingga volume 100 mL dalam labu ukur. Sebanyak 10 mg masing-masing ekstrak dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 10 mL, diperoleh konsentrasinya 1000 mg/L (larutan induk). Kemudian dari larutan induk dipipet sebanyak 0,1; 0,4; 0,7; 1; dan 1,3 mL lalu diencerkan didalam labu ukur 10 mL sehingga diperoleh konsentrasi 10 ; 40 ; 70 ; 100 dan 130 mg/L. Untuk senyawa hasil isolasi ditimbang sebanyak $5,28 \times 10^{-4}$ mg dan dilarutkan dengan metanol hingga volume 10 mL dalam labu ukur, diperoleh konsentrasinya 0,0528 mg/L (larutan induk). Kemudian dari larutan induk dipipet sebanyak 1; 1,5; 2; 2,5; dan 3 mL lalu diencerkan didalam labu ukur 10 mL Konsentrasi $5,3 \times 10^{-3}$, $7,9 \times 10^{-3}$, $10,6 \times 10^{-3}$, $13,2 \times 10^{-3}$ dan $15,8 \times 10^{-3}$ mg/L. Sebagai larutan kontrol pada pengujian ini adalah 1 mL metanol ditambah 2,5 mL DPPH. Untuk masing-masing larutan uji diambil sebanyak 1 mL kemudian ditambahkan 2,5 mL DPPH dan didiamkan selama 30 menit, campuran dihindarkan dari cahaya. Setelah itu diukur absorbansi larutan campuran dengan spektrofotometer UV/VIS. Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 517 nm. Dari nilai absorbansi kemudian ditentukan persen inhibisi dan IC₅₀. Penentuan persen inhibisi

dihitung dengan menggunakan rumus dibawah ini:

$$\text{Persen Inhibisi} = \frac{\text{Abs Kontrol} - \text{Abs Sampel}}{\text{Abs Kontrol}} \times 100$$

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Uji Fitokimia

Hasil uji fitokimia senyawa metabolit sekunder dari kulit batang kenanga mengandung alkaloid, flavonoid, fenolik, triterpenoid, kumarin dan saponin.

3.2 Ekstraksi

Hasil ekstraksi dengan metoda maserasi diperoleh ekstrak pekat n-heksana sebanyak 8,337 gram (rendemen 1,12%), ekstrak etil asetat sebanyak 11,327 gram (rendemen 1,52%), dan ekstrak metanol sebanyak 30,098 gram (rendemen 4,01%).

3.3 Isolasi senyawa metabolit sekunder

Hasil kromatografi kolom diperoleh sebanyak 454 vial. Setelah dikelompokan berdasarkan pola noda yang sama berdasarkan hasil KLT didapatkan 11 fraksi yang lebih sederhana (fraksi A sampai K). Fraksi yang dipilih untuk dimurnikan lebih lanjut adalah fraksi D dengan kromatografi kertas preparatif karena dengan metoda ini fraksi D memberikan pola pemisahan yang sangat baik selain itu fraksi D memiliki jumlah yang memadai untuk dimurnikan lebih lanjut. Kromatografi kertas preparatif dipilih karena dengan metoda ini pemisahannya lebih baik dibandingkan dengan menggunakan plat KLT. Senyawa hasil isolasi berupa padatan berwarna putih dengan massa 7,6 mg dan telah memberikan noda tunggal pada plat KLT dengan menggunakan beberapa eluen yang dapat dilihat pada tabel 1 dibawah ini.

Tabel 1. Nilai R_f senyawa hasil isolasi dengan berbagai eluen.

No	Eluen	R _f
1	heksan : etil asetat (4:6)	0,56
2	etil asetat 100 %	0,83
3	etil asetat : metanol (8:2)	0,93

Hasil pengujian senyawa hasil isolasi dengan berbagai pereaksi penampak noda dapat dilihat pada table 2 berikut ini.

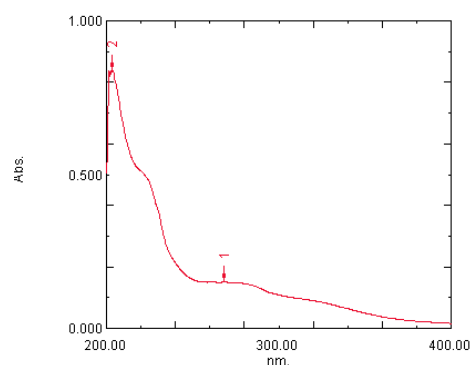
Tabel 2. Pengujian senyawa dengan beberapa penampak noda

No	Penampak noda	Hasil
1	Lampu UV 254 nm	1 noda coklat
2	Lampu UV 365 nm	1 noda biru
3	Natrium hidroksida 1%	Biru terang
4	Sitroborat	Tidak ada perubahan
5	Uap I ₂	ada
6	Liebermann-Buchard	Tidak ada

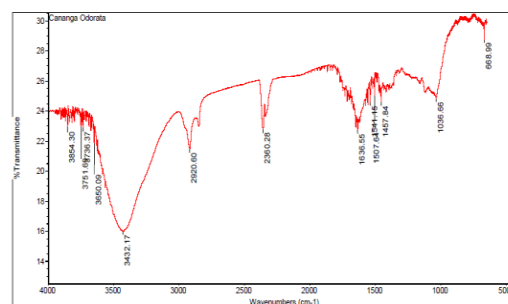
3.4 Karakterisasi dan analisis senyawa hasil isolasi

Hasil karakterisasi secara kimia senyawa hasil isolasi dengan berbagai reagen menunjukkan bahwa senyawa tersebut merupakan golongan senyawa kumarin yang ditandai dengan adanya warna biru pada plat KLT yang dilihat pada lampu UV 365 nm dan warna biru tersebut semakin terang setelah disemprot dengan NaOH 1 %

Berdasarkan hasil pengukuran spektrum UV senyawa hasil isolasi dapat dilihat pada Gambar 1 menunjukkan adanya serapan pada daerah panjang gelombang maksimum 203,20 nm menandakan adanya transisi dari π ke π^* . Ini menunjukkan adanya ikatan rangkap berkonjugasi.⁵ Kemudian pada panjang gelombang 268,00 nm menandakan adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$, yang merupakan transisi gugus karbonil pada cincin piron senyawa kumarin.⁶

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

Hasil pengukuran dengan spektrofotometer IR didapatkan spektrum pada Gambar 2.

**Gambar 2.** Spektrum IR senyawa hasil isolasi pada plat KBr

Spektrum inframerah senyawa hasil isolasi memberikan serapan pada beberapa bilangan gelombang, 3432,17 cm^{-1} menunjukkan pita serapan -OH stretching , dan spektrum yang mengindikasikan adanya C=O stretching terlihat pada bilangan gelombang 1636,55 cm^{-1} , pada bilangan gelombang 1541,15 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus C=C . Kemudian pada bilangan gelombang 2920,60 cm^{-1} menunjukkan pita serapan C-H , bilangan gelombang pada 1457,84 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus C-O , bilangan gelombang pada 1036,66 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus C(O)-O . Berdasarkan analisis spektrum IR tersebut menegaskan bahwa senyawa hasil isolasi adalah senyawa kumarin karena senyawa kumarin memiliki gugus C=O , ikatan rangkap C=C , gugus C(O)-O .

3.5 Pengujian aktivitas antioksidan

Uji antioksidan dilakukan terhadap ekstrak n-heksan, etil asetat, metanol serta senyawa hasil isolasi. Hasil uji antioksidan tersebut dapat dilihat pada Tabel 2. Suatu senyawa atau ekstrak dapat bersifat antioksidan dilihat dari nilai IC_{50} . Semakin rendah nilai IC_{50} suatu senyawa maka semakin aktif senyawa tersebut sebagai antioksidan dan sebaliknya, semakin besar nilai IC_{50} suatu senyawa maka semakin berkurang sifat antioksidan suatu senyawa bahkan dapat dikatakan tidak aktif sebagai antioksidan.

Tabel 2. Hasil uji antioksidan masing-masing fraksi dan senyawa hasil isolasi.

No	Sampel Uji	IC ₅₀ (mg/L)
1	Ekstrak n-heksana	158,9
2	Ekstrak etil asetat	89,58
3	Ekstrak metanol	40,59
4	Senyawa hasil isolasi	14,80

Menurut Jun *et.al* 2003, aktivitas antioksidan digolongkan sangat aktif jika nilai IC₅₀ kurang dari 50 mg/L, digolongkan aktif bila nilai IC₅₀ 50-100 mg/L, digolongkan sedang bila nilai IC₅₀ 101-250 mg/L, dan digolongkan lemah bila nilai IC₅₀ 250-500 mg/L, serta digolongkan tidak aktif bila nilai IC₅₀ lebih besar dari 500 mg/L. Sehubungan dengan hal ini, maka ekstrak metanol dan senyawa hasil isolasi tergolong sangat aktif sifat antioksidannya sehingga dapat dikatakan ekstrak metanol kulit batang kenanga sangat berpotensi sebagai antioksidan dan selanjutnya berpotensi sebagai anti kanker. Sedangkan untuk ekstrak etil asetat kulit batang kenanga tergolong sedang dan ekstrak n-heksana tergolong lemah sebagai antioksidan.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan beberapa hal, yaitu ekstrak kulit batang kenanga dari pelarut n-heksana, etil asetat dan metanol berpotensi sebagai antioksidan, dengan ekstrak yang paling aktif yaitu ekstrak metanol dengan nilai IC₅₀ 40,59 mg/L. Hasil karakterisasi senyawa hasil isolasi dari fraksi aktif metanol ekstrak kulit batang kenanga secara kimia dan spektroskopi menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa kumarin. Senyawa tersebut berupa padatan berwarna putih sebanyak 0,001 %. Senyawa hasil isolasi berpotensi sebagai antioksidan dengan nilai IC₅₀ 14,80 mg/L.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih kepada Analis laboratorium Kimia Organik Bahan Alam dan analisis Laboratorium Biokimia Kimia FMIPA Unand.

Referensi

1. Matsjeh, S., **2004**, Sintesis Flavonoid: Potensi Metabolit Sekunder Dari Sumber Daya Alam Nabati Indonesia. Tesis pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gajah Mada, Yogyakarta, 3-8.
2. Orwa, **2009**, Cananga odorata, Agroforestry Database 4, Hal 1.
3. Hariana, A., **2007**, Tumbuhan Obat dan Khasiatnya, Penebar Swadaya, Jakarta, 6.
4. Katrin, Soediro, I., Padmawinata, dan K., **1991**, Pemeriksaan Kandungan Kimia Kulit Batang Kenanga (*Cananga odorata* (LMK) Hook. F. & Thoms), Tesis Sekolah Farmasi ITB, Bandung, 1, 1-2.
5. Kumar, H. V. K, Navyashree, S. N, Rakshitha, H. R, Chauhan, J. B., **2012**, Studies on the free radical scavenging activity of *Syagrus romanzoffiana*, International journal of pharmaceutical and biomedical research, 3 (2), 81-84.
6. Sitorus, M., **2009**, Spektroskopi Elusidasi Struktur Molekul Organik, Graha Ilmu, Yogyakarta, 15–17.

PENGARUH PENAMBAHAN GLISEROL DAN VARIASI BERAT PATI TERHADAP SIFAT MEKANIK BIOPLASTIK DARI PATI UMBI TALAS

Nia Permata Esy, Novesar Jamarun, Diana Vanda Wellia

Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: novesar62@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Bioplastic is a remarkable discovery and keeps developing each year to counter the global threat of plastic waste, specifically in Indonesia. The making of bioplastic using biopolymer (starch) with glycerol as the plasticizer has been successfully done. Bioplastic was made by variation of glycerol's concentration (10, 15, 20, 25, 30% v/w) and talas starch's weight (4, 6, 8, 10, 12 gram). The best result of mechanical properties of bioplastics, on the addition of 8 g of taro starch-1,5% v/v glycerol with tensile strength and elongation at break 35,03 MPa and 9%. This value was also supported by the SEM results showing that the level of homogeneity was better than the mixture of 10 g of taro starch-1,5% v/v glycerol with 28,11 MPa and 7,8%. respectively. FTIR analysis showed the absorption of C=O and C-O vibration at 1600-1800 cm^{-1} and 1300-1000 cm^{-1} was indicated that bioplastics is degradable.

keywords: Bioplastics, taro starch, glycerol.

I. Pendahuluan

Suatu permasalahan yang sangat memprihatinkan di dunia pada umumnya dan di Indonesia khususnya serta belum ada penanganan yang serius yakni masalah limbah. Seiring dengan pertumbuhan penduduk yang disertai dengan meningkatnya pola konsumtif masyarakat, maka berdampak langsung dengan peningkatan volume, jenis, dan jumlah limbah termasuk limbah plastik. Jenis plastik yang umum digunakan ialah plastik konvensional. Plastik konvensional merupakan hasil dari pengolahan sumber energi fosil minyak bumi (*non-renewable*) yang keberadaannya semakin menipis dan butuh waktu yang sangat lama untuk dapat terdegradasi sempurna di alam. Banyaknya keunggulan plastik konvensional seperti harganya yang murah, ringan, dan mudah dalam proses pembuatannya membuat

plastik ini sangat populer digunakan terutama sebagai kemasan.¹

Berbagai usaha telah banyak dilakukan untuk menangani masalah pencemaran yang diakibatkan oleh sampah plastik diantaranya dengan cara pembakaran, daur ulang, dan penimbunan.² Dari banyak kelemahan plastik konvensional tersebut, mendorong banyak penelitian untuk menghasilkan plastik dengan tingkat degradasi yang singkat. Bioplastik yang ramah lingkungan, tidak bersumber dari bahan bakar fosil, dan mudah terdegradasi oleh aktivitas mikroorganisme di alam dapat dijadikan salah satu solusinya.

Bioplastik terbuat dari material yang dapat diperbarui, yaitu dari senyawa-senyawa yang terdapat dalam tanaman misalnya pati, selulosa, lignin serta pada hewan misalnya protein dan lipid.³ Banyak penelitian mengenai pembuatan bioplastik berbasis

pati yang sedang dikembangkan pada saat ini, khususnya di Indonesia karena ketersediaan sumbernya yang cukup besar. Pati merupakan salah satu polimer alami yang dapat digunakan untuk produksi material *biodegradable* karena sifatnya yang mudah terdegradasi, dan dapat ditemukan pada tanaman yang mengandung karbohidrat seperti pada umbi-umbian, kacang-kacangan, dan biji-bijian.³ Pembuatan bioplastik berbasis pati harus mempertimbangkan beberapa faktor diantaranya yaitu manfaat, permintaan, dan ketersediaan di alam.⁴

Iklim yang tropis membuat Indonesia dikenal sebagai salah satu negara penghasil umbi-umbian terbesar di dunia termasuk umbi talas. Aplikasi umbi talas belum maksimal dan tidak sebanding dengan ketersediaannya yang cukup besar khususnya di daerah Sumatera Barat. Hal ini disebabkan karena pada umbi talas mengandung kalsium oksalat yang dapat menyebabkan gatal, iritasi pada kulit, tenggorokan, dll.⁵ Disamping kelemahan tersebut, menurut Syamsir, S dan Elvira, umbi talas mengandung karbohidrat (pati) yang cukup besar untuk dimanfaatkan menjadi bioplastik dengan keterangan sebagai berikut:

Tabel 1. Kandungan nutrisi umbi talas.⁵

No.	Zat	Per 100 gram biji segar (mentah) tanpa kulitnya
1	Kadar air	10,20 g
2	Lemak	0,50 g
3	Protein	12,25 g
4	Karbohidrat total	72,15 g

Dalam pembuatan bioplastik, sangat penting ditambahkan pemlastis agar plastik yang dihasilkan lebih elastis, tidak kaku, dan rapuh.⁶ Menurut Cut Fatimah, agen pemlastis yang umum digunakan yaitu senyawa yang termasuk dalam kelompok poliol seperti gliserol, xilitol, dan sorbitol.

Ciri-ciri pemlastis yang baik digunakan salah satunya ialah memiliki berat molekul yang kecil sehingga dapat meningkatkan keelastisan dari plastik yang dihasilkan.⁷ Gliserol dipilih sebagai agen pemlastis pada penelitian ini karena mempunyai berat molekul yang lebih kecil dibandingkan kelompok poliol lainnya, murah, dan mudah didapatkan. Hal inilah yang mendorong penelitian yang dilakukan dengan pemlastis gliserol dalam menghasilkan bioplastik yang layak digunakan.

II. Metodologi Penelitian

a. *Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi*
 umbi talas, gliserol ($C_3H_{11}O_3$) 90 % (Merck), Minyak sawit mentah (CPO), dan akuades. Alat-alat yang digunakan antara lain, neraca analitik (Kern ALJ 220-4 M), oven (Memmert), *hot plate stirrer*, plat kaca ukuran 19,5 cm x 19,5 cm x 3 mm, mikrometer sekrup, lumpang alu, Erlenmeyer, gelas ukur, gelas piala. Peralatan pengujian yang digunakan terdiri dari *Fourier Transformation Infra Red Spectroscopy* (FTIR Perkin Elmer 1600 series), *Scanning Electron Microscopy* (Hitachi S-3400N), dan uji kuat tarik dengan COM-TEN Testing Machine 95T Series.

b. *Prosedur penelitian*

1. Isolasi Pati Umbi Talas

Umbi talas dikupas lalu dibersihkan dengan air. Umbi talas bersih kemudian dipotong kecil-kecil dengan ukuran $\pm 2\text{cm} \times 2\text{cm}$, direndam dalam larutan garam, dan ditiriskan. Kemudian umbi talas diblender dengan bantuan air lalu disaring. Hasil saringan berupa endapan (ampas) dan filtrat. Filtrat didiamkan/diendapkan 24-48 jam menggunakan suhu kamar. Endapan yang diperoleh, dicuci dengan air, diaduk, dan didiamkan selama 1 jam. Kemudian filtrat (bagian atas) dibuang. Pencucian ini dilakukan beberapa kali hingga didapatkan pati yang berwarna putih bersih.⁸ Pati dikeringkan, dihaluskan dan diayak.

2. Pembuatan Bioplastik dengan Variasi Konsentrasi Gliserol

10 g pati dilarutkan dalam akuades panas 100 mL [15]. Kedua bahan tersebut dipanaskan pada suhu 70°C sambil *distir* selama 2-4 menit untuk mendapatkan larutan yang homogen. Kemudian ditambahkan gliserol dengan variasi 1,0% v/v; 1,5% v/v; 2,0% v/v; dan 2,5% v/v dari berat pati sambil diaduk selama 2 menit. Gel plastik kemudian dituangkan ke dalam cetakan kaca, diratakan, dan dikeringkan menggunakan suhu kamar selama 24-48 jam.

3. Pembuatan Bioplastik dengan Variasi Berat Pati

Hasil bioplastik dengan konsentrasi gliserol terbaik pada pengerjaan sebelumnya (1,5 mL), digunakan kembali pada pengerjaan ini. Variasi berat pati yang ditambahkan ialah 4 g, 6 g, 8 g, 10 g, dan 12 g dan dilarutkan dalam akuades panas 100 mL. Kedua bahan tersebut dipanaskan pada suhu 70°C sambil *distir* selama 2-4 menit untuk mendapatkan larutan yang homogen. Kemudian ditambahkan gliserol. Gel plastik kemudian dituangkan ke dalam cetakan kaca, diratakan, dan dikeringkan menggunakan suhu kamar selama 24-48 jam.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil isolasi Pati Umbi Talas

Pati umbi talas yang didapatkan berwarna putih sesuai dengan Gambar dibawah ini:



Gambar 1. Pati umbi talas halus.

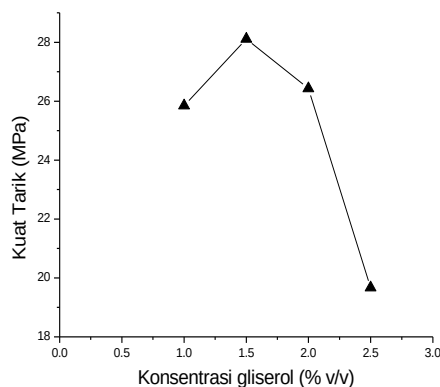
Pati yang telah didapatkan, lalu dilakukan analisis menggunakan metode analisis proksimat dengan hasil sebagai berikut:

Tabel 2. Hasil analisis proksimat pati umbi talas.

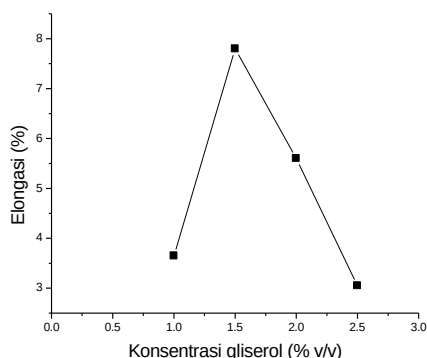
No.	Komponen	Komposisi (%)
1	Kadar air	18,31
2	Kadar abu	0,13
3	Protein	4,88
4	Lemak	1,14
5	Karbohidrat	75,54
6	Pati	73,98
a	Amilosa	3,68
b	Amilopektin	96,32

3.2 Pengaruh Konsentrasi Gliserol terhadap Sifat Mekanik Bioplastik

Penambahan gliserol dimulai dari konsentrasi 1,0% v/v karena plastik tanpa penambahan gliserol (0% v/v) tidak bisa diangkat dari cetakan. Hal ini sesuai dengan pernyataan Chi-Hui Tsuo, et.al bahwa pati saja bersifat rapuh.⁹ Begitupun dengan konsentrasi gliserol 0,5% v/v.



Gambar 2. Pengaruh konsentrasi gliserol terhadap kuat tarik bioplastik.

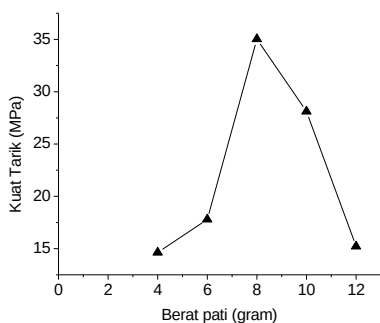


Gambar 3. Pengaruh konsentrasi gliserol terhadap elongasi bioplastik.

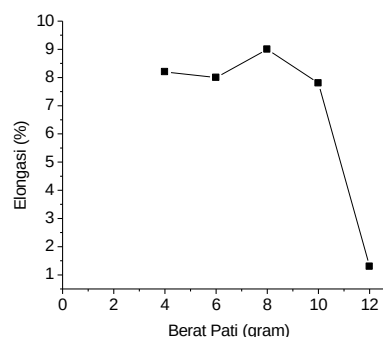
Dari data yang didapatkan, dapat ditarik kesimpulan bahwa seiring dengan meningkatnya konsentrasi gliserol melebihi 1,5% v/v, maka nilai kuat tarik dan elongasi yang dihasilkan cenderung berkurang. Hal ini disebabkan karena semakin banyak ikatan polisakarida yang diputus oleh gliserol dan semakin berkurangnya interaksi intermolekular pada rantai polimer yang terdapat dalam pati.¹⁰ Hal ini memberikan pengaruh terhadap sifat mekanik bioplastik. L. Averous dan E. Pollet menambahkan bahwa kandungan gliserol yang berlebih akan memberikan efek “anti plastisasi”.¹¹

3.3 Pengaruh Berat Pati terhadap Sifat Mekanik Bioplastik

Perbedaan ketebalan film plastik yang dihasilkan disebabkan karena perbedaan kelarutan pati. Semakin banyak jumlah pati yang terlarut, maka film plastik yang dihasilkan semakin padat. Kepadatan film plastik ini berhubungan dengan ketebalan film yang dihasilkan.



Gambar 4. Pengaruh berat pati terhadap kuat tarik bioplastik.

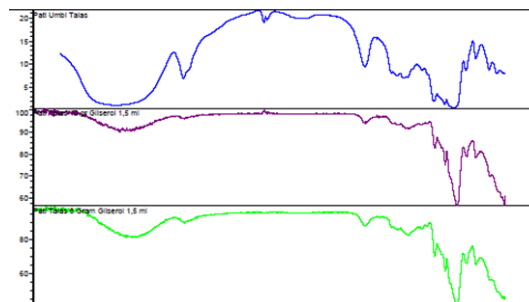


Gambar 5. Pengaruh berat pati terhadap kuat tarik bioplastik.

Seiring dengan meningkatnya penambahan jumlah pati melebihi 8 g, maka bioplastik yang dihasilkan cenderung bersifat rapuh. Ini ditandai dengan nilai kuat tarik bioplastik dari jumlah pati 10 g dan 12 g yaitu sebesar 28,11 MPa dan 15,21 MPa, serta nilai perpanjangan putusya berturut-turut sebesar 7,8% dan 1,3%. Hal ini disebabkan oleh semakin rapatnya molekul pati sehingga ikatan hidrogen yang terjadi intarmolekul pati semakin kuat. Ikatan yang sangat kuat ini menyebabkan sifat mekanik dari bioplastik cenderung menurun.¹²

4. Analisis Fourier Transformation Infra Red (FTIR)

Analisis FTIR bertujuan untuk membandingkan gugus fungsi antara spektrum pati umbi talas dengan spektrum bioplastik terbaik yang dihasilkan pada setiap variasi pengerjaan.

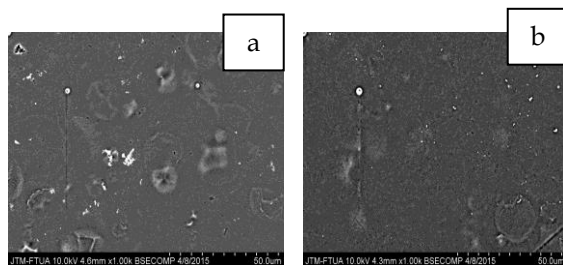


Gambar 6. Perbandingan spektrum FTIR (a) pati umbi talas, (b) bioplastik 10 g pati-1,5 mL gliserol, (c) bioplastik 8 g pati-1,5 mL gliserol.

Gugus OH (hidroksil) dari karboksil pada spektrum umbi talas (a), terdeteksi pada bilangan gelombang $3407,23\text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas yang kuat dan serapan yang melebar. Hal ini diperkuat dengan munculnya serapan pada C-O ester pada bilangan gelombang $1300\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas yang tajam. Gugus OH ini diindikasikan berasal dari gugus fungsi alkohol yang berasal dari polimer pati. Gugus C=O dan C-O ester menunjukkan bahwa bioplastik bersifat *biodegradable* (memiliki kemampuan untuk terdegradasi) oleh aktivitas mikroorganisme.¹³

5. Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisis SEM bertujuan untuk menentukan kehomogenan dari morfologi permukaan bioplastik yang dihasilkan.



Gambar 6. Bentuk morfologi bioplastik dengan perbesaran 1000 kali, (a) Bioplastik dengan 10 g pati-1,5% v/v gliserol, (b) Bioplastik dengan 8 g pati-1,5% v/v gliserol.

Tingkat kehomogenan dari bioplastik akan mempengaruhi kekompakan dan interaksi antarmolekul sehingga berpengaruh terhadap sifat mekanik yang dihasilkan.¹⁴

IV. Kesimpulan

Bioplastik yang dihasilkan berupa lembaran tipis (film plastik) lalu dilakukan beberapa pengujian. Sifat mekanik bioplastik terbaik yang dihasilkan yakni pada penambahan 8 g pati-1,5% v/v gliserol dengan nilai kuat tarik sebesar 35,03 MPa dan elongasi 9%. Hal ini diperkuat dengan hasil SEM yang menunjukkan tingkat homogenitas yang

lebih baik dibandingkan bioplastik dengan penambahan 10 g pati-1,5% v/v gliserol dengan nilai kuat tarik sebesar 28,11 MPa dan elongasi 7,8%. Hasil dari spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus C=O dan C-O ester yang menunjukkan plastik bersifat *biodegradable* ((memiliki kemampuan untuk terdegradasi) oleh aktivitas mikroorganisme.

V. Ucapan Terimakasih

Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada Analis Laboratrium Kimia Material, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas.

Referensi

1. Marsh, K., and Bugusu, B., **2007**, Food Packaging—Roles, Materials, and Environmental Issues, *Journal of Food Science*, 72 (3), 39-55.
2. Drimal, J., and Hoffmann, J., **2006**, Biodegradability Testing Of Organic Substances In Aqueous Environment Using Automatic Analyser Micro-Oxymax, *Journal of Acta Metallurgica Slovaca*, 12, 76-84.
3. Babak, G., and Hadi, A., **2010**, Biodegradable Polymers, *University of Tabriz Press*, Chapter 6, 146.
4. The Japan of Institute Energy, **2002**, Buku Panduan Biomassa Asia (terjemahan), Panduan untuk Produksi dan Pemanfaatan Biomassa, Hal 15-35.
5. Syamsir, S., and Elvira, E., **2012**, Talas Andalan Bogor, *Institut Pertanian Bogor Press*, ed.5, 34-35.
6. Nolan-ITU, **2002**, Biodegradable Plastics Development and Environment Impact, Environment Australia, *Melbourne: Nolan-ITU Pty Ltd*, 3111-01.
7. Z, M, C, Fatimah., Z, M, C, F., **2013**, Physical-Mechanical Properties and Microstructure of Breadfruit Starch Edible Films with Various Plasticizer, *Jurnal EKSakta*, 13 (1-2), 56-62.
8. Sinaga, F. R., Ginting, G. M., Ginting, M. H. S., and Hasibuan, R., **2014**, Pengaruh Penambahan Gliserol terhadap Sifat

- Kekuatan Tarik dan Pemanjangan Saat Putus Bioplastik dari Pati Umbi Talas. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 3(2), 19-24.
9. Chi-Hui Tsuo, and et. al., **2014**, Preparation and Characterization of Bioplastic-Based Green Renewable Composites from Tapioca with Acetyl Tributyl Citrate as a Plasticizer, *Journal of Material National Taiwan University of Science and Technology*, 7, 5617-5632.
 10. Tudorachi, N., Cascaval, C. N., Rusu, M., and Pruteanu, M., **2000**, Testing polyvinyl alcohol and starch mixtures as biodegradable polymer materials. *Elsevier Science*, 19:785-799.
 11. Budi,H., B, H., **2011**, Pengaruh Penambahan Gliserol dan Asam Oleat dalam Pembuatan Bioplastik dari Air Cucian Beras dan Biodegradasi Bioplastik yang Dihasilkan, *Skripsi*.
 12. Rahim A., Alam N., Haryadi and Santoso U., **2010**, Pengaruh Konsentrasi Pati Aren dan Minyak Sawit terhadap Sifat Fisik dan Mekanik Edibel Film, *Jurnal Agroland*, 17(1):38-46.
 13. Tokiwa , Y., Buenaventurada, P, C., Charles, U, U., and Seiichi, A., **2009**, Biodegradability of Plastics, *International Journal of Molecular Science*, 10, 3722-3742.
 14. Juara, J., J, J., **2006**, Pembuatan Dan Karakterisasi Bioplastik Dari Poly-3-Hidroksialkanoat (PHA) Yang Dihasilkan Ralstonia Eutropha Pada Hidrolisat Pati Sagu dengan Penambahan Dimetil Ftalat (Dmf), *Skripsi IPB*.

SINTESIS SrTiO_3 DENGAN METODE SOLVOTERMAL DAN PENGUKURAN HANTARAN LISTRIKNYA

Rini Rahma Yanti, Diana Vanda Wellia, dan Yulia Eka Putri

Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: yuliaekaputri@fmipa.unand.ac.id
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

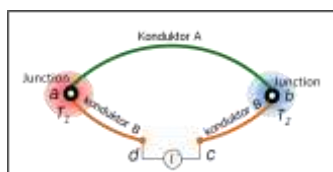
Abstract

SrTiO_3 , known as STO is a potential thermoelectric material and the improvement of it's thermoelectric properties can be done by morphology modification. Morphology modification is achieved by adding a capping agent such as oleic acid during synthesis, so that its morphology becomes homogeneous. The synthesis of STO was carried out with temperature variation (140°C , 160°C , 180°C) and time variation (18, 24 dan 36 hours). X-ray Diffractometer (XRD) characterization showed the formation of amorphous product, depicting that capping agent inhibited the particles growth of STO. Therefore, the amorphous products were calcinated at 550°C for 4 hours and finally the STO peaks achieved in specific 2θ at: $22,75^\circ$, $32,39^\circ$, $39,94^\circ$, $46,47^\circ$ and $57,77^\circ$. The STO electrical conductivity was measured using LCR (Inductance, capacitance, resistance) meter and the highest electrical conductivity was achieved at $5,65844 \text{ S/cm}$.

Keywords: STO, Solvothermal, Electrical conductivity

I. Pendahuluan

Strontium titanat (SrTiO_3) adalah suatu bahan semikonduktor yang sangat berpotensi sebagai bahan termoelektrik yang memiliki struktur kristal perovskit. Perovskit merupakan suatu oksida logam yang memiliki struktur umum ABO_3 . A merupakan ion-ion logam blok s, d, f yang berukuran lebih besar dan B merupakan ion logam transisi.¹⁻² Modifikasi morfologi SrTiO_3 telah banyak digunakan untuk mempengaruhi nilai parameter dari ZT (*figure of merit*), dimana termoelektrik merupakan suatu fenomena untuk mengubah perubahan suhu menjadi suatu beda potensial yang dipengaruhi oleh efek seebeck. Efek seebeck dipengaruhi oleh adanya perbedaan suhu sehingga munculnya perbedaan potensial pada material tersebut.



Gambar 1. Skema ilustrasi efek seeback

Effisiensi termoelektrik dievaluasi menggunakan parameter tanpa satuan *figure of merit* $ZT = S^2 \sigma T / k$, dimana T adalah suhu, S adalah koefisien Seebeck, σ adalah konduktivitas listrik, dan k adalah konduktivitas termal. Bilangan $S^2 \sigma$ dikenal dengan *power factor*. Untuk mendapatkan material termoelektrik dengan nilai ZT yang tinggi, maka ketiga parameter (S, σ , dan k) harus dikontrol, sehingga efesiensi konversi energinya juga tinggi, dimana koefisien Seebeck dan konduktivitas listrik tinggi konduktivitas termalnya rendah.³⁻⁴

Capping agent berfungsi untuk menstabilkan permukaan sehingga energi permukaan berkurang, karena dalam ukuran nano permukaan memiliki energi yang tinggi (aktif) sehingga mudah terjadi pertumbuhan kristal (*crystal growth*) yang menyebabkan partikel semakin besar. SrTiO_3 nanokubus memiliki permukaan yang aktif sehingga mampu tumbuh dengan cepat. Oleh karena itu dengan adanya *capping agent* akan menghambat energi permukaan tersebut sehingga permukaan nukleat SrTiO_3 menjadi lebih stabil dan pertumbuhan kristal menjadi lambat.⁵ *Capping agent* yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam oleat ($\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$).

Pengukuran hantaran listrik yang dilakukan dengan menggunakan alat LCR meter. LCR meter adalah bagian uji alat elektronik yang mengukur untuk induktansi (L), kapasitansi (C), dan resistansi (R) dari komponen.⁶ Untuk mengetahui nilai konduktivitas, dilakukan pencarian resistansi dari suatu komponen, sehingga didapatkan nilai konduktivitas:

$$\sigma = \frac{L}{R \cdot A}$$

Dimana σ adalah konduktivitas dalam satuan S/cm², L tebal pelet dalam satuan cm, R adalah resistansi (Ω) dan A luas permukaan dengan satuan cm².⁷

II. Metodologi Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan beberapa peralatan gelas, *autoclave*, timbangan, oven magnetik stirer, magnetik bar, sentrifuge, pH meter, penjepit, stainless steel, FTIR (Jeol JSM_6390), XRD (Philips PW 1710), SEM (Hitachi S-3400N), LCR meter TH2820.

Bahan yang digunakan Titanium Tetra Isopropoxide (Aldrich), Sr(NO₃)₂ (Merck), NaOH (Merck), Asam oleat (Merck), etanol p.a (Merck), *Aquabidest*.

2.2. Prosedur penelitian

Sintesis dilakukan dengan mempersiapkan larutan yang dibuat dengan melarutkan *titanium tetra isopropoxide* (TTIP) ke dalam etanol tetes demi tetes, sambil diaduk (stir), kemudian kedalam larutan tersebut ditambahkan NaOH sampai pH 14, dan larutan dimasukan dalam *ice bath*, setelah suhu menunjukan dibawah 0°C dimasukan sedikit demi sedikit Sr(NO₃)₂ sambil tetap diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai homogen. Setelah homogen, larutan dikeluarkan dalam *ice bath* dan dibiarkan sampai larutan suhu ruangan. Kemudian, ke dalam larutan ditambahkan larutan *capping agent* (CA) yaitu asam oleat dengan perbandingan molar STO : CA = 1:1. Larutan dimasukkan dalam bejana Teflon dan ditempatkan dalam *autoclave*. Proses solvothermal dilakukan dengan memvariasikan 2 kondisi yaitu waktu (18 jam, 24 jam dan 36 jam) dan suhu (140°C, 160°C dan 180°C). Setelah proses

solvothermal selesai, larutan di sentrifus, kemudian padatannya dicuci dengan pelarut. Padatan dikeringkan dalam oven membentuk serbuk, dan dikalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam, setelah itu digerus sampai halus. Kemudian dibentuk seperti pelet dengan cara dipressing dengan cetakan dan disintering lagi dengan suhu 800°C selama 4 jam.

Serbuk yang dihasilkan setelah proses solvothermal dikarakterisasi terlebih dahulu dengan menggunakan FTIR dan XRD. Setelah dibentuk pelet dengan perlakuan yang diberikan dilakukan karakterisasi lagi dengan XRD, SEM dan pengukuran konduktivitas listrik diukur dengan LCR meter.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Sintesis senyawa strontium titanat (SrTiO₃)
Senyawa SrTiO₃ berstruktur perovskit disintesis dengan menggunakan pelarut etanol, dengan penambahan Ti(OCH(CH₃)₂)₄ sebagai sumber Ti⁴⁺ dan Sr(NO₃)₂ sebagai sumber Sr²⁺.⁸

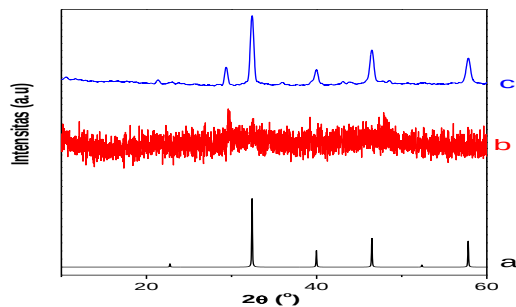
Pada hasil sintesis didapatkan perubahan warna yang terjadi setelah dilakukannya proses solvothermal, dimana dapat terlihat pada tabel dibawah ini :

Tabel 1. Pengamatan warna yang terjadi pada pengaruh suhu dan waktu pada pembentukan STO

No	Variasi		Perubahan warna	
	Suhu	Waktu (jam)	Sebelum solvothermal	Setelah solvothermal
1	140°C	18	Endapan Putih	Serbuk Putih
		24	Endapan putih	Serbuk putih kekuningan
		36	Endapan putih	Serbuk coklat
2	160°C	18	Endapan putih	Serbuk coklat
		24	Endapan putih	Serbuk coklat
		36	Endapan putih	Serbuk coklat
3	180°C	18	Endapan putih	Serbuk coklat
		24	Endapan putih	Serbuk coklat
		36	Endapan putih	Serbuk coklat

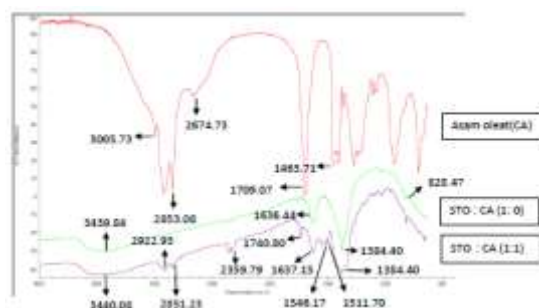
3.2 Analisa XRD

Perubahan warna dipengaruhi oleh asam oleat yang digunakan, karena setelah dilakukan pemanasan diatas titik didih asam oleat serbuk kembali menjadi putih. Kondisi ini menyebabkan terhambatnya pembentukan STO oleh asam oleat yang dibuktikan oleh hasil karakterisasi XRD dimana puncak-puncak STO tidak muncul pada setiap sintesis yang dilakukan.



Gambar 2. Hasil XRD STO dengan proses solvothermal suhu 160°C 24 jam (a) standar STO (b) sebelum kalsinasi (c) setelah kalsinasi

Pola difraksi STO yang disintesis menggunakan *capping agent* (asam oleat) dan STO setelah proses kalsinasi. Pola difraksi memperlihatkan bahwa sintesis dengan menggunakan asam oleat menghambat terbentuknya kristalin STO sehingga produk yang dihasilkan adalah amorf, seperti yang digambarkan pada difraktogram berwarna merah. STO amorf kemudian dikalsinasi sehingga didapatkan STO kristalin difraktogram biru.



Gambar 3. Hasil FT-IR dengan perbandingan spektrum *Capping Agent* (CA) : STO (1:1) dan (1:0) sebelum kalsinasi

3.3 Analisa FTIR

Analisa ini bertujuan untuk mengetahui ada tidaknya ikatan yang terjadi antara asam oleat dengan SrTiO_3 yang disintesis.

Pada pengamatan FTIR adanya ikatan antara SrTiO_3 dengan asam oleat dengan dibuktikan adanya pita serapan pada 2922,93 cm^{-1} dan 2851,23 cm^{-1} menunjukkan vibrasi simetri dan asimetri CH_2 alifatik. Bukti bahwa adanya ikatan antara STO dan asam oleat dibuktikan dengan adanya dua karakteristik pita serapan pada 1546,17 cm^{-1} dan 1511,70 cm^{-1} vibrasi *stretch* COO^- ditemukan dalam spektrum STO. Karakteristik puncak ini ditandai dengan adanya *stretch* vibrasi karboksilat anion dengan permukaan STO.⁷⁻⁸ Hasil ini menunjukkan bahwa adanya ikatan diantara permukaan STO dengan asam oleat selama proses solvothermal.

3.4 Pengukuran hantaran listrik SrTiO_3

Pengukuran konduktivitas listrik STO dilakukan dengan menggunakan LCR meter dengan frekuensi 120Hz. Hasil pengukuran yang didapatkan dari LCR meter adalah nilai resistansi seperti pada tabel dibawah ini :

Tabel 2. Data hasil pengukuran konduktivitas listrik

Suhu solvoter mal	Waktu Solvoter mal	Resista nsi (Ω)	Kondukti vitas (S/cm)
160°C	18 jam(A)	0,0366	0,5256
	24 jam(B)	0,0123	5,6584
	36 jam(C)	0,0991	0,9704

Tabel 2 menunjukkan bahwa material STO yang disintesis pada suhu 160°C selama 24 jam memiliki nilai resistansi paling kecil yaitu 0,01226 Ω sehingga memiliki hantaran listrik paling besar yaitu 5,6584 S/cm. Nilai hantaran listrik suatu material padat dipengaruhi oleh beberapa hal sehubungan dengan morfologinya yaitu masa jenis relatif yang terkait dengan ukuran partikel, pori dan lebar batas butiran. Suatu material memiliki persen masa relatif (*relative density*) yang tinggi jika memiliki pori yang kecil dan lebar batas butiran yang sempit. Kalsinasi pada material akan meningkatkan masa jenis relatif karena partikel akan mengembang sehingga pori mengecil dan

batas butiran menyempit.⁹⁻¹⁰ Hal ini menyebabkan material memiliki kepadatan yang tinggi sehingga mampu meningkatkan hantaran listriknya. Berdasarkan data diatas, fenomena yang terjadi ternyata berbanding terbalik karena sampel B (160°C 24 jam) dengan masa jenis relatif yang lebih rendah ternyata memiliki hantaran listrik tertinggi. Fenomena ini bisa dijelaskan dengan merujuk pada rumus hantaran listrik pada semikonduktor dimana:

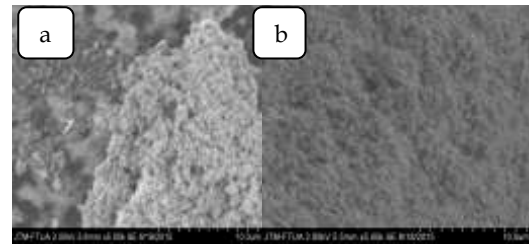
$$\sigma = n \cdot e \cdot \mu$$

dimana σ adalah hantaran listrik, n adalah jumlah elektron, e adalah elektron negatif dan μ adalah mobilitas elektron.¹¹

Pada setiap sampel STO yang dihasilkan memiliki jumlah elektron yang sama karena tidak dilakukan pendopingan, sehingga yang mempengaruhi hantaran listrik hanya mobilitas elektronnya. Sampel B memiliki hantaran yang tinggi dikarenakan mobilitas elektronnya yang tinggi dibandingkan sampel C, hal ini asumsikan ukuran kristal sampel B lebih besar dari sampel C sehingga elektron memiliki jarak pergerakan yang lebih jauh yang mengakibatkan hantaran listriknya menjadi tinggi.

3.5 Analisa SEM

Analisa SEM senyawa STO dilakukan pada sampel pelet setelah proses sintering pada suhu 800°C selama 4 jam dengan perbesaran 5000 x. Gambar 4 (a dan b) memperlihatkan bahwa kedua sampel memiliki kepadatan yang tinggi dengan ukuran partikel yang kecil. Berdasarkan perhitungan masa jenis relatif pada kedua material maka didapatkan masa relatif sampel B (160°C 24 jam) sebesar 85,76% dan C (160°C 36 jam) sebesar 92,07%. Morfologi kedua sampel juga menunjukkan adanya pori dengan penyebaran yang tidak merata. Ukuran partikel kedua sampel tidak bisa diketahui dikarenakan ukuran partikel yang terlalu kecil berada pada rentangan 500 nm-1µm.



Gambar 4. Hasil SEM SrTiO₃ setelah dilakukan sintering (a) sampel B (160°C 24 jam) (b) sampel C(160°C 36 jam)

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, maka dapat diambil beberapa kesimpulan : Sintesis senyawa STO dengan penambahan asam oleat sebagai *capping agent* dengan proses solvothermal menghambat pertumbuhan kristal sehingga produk yang terbentuk berupa amorf. Kalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam pada produk amorf mampu membuat produk menjadi material polikristalin. Hantaran listrik tertinggi diperoleh pada produk yang sintesis pada suhu 160°C selama 24 jam, hal ini diasumsikan bahwa elektron memiliki jarak pergerakan yang panjang.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada analis laboratorium dan semua pihak yang membantu dalam penelitian ini.

Referensi

1. Wan, C. L., Wang, Y. F., Wang, N., Putri, Y. E., Norimatsu, W., Kusunoki, M., and Koumoto. K., **2012**, Layered Structure Metal Sulfides as Novel thermoelectric materials, in: D.M. Rowe, Modules, System and Application in Thermoelectric, CRC Press: Boca Raton, FL.
2. Ohta, S., Nomura, T., Ohta, H., Koumoto, K. J :Appl. Physic, 97 : 034106-1-034106-4.
3. Idayati, E., Fansuri, H, **2008**, Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Provskite La_{1-x}Sr_xCoO_{3-δ} dari 3 variasi metoda (sol-gel, solid state, kopresipitasi), Jurusan Kimia FMIPA, ITS.
4. Zou, D., Yunya, L., Shuhong, X., Lin, J., **2013**, Effect of strain on thermoelectric properties of SrTiO₃. *Journal Elsevier*.

5. Arif, N., Septia E, M., Hanani, D., Robby, H., and Ilham, **2013**, Modul 3 Termoelektrik. Jurusan Fisika, Institut Teknologi Bandung.
6. Tamrakar, R., Ramrakharni, M., and Chandra, B. P, **2008**, Effect of Capping agent concentration on photophysical properties of Zinc Sulfida Nanocrystal., *The open Nanosciene Journal*, 2 12-16.
7. Lakista, D, **2009**, Sintesis dan kajian sifat listrik membran kitosan dengan variasi konsentrasi kitosan. Jurusan Fisika. IPB.
8. Yustikawati, Y, **2012**, Sintesis dan karakteristik keramik CSZ berdasarkan pengaruh penambahan Na_2CO_3 ., Universitas Pendidikan Indonesia.
9. Park, N. H., Wang, Y., Seo, W ,S., Dang, F.,Wan, C., and Koumoto. K, **2013**, Solution synthesis and growth mechanism of SrTiO_3 mesocrystal. *CrystEngComm*, 15, 679
10. Vamella, S., Astuti, **2015**, Pengaruh temperatur kalsinasi karbon aktif berbasis tempurung kemiri terhadap sifat listrik anoda baterai litium., J. Fisika, Universitas Andalas.
11. Arifin, Irwan, **2004**, Elektronika 1, 9-12.

PENENTUAN KONDISI OPTIMUM PENYERAPAN CO₂ HASIL PEMBAKARAN ARANG BATOK DAN SABUT KELAPA OLEH LARUTAN NATRIUM HIDROKSIDA

Sri Hardiati Qadri, Admin Alif, dan Olly Norita Tetra

Laboratorium Elektro/Fotokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: Olly512@yahoo.com

Jurusan Kimia, FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

In this study has been CO₂ absorption charcoal shell and coconut fiber by sodium hydroxide solution. In this case, the three parameters studied the effect of mass, flow rate of air, and the concentration of NaOH as absorbent solution. In the sample charcoal shell and coconut fiber obtained optimum conditions the absorption of CO₂ respectively by 73.39% and 74.10%. To the effect of the air flow rate, obtained the optimum condition of CO₂ absorption in a sample of charcoal and coconut fiber is 156 mL / min with the percent absorption of CO₂ respectively 93.60% and 90.38%. Effect the concentration of NaOH, obtained optimum conditions on samples of charcoal shell and coconut fiber at a concentration are 0.256 N and 0.196 N with CO₂ absorption percent respectively 96.34% and 90.38%.

Keyword: Absorption, CO₂, Coconut Charcoal, Coconut Husk, Air Flow Speed.

I. Pendahuluan

CO₂ merupakan salah satu gas rumah kaca yang selalu mengalami peningkatan setiap tahunnya diakibatkan oleh proses pembakaran. Gas karbondioksida dapat menyebabkan global warming sehingga mempengaruhi kondisi iklim. Gas CO₂ tidak memiliki bau yang khas. Walaupun begitu, CO₂ memiliki berbagai manfaat seperti dalam proses fotosintesis.

Arang adalah suatu bahan padat berpori yang dihasilkan dari pembakaran pada suhu tinggi dengan proses karbonisasi, yaitu proses pembakaran tidak sempurna, sehingga bahan hanya terkarbonisasi dan tidak teroksidasi. Sebagian besar pori - pori pada arang masih tertutup dengan hidrokarbon, ter dan senyawa organik lainnya. Arang bermanfaat sebagai sumber energi terutama jika dikembangkan menjadi briket dengan teknologi pengepresan. Sabut kelapa disusun dari jaringan dasar sebagai jaringan utama penyusun sabut, jaringan

dasar tersebut mempunyai konsistensi seperti gabus. Komponen selulosa, dan lignin terdapat pada bagian seratnya sedangkan komponen lainnya seperti tannin, dan hemiselulosa terdapat pada jaringan dasar (gabus).¹

Berbagai cara telah dilakukan untuk mengurangi konsentrasi CO₂ di udara. Salah satu cara dengan melakukan penyerapan. Teknologi yang telah digunakan oleh beberapa peneliti melakukan penyerapan adalah absorpsi, adsorpsi, distilasi kriogenik, dan teknologi membran. Cara adsorpsi, penyerapan CO₂ belum efisien dan regenerasi yang sulit sedangkan dengan cara distilasi kriogenik membutuhkan biaya besar dan juga instalasi yang besar pula. Jika menggunakan teknologi membran, penurunan tekanan yang terjadi sangat besar, selektivitasnya yang buruk menyebabkan banyak kerugian dimana hidrokarbon yang ikut lolos bersama dengan CO₂.² Oleh sebab itu, penyerapan CO₂ menggunakan teknologi

absorpsi kimia lebih menjanjikan untuk mengurangi emisi CO₂. Teknologi ini menggunakan pelarut kimia secara reversibel dapat bereaksi dengan CO₂.³ Pemilihan penyerap biasanya didasarkan pada efektivitas penyerapannya, mudahnya penyerap diregenerasi, dan faktor lain seperti toksisitas rendah dan korosifitas rendah. Pada penelitian ini absorpsi CO₂ kali ini akan menggunakan larutan alkali hidroksida (NaOH). Pemilihan jenis penyerap tersebut disebabkan oleh waktu reaksinya yang relatif cepat, harganya murah, dan dapat dengan mudah diregenerasi dengan pelucutan saja.⁴ Penyerapan CO₂ dengan cara absorpsi reaktif menggunakan absorben larutan natrium hidroksida, telah diteliti oleh banyak peneliti terdahulu.⁵ Salah satu peneliti melakukan penelitian ini adalah Rora, N. S. (2014), dimana penyerapan gas CO₂ menggunakan sampel glukosa dan kapas dengan menggunakan larutan NaOH sebagai penyerap. Pada penelitian Rora ini hanya menggunakan satu pengaruh saja yakni pengaruh massa dan metoda yang digunakan untuk menentukan kondisi optimum penyerapan adalah dengan titrasi asam basa.⁶

Oleh sebab itu, penulis melakukan penelitian mengenai penyerapan CO₂ yang berjudul "Penentuan Kondisi Optimum Penyerapan CO₂ Hasil Pembakaran Arang Batok dan Sabut Kelapa Oleh Larutan Natrium Hidroksida".

II. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan adalah arang batok kelapa dan sabut kelapa sebagai sampel, asam klorida (HCl) p.a sebagai pentiter, natrium hidroksida (NaOH) sebagai menangkap gas CO₂ hasil pembakaran, Phenolptalein (pp) sebagai indikator asam-basa, spiritus sebagai bahan bakar dan aquadest sebagai pelarut dan asam oksalat (C₂H₂O₄.2H₂O) sebagai larutan standar primer.

Alat-alat yang digunakan antara lain aerator, sumber listrik (raket nyamuk), bunsen

(lampu spiritus), neraca analitik (KERN ALJ 220-4NM), klem standar (statif), sambungan pipa, slang, erlenmeyer Buchner 150 mL (tabung I), tabung Nessler (tabung II) dan alat-alat gelas lainnya.

2.2 Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan Larutan NaOH 0,2 N

NaOH ditimbang sebanyak 8 gram dan dilarutkan dalam gelas piala 1000 mL dengan menambahkan akuades. Kemudian larutan NaOH 0,2 N distandarisasi dengan larutan asam oksalat.

2.2.2 Pembuatan Larutan HCl 0,2 N

Larutan HCl 0,2 N dibuat dengan pengenceran bertingkat. HCl p.a (37%) dipipet sebanyak 82,92 mL, dimasukkan ke dalam gelas piala 1000 mL yang sebelumnya telah diisi dengan sedikit akuades, aduk dan tambahkan akuades. Untuk membuat larutan HCl 0,2 N, larutan HCl 2 N dipipet sebanyak 100 mL dan diencerkan kembali dengan gelas piala 1000 mL. HCl 0,2 N distandarisasi dengan NaOH yang telah distandarisasi dengan larutan asam oksalat.

2.2.3 Pembuatan Larutan Standar Asam Oksalat (H₂C₂O₄) 0,2 N

Asam oksalat ditimbang sebanyak 1,26 gram dan dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dengan menambahkan akuades sampai tanda batas.

2.2.4 Rangkaian Alat

Rangkaian alat dapat dilihat pada Lampiran 1. Pertama diambil 2 standar dan 3 buah klem. Pada standar pertama, klem 1 diletakkan sebelah kanan-bawah untuk meletakkan tabung pembakaran sampel dengan posisi dimiringkan. Klem ke-2 diletakkan sebekah kiri-atas untuk meletakkan erlenmeyer buchner (tabung I) berisi NaOH untuk menampung CO₂ hasil pembakaran. Pada standar ke-2, diletakkan klem ke-3 untuk penopang tabung nessler (tabung II) berisi NaOH untuk menangkap gas CO₂. Pada tabung I dan II dihubungkan

dengan slang agar gas CO_2 yang diperoleh dari hasil pembakaran tidak tercampur dengan gas CO_2 dari udara luar. Pada ujung pipa gas masuk ke tabung I dan II diberi batu berongga agar udara yang mengalir dapat membentuk gelembung kecil-kecil dan dapat bereaksi dengan NaOH secara merata.

Aerotor dihubungkan ke tabung pembakaran sampel dengan slang untuk mengalirkan udara pembakaran. Dihubungkan dengan slang untuk mengalirkan gas ke tabung I. Di bawah tabung pembakaran sampel diletakkan bunsen untuk pembakaran. Dalam tabung pembakaran diberi 2 kawat tembaga ke dalamnya yang dihubungkan ke sumber listrik untuk mempercepat proses pembakaran (*spark*).



Gambar 1. Rangkaian alat

2.2.5 Penentuan CO_2

a. Pengaruh Massa

Uji ini didasarkan pada metode yang dilakukan oleh Rora (2014). Untuk sampel arang batok kelapa maupun sabut kelapa digunakan variasi massa sampel dari 30 sampai dengan 120 mg. Sampel dimasukkan ke dalam tabung tempat sampel dengan corong, kemudian disambungkan pada penutupnya, periksa sumber listrik apakah jarak kedua ujung tembaga cukup untuk mengeluarkan percikan api. NaOH 0,2 N dimasukkan kedalam tabung I dan tabung II.

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

Setelah diamati, matikan bunsen namun aerator tetap dihidupkan agar sisa-sisa CO_2 yang tertinggal ditabung pembakaran bisa mengalir ke erlenmeyer Buchner. Erlenmeyer buchner dilepaskan dari klem, larutan NaOH yang telah menyerap CO_2 dipipet 10 mL kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 125 mL. Ditambahkan 1 tetes indikator pp sampai terjadi perubahan warna jadi merah muda. Larutan yang telah ditambahkan indikator pp dititrasi dengan HCl 0,2 N. Volume HCl yang digunakan dicatat dan dilakukan sebanyak 2 kali. Lakukan hal yang sama dengan massa yang berbeda dan untuk sampel sabut kelapa (diperoleh massa optimum).

b. Pengaruh Kecepatan Alir Udara

Air sabun dimasukkan kedalam buret. Basahi dinding buret, kemudian keluarkan kelebihan air sabun. Dibuka kran pada buret, tiup dan akan terbentuk gelembung sabun. Kemudian sambungkan ujung buret ke tabung II. Atur kecepatan alir udara pada berbagai kecepatan gunakan massa optimum.



Gambar 2. Rangkaian alat untuk penentuan kecepatan alir udara

c. Pengaruh Konsentrasi NaOH

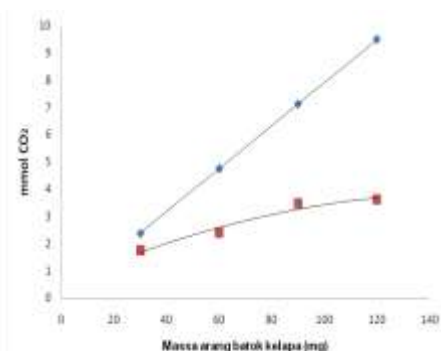
Larutan NaOH sebagai penyerap dibuat dengan berbagai konsentrasi yaitu 0,125 N; 0,2 N; 0,275 N; 0,3 N; 0,35 N. Lakukan pengamatan terhadap massa dan kecepatan alir yang optimum. Dari pengamatan ini akan diketahui konsentrasi NaOH optimum sebagai penyerap.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengaruh Massa Terhadap Penyerapan CO_2

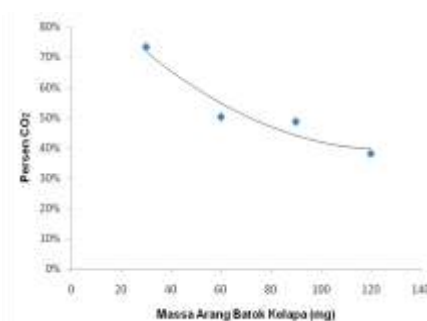
a. Sampel Arang Batok Kelapa

Pada gambar 3 menunjukkan perbandingan jumlah mmol CO_2 antara teori dengan percobaan, dapat dilihat bahwa Semakin besar massa sampel maka semakin besar jumlah mmol CO_2 . Ini dikarenakan semakin besar massa sampel arang maka kandungan karbonnya semakin banyak sehingga CO_2 yang dihasilkan semakin besar. Pada massa arang batok kelapa 120 mg memiliki jumlah mmol CO_2 yang terserap lebih besar yaitu 3,614. Jika dibandingkan dengan teori, jumlah mmol CO_2 yang terserap secara teori dengan percobaan memiliki perbedaan. Pada percobaan, jumlah mmol CO_2 yang terserap lebih rendah, ini disebabkan ketidakmampuan NaOH untuk menyerap CO_2 secara keseluruhan sehingga ada gas CO_2 yang terlepas keluar.



Gambar 3. Perbandingan jumlah mmol CO_2 secara teori (♦) dan yang diperoleh dari percobaan (■) terhadap massa sampel arang batok kelapa

Untuk lebih jelas berapa CO_2 yang terserap, dapat dilakukan perhitungan yaitu dengan cara menghitung persen CO_2 yang terserap oleh larutan NaOH seperti pada Gambar 4. Pada Gambar 4 dapat terlihat bahwa semakin kecil massa yang digunakan dalam proses pembakaran, maka semakin optimum larutan NaOH untuk menyerap CO_2 sehingga pada massa 30 mg didapatkan persen CO_2 yang terbesar yaitu 73,39%, sehingga pada massa ini yang digunakan untuk mengukur pengaruh-pengaruh yang lain seperti pengaruh kecepatan alir udara dan konsentrasi NaOH.



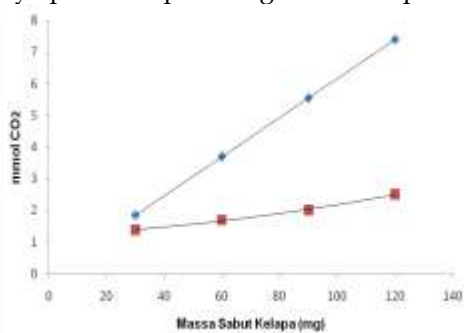
Gambar 4. Persen CO_2 yang terserap oleh larutan NaOH terhadap massa arang batok kelapa

Pada Gambar 4 dapat terlihat bahwa semakin kecil massa yang digunakan dalam proses pembakaran, maka semakin optimum larutan NaOH untuk menyerap CO_2 sehingga pada massa 30 mg didapatkan persen CO_2 yang terbesar yaitu 73,39%, sehingga pada massa ini yang digunakan untuk mengukur pengaruh-pengaruh yang lain seperti pengaruh kecepatan alir udara dan konsentrasi NaOH.

b. Sampel Sabut Kelapa

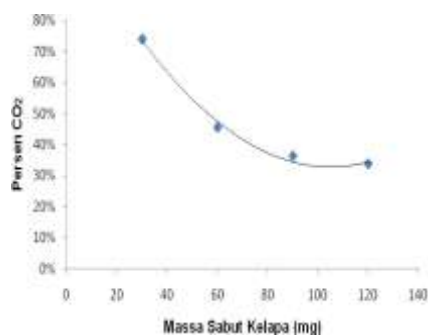
Pada sampel sabut kelapa, Jumlah mmol CO_2 secara percobaan mengalami peningkatan seiring dengan bertambahnya massa sampel sabut yang dapat dilihat pada Gambar 5. Dari hasil didapatkan jumlah CO_2 yang terserap untuk massa 120 mg adalah sebesar 2,502 mmol. Jika dibandingkan dengan teori, maka jumlah mmol CO_2 yang terserap adalah lebih rendah dan dapat dilihat pada

Gambar 4.3. Ini disebabkan kemampuan larutan NaOH untuk menyerap CO_2 seperti halnya pada sampel arang batok kelapa.



Gambar 5. Perbandingan jumlah mmol CO_2 secara teori (♦) dan yang diperoleh dari percobaan (■) terhadap sampel sabut kelapa

Seperti halnya pada sampel arang, sampel sabut kelapa dilakukan pula perhitungan dengan cara mencari persen CO_2 yang terserap oleh larutan NaOH agar dapat lebih jelas berapa CO_2 yang terserap. Dari grafik Gambar 6 dapat dilihat bahwa semakin besar massa sampel, maka semakin sedikit CO_2 yang terserap oleh larutan NaOH dan larutan NaOH optimum menyerap CO_2 pada massa rendah yaitu pada 30 mg adalah sebesar 74,10%. Pada massa tersebutlah digunakan untuk mempelajari pengaruh parameter yang lain yaitu pengaruh kecepatan alir udara dan konsentrasi NaOH.



Gambar 6. Persen CO_2 yang terserap oleh larutan NaOH terhadap massa sabut kelapa

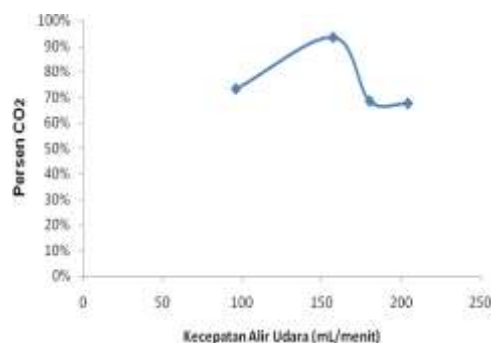
3.2 Pengaruh Kecepatan Alir Udara Terhadap Penyerapan CO_2

a. Sampel Arang Batok Kelapa

Pada pengaruh kecepatan alir udara ini digunakan massa arang batok kelapa adalah

30 mg, ini dikarenakan pada pengaruh massa yang memiliki penyerapan CO_2 yang optimal adalah pada massa yang kecil.

Dari hasil percobaan, didapatkan jumlah mmol CO_2 yang terserap paling optimum pada kecepatan alir udara 156 mL/menit yaitu senilai 2,223 dengan persen penyerapan adalah 93,60% yang dapat dilihat pada Gambar 7, sehingga dapat dikatakan bahwa pada kecepatan alir udara 156 mL/menit tersebut larutan NaOH dapat menyerap CO_2 secara optimum. Jika lebih besar dari 156 mL/menit, maka gas CO_2 yang dihasilkan dari proses pembakaran akan banyak yang lepas ke udara sehingga tidak terserap oleh larutan NaOH secara optimum.



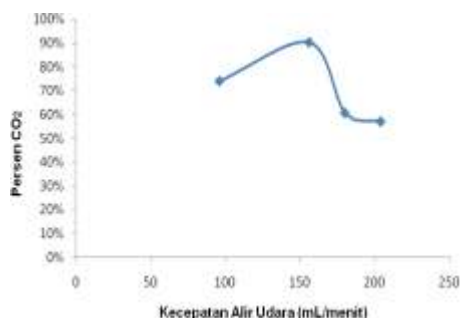
Gambar 7. Persen CO_2 yang terserap oleh larutan NaOH terhadap kecepatan alir udara pada sampel arang batok kelapa

b. Sampel Sabut Kelapa

Pada sampel sabut kelapa ini juga menggunakan massa yang sama untuk setiap kecepatan alir udara yaitu 30 mg. Pada hasil percobaan, didapatkanlah kecepatan alir udara optimum untuk menyerap CO_2 berdasarkan jumlah mmol CO_2 yang terserap adalah pada kecepatan 156 mL/menit adalah sebesar 1,672.

Jika dilihat persen CO_2 yang terserap oleh larutan NaOH, didapatkan pula nilai yang besar pada kecepatan alir udara 156 mL/menit yaitu sebesar 90,38% yang dapat dilihat pada Gambar 8. Ini berarti pada kecepatan alir udara 156 mL/menit tersebut larutan NaOH adalah optimum dalam menyerap gas CO_2 . Jadi, dapat dikatakan bahwa kecepatan alir udara untuk sampel

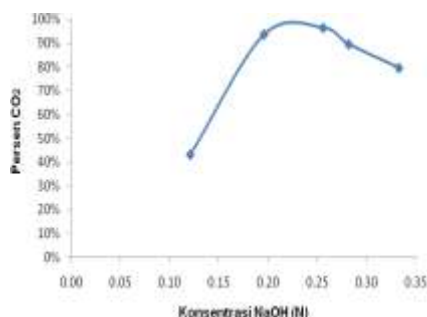
sabut kelapa memiliki kecepatan alir udara sama untuk sampel arang sehingga yang digunakan kecepatan alir udara untuk pengaruh selanjutnya adalah kecepatan alir udara sebesar 156 mL/menit.



Gambar 8 . Persen CO₂ yang terserap oleh larutan NaOH terhadap kecepatan alir udara pada sampel sabut kelapa

3.3 Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Penyerapan CO₂

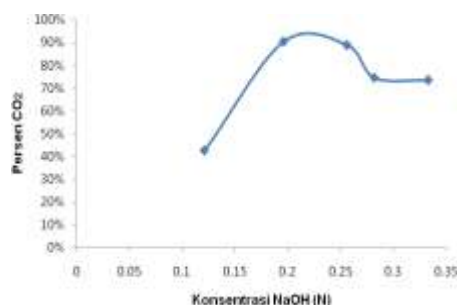
a. Sampel Arang Batok Kelapa
Pengaruh konsentrasi NaOH sebagai penyerap CO₂. Pada pengaruh ini digunakan massa dan kecepatan alir yang sama yaitu 30 mg dan 156 mL/menit yaitu kondisi optimum sebelumnya. Untuk sampel arang batok kelapa digunakan 5 variasi konsentrasi larutan NaOH. Dari hasil yang didapatkan, untuk jumlah mmol CO₂ yang terserap yang besar adalah 2,288 dan persen CO₂ yang terserap sebesar 96,34% pada konsentrasi 0,256 N yang dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Persen CO₂ terserap oleh larutan NaOH terhadap konsentrasi NaOH pada sampel arang batok kelapa

b. Sampel Sabut Kelapa

Pada sampel sabut kelapa ini digunakan massa dan kecepatan alir udara berdasarkan hasil dari percobaan sebelumnya yaitu 30 mg dan 156 mL/menit. Pada pengaruh konsentrasi NaOH ini, digunakan 5 variasi konsentrasi. Pada hasil percobaan, didapatkanlah jumlah mmol CO₂ yang terserap terbesar terdapat pada konsentrasi NaOH 0,196 N senilai 1,672 dengan persen CO₂ terserap 90.38% yang dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Persen CO₂ yang terserap terhadap konsentrasi NaOH pada sampel sabut kelapa

IV. Kesimpulan

Dari percobaan yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa, pengaruh massa, kecepatan alir udara dan konsentrasi NaOH dapat mempengaruhi penyerapan gas CO₂ hasil pembakaran. Persen CO₂ yang terserap untuk sampel arang pada setiap pengaruh ditemukan lebih besar dibandingkan persen CO₂ yang terserap pada sampel sabut. Ini dikarenakan pada sampel arang kandungan karbon lebih tinggi sehingga CO₂ yang dihasilkan akan lebih banyak. Sedangkan pada sampel sabut mengandung senyawa lain selain karbon sehingga CO₂ yang dihasilkan lebih sedikit. Didapatkan penyerapan CO₂ optimum untuk sampel arang pada massa 30 mg, konsentrasi NaOH 0,256 N dengan kecepatan alir udara 156 mL/menit. Untuk sampel sabut kelapa didapatkan kondisi optimum pada massa 30 mg, konsentrasi NaOH 0,196 N dan kecepatan alir udara 156 mL/menit.

V. Ucapan Terimakasih

Kami berterimakasih kepada analis Laboratorium Elektro/Fotokimia Jurusan Kimia FMIPA Unand.

Referensi

1. Siska, A., **2010**, Pengaruh Perendaman Panas Dan Dingin Sabut Kelapa Terhadap Kualitas Papan Partikel Yang Dihasilkannya, *Skripsi*, Fakultas Kehutanan, IPB, Bogor.
2. Antonius, E. A. N., **2012**, Absorpsi CO₂ Melalui Kontraktor Membran Serat Berongga Menggunakan Larutan Penyerap Campuran Senyawa Amina (MEA/DEA) : Variasi Komposisi Amina, *Skripsi*, Teknik Kimia, Universitas Indonesia, Depok.
3. Shufeng, S., Ya-nan, Y., Yong, W., Shaofeng, R., Jiangze, H., and Aibing, C., **2014**, CO₂ Absorption into Aqueous Pottasium Salts of Lysine and Proline: Density, Viscosity and Solubility of CO₂, *Journal Fluid Phase Equilibria*, 021.
4. Dina, A., **2012**, Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Absorpsi Gas CO₂, *Skripsi*, Teknik Kimia, Politeknik Negeri Sriwijaya, Palembang.
5. Erlinda, N., Lily, P., Dessy, W., Nurul, A., Ali, A., dan Kuswandi, K. B., **2012**, Simulasi Absorpsi Multikomponen Gas Dalam Larutan K₂CO₃ Dengan Promoter Mdea Pada Packed Column, *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 11, 17-25.
6. Rora, N. S., **2014**, Analisis Kandungan C-Organik Biomaterial dengan Metoda Insinerasi (Pembakaran Sempurna), *Skripsi*, MIPA, Universitas Andalas, Padang.