

JURNAL KIMIA UNAND

ISSN No. 2303-3401

Volume 9 Nomor 4

November, 2020

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

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Andalas

Tim Editorial Jurnal Kimia Unand

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

Alamat Sekretariat

Jurusan Kimia FMIPA Unand
Kampus Unand Limau Manis, Padang – 25163
PO. Box 143, Telp./Fax. : (0751) 71 681
Website Jurnal Kimia Unand: www.jurnalsain-unand.com
Corresponding E-mail: salim_emil17@yahoo.com
syukri@fmipa.unand.ac.id

DAFTAR ISI

JUDUL ARTIKEL	Halaman
1. PEMANFAATAN FLY ASH BATUBARA SEBAGAI PENYERAP ION Pb(II) DI PT. RAPP PANGKALAN KERINCI Yulizar Yusuf, Nurul Handayani, Deswati	1-5
2. PENENTUAN PENURUNAN KONSENTRASI Fe³⁺ HASIL DEGRADASI SUNGAI MUARA PADANG DAN NILAI COD, BOD, TSS SECARA FOTOLISIS MENGGUNAKAN TiO₂/ZEOLIT Sylvia Desi Gultom, Zilfa, Rahmayeni	6-15
3. IDENTIFIKASI METABOLIT SEKUNDER DAN UJI ANTIBAKTERI DARI DAUN SALAM (<i>SYZYGIUM POLYANTHUM</i> (WIGHT) WALP.) Norman Ferdinal, Bustanul Arifin, Rahma Ayni	16-20
4. PENENTUAN KANDUNGAN METABOLIT SEKUNDER, UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERI DAN SITOTOKSIK EKSTRAK DAUN SUNGKAI (<i>Peronema canescens</i> Jack) Adlis Santoni, Ilham Pratama, Afrizal	21-34
5. REVIEW ARTIKEL: KOMPOSIT MFe₂O₄/ZEOLIT SEBAGAI FOTOKATALIS POLUTAN ORGANIK DAN LOGAM BERAT DALAM LARUTAN BERAIR Rahmayeni, Zilfa, Halimah Fahri	35-46
6. OPTIMASI TRANSPOR Cd(II) MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH DENGAN MENGGUNAKAN METIL MERAH SEBAGAI ZAT PEMBAWA Refinel, Olly Norita Tetra, Muhammad Chairawan	47-52

PEMANFAATAN *FLY ASH* BATUBARA SEBAGAI PENYERAP ION Pb(II) DI PT. RAPP PANGKALAN KERINCI

Yulizar Yusuf, Nurul Handayani*, Deswati

Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

*Email: nurulhandayani06@yahoo.com

Abstract: This research has investigated adsorption of Pb with using fly ash adsorbent. This study aims to determine the ability of H₂SO₄ to activate coal fly ash, to determine the optimum conditions for adsorption of activated fly ash in a solution of ions Pb(II), and determine the adsorption capacity of activated fly ash in a solution of ions Pb(II). The Pb metal adsorption stage was to activate fly ash using H₂SO₄ then fly ash was characterized using XRF. The optimum conditions on the adsorption of ions Pb(II) were determined with adsorbent mass variations, variations in contact time, variations pH and conduction experiments on water samples. The results show that the optimum conditions occurs in a concentration of 10 ppm using H₂SO₄ 8 M, adsorbent mass of 2 g, 45 minutes of contact time and pH of 7. The results of this study were also able to adsorb Pb(II) ions up to 88,82%.

Keywords: Adsorption, fly ash, lead (Pb), optimum condition

1. Pendahuluan

Batubara adalah salah satu sumber energi alternatif disamping minyak dan gas bumi. Dipilihnya batubara sebagai sumber energi karena batubara relatif lebih murah dibanding minyak bumi¹. Pusat Listrik Tenaga Uap (PLTU) menggunakan batubara sebagai bahan bakar boiler untuk menghasilkan kukus (steam) sebagai media pemanas atau pembangkit listrik seperti pada PT Riau Andalan Pulp and Paper (RAPP). Penggunaan batubara sebagai pembangkit listrik tenaga uap ternyata mengakibatkan dampak negatif bagi lingkungan².

Fly ash batubara merupakan limbah buangan yang dilepaskan begitu saja di udara tanpa adanya pengendalian khusus untuk melepaskan *fly ash* ke udara. *Fly ash* umumnya disimpan sementara pada pembangkit listrik tenaga batubara, dan akhirnya dibuang di *landfill* (tempat pembuangan). Penumpukan *fly ash* batubara ini menimbulkan masalah bagi lingkungan, yaitu mencemari lingkungan udara maupun lingkungan tanah³.

Selain dampak negatifnya, *fly ash* juga memiliki keuntungan yaitu komposisi kimianya terdiri dari oksida logam yaitu silika (SiO₂), alumina (Al₂O₃) dan besi (Fe₂O₃). Keberadaan komponen silika dan alumina memungkinkan *fly ash* untuk dapat disintesis menjadi material yang strukturnya mirip dengan zeolit atau dikenal dengan *zeolite like material* (ZLM). Struktur zeolit yang berpori merupakan

sifat yang dapat dimanfaatkan sebagai material adsorben suatu bahan pencemar yang dikeluarkan dari suatu industri⁴.

Disisi lain sejalan dengan pertumbuhan dan perkembangan penduduk, kebutuhan air untuk berbagai keperluan air bersih saat ini sudah menjadi masalah yang cukup serius. Hal ini diperburuk dengan meningkatnya limbah industri yang dibuang ke lingkungan, yang seringkali tidak memperhatikan kualitas limbah cair yang dibuang sehingga mengakibatkan permasalahan yang kompleks bagi lingkungan. Salah satu diantaranya adalah logam berat, seperti merkuri (Hg), kadmium (Cd), Timbal (Pb), arsen (As), krom (Cr) dan beberapa lainnya yang merupakan logam yang beracun dan berbahaya bagi kesehatan manusia⁵.

Metode penyisihan logam Pb dalam limbah cair salah satu caranya adalah secara adsorpsi. Bahan adsorben yang dapat digunakan untuk proses adsorpsi salah satunya adalah *fly ash*. Keuntungan menggunakan adsorben *fly ash* adalah biaya yang murah karena berasal dari limbah PLTU, serta dapat digunakan untuk mengadsorpsi logam berat dalam pengolahan limbah cair. Penggunaan *fly ash* dari batubara yang ada di PT. RAPP Pangkalan Kerinci sudah mulai menumpuk akibat tidak termanfaatkan dengan maksimal. Untuk memperoleh adsorben dengan kapasitas adsorpsi yang tinggi dapat dilakukan melalui aktivasi menggunakan larutan asam (H₂SO₄).

Aktivasi tersebut bertujuan selain untuk meningkatkan luas permukaan spesifik pori dan situs aktifnya juga melarutkan pengotor pada material sehingga pori-pori menjadi lebih terbuka. Hal ini mengakibatkan luas permukaan spesifik porinya menjadi meningkat dan kapasitas adsorpsi pada adsorben juga meningkat⁶. Beberapa penelitian telah membuktikan bahwa fly ash dapat dijadikan sebagai adsorben dengan efisiensi yang cukup baik. Fly ash merupakan residu yang dihasilkan dari tungku pembakaran batubara pada suhu 1100°C hingga 1400°C. Logam berat utama yang diteliti dapat diserap oleh fly ash batubara adalah Pb, Ni, Cr, Cu, Cd, dan Hg. Maksud dari penelitian ini adalah untuk menentukan kondisi optimum fly ash sebagai adsorben dalam menyisihkan ion logam Pb(II).

Dengan semakin bertambahnya limbah abu layang batubara (*fly ash*) maka dilakukan pemanfaatan dengan cara mengaktivasi fly ash menggunakan H₂SO₄ sehingga dapat digunakan sebagai adsorben untuk meminimalkan ion logam Pb(II).

2. Metodologi Penelitian

2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah oven 110°C, ayakan 150 mesh, timbangan analitik (mettler teledo), seperangkat alat gelas, batang pengaduk, pH meter (mettler teledo), magnetic stirrer (KIKA Werke), XRF (PAN alytical), dan ICP (iCAPOES 7000).

2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah *fly ash*, akuades, Asam Sulfat (H₂SO₄) 98%, ICP *multi-element standard solution IV* (1000 mg/L), Asam Nitrat (HNO₃) p.a, dan buffer pH.

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Pembuatan Larutan H₂SO₄ 4M, 6M, dan 8M

Dipipet sebanyak 222 mL, 333 mL dan 444 mL larutan H₂SO₄ pekat ke dalam labu ukur 1 L dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan asam sulfat (H₂SO₄) dengan konsentrasi 4 M, 6 M, dan 8 M.

2.3.2 Pembuatan Larutan Standar Ion Logam Pb

Larutan ICP *multi-element standard solution IV* 1000 ppm dipipet sebanyak

0,25; 0,5; 0,75; dan 1 mL ke dalam labu ukur 50 mL, lalu ditambahkan HNO₃ 3% sebanyak 5 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar ion logam Pb dengan konsentrasi 5,10, 15, dan 20 ppm.

2.3.3 Preparasi dan Karakterisasi Fly Ash

Fly Ash dicuci dengan akuades kemudian dikeringkan menggunakan oven 110°C selama 3 jam lalu dimasukkan ke dalam desikator. *Fly Ash* yang telah kering diayak menggunakan ayakan 150 mesh. Kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi kimianya.

2.3.4 Aktivasi Fly Ash

Fly Ash ditimbang 30 g ke dalam *beker glass* dan ditambahkan 100 mL H₂SO₄ dengan konsentrasi 4 M, 6 M, dan 8 M. Campuran tersebut kemudian direndam selama 24 jam. Lalu disaring dengan kertas *whatman* 41 dan dicuci dengan *aquadest* sampai pH 7. Residu yang dihasilkan dikeringkan dalam oven 110°C selama 3 jam. Setelah kering, *fly ash* yang telah diaktivasi dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 150 mesh. Fly ash yang telah teraktivasi dengan H₂SO₄ tersebut, kemudian diamati perubahan fasanya dengan XRF.

2.3.5 Adsorpsi Larutan Ion Logam Pb(II) oleh Fly Ash Teraktivasi

2.3.5.1 Penentuan Massa Adsorben Optimum Terhadap Adsorpsi Logam Pb(II)

Larutan ion Pb(II) sebanyak 50 mL (6 sampel) dengan konsentrasi 10 ppm dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan *fly ash* yang telah teraktivasi H₂SO₄ 8 M ke dalam masing-masingnya 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 g kemudian di *stirrer* dengan kecepatan 100 rpm selama 30 menit. Lalu larutan disaring menggunakan kertas *whatman* 41 dan diambil filtratnya dan diukur konsentrasi ion logam Pb(II) menggunakan ICP. Kemudian dibuat kurva antara %Pb yang teradsorpsi dengan variasi massa adsorben. Dari kurva didapat massa optimum *fly ash*.

2.3.5.2 Penentuan Waktu Kontak Optimum Terhadap Adsorpsi Logam Pb(II)

Larutan ion Pb(II) sebanyak 50 mL (6 sampel) dengan konsentrasi 10 ppm dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan *fly ash* sebanyak massa optimum kemudian di *stirrer* dengan kecepatan 100 rpm selama 15, 30, 45, 60,

75 dan 90 menit. Lalu larutan disaring dengan kertas whatman 41 dan diambil filtratnya dan diukur konsentrasi ion logam Pb(II) menggunakan ICP. Kemudian dibuat kurva antara %Pb yang teradsorpsi dengan variasi waktu kontak. Dari kurva akan didapat waktu kontak optimum.

2.3.5.3 Penentuan pH Optimum Terhadap Adsorpsi Logam Pb(II)

Larutan ion Pb(II) sebanyak 50 mL (6 sampel) dengan konsentrasi 10 ppm dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan fly ash sebanyak massa optimum setelah itu diatur dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 kemudian di stirrer dengan kecepatan 100 rpm selama waktu optimum. Lalu larutan disaring menggunakan kertas whatman 41 dan diambil filtratnya dan diukur konsentrasi ion logam Pb(II) menggunakan ICP. Kemudian dibuat kurva antara % Pb yang teradsorpsi dengan variasi pH. Dari kurva akan didapat pH optimum.

2.3.5.4 Percobaan dengan Menggunakan Sampel Air Sumur Bor Karyawan disekitar Pabrik

Kondisi optimum yang diperoleh kemudian digunakan pada sampel air sumur bor. Sampel air sumur bor sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan fly ash sebanyak berat optimum kemudian diatur dengan pH optimum dan diaduk dengan kecepatan 100 rpm selama waktu optimum. Lalu larutan disaring menggunakan kertas whatman 41 dan diambil filtratnya dan diukur konsentrasi ion logam Pb menggunakan ICP.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Karakterisasi Fly Ash dengan XRF

Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan XRF fly ash sebelum aktivasi dan setelah aktivasi menggunakan H₂SO₄ 4 M, 6M, dan 8 M, dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi kimia fly ash PT. RAPP Pangkalan Kerinci

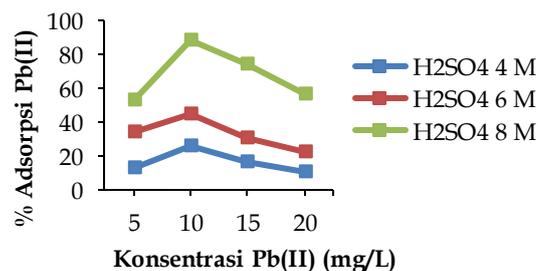
Unsur	Komposisi (%)			
	Sebelum Aktivasi	H ₂ SO ₄ 4M	H ₂ SO ₄ 6M	H ₂ SO ₄ 8M
Fe	42,4	33,8	38,5	10,3
Ca	28,4	8,99	12,6	8,6
Si	16,5	47,8	34,4	45,8
Al	6,1	0,1	0,1	29,4

K	1,77	3,49	3,06	0
Ti	1,2	1,8	1,63	1,1
S	0,85	0,1	2,9	1,35
V	0,04	0,06	0,04	0,1
Cr	0,098	0,13	0,1	0,35
Mn	0,35	0,28	0,28	0,11

Pada Tabel 1 menunjukkan bahwa aktivasi H₂SO₄ 8M menunjukkan kandungan Si dan Al dalam fly ash cukup besar yang memungkinkan fly ash digunakan sebagai adsorben. Dengan besarnya kadar kedua komponen tersebut dalam fly ash berarti banyak pusat-pusat aktif dari permukaan padatan yang dapat berinteraksi dengan adsorbat, yaitu ion logam Pb. Fly ash batubara dari PT. RAPP Pangkalan Kerinci ini tidak mengandung oksida Pb sehingga tidak menghambat nilai kapasitas penyerapan ion logam Pb(II) dan juga tidak memerlukan perlakuan khusus untuk menghilangkan kandungan logam tersebut⁷.

3.2 Pengaruh Aktivasi Fly Ash dengan H₂SO₄ 4M, 6M, dan 8M terhadap Penyerapan Pb(II)

Aktivasi fly ash bertujuan untuk melarutkan mineral kotoran dari fly ash sehingga pori-pori fly ash menjadi besar sehingga mampu mengganti kation yang dipertukarkan (alkali atau alkali tanah) pada struktur fly ash dengan ion H⁺ sehingga fly ash memiliki gugus asam Bronsted. Mengingat ukuran H⁺ lebih kecil dari kation logam sehingga secara fisik dapat dapat memperluas pori ruang. Selain itu atom H pada gugus asam Bronsted dengan mudah dilepaskan sebagai H⁺ melalui pertukaran ion. Pertukaran ion logam pada fly ash dengan ion H⁺ karena aktivasi fly ash menggunakan H₂SO₄ mampu menjadikannya gugus asam Bronsted. Grafik hubungan antara konsentrasi aktivasi fly ash dengan H₂SO₄ 4M, 6M, dan 8M terhadap penyerapan Pb(II), ditunjukkan pada Gambar 1.

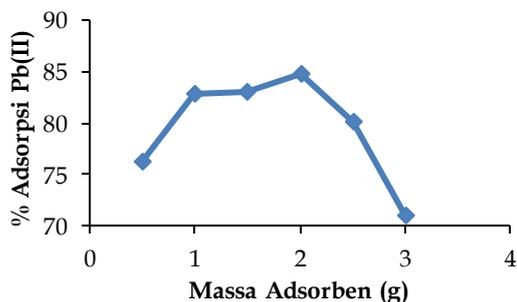


Gambar 1. Grafik Hubungan Antara Konsentrasi Aktivasi Fly Ash dengan H₂SO₄

4M, 6M, dan 8M Terhadap Penyerapan Pb(II)
 Pada gambar 1 menunjukkan bahwa pada konsentrasi 5 sampai 10 ppm terjadi kenaikan adsorpsi dan menurun pada konsentrasi 15 sampai 20 mg/L. Konsentrasi larutan ion logam Pb(II) optimum terjadi pada konsentrasi 10 mg/L menggunakan H₂SO₄ 8 M dengan % adsorpsi sebesar 87,7 %. Sedangkan pada konsentrasi di atas 10 ppm, % adsorpsinya menurun. Hal ini dikarenakan gugus aktif pada permukaan adsorben telah jenuh oleh larutan ion logam Pb(II), sehingga terdapat larutan ion logam Pb(II) yang tidak bisa terserap oleh fly ash.

3.3 Pengaruh Massa Adsorben Optimum Terhadap Adsorpsi Logam Pb(II)

Pada penentuan massa adsorben optimum adsorpsi larutan ion logam Pb₂₊ dilakukan dengan menambahkan fly ash dengan variasi massa yaitu 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 g ke dalam larutan ion Pb 10 mg/L yang kemudian di stirrer dengan kecepatan 100 rpm selama 30 menit. Hasil pengaruh massa optimum fly ash dapat dilihat pada Gambar 2.

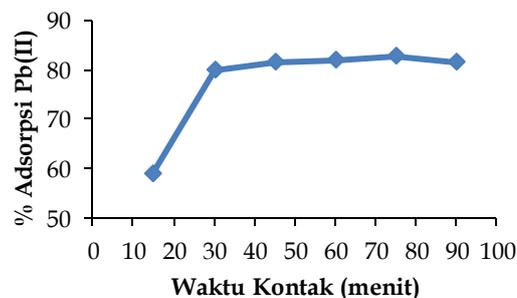


Gambar 2. Grafik Pengaruh Massa Adsorben Terhadap Persentase Adsorpsi Pb(II)

Pada Gambar 2 menunjukkan bahwa persentase adsorpsi Pb meningkat hingga penggunaan adsorben 2 g. Pada grafik, penggunaan massa adsorben lebih tinggi tidak meningkatkan persentase adsorpsi karena keseimbangan adsorpsi telah tercapai. Setelah keseimbangan adsorpsi tercapai, maka tingkat desorpsi menjadi lebih dominan daripada laju adsorpsi, sehingga logam Pb terikat ke permukaan fly ash akan bercampur lagi dalam larutan. Kesetimbangan adsorpsi terjadi ketika tingkat adsorpsi sama dengan tingkat desorpsi. Hal ini menyebabkan penurunan persentase Pb seperti dapat dilihat pada gambar 4.1 dengan menggunakan massa adsorben 2-3 g. Kondisi optimum adsorpsi tercapai pada penggunaan massa adsorben 2 g.

3.4 Pengaruh Waktu Kontak Optimum Terhadap Adsorpsi Logam Pb(II)

Penentuan waktu kontak bertujuan untuk mengetahui berapa lama waktu yang dibutuhkan oleh adsorben terhadap adsorpsi Pb secara maksimal hingga mencapai kesetimbangan. Penelitian untuk kontak waktu dilakukan dengan metode batch dengan waktu kontak 15, 30, 45, 60, 75, dan 90 menit. Percobaan dilakukan pada konsentrasi adsorbat 10 mg/L dengan menambahkan fly ash sebanyak massa optimal yaitu 2 g, dengan kecepatan pengadukan 100 rpm. Penentuan waktu kontak dilakukan karena waktu kontak mampu mempengaruhi keseimbangan adsorpsi. Hubungan antara waktu kontak terhadap persentase adsorpsi Pb menggunakan adsorben fly ash dapat dilihat pada Gambar 3.



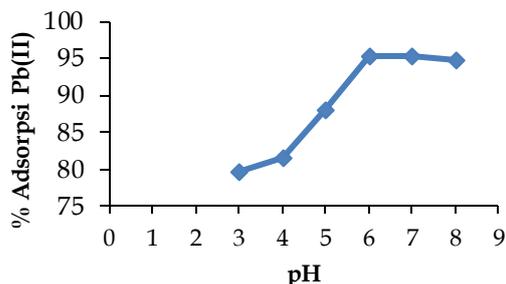
Gambar 3. Grafik Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Persentase Adsorpsi Pb(II)

Pada Gambar 3 menunjukkan bahwa pada waktu kontak 15 hingga 45 menit, terdapat kenaikan persentase adsorpsi karena waktu kontak yang lebih lama menyebabkan interaksi antara fly ash dengan Pb menjadi lebih besar, sehingga semakin banyak logam Pb yang diserap oleh fly ash. Pada menit 60 hingga 90 menit persentase adsorpsinya tidak jauh berbeda. Hal tersebut disebabkan karena fly ash telah jenuh dan mengalami kesetimbangan. Waktu kontak optimal terjadi pada menit 45 dengan persentase adsorpsi 81,57% jadi percobaan selanjutnya akan menggunakan waktu selama 45 menit.

3.5 Pengaruh pH Optimum Terhadap Adsorpsi Logam Pb(II)

Penentuan pH optimum terhadap adsorpsi logam Pb(II) dilakukan dengan menggunakan adsorben fly ash dengan massa optimal 2 g, waktu kontak 45 menit, dan kecepatan pengadukan 100 rpm. Penentuan pH dilakukan

menggunakan sistem batch pada variasi pH 3, 4, 5, 6, 7 dan 8. Hubungan antara pH larutan Pb dengan persentase adsorpsi Pb²⁺ ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Grafik Pengaruh pH Terhadap Persentase Adsorpsi Pb(II)

Ada peningkatan persentase adsorpsi dari pH 3 sampai 6 dan pada pH 6 sampai 8 terjadi penurunan nilai persentase adsorpsinya tetapi tidak jauh berbeda. pH optimum terjadi pada pH 7, karena pada pH ini adsorpsi telah mencapai 90%. Pada pH 7 menunjukkan bahwa larutan dalam keadaan netral dapat mengadsorpsi ion Pb(II) dengan baik, jadi percobaan selanjutnya akan menggunakan pH 7.

3.6 Percobaan pada Sampel Air Sumur Bor
 Setelah diperoleh kondisi optimum adsorpsi ion logam Pb(II) pada sampel larutan ion Pb selanjutnya dilakukan pada sampel air. Sampel air berasal dari sumur bor karyawan disekitar PT. RAPP Pangkalan Kerinci. Hasil percobaan terhadap sampel air sumur bor dengan kondisi optimum dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Kandungan konsentrasi ion logam Pb(II) sampel air sebelum adsorpsi dan setelah adsorpsi

Sampel Air	Pb(II) sebelum adsorpsi	Pb(II) setelah adsorpsi	% Adsorpsi Pb(II)
1	0,3718	0,0430	88,43
2	0,3637	0,0463	87,27
3	0,5305	0,0490	90,76

Pada Tabel 2 menunjukkan bahwa *fly ash* sebagai adsorben dalam kondisi optimum yaitu massa 2 g, waktu kontak 45 menit, pH 7 dengan kecepatan pengadukan 100 rpm mampu mengadsorpsi ion logam Pb(II) pada sampel air sumur bor sebesar 88,82%. Konsentrasi ion logam Pb(II) setelah diadsorpsi oleh *fly ash* diperoleh sebesar 0,0430; 0,0464; dan 0,0490 mg/L. Standar kandungan timbal (Pb) dalam air bersih berdasarkan permenkes

no. 492 Tahun 2010 tentang Syarat-syarat dan Pengawasan Kualitas Air yaitu maksimal 0,01 mg/L. Bila dibandingkan dengan standar baku mutu, kandungan timbal (Pb) dalam air sumur setelah diadsorpsi melebihi batas baku mutu. Hal ini disebabkan karena adanya parameter pencemar selain kandungan timbal (Pb) yang dapat menutupi permukaan adsorben sehingga mengganggu penyerapan ion timbal (Pb).

4. Kesimpulan

H₂SO₄ mampu mengaktivasi *fly ash* pada konsentrasi 8 M. Kondisi optimum adsorpsi *fly ash* terhadap ion logam Pb(II) terjadi pada konsentrasi 10 ppm dengan menggunakan H₂SO₄ 8 M, berat adsorben 2 g, waktu kontak 45 menit dan pH 7. Adsorpsi ion logam Pb(II) pada sampel air sumur bor rata-rata sebesar 88,82%.

Referensi

- Setiaka, J., Ita, U., and Nurul, W. **2010**, Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dalam Larutan pada Abu Dasar Batubara Menggunakan Metode Kolom. *Prosiding Kimia FMIPA ITS*.
- Lasryza, A., and Dyah, S. **2012**, Pemanfaatan Fly Ash Batubara sebagai Adsorben Emisi Gas CO pada Kendaraan Bermotor. *Jurnal Teknik Pomits*, Vol 1, hal. 1-6.
- Jumaeri, Astuti, W., and Lestari, W.T.P. **2007**, Preparasi dan Karakterisasi Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal. *Reaktor*, Vol 11. No. 1, hal 38-44.
- Fauzan, A., Aman, and Drastinawati. **2014**, Pemanfaatan Fly Ash Batubara sebagai Adsorben Logam Berat Ion Pb²⁺ yang Terlarut dalam Air. *JOM Fakultas Teknik*, Vol 1. No. 2, hal 1-6.
- Darmono. **1995**, Logam Berat dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup. Universitas Indonesia, Jakarta.
- Irawan, C., and Mohamad, I. **2018**, Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Logam Fe dengan Menggunakan Abu Layang sebagai Adsorben. *Prosiding SNITT Poltekba*, Balikpapan.
- Jumaeri. **2010**, Studi tentang Pemanfaatan Abu Layang sebagai Adsorben Zat Warna dalam Larutan Air. *Tesis Magister Jurusan Kimia FMIPA UGM Yogyakarta*.

PENENTUAN PENURUNAN KONSENTRASI Fe^{3+} HASIL DEGRADASI SUNGAI MUARA PADANG DAN NILAI COD, BOD, TSS SECARA FOTOLISIS MENGGUNAKAN TiO_2 /ZEOLIT

Sylvia Desi Gultom*, Zilfa, Rahmayeni

Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas
Kampus Limau Manis, Padang, 25163, Indonesia
*Email: sylviagultom97.com@gmail.com

Abstrak: Penelitian tentang penentuan penurunan konsentrasi Fe^{3+} hasil degradasi sungai Muara Padang dan nilai COD, BOD, TSS secara fotolisis menggunakan TiO_2 /zeolit. Penelitian dilakukan dengan mendegradasi limbah air muara menggunakan katalis TiO_2 /zeolit yang difotolisis menggunakan lampu UV (*Luster BLB 10 W-TB*) dengan λ 365 nm. Pada reaksi reduksi Fe^{3+} , hasil yang didapatkan di analisa menggunakan spektrofotometer UV-VIS. COD dan BOD dianalisa dengan metoda titrasi, dan TSS dengan metoda gravimetri. Hasil penelitian pada pengukuran konsentrasi Fe^{3+} di dalam air yaitu 2,325 mg/L. Konsentrasi Fe^{3+} berkurang menjadi 1,611 mg/L tanpa katalis selama waktu iradiasi 90 menit. Setelah ditambahkan katalis TiO_2 /zeolit sebanyak 0,8 g dengan iradiasi sinar UV terjadi penurunan menjadi 0,114mg/L selama waktu iradiasi 75 menit, sedangkan tanpa iradiasi sinar UV penurunan menjadi 0,942 mg/L selama waktu iradiasi 90 menit. Konsentrasi ion Fe^{3+} setelah ditambahkan katalis TiO_2 dan zeolit berkurang menjadi 0,678 mg/L dan 0,905 mg/L selama waktu iradiasi 75 menit. Hasil yang diperoleh untuk nilai COD, BOD, dan TSS sebelum degradasi berturut-turut yaitu 37,9 mg/L; 5,81 mg/L; dan TSS 53 mg/L, sedangkan nilai COD, BOD, dan TSS sesudah degradasi berturut-turut yaitu 23,3 mg/L; 3,89 mg/L; dan 41 mg/L. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai COD, BOD, dan TSS yang didapatkan sebelum dan sesudah degradasi mengalami penurunan.

Kaca Kunci : Air muara, degradasi, reduksi, TiO_2 /zeolit, fotolisis

1. Pendahuluan

Air adalah sumber daya alam yang paling berharga bagi manusia. Danau, sungai, dan lautan adalah salah satu sumber air terbesar yang harus dijaga kebersihannya. Keseimbangan alam terganggu pada ekosistem air dikarenakan pembuangan limbah industri dan limbah rumah tangga ke perairan yang menyebabkan ekosistem perairan rusak¹. Keberadaan air sangat penting dalam mendukung kehidupan dan aktivitas manusia². Air dengan kualitas yang buruk dapat mempengaruhi kesehatan manusia dan bahkan menyebabkan kematian. Kejadian ini sering terjadi pada negara-negara berkembang khususnya Indonesia oleh sebab itu kita perlu tahu mengenai eko-toksikologi bahan kimia dan biodegradabilitas untuk mengetahui perilaku ekologis zat dan produk¹.

Sungai Batang Arau (Muara Padang) merupakan sungai yang terletak di Kota Padang, dimana sepanjang sungai ini dipenuhi oleh pemukiman penduduk yang cukup padat yang sebagian besar penduduknya berprofesi

sebagai nelayan dan pedagang. Sungai ini banyak dimanfaatkan sebagai tempat pembuangan limbah seperti : limbah industri, rumah tangga, dan pelabuhan bagi kapal penumpang dan nelayan³. Muara menjadi tempat tekanan terbesar menerima pengendapan bahan buangan/limbah tersebut. Meskipun perairan memiliki tingkat pemulihan sendiri, tetapi limbah yang dibuang melebihi batas tidak dapat dinetralisir oleh alam⁴. Kondisi ini menyebabkan keadaan dan kualitas perairan semakin menurun yang ditandai dengan warna perairan yang keruh dan tingkat sedimentasi yang tinggi. Hal ini mengakibatkan terganggunya ekosistem dan kehidupan hewan dan tumbuhan didalamnya³.

Parameter penting analisis air yang baik dilihat dari Dissolved Oxygen (DO), Chemical Oxygen Demand (COD), Biochemical Oxygen Demand (BOD), dan Total Suspended Solid (TSS). DO merupakan konsentrasi yang menunjukkan jumlah oksigen dalam air jika nilai DO rendah maka air tersebut dikatakan tercemar. COD dan BOD merupakan dua indeks generik yang paling umum digunakan

untuk menilai polusi organik akuatik. COD adalah jumlah oksigen yang dikonsumsi oleh senyawa organik dan zat anorganik yang dioksidasi dalam air. Konsentrasi bacaan BOD5 umumnya akan lebih rendah dari COD, karena perbedaan dalam metode oksidasi sampel. BOD5 adalah jumlah oksigen yang dikonsumsi oleh organik dan senyawa anorganik yang dioksidasi oleh efek oksidasi biologis dalam kondisi tertentu. Keduanya mencerminkan tingkat polusi air, dan merupakan indeks komprehensif dari kandungan relatif organik⁴.

Untuk penanggulangan limbah tersebut dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu dengan cara penyaringan, pengendapan, penyerapan. Namun hal ini tidak efektif karena akan menyebabkan limbah baru, oleh sebab itu perlu dilakukan penanggulangan yang lebih baik diantaranya dengan metoda degradasi. Fotolisis adalah proses reaksi kimia yaitu berupa pemecahan senyawa kimia dengan bantuan sinar atau foton. Sedangkan untuk meningkatkan hasil degradasi dapat digunakan katalis yang disebut dengan fotokatalisis. Katalis yang digunakan yaitu TiO_2 . Untuk meningkatkan hasil degradasi katalis dapat disupport dengan mineral-mineral lain seperti zeolit membentuk $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ ⁵.

Zeolit merupakan senyawa alam yang banyak terdapat di wilayah Indonesia. Salah satu daerah penghasil zeolit adalah Sumatera Barat, Lubuk Selasih, Kenagarian Batang Barus, Kecamatan Gunung Talang, dan Kabupaten Solok. Zeolit memiliki banyak kegunaan. Salah satu kegunaannya yaitu sebagai penyerap senyawa organik. Zeolit alam banyak didapatkan di Indonesia diantaranya zeolit Bayah, Bengkulu, Lampung dan Sumatra. Zilfa dkk telah menemukan zeolit alam jenis klinoptilolit zeolit klinoptilolit-Ca. Dilubuk Silasih Kabupaten Solok Sumatra Barat⁵.

Zeolit banyak digunakan sebagai penukar ion, penyerap, penyaring molekul dan katalis, serta sebagai support katalis. Zeolit menyebabkan reaksi menjadi lebih cepat, lebih efisien, serta mengurangi biaya kebutuhan

energi dan pengolahan limbahnya. Zeolit alam digunakan sebagai support katalis CuO , ZnO , TiO_2 , dan CaO membentuk CuO/zeolit , ZnO/zeolit , CaO/zeolit , $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$. $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ telah banyak digunakan untuk degradasi senyawa-senyawa organik yang berbahaya. Penggabungan Zeolit dan TiO_2 menyebabkan terjadinya interaksi, dimana TiO_2 berfungsi sebagai pengoksidasi dan zeolit memperluas permukaan TiO_2 . TiO_2 merupakan senyawa yang bersifat semikonduktor dan inert menyebabkan senyawa ini dapat digunakan sebagai katalis. Dari beberapa penelitian didapatkan bahwa TiO_2 telah digunakan sebagai katalis dalam degradasi senyawa-senyawa organik seperti zat warna, pestisida, dan limbah air. $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ telah banyak digunakan untuk degradasi senyawa-senyawa organik sehingga menghasilkan senyawa-senyawa sederhana yang tidak berbahaya lagi seperti H_2O dan CO_2 . Metoda degradasi dapat dilakukan yaitu secara sonolisis, fotolisis dan ozonolisis⁶.

Dalam penelitian ini telah dilakukan degradasi air sungai Muara Padang yang berpengaruh terhadap reduksi ion Fe^{3+} , nilai COD, BOD, dan TSS menggunakan Katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ secara Fotolisis. Analisis reduksi ion Fe^{+3} dilakukan dengan metoda spektrofotometri, COD dan BOD dengan metoda titrasi iodometri, TSS dengan metode gravimetri.

2. Metodologi Penelitian

2.1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer UV-Vis, kotak iridiasi yang dilengkapi lampu UV (*Luster BLB 10 W-TB*) dengan λ 365 nm, FTIR (*Fourier Transform Infrared*), sentrifus dengan kecepatan 6000 rpm, COD reactor (*Spectroquant TR 620*) hot plate, oven, furnace, neraca analitik, magnetic stirrer (*thermo scientific*), dan peralatan gelas seperti beaker glass, petridis, gelas ukur, pipet tetes, pipet takar, corong, batang pengaduk, dan labu ukur.

2.2. Bahan

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini yaitu air sungai Muara Padang, TiO_2 (merck), Zeolit Klinoptilolite-Ca Lubuk Salasih, air

destilasi, FeCl_3 (merck), CaCl_2 (merck), MgSO_4 (merck), Buffer Fosfat (merck), MnSO_4 (merck), Alkali Azida (merck), H_2SO_4 pa (merck), KI (merck), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (merck), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (merck), Indikator Amilum (merck), NaCl (merck), AgNO_3 (merck), Buffer pH 4 (merck), hidroksilamin hidroklorida (merck), AgNO_3 (merck), HNO_3 pa (merck), HCl pa (merck), dan o-fenantrolin (merck), dan kertas saring *whattman* No. 40

2.3. Prosedur penelitian

2.3.1 Sintesis Katalis TiO_2 /Zeolit

2.3.1.1 Aktivasi dan penjenhuan Zeolit *clipnotilolit-Ca*

Zeolit digerus halus kemudian diayak menggunakan ayakan 450 mesh. Sebanyak 500 g zeolit 450 mesh dimasukkan kedalam gelas piala kemudian ditambahkan 100 mL HCl 0,2 M, lalu distirer selama 30 menit. Kemudian setelah 30 menit diukur pH lalu dibilas dengan aquades sampai pH netral. Setelah pH netral zeolit disaring dan dioven selama 1 jam dengan suhu 100°C , didapatkan zeolit yang sudah aktif. Zeolit yang telah aktif dijenuhkan dengan penambahan NaCl 0,01 M lalu diaduk selama 1 jam. Kemudian zeolit dipisahkan dari filtratnya dengan proses penyaringan, filtrat dari zeolit diuji dengan AgNO_3 apabila masih terbentuk endapan putih maka zeolit dicuci dengan air destilasi hingga tidak terbentuk lagi endapan putih.

2.3.1.2 Preparasi Katalis TiO_2 /zeolit *clipnotilolit-Ca*

Zeolit yang telah dijenuhkan dimasukkan ke dalam air destilasi sebanyak 400 gram dan diaduk selama 5 jam, kemudian ditambahkan TiO_2 dengan perbandingan (25:1) gram perlahan-lahan secara bertahap sambil diaduk. Hasil pencampuran dipisahkan dengan penyaringan vakum lalu dikeringkan dengan oven pada temperatur 100°C , kemudian digerus sampai halus lalu diayak menggunakan pengayak 160 mesh. Hasil ayakan dikalsinasi pada temperatur 400°C selama 24 jam.

2.3.2 Penentuan Kondisi Optimum Degradasi

2.3.2.1 Penentuan Pengaruh Waktu Terhadap Penurunan Konsentrasi ion Fe^{3+} Tanpa Katalis

Penentuan pengaruh waktu degradasi tanpa katalis dilakukan dengan sampel air muara diambil sebanyak 50 mL, lalu dimasukkan

kedalam 7 petridis. Kemudian difotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin hidroklorida 2 mL, air destilasi 5 mL, lalu dipanaskan perlahan hingga volume 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, o-fenantrolin 2 mL, dan air destilasi sampai tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

2.3.2.2 Penentuan Pengaruh Penambahan Variasi Jumlah Katalis TiO_2 /zeolite

Penentuan pengaruh penambahan variasi jumlah katalis TiO_2 /zeolit terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} dilakukan dengan sampel air muara diambil sebanyak 50 mL, lalu dimasukkan kedalam 6 petridis. Kemudian ditambahkan katalis TiO_2 /zeolit dengan variasi massa yaitu 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,2 gram. Kemudian difotolisis dengan waktu optimum yaitu 90 menit dibawah lampu UV. Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin hidroklorida 2 mL, air destilasi 5 mL, lalu dipanaskan perlahan hingga volume 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, o-fenantrolin 2 mL, dan air destilasi sampai tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

2.3.2.3 Penentuan Pengaruh Waktu Setelah Penambahan Katalis TiO_2 /zeolit

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis TiO_2 /zeolit terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} dilakukan dengan sampel air muara diambil sebanyak 50 mL, lalu dimasukkan kedalam 7 petridis. Kemudian ditambahkan katalis TiO_2 /zeolit dengan massa optimum yaitu 0,8 gram, lalu difotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV. Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Masing-masing sampel yang sudah difotolisis dimasukkan ke dalam gelas piala, lalu ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin hidroklorida 2 mL, dan air destilasi 5 mL.

Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin hidroklorida 2 mL, air destilasi 5 mL, lalu dipanaskan perlahan hingga volume 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, o-fenantrolin 2 mL, dan air destilasi sampai tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

2.3.2.4 Penentuan Pengaruh Waktu Setelah Penambahan Katalis TiO₂

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis TiO₂ terhadap penurunan konsentrasi ion Fe³⁺ dilakukan dengan sampel air muara diambil sebanyak 50 mL, lalu dimasukkan kedalam 7 petridis. Kemudian ditambahkan TiO₂ dengan massa 1:25 yaitu 0,0307 gram, lalu difotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV. Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Masing-masing sampel yang sudah difotolisis dimasukkan ke dalam gelas piala, lalu ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin hidroklorida 2 mL, dan air destilasi 5 mL. Kemudian dipanaskan perlahan hingga volume larutan 10 mL, lalu dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL. Setelah dingin, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, o-fenantrolin 2 mL, dan air distilasi sampai tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

2.3.2.5 Penentuan Pengaruh Waktu Setelah Penambahan Katalis Zeolit

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis zeolit terhadap penurunan konsentrasi ion Fe³⁺ dilakukan dengan sampel air muara diambil sebanyak 50 mL, lalu dimasukkan kedalam 7 petridis. Kemudian ditambahkan TiO₂ dengan massa 25:26 yaitu 0,7692 gram, lalu difotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV. Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin hidroklorida 2 mL, air destilasi 5 mL, lalu dipanaskan perlahan hingga volume 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4

sebanyak 10 mL, o-fenantrolin 2 mL, dan air destilasi sampai tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

2.3.2.6 Penentuan Pengaruh Waktu Setelah Penambahan Katalis TiO₂/Zeolit dengan dan tanpa iradiasi sinar UV

Penentuan Pengaruh Waktu Setelah Penambahan Katalis TiO₂/Zeolit dengan dan tanpa iradiasi sinar UV dilakukan dengan sampel air muara diambil sebanyak 50 mL, lalu dimasukkan kedalam 14 petridis. kemudian ditambahkan TiO₂/zeolit sebanyak massa optimum yaitu 0.8 gram. Lalu, 7 petridis dengan iradiasi sinar UV dan 7 petridis lainnya tanpa iradiasi sinar UV dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit. Setelah itu, disentrifus selama 15 menit dan disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan HCl pa 4 mL, hidroksilamin hidroklorida 2 mL, air destilasi 5 mL, lalu dipanaskan perlahan hingga volume 10 mL. Setelah dingin, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan buffer pH 4 sebanyak 10 mL, o-fenantrolin 2 mL, dan air destilasi sampai tanda batas. Selanjutnya, diukur absorban dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

2.3.3 Penentuan Nilai COD, BOD, dan TSS

2.3.3.1 Analisis Chemical Oxygen Demand (COD)

Senyawa organik dan anorganik, terutama organik, dalam sampel dioksidasi oleh Cr₂O₇²⁻ dalam refluks tertutup selama 2 jam menghasilkan Cr³⁺. Kelebihan kalium dikromat yang tidak tereduksi, dititrasi dengan larutan Ferro Ammonium Sulfat (FAS) menggunakan indikator ferroin. Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen (O₂ mg/L). Analisis COD dilakukan sebelum dan sesudah degradasi (SNI6989.73-2009).

2.3.3.2 Analisis Biochemical Oxygen Demand (BOD)

Sampel ditambahkan kedalam larutan pengencer jenuh oksigen yang telah ditambah larutan nutrisi dan bibit mikroba, kemudian diinkubasi dalam ruang gelap pada suhu 20°C ± 1°C selama 5 hari. Nilai BOD₅ dihitung berdasarkan selisish konsentrasi oksigen

terlarut nol hari dan lima hari. Bahan kontrol standar uji BOD yang digunakan adalah larutan glukosa-asam glutamate. Analisis BOD dilakukan sebelum dan sesudah degradasi (SNI06-6989.72-2009).

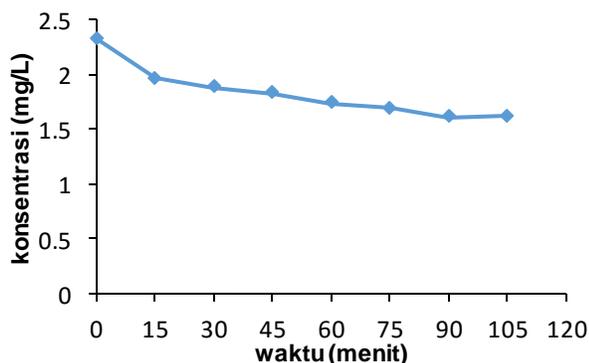
2.3.3.3 Analisis Total Suspended Solid (TSS)

Sampel yang telah homogen disaring dengan kertas saring yang telah ditimbang. Residu yang tertahan pada saringan dikeringkan sampai mencapai berat konstan pada suhu 103°C sampai dengan 105°C. Kenaikan berat saringan mewakili padatan tersuspensi total (TSS). Untuk memperoleh estimasi TSS, dihitung perbedaan antara padatan terlarut total dan padatan total. Analisis TSS dilakukan sebelum dan sesudah degradasi (SNI06-6989.3-2004).

3. Hasil dan Diskusi

3.1 Penentuan pengaruh waktu terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} tanpa katalis

Pengaruh waktu terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} tanpa katalis dilakukan dengan mendegradasi air muara sebanyak 50 mL di bawah lampu UV 365 nm dengan variasi waktu 5; 15; 30; 45; 60; 75; 90; dan 105 menit. Hasil pengukuran dapat dilihat pada gambar 3.1.



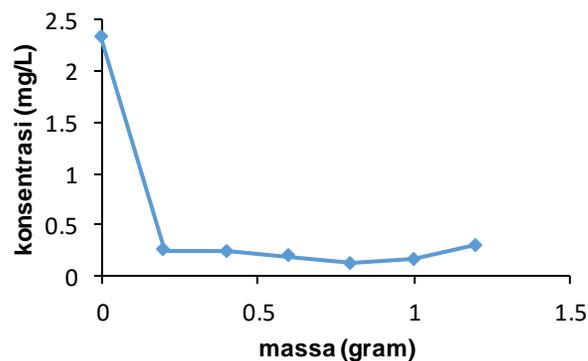
Gambar 3.1 Kurva Pengaruh waktu terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} tanpa katalis

Gambar 3.1 menunjukkan hubungan antara waktu fotolisis dan konsentrasi ion Fe^{3+} tanpa katalis. Semakin lama waktu iradiasi maka penurunan konsentrasi Fe^{3+} semakin meningkat. Hal ini dikarenakan H_2O yang terpapar sinar UV akan berubah menjadi radikal ($\bullet OH$) yang berperan dalam

mendegradasi senyawa organik dalam limbah air^{10,11}, sehingga semakin lama waktu iradiasi maka semakin banyak jumlah radikal ($\bullet OH$) yang terbentuk seiring dengan elektron-elektron yang dihasilkan pada saat fotolisis. Ion Fe^{3+} direduksi dengan menggunakan hidroksilamin hidroklorida, sehingga bilangan oksidasi Fe berkurang dari +3 menjadi +2. Pada penelitian ini waktu optimum didapatkan pada waktu 90 menit dengan konsentrasi Fe yaitu 1,611 mg/L, sedangkan pada menit ke-105 tidak terjadi perubahan signifikan. Hal ini dikarenakan reduksi Fe^{3+} telah mencapai titik optimum (kesetimbangan)¹⁰.

3.2 Penentuan pengaruh penambahan jumlah katalis $TiO_2/zeolit$ terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+}

Penentuan pengaruh penambahan jumlah katalis $TiO_2/zeolit$ terhadap reduksi penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} dilakukan dengan mendegradasi air muara sebanyak 50 mL yang ditambahkan katalis $TiO_2/zeolit$ dengan variasi massa sebanyak 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,2 gram. Fotolisis dilakukan di bawah lampu UV 365 nm dengan penyinaran selama waktu optimum yaitu 90 menit. Hasil pengukuran konsentrasi ion Fe^{3+} setelah penambahan katalis $TiO_2/zeolit$ dapat dilihat pada gambar 3.2.



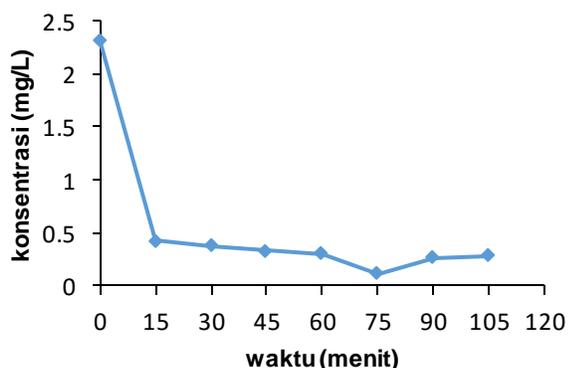
Gambar 3.2 Kurva pengaruh penambahan katalis $TiO_2/zeolit$ terhadap konsentrasi ion Fe^{3+}

Gambar 3.2 menunjukkan hubungan antara massa penambahan katalis $TiO_2/zeolit$ dan konsentrasi ion Fe^{3+} . Semakin banyak katalis yang ditambahkan maka semakin tinggi penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} dalam air. Penurunan konsentrasi tertinggi pada massa katalis $TiO_2/zeolit$ 0,8 gram yaitu sebesar

0,129 mg/L. $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ merupakan katalis gabungan antara TiO_2 dan zeolit alam. Material TiO_2 terapan pada zeolit alam ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan memiliki kation yang dapat dipertukarkan) serta sebagai fotokatalis sehingga dapat meningkatkan kinerja dalam mendegradasi¹⁰. Penambahan jumlah katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dapat meningkatkan kemampuan fotoreduksi ion Fe^{3+} dalam limbah air¹¹. Penambahan katalis dengan massa yang lebih besar dari 0,8 gram menyebabkan terjadinya kejenuhan larutan yang membuat larutan keruh yang berdampak pada penurunan konsentrasi larutan yang rendah⁷.

3.3 Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolite}$ terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+}

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} dilakukan dengan mendegradasi air muara sebanyak 50 mL yang ditambahkan sebanyak 0,8 gram katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit di bawah lampu UV 365 nm. Hasil penurunan konsentrasi Fe^{3+} setelah ditambahkan katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dapat dilihat pada gambar 3.3.



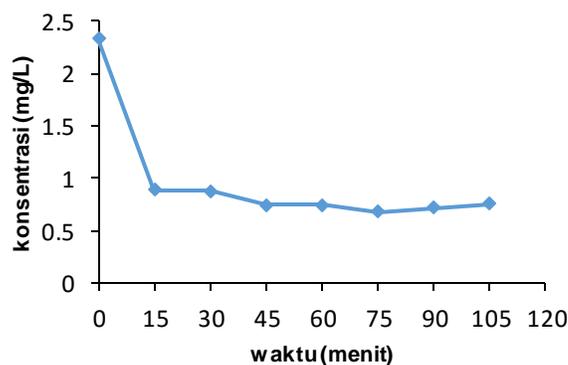
Gambar 3.3 Kurva pengaruh waktu fotolisis terhadap konsentrasi Fe setelah penambahan katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$

Gambar 3.3 menunjukkan hubungan antara waktu fotolisis dan konsentrasi ion Fe^{3+} setelah adanya penambahan katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$. Penurunan konsentrasi Fe^{3+} tertinggi pada waktu iradiasi 75 menit yaitu 0,114 mg/L. Pada waktu iradiasi selama waktu 90-105 menit kemampuan reduksi Fe^{3+} menurun karena terjadi kejenuhan larutan yang membuat larutan menjadi keruh.

Keadaan ini akan mempersulit dalam pemisahan larutan dari katalis yang mengakibatkan besarnya absorban⁷. Hal ini menandakan bahwa pada waktu 75 menit terjadi proses penyerapan energi foton (hv) yang efektif sehingga banyak elektron pada pita valensi yang tereksitasi pada pita konduksi. Elektron tersebut akan menyerang ion Fe^{3+} sehingga terjadilah reaksi reduksi pada Fe^{3+} pada air tersebut¹¹.

3.4 Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis TiO_2 terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+}

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis TiO_2 terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} dilakukan dengan mendegradasi limbah Air muara sebanyak 50 mL yang ditambahkan sebanyak 0.0307 gram katalis TiO_2 dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit di bawah lampu UV 365 nm. Hasil reduksi Fe^{3+} setelah ditambahkan TiO_2 dapat dilihat pada gambar 3.4.



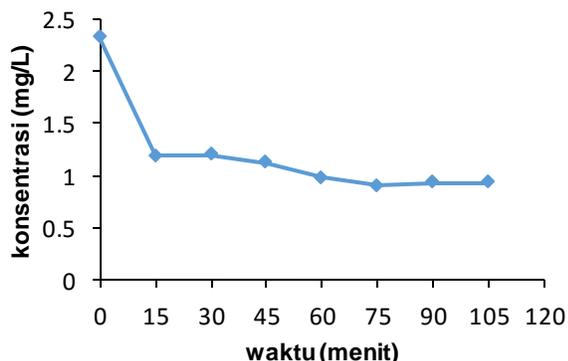
Gambar 3.4 Kurva pengaruh waktu terhadap konsentrasi ion Fe^{3+} setelah penambahan katalis TiO_2

Gambar 3.4 menunjukkan hubungan antara waktu fotolisis dan konsentrasi Fe^{3+} setelah adanya penambahan katalis TiO_2 . Didapatkan penurunan konsentrasi Fe^{3+} berbanding lurus dengan waktu iradiasi. Semakin lama waktu iradiasi semakin banyak jumlah radikal ($\bullet\text{OH}$) yang berperan dalam mendegradasi senyawa organik dalam air limbah, sehingga semakin besar kemampuan reduksinya. Kemampuan TiO_2 dalam reduksi Fe^{3+} dikarenakan TiO_2 bersifat semikonduktor dan kontribusi luas permukaannya. Pada saat katalis tersebut dikenai iradiasi sinar UV, maka elektron-elektron dalam pita

valensi mengalami eksitasi ke pita konduksi yang akan menghasilkan electron (e^{-cb}) dan mengalami kekosongan atau hole (h^{+vb}) pada pita valensi, yang bermuatan positif¹¹. Hole⁺ tersebut akan bereaksi dengan H_2O atau ion hidroksil membentuk radikal $\bullet OH$ yang kemudian digunakan untuk menguraikan senyawa organik^{10,12}. Pada saat Fe^{3+} menangkap elektron dari fotolisis air setelah terkena UV, terjadi reaksi reduksi pada ion Fe^{3+} di dalam larutan. Kemampuan reduksi tertinggi pada waktu iradiasi 75 menit dengan konsentrasi Fe^{3+} 0,678 mg/L. Namun, pada waktu iradiasi 90-105 menit kemampuan mereduksi Fe^{3+} menurun karena terjadinya kejenuhan larutan yang diakibatkan elektron-elektron sudah habis bereaksi dengan Fe^{3+} .

3.5 Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis zeolit terhadap Penurunan konsentrasi ion Fe^{3+}

Penentuan pengaruh waktu setelah penambahan katalis zeolit terhadap penurunan konsentrasi ion Fe^{3+} dilakukan dengan mendegradasi air muara sebanyak 50 mL yang ditambahkan sebanyak 0.7692 gram katalis zeolit dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit dibawah lampu UV 365 nm. Hasil reduksi Fe^{3+} setelah ditambahkan zeolit dapat dilihat pada gambar 3.5.



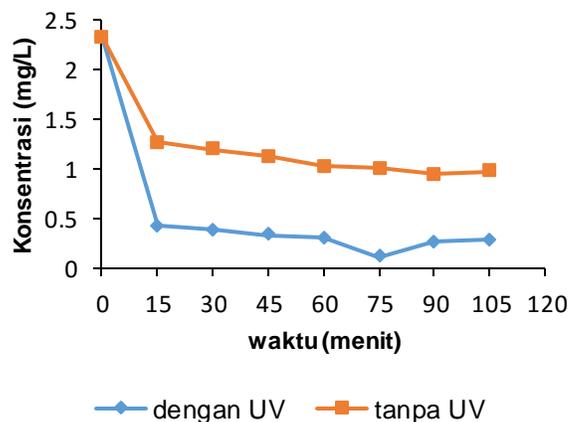
Gambar 3.5 Kurva pengaruh waktu terhadap konsentrasi Fe^{3+} setelah penambahan zeolit

Gambar 3.5. menunjukkan hubungan antara waktu fotolisis dan konsentrasi Fe^{3+} setelah adanya penambahan zeolit. Penurunan konsentrasi Fe^{3+} berbanding lurus dengan waktu iradiasi. Semakin lama waktu iradiasi semakin besar kemampuan reduksinya. Kemampuan reduksi tertinggi

pada waktu iradiasi 75 menit dengan konsentrasi Fe^{3+} 0,905 mg/L. Namun, pada waktu iradiasi 90-105 menit kemampuan mereduksi Fe^{3+} menurun karena terjadinya kejenuhan larutan yang diakibatkan elektron-elektron sudah habis bereaksi dengan Fe^{3+} . Pada waktu 75 menit terjadi proses penyerapan energi foton ($h\nu$) yang efektif, sehingga banyak elektron pada pita valensi yang tereksitasi pada pita konduksi. Elektron tersebut akan menyerang ion Fe^{3+} sehingga terjadilah reaksi reduksi pada Fe^{3+} pada air tersebut¹¹.

3.6 Perbandingan Penurunan Konsentrasi ion Fe^{3+} dengan dan tanpa iradiasi sinar UV dengan penambahan katalis TiO_2 /zeolit

Penentuan pengaruh irradiasi sinar UV terhadap kemampuan reduksi Fe^{3+} dilakukan dengan mendegradasi limbah air muara sebanyak 50 mL yang ditambahkan sebanyak 0.8 gram katalis TiO_2 /zeolit dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 105 menit. Sebanyak 7 petridis diberikan perlakuan dengan iradiasi sinar UV dan 7 petridis lainnya tanpa iradiasi sinar UV. Hasil perbandingan persentase reduksinya dapat dilihat pada gambar 3.6.



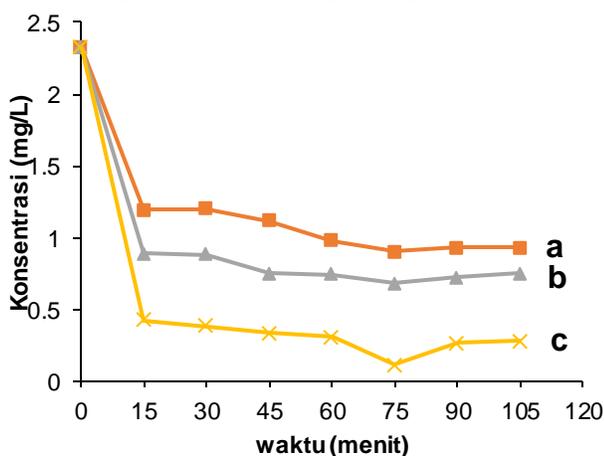
Gambar 3.6 Kurva perbandingan penurunan konsentrasi Fe^{3+} dengan dan tanpa iradiasi sinar UV dengan penambahan katalis TiO_2 /zeolit.

Gambar 3.6 menunjukkan hasil perbandingan kemampuan reduksi Fe^{3+} dengan dan tanpa iradiasi sinar UV. Penurunan konsentrasi Fe^{3+} dengan iradiasi sinar UV lebih besar dibandingkan tanpa iradiasi sinar UV. Hal ini dikarenakan pengaruh penyinaran UV dapat meningkatkan

aktivitas fotokatalitik dari katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ ¹³. Pada saat katalis tersebut dikenai iradiasi sinar UV, maka elektron-elektron dalam pita valensi mengalami eksitasi ke pita konduksi yang akan menghasilkan electron (e^-_{cb}) dan mengalami kekosongan atau hole (h^+_{vb}) pada pita valensi, yang bermuatan positif³⁵. Hole⁺ tersebut akan bereaksi dengan H_2O atau ion hidroksil membentuk radikal $\bullet\text{OH}$ yang kemudian digunakan untuk menguraikan senyawa organik, sehingga semakin besar kemampuan reduksinya^{10,12}. Waktu optimum dengan iradiasi sinar UV yaitu 75 menit dengan konsentrasi Fe^{3+} 0,114 mg/L, sedangkan tanpa iradiasi sinar UV waktu optimumnya yaitu 90 menit dengan konsentrasi Fe^{3+} 0,942 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa adanya pengaruh pemberian sinar UV terhadap kemampuan reduksi karena katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ memiliki aktivitas fotokatalitik dengan efisiensi tinggi di bawah iradiasi sinar UV¹³.

3.7 Perbandingan Penurunan Konsentrasi Fe^{3+} setelah penambahan Katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$, TiO_2 , dan Zeolit

Perbandingan penurunan konsentrasi Fe^{3+} setelah penambahan Katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$, TiO_2 , dan Zeolit. Hasil perbandingan persentase reduksinya dapat dilihat pada gambar 3.7.



Gambar 3.7 Kurva perbandingan penurunan konsentrasi Fe^{3+} Zeolit (a), TiO_2 (b), dan $\text{TiO}_2/\text{zeolite}$ (c)

Gambar 3.7 menunjukkan perbandingan kemampuan reduksi terhadap penurunan konsentrasi Fe^{3+} setelah penambahan katalis TiO_2 , zeolit dan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dengan variasi waktu iradiasi 5, 15, 30, 45, 60, 75, 90 dan

105 menit. Semakin lama waktu iradiasi maka kemampuan reduksi akan semakin meningkat. Penurunan konsentrasi Fe^{3+} tertinggi terdapat pada penambahan katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ sebanyak 0,8 gram dengan waktu iradiasi 75 menit. Material TiO_2 terapan pada zeolit alam ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben (dari sifat zeolit yang berpori dan memiliki kation yang dapat dipertukarkan) serta sebagai fotokatalis sehingga dapat meningkatkan kinerja dalam mendegradasi¹⁰. Penambahan jumlah katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dapat meningkatkan kemampuan fotoreduksi ion Fe^{3+} dalam limbah air³⁵. Luas permukaan nanopartikel yang lebih tinggi menyebabkan peningkatan fotoreaktivitas $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ yang signifikan dibandingkan TiO_2 , Zeolit. Hasil yang diperoleh Reduksi ion Fe^{3+} pada waktu optimum dengan penambahan zeolit, TiO_2 , dan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ secara berturut-turut yaitu 0,905 mg/L, 0,678 mg/L, dan 0,114 mg/L. Dari hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa zeolit mampu digunakan sebagai pendukung TiO_2 untuk reduksi ion Fe^{3+} yang terikat pada senyawa-senyawa organik dalam air muara¹⁴.

3.8 Analisis COD, BOD, dan TSS air sungai muara Padang

Analisis COD, BOD, dan TSS pada air sungai muara Padang sebelum dan sesudah degradasi dilakukan untuk mengetahui kemampuan katalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dalam menanggulangi pencemaran limbah terhadap lingkungan sesuai dengan baku mutu yang dikeluarkan Peraturan Pemerintah (PP) RI No. 82 Tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air. Nilai COD, BOD, dan TSS limbah air muara sebelum dan sesudah degradasi pada Tabel 3.8.

Tabel 3.8 Analisis COD, BOD, dan TSS air muara sebelum dan sesudah degradasi.

Parameter	Acuan Metoda	Satuan	Baku Mutu Lampiran Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001	Hasil	
				Sebelum	Sesudah
FISIKA					
TSS	SNI 06.6989.3:2004	mg/L	50	53	41
TDS	SNI 6989.27:2019	mg/L	50	58,83	42,64
Suhu*	SNI 06.6989.23:2005	°C	Deviasi 3	28,0	26,0
DHL*	SNI 6989.1:2019	µS/cm	-	147	163
KIMIA					
pH*	SNI 6989.11:2019	-	6-9	7,30	7,41
COD	SNI 6989.73:2009	mg/L	25	37,9	23,3
BOD	SNI 06.6989.72:2009	mg/L	3	5,81	3,89
DO*	SNI 06.6989.14:2004	mg/L	4	5,96	4,23

Hasil analisis COD, BOD₅, dan TSS air muara sebelum didegradasi dengan katalis TiO₂/zeolit menunjukkan kualitas air yang buruk yang melampaui standar baku mutu, setelah didegradasi nilai COD, BOD₅, dan TSS mengalami penurunan. Nilai COD, TSS sudah memenuhi baku mutu, namun untuk parameter BOD belum memenuhi standar baku mutu dimana nilai BOD air muara setelah didegradasi yaitu 3,89 mg/L dibandingkan dengan standar baku mutu yaitu 2 mg/L. Degradasi dilakukan menggunakan katalis TiO₂/zeolit sebanyak 0,8 gram pada waktu 75 menit mampu

menurunkan nilai COD, BOD₅, dan TSS dari nilai sebelum didegradasi walaupun untuk BOD₅ belum memenuhi standar baku mutu. Nilai BOD mengalami penurunan dikarenakan nilai DO mengalami kenaikan sehingga jumlah oksigen didalam limbah semakin tinggi. Dimana semakin tinggi nilai oksigen maka semakin bagus kualitas air limbah tersebut. Sedangkan untuk nilai COD dan TSS sesudah degradasi berada di bawah baku mutu. Dapat disimpulkan bahwa semakin rendah nilai COD dan TSS maka kualitas air semakin baik.

4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa zeolit alam *Clinoptilolite-Ca* dapat digunakan sebagai support katalis TiO₂. Hasil penelitian pada pengukuran konsentrasi Fe³⁺ di dalam air muara yaitu 2,325 mg/L. Konsentrasi Fe³⁺ tanpa katalis 1,611 mg/L selama waktu iradiasi 90 menit. Setelah ditambahkan katalis TiO₂/zeolit sebanyak 0,8 g dengan iradiasi sinar UV terjadi penurunan menjadi 0,114mg/L selama waktu iradiasi 75 menit, sedangkan tanpa iradiasi sinar UV konsentrasi 0,942 mg/L selama waktu iradiasi 90 menit. Konsentrasi ion Fe³⁺ setelah ditambahkan katalis TiO₂ sebanyak 0,0307 g berkurang menjadi 0,678 mg/L selama waktu iradiasi 75 menit. Konsentrasi ion Fe³⁺ setelah ditambahkan katalis zeolit sebanyak 0.7692 g berkurang menjadi 0,905 mg/L selama waktu iradiasi 75 menit. Hasil yang diperoleh untuk nilai COD, BOD, dan TSS sebelum degradasi berturut-turut yaitu 37,9 mg/L; 5,81 mg/L; dan TSS 53 mg/L, sedangkan nilai COD, BOD, dan TSS sesudah degradasi berturut-turut yaitu 23,3 mg/L; 3,89 mg/L; dan 41 mg/L. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai COD, BOD, dan TSS yang didapatkan sebelum dan sesudah degradasi mengalami penurunan.

Referensi

1. Pujar A, Yadawe MS, Pujeri M, Hiremath SC, Balappanavar, V; Hiremath S, Hiremath V, Mathapati S, Hiremath D. Determination Of BOD, COD, DO and Other Physico-Chemical Properties of Sugar and Cement Industries. *Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*. 2014, Vol. 37 (20): 4790-4797.
2. M. Yusi Prilina Bertus, Suherman, dan Sri Mulyani Sabang. Karakterisasi FTIR

- Poliblend Adsorben Serbuk Biji Buah Kelor (*Moringa Oleifera*) dan Cangkang Ayam Ras untuk Pengolahan Air Gambut di Daerah Palu Barat. *J. Akademika Kim.* 2014, Vol 3 (1): 243-251.
3. [Bapedalda] Badan Pengendalian Dampak Lingkungan Daerah Kota Padang. 2004. *Laporan Analisa Data Penelitian dan Pengujian Kualitas Air Permukaan (Sungai) di Kota Padang.* Padang.
 4. Dhimas Firmansyaf A, Bambang Yulianto, dan Sri Sedjati. Studi Kandungan Logam Berat Besi (Fe) dalam Air, Sedimen dan Jaringan Lunak Kerang Darah (*Anadara granosa linn*) di sungai Morosari dan Sungai Gonjol Kecamatan Sayung, Kabupaten Demak. *Journal of Marine Research.* 2013, Vol. 2 (2): 45-54.
 5. Zilfa, Rahmayeni, Upita Septiani, Novesar Jamarun, Muhammad Lucky Fajri. Utilization Natural Zeolyte from West Sumatera For TiO₂ Support in Degradation of Congo Red and A Waste Simulation by Photolysis. *Der Pharmacia Lettre.* 2017, Vol. 9 (5): 1-10.
 6. Zilfa, Yulizar Yusuf, Safni, Wilda Rahmi. Degradasi Pestisida (Permetri) Dengan Metode Ozonolisis Menggunakan TiO₂/Zeolit Sebagai Katalis. 2013.
 7. Zilfa, Hamzar Suyani, Safni dan Novesar Jamarun. Penggunaan Zeolit sebagai Pendegradasi Senyawa Permetrin dengan Metoda Fotolisis. *Jurnal Natur Indonesia.* 2011, Vol. 14(1): 14-18.
 8. Kuntum Khaira. Penentuan Kadar Besi (Fe) Air Sumur dan Air PDAM dengan Metode Spektrofotometri. *Jurnal Sainstek.* 2013, Vol. 5 (1): 17-23.
 9. Praditiya Bagaskara, R. Djarot Sugiarto, Fredy Kurniawan. Metode Analisis Besi melalui Optimasi Kemampuan Agen Pereduksi NH₂OH.HCl dan C₆H₈N₂. *Akta Kimia Indonesia.* 2020, Vol 5 (1): 9-21.
 10. Zilfa, Hamzar Suyani, Safni dan Novesar Jamarun. Degradasi Senyawa Permetrin secara Fotolisis dengan TiO₂-Anatase sebagai Katalis. *Jurnal Sains Materi Indonesia Indonesian Journal of Materials Science.* 2010, Vol. 11 (2): 107 – 111.
 11. Made Sutha Negara, Nengah Simpen, dan Ewa Satriawijaya. Reduksi Ion Kromium Heksavalen menggunakan Fotokatalis Zeolit Alam Terembakan TiO₂ dan Radiasi Sinar UV. *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry).* 2019, Vol. 7 (2): 2302-7274.
 12. Mukaromah A.H., Maharani E.T. Perbedaan Degradasi Ion Cr(VI) dengan Penyinaran UV dan tanpa Penyinaran UV. 2008, Vol. 1 (1).
 13. Michelle Poluakan , Audy Wuntu, Meiske S. Sangi. Aktivitas Fotokatalitik TiO₂-Karbon Aktif dan TiO₂-Zeolit pada Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow. *Jurnal Mipa Unsrat Online.* 2015, Vol. 4 (2): 137-140.
 14. M. R. Hoffmann, S. T. Martin, w. Choi, and D. W. Bahnemann. *Environmental Applications Of Semiconductor Photocatalysis.* Chem Rev, American Chemical Society. 2010, Vol. 95 No.1.
 15. SNI 6989.73-2009. Cara Uji Kebutuhan Oksigen Kimia (Chemical Oxygen Demand/ COD). Badan Standardisasi Nasional. ICS.13.060.50.
 16. SNI 6989.72:2009. Cara Uji Kebutuhan Oksigen Biokimia (Biochemical Oxygen Demand/ BOD). Badan Standardisasi Nasional. ICS.13.060.50.
 17. SNI 06-6989.3-2004. Cara uji padatan tersuspensi total (Total Suspended Solid, TSS) secara gravimetric. Badan Standardisasi Nasional. ICS 13.060.50.

IDENTIFIKASI METABOLIT SEKUNDER DAN UJI ANTIBAKTERI DARI DAUN SALAM (*SYZYGIVM POLYANTHUM* (WIGHT) WALP.)

Norman Ferdinal, Bustanul Arifin, Rahma Ayni*

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163
*E-mail: rahmaayni79@gmail.com

Abstract : Daun salam *Syzygium polyanthum* (Wight) Walp. merupakan genus dari Myrtaceae banyak dimanfaatkan oleh masyarakat sebagai antibakteri, terapi hipertensi, diabetes, asam urat, diare dan hiperlipidemia. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kandungan metabolit sekunder dan antibakteri dari ekstrak daun salam. Ekstraksi daun salam dilakukan dengan metode maserasi bertingkat menggunakan pelarut heksana, etil asetat dan metanol yang memiliki sifat kepolaran yang berbeda. Kadar ekstrak heksana, etil dan metanol yang didapatkan berturut-turut yaitu: 5,49%, 3,87%, dan 6,54%. Metabolit sekunder yang didapatkan pada ekstrak heksana alkaloid dan steroid. Pada ekstrak etil asetat dan ekstrak metanol, terkandung senyawa flavonoid, fenolik, alkaloid, triterpenoid, dan steroid. Pengujian aktivitas antibakteri dilakukan dengan metode difusi kertas cakram. Hasil uji aktivitas antibakteri yang memiliki kemampuan paling besar terdapat pada ekstrak etil asetat dengan konsentrasi 60% dan ukuran zona bening 6,49 mm pada bakteri *Staphylococcus aureus*.

Kata Kunci: Maserasi bertingkat, *Syzygium polyanthum* (Wight) Walp., Antibakteri

1. Pendahuluan

Indonesia terkenal dengan kekayaan alam yang memiliki berbagai jenis tumbuhan yang berkhasiat sebagai obat. Obat tradisional telah dikenal dan digunakan secara turun-temurun oleh masyarakat Indonesia. Masyarakat yang jauh dari pelayanan kesehatan pada umumnya memanfaatkan tanaman sebagai obat, salah satunya adalah daun salam (*Syzygium polyanthum* (Wight) Walp.)[1]. Manfaat daun salam diantaranya sebagai antibakteri, terapi hipertensi, diabetes, asam urat, diare dan hiperlipidemia[2].

Daun salam menunjukkan adanya senyawa flavonoid, terpenoid dan fenolik, ekstrak metanolnya mengandung flavonoid dan fenol[3]. Salah satu senyawa utama yang terkandung di dalam daun salam adalah flavonoid. Flavonoid adalah senyawa polifenol yang memiliki manfaat sebagai antivirus, antibakteri, antialergik, antiinflamasi, antitumor, dan antioksidan sebagai sistem pertahanan tubuh. Aktivitas antibakteri dari daun salam diduga karena adanya senyawa flavonoid, tanin, dan minyak atsiri yang dapat menghambat pertumbuhan bakteri[4,5].

Daun salam juga mengandung beberapa vitamin, di antaranya vitamin C, vitamin A, vitamin E, *thiamin*, *riboflavin*, *niacin*, vitamin B6, vitamin B12, dan asam folat. Beberapa mineral pada daun

salam yaitu selenium, kalsium, magnesium, seng, sodium, potassium, besi, dan fosfor[6].

Berdasarkan studi pustaka yang telah dilakukan diketahui pada ekstrak etanol daun salam memiliki aktivitas farmakologi[5]. Oleh karena itu, dilakukan ekstraksi pada daun salam menggunakan pelarut heksana, etil asetat dan metanol dengan metode maserasi bertingkat dan dilakukan uji aktivitas antibakteri menggunakan metode difusi cakram terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*.

2. Metodologi Penelitian

2.1. Alat

Alat yang digunakan peralatan gelas, gerinda, neraca analitik, seperangkat alat distilasi, botol reagen berwarna gelap, *rotary evaporator*, penangas, kertas saring, cawan petridish, jarum ose, pingset, kertas cakram, tabung reaksi, bunsen, *autoclave*, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, jangka sorong digital, inkubator.

2.2. Bahan

Bahan yang digunakan sampel kering daun salam (*Syzygium polyanthum*), pelarut heksana, etil asetat, dan metanol yang sudah didestilasi. Pereaksi uji fitokimia identifikasi flavonoid (asam klorida p.a. dan serbuk magnesium), identifikasi fenolik (besi(III)klorida),

identifikasi saponin (asam klorida 2N), identifikasi alkaloid (kloroform, amoniak 0,05 M asam sulfat 2 N, pereaksi Mayer), identifikasi terpenoid dan steroid menggunakan pereaksi *Liebermann-Burchard* (anhidrida asetat dan asam sulfat p.a.). Uji antibakteri menggunakan media Nutrien Agar (NA), media Muller Hinton Agar (MHA), akuades, spiritus, etanol 70%, bakteri *Staphylococcus aureus* dan bakteri *Escherichia coli*.

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Persiapan sampel dan identifikasi sampel

Daun salam (*Syzygium polyanthum*) segar didapatkan di Kota Padang Prov. Sumatera Barat. Sampel daun segar dipotong-potong, dan dikering anginkan selama beberapa minggu pada udara terbuka tanpa terkena cahaya matahari langsung, lalu sampel dihaluskan dengan alat gerinda dan didapatkan sampel dalam bentuk bubuk kering. Bagian ranting dan daun pada tumbuhan diidentifikasi di Herbarium Universitas Andalas.

2.3.2 Ekstraksi sampel

Sampel kering daun salam didapatkan 1300 g, diekstrak dengan cara maserasi secara bertahap didalam botol reagen gelap. Sampel dimaserasi menggunakan pelarut heksana sampai ekstrak sudah mulai bening atau tidak memiliki bercak pada kaca arloji. Hasil filtrat diuapkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 40°C kemudian ekstrak kental dikeringkan. Ampas hasil maserasi pelarut heksana dikeringanginkan, setelah kering dilanjutkan maserasi dengan menggunakan pelarut etil asetat, filtrat yang dihasilkan dilakukan perlakuan yang sama dengan ekstrak pada heksana. Setelah didapatkan ekstrak kental pelarut etil asetat dilanjutkan untuk pelarut metanol dengan cara yang sama.

2.3.3 Pengujian Fitokim

Ekstrak heksana, etil asetat, dan metanol daun salam dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 5 mL kloroform dan 5 mL akuades lalu dikocok. Larutan dibiarkan hingga terbentuk dua lapisan kloroform dan air. Lapisan kloroform dibagian bawah digunakan untuk pemeriksanan senyawa terpenoid dan steroid, sedangkan lapisan air dibagian atas digunakan untuk pemeriksanan senyawa flavonoid, fenolik dan saponin.

a. Uji flavonoid

Lapisan air diambil sebanyak 1 mL dimasukkan kedalam tabung reaksi lalu ditambahkan asam klorida pekat dan beberapa butir bubuk magnesium. Terbentuk warna merah menunjukkan adanya flavonoid.

b. Uji Fenolik

Lapisan air diambil sebanyak 1 mL dimasukkan kedalam tabung reaksi ditambahkan larutan besi (III) klorida. Ciri khas fenolik membentuk kompleks dengan besi (III) klorida menimbulkan warna hijau sampai biru menunjukkan adanya fenolik.

c. Uji Saponin

Lapisan air diambil 2 mL dan dimasukkan kedalam tabung reaksi. Selanjutnya dikocok kuat-kuat, terbentuknya busa yang tidak hilang dengan penambahan beberapa tetes asam klorida 2 N menunjukkan adanya saponin.

d. Uji Triterpenoid dan Steroid

Lapisan kloroform diteteskan pada dua lubang plat tetes. Pada lubang pertama ditambah asam sulfat pekat dan anhidrida asetat, lubang kedua dijadikan sebagai pembanding. Pewarnaan merah memberikan indikasi positif triterpenoid sementara warna biru atau hijau memberikan indikasi positif steroid.

e. Uji Alkaloid

Ekstrak heksana, etil asetat, dan metanol daun salam dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 5 mL kloroform-amoniak 0,05 N lalu ditambah asam sulfat 2 N, dikocok perlahan dan dibiarkan sehingga terbentuk dua lapisan. Lapisan asam dipisahkan dan dimasukkan kedalam tabung reaksi lain lalu ditambahkan pereaksi Mayer. Uji positif alkaloid ditandai dengan timbulnya endapan berwarna putih.

2.3.4 Uji Aktivas Antibakteri

a. Pembuatan sampel uji antibakteri

Ekstrak heksana ditimbang 3000 mg dilarutkan sampai 5 mL pelarut heksana. Didapatkan larutan induknya 60%, lalu dilakukan pengenceran bertingkat untuk mendapatkan konsentrasi 50, 40, 30, 20, dan 10% dalam labu 5 mL. Hal yang sama dilakukan untuk ekstrak etil asetat dan ekstrak metanol.

b. Pembuatan Kontrol Positif dan Negatif
 Kloramfenikol ditimbang sebanyak 15 mg bubuk obat kloramfenikol dan dilarutkan sampai 5 mL akuades. Didapatkan kloramfenikol sebagai kontrol positif dengan konsentrasi 0,25 %.

Kontrol negatif yang digunakan adalah pelarut dari masing-masing ekstrak yaitu heksana, etil asetat, dan metanol.

c. Peremajaan bakteri uji

Nutrien agar (NA) ditimbang sebanyak 2 g dan dilarutkan dengan 100 mL akuades, dipanaskan dan diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga homogen. Sebanyak 5 mL media NA dituang kedalam tabung reaksi dan disterilkan dengan *autoclave* pada suhu 121°C selama 10 menit. Tabung reaksi kemudian dimiringkan dan media NA dibiarkan memadat pada suhu ruang. Bakteri uji (*Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*) diambil 1-2 ose kemudian digoreskan masing-masing pada media NA miring dan diinkubasi pada suhu 37°C selama 24 jam.

d. Pembuatan suspensi bakteri uji

Bakteri uji diambil beberapa ose dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berisi 5 mL NaCl fisiologis dan diaduk sampai homogen, didapatkan suspensi bakteri.

e. Pembuatan media MHA

Media MHA sebanyak 7,2 g dilarutkan dalam 200 mL akuades. Dipanaskan pada suhu 210°C dan diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga homogen. Disterilisasi dengan *autoclave* pada suhu 121°C selama 10 menit. Dituang kedalam cawan petri sebanyak ±20 mL dan dibiarkan memadat pada suhu ruang.

f. Uji antibakteri

Uji antibakteri dilakukan dengan memipet suspensi bakteri sebanyak 500 µL kedalam cawan petri yang telah berisi media MHA yang telah memadat. Lalu di-*swab* dengan kapas sampai suspensi bakteri menyebar rata pada permukaan media MHA, pada kertas cakram ditetesi dengan 10 µL larutan sampel uji dan kertas cakram diletakkan diatas pada permukaan media MHA. Sekeliling cawan petri diberi plastik warp dan cawan petri diinkubasi selama 24 jam pada suhu 37°C, zona bening yang terbentuk diukur menggunakan jangka sorong digital.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Persiapan Sampel dan Identifikasi Sampel

Berdasarkan hasil identifikasi tumbuhan di Herbarium Universitas Andalas (ANDA) melalui surat Nomor 277/K-ID/ANDA/VIII/2020 diketahui bahwa sampel yang digunakan termasuk kedalam famili Myrtaceae, spesies *Syzygium polyanthum* (Wight) Walp.

3.2. Ekstraksi Sampel

Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi bertingkat yang menggunakan pelarut heksana lalu dilanjutkan dengan etil asetat dan metanol. Banyak daun salam yang digunakan untuk maserasi ini 1300 gram sampel kering. Hasil ekstraksi daun salam dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil ekstraksi daun salam

Jenis Pelarut	Jumlah Ekstrak (gram)	Kadar Ekstrak (%)
Heksana	71,3619	5,49
Etil Asetat	50,3653	3,87
Metanol	85,0029	6,54

Berdasarkan hasil dari Tabel 1 jumlah ekstrak yang didapatkan berbeda berdasarkan pelarut yang digunakan. Hal ini terjadi karena pelarut yang digunakan memiliki kepolaran yang berbeda. Heksana yang bersifat non polar, etil asetat bersifat semi polar dan metanol bersifat polar. Pelarut heksana akan menarik senyawa non polar, etil asetat menarik senyawa semi polar dan metanol akan menarik senyawa polar tanpa ada gangguan yang ikut terekstrak dari senyawa golongan lain.

3.3 Pengujian Fitokimia

Tabel 2. Hasil uji fitokimia daun salam

Kandungan Metabolit Sekunder	Hasil		
	Ekstrak Heksana	Ekstrak Etil Asetat	Ekstrak Metanol
Flavonoid	-	+	+
Fenolik	-	+	+
Saponin	-	-	-
Alkaloid	+	+	+
Triterpenoid	-	+	+
Steroid	+	+	+

Ket : + (mengandung metabolit sekunder)

- (tidak mengandung metabolit sekunder)

Berdasarkan data pada Tabel 2 dapat diketahui bahwa pada ekstrak heksana mengandung senyawa metabolit sekunder alkaloid dan steroid. Ekstrak etil asetat dan metanol mengandung senyawa metabolit sekunder flavonoid, fenolik, alkaloid, triterpenoid, dan steroid. Hasil ini berbeda dengan Wilapangga mendapatkan hasil fitokimia ekstrak metanol daun salam yaitu alkaloid, flavonoid, saponin, steroid, terpenoid dan tanin[7]. Hasil ini terjadi karena kandungan fitokimia pada setiap jenis daun salam berbeda-beda.

3.4 Uji Antibakteri

Uji aktivitas antibakteri dari ekstrak heksana, etil asetat, dan metanol menggunakan metode difusi cakram. Sampel uji dibuat dengan melarutkan ekstrak dengan masing-masing pelarutnya. Pelarut yang digunakan yaitu heksana, etil asetat, dan metanol yang tidak memiliki aktivitas antibakteri sehingga juga dapat digunakan sebagai kontrol negatif untuk uji antibakteri ini. Kontrol positif yang digunakan adalah kloramfenikol.

Peremajaan bakteri menggunakan media NA (nutrient agar) karena media ini mengandung nutrisi yang dapat mendukung pertumbuhan bakteri. Bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* ini diremajakan dan diinkubasi selama 18-24 jam karena menurut Dwidjoseputro dalam waktu 24 jam itu dimungkinkan bakteri melakukan pembelahan secara konstan dan jumlah sel meningkat[8]. Peremajaan bakteri dilakukan untuk mendapatkan bakteri yang aktif karena bakteri dalam keadaan inaktif di dalam lemari pendingin yang menjadikan bakteri ini akan kurang optimal ketika digunakan[9].

Tabel 3 Hasil uji antibakteri daun salam

Sampel	Konsentrasi (%)	Zona Bening (mm)	
		<i>S. aureus</i>	<i>E. coli</i>
Ekstrak heksana	10	1,54	0,87
	20	1,84	0,95
	30	1,89	1,08
	40	2,85	1,36
	50	3,51	1,46
	60	4,33	1,85
Ekstrak etil asetat	10	2,82	0,48
	20	3,96	0,99
	30	4,34	1,25

Ekstrak metanol	40	4,49	1,26
	50	4,66	1,43
	60	6,49	1,94
	10	1,54	1,27
	20	2,30	1,28
	30	2,45	1,40
Kontrol (+)	40	2,78	1,50
	50	3,79	1,66
	60	4,52	3,08
Kontrol (-)	0,25	22,47	21,88
Heksana	-	0	0
Etil asetat	-	0	0
Metanol	-	0	0

Berdasarkan hasil Tabel 3 dapat diketahui bahwa daun salam memiliki aktivitas antibakteri terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. Pada bakteri *Staphylococcus aureus* yang memiliki zona bening paling besar yaitu pada ekstrak etil asetat dengan besar zona 6,49 mm, dan pada bakteri *Escherichia coli* zona yang paling besar pada ekstrak metanol dengan 3,08 mm. Menurut Davis dan Stout diameter zona bening kurang dari 5 mm dikategorikan lemah, diameter 5-10 mm dikategorikan sedang, diameter 10-20 mm dikategorikan kuat dan lebih dari 20 mm dikategorikan sangat kuat[10]. Bakteri *Escherichia coli* memiliki zona bening yang lebih kecil dibandingkan pada bakteri *Staphylococcus aureus*, ini dapat terjadi karena bakteri gram negatif memiliki lapisan dinding sel yang lebih kompleks dibandingkan bakteri gram positif[11].

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan terhadap daun salam, dapat disimpulkan senyawa metabolit pada ekstrak heksana mengandung alkaloid dan steroid, pada ekstrak etil asetat dan metanol mengandung senyawa metabolit sekunder flavonoid, fenolik, alkaloid, triterpenoid, dan steroid. Kadar ekstrak daun salam yang paling banyak didapatkan pada ekstrak metanol sebesar 6,54%. Aktivitas antibakteri menggunakan metode difusi cakram, zona bening yang paling besar terdapat pada bakteri *Staphylococcus aureus* ekstrak etil asetat konsentrasi 60% besar zona 6,49 mm dan pada bakteri *Escherichia coli* metanol konsentrasi 60% besar zona 3,08 mm.

Referensi

1. Bahriul, P., **2014**, Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Daun Salam (*Syzygium polyanthum*) Dengan Antiooxidant Activity Test Of Bay Leave (*Syzygium Polyanthum*) Extract Using, 3, 143–149.
2. Agustina, R., **2015**, Aktivitas Ekstrak Daun Salam (*Eugenia polyantha*) sebagai Antiinflamasi pada Tikus Putih (*Rattus norvegicus*)., *J. Trop. Pharm. Chem*, 3, 120–123.
3. Rizki, M. I. & Hariandja, E. M., **2016**, Review: Aktivitas Farmakologis ,Senyawa Aktif, dan Mekanisme Kerja Daun Salam (*Syzygium polyanthum*).
4. Susilowati, I. T. & Harningsih, T., **2017**, Potensi Ekstrak Daun Salam (*Syzygium polyanthum*) Sebagai Pengawet pada Ikan Layur (*Trichiurus Sp.*). *J. Kesehat. Kusuma Husada* 116–122.
5. Novira, P. P., Febrina, E., **2018**, Review Artikel: Tinjauan Aktivitas Farmakologi Ekstrak Daun Salam (*Syzygium polyanthum* (Wight.) Walp), *Farmaka*, 16, 288–297.
6. Harismah, K. & Chusniatun, **2016**, Pemanfaatan Daun Salam (*Eugenia polyantha*) Sebagai Obat Herbal Dan Rempah Penyedap Makanan, *War. LPM* 19, 110–118.
7. Wilapangga, A. & Sari, L. P., **2018**, Analisis Fitokimia dan Antioksidan Metode DPPH Ekstrak Metanol Daun Salam (*Eugenia polyantha*), *IJOB*, 2, 19–24.
8. Maharani, M. D., Gama, S. I., Masruhim, M. A., Farmasi, F. & Mulawarman, U., **2017**, Uji Aktivitas Antibakteri Kombinasi Ekstrak Etanol Daun Kelor (*Moringa oleifera Lam*) dan Daun Salam (*Syzygium polyanthum Walp.*), *Proceeding 6th Mulawarman Pharm. Conf.*, 48–53.
9. Charlena, Haris, A. & Karwati, **2009**, Degradasi Hidrokarbon pada Tanah Tercemar Minyak Bumi dengan Isolat A10 dan D8., *Biosains*, 124–136.
10. Lalamentik, G. J., Wewengkang, D. S. & Rotinsulu, H., **2017**, Aktivitas Antibakteri Ekstrak Karang Lunak *Klyxum Sp.* yang Diperoleh dari Teluk Manado., *J. Ilm. Farm.*, 6, 46–56.
11. Suryati, N. & Bahar, E., **2017**, Uji Efektivitas Antibakteri Ekstrak Aloe vera Terhadap Pertumbuhan *Escherichia coli* Secara In Vitro ., *J. Kesehat. Andalas*, 6, 518–522.

PENENTUAN KANDUNGAN METABOLIT SEKUNDER, UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERI DAN SITOTOKSIK EKSTRAK DAUN SUNGKAI (*Peronema canescens* Jack)

Adlis Santoni*, Ilham Pratama, Afrizal

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Andalas
Jurusan Kimia FMIPA UNAND, Kampus Limau Manis, 25163.

*E-mail: adlis_1962@yahoo.com

Abstrak: Sungkai (*Peronema canescens* Jack) adalah tumbuhan obat yang telah digunakan sebagai obat pilek, demam, cacingan, pencegah sakit gigi, sakit perut, antiseptik, perawatan kulit dan antiplasmodium. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa metabolit sekunder pada ekstrak daun sungkai serta menentukan aktivitas antibakteri dan sitotoksiknya. Ekstrak daun sungkai diperoleh secara maserasi bertingkat dengan pelarut heksana, etil asetat dan metanol, kemudian dilakukan skrining fitokimia terhadap ekstrak tersebut. Pengujian aktivitas antibakteri dilakukan dengan metode difusi cakram terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* serta pengujian aktivitas sitotoksik dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) terhadap larva udang *Artemia salina* Leach. Hasil skrining fitokimia menunjukkan ekstrak heksana mengandung senyawa alkaloid, ekstrak etil asetat mengandung senyawa fenolik dan steroid, ekstrak metanol mengandung senyawa flavonoid, fenolik, saponin dan steroid. Pada pengujian aktivitas antibakteri, ekstrak metanol bersifat sedang dalam menghambat pertumbuhan bakteri *S. aureus* pada konsentrasi 5, 10 dan 20% b/v dengan diameter zona hambatnya 6,13; 6,83 dan 7,66 mm, sedangkan ekstrak heksana dan etil asetat bersifat lemah. Dalam menghambat pertumbuhan bakteri *E. coli* semua ekstrak bersifat lemah, dimana diameter zona hambat paling besar terjadi pada ekstrak etil asetat konsentrasi 20% b/v sebesar 4,69 mm. Dari pengujian aktivitas sitotoksik, ekstrak heksana, etil asetat dan metanol bersifat toksik dengan nilai LC₅₀ 961,612; 492,266 dan 578,096 mg/L. Perbedaan nilai LC₅₀ ini disebabkan perbedaan kandungan senyawa metabolit sekunder pada tiap ekstrak, sehingga juga menghasilkan aktivitas sitotoksik yang juga berbeda.

Kata kunci: *Peronema canescens* Jack, antibakteri, sitotoksik

1. Pendahuluan

Indonesia adalah salah satu negara yang memiliki kekayaan alam tumbuhan dalam jumlah yang besar. Kekayaan alam tumbuhan di Indonesia memiliki potensi yang salah satunya sebagai tumbuhan obat [1]. Tumbuhan obat merupakan tumbuhan yang memiliki kandungan senyawa bioaktif yang bermanfaat dalam pengobatan suatu penyakit tertentu. Penggunaan tumbuhan obat harus dikelola dengan baik sepanjang pemanfaatannya dilakukan secara rasional dengan memperhatikan kebutuhan generasi masa kini dan masa yang akan datang [2].

Penggunaan tumbuhan obat sudah dikenal sejak ribuan tahun lalu. Resep obat ini diwariskan secara turun-temurun, yang awalnya hanya dikenal dikalangan tertentu kemudian menyebar hingga masyarakat luas [3].

Adanya kecenderungan gaya hidup *back to nature* membuat tumbuhan obat semakin meningkat pemakaiannya [4]. Kecenderungan ini didasari oleh karena semakin mahalnya harga obat-obatan modern yang menyebabkan masyarakat mulai mencari alternatif pengobatan lain yang murah dan mudah didapatkan serta khasiatnya pun juga tidak kalah manjur [5].

Salah satu tumbuhan obat di Indonesia adalah sungkai (*Peronema canescens* Jack), dimana yang dimanfaatkan sebagai obat adalah bagian daunnya. Populasi tumbuhan sungkai tersebar di wilayah Sumatera, Kalimantan dan Jawa Barat [6]. Secara tradisional daun sungkai telah digunakan oleh masyarakat sebagai obat pilek, demam [6-10], obat cacingan, sebagai air mandian bagi wanita setelah bersalin, sebagai obat pencegah sakit gigi [6-9], obat sakit perut, antiseptik [9],

perawatan kulit [10] dan obat antiplasmodium [6,10].

Kemampuan daun sungkai sebagai obat tradisional disebabkan oleh kandungan senyawa kimia di dalamnya. Kandungan senyawa inilah yang mempunyai kemampuan bioaktivitas, sehingga terbukti berpotensi sebagai bahan obat terhadap penyakit tertentu. Beberapa senyawa kimia yang terkandung dalam daun sungkai diantaranya flavonoid glikosida (3',4',5-trihidroksi-7-metoksiflavon-3-O-glukopiranosilara-binosida), fenolik akteosida [11], β -sitosterol, β -amyrin, phytol, dan 7 tipe chlerodane senyawa diterpenoid: Peronemin B₂, A₂, B₁, C₁, B₃, A₃ dan D [12].

Beberapa penelitian sebelumnya yang telah dilakukan membuktikan adanya potensi bioaktivitas pada daun sungkai. Ibrahim dan Kuncoro (2012) telah melaporkan bahwa ekstrak metanol daun sungkai berpotensi menghambat pertumbuhan bakteri *Streptococcus mutans*, *Salmonella thyposa*, *Bacillus subtilis* dan *Staphylococcus aureus*. Penelitian Nawawi (2018) melaporkan bahwa ekstrak metanol daun sungkai dinilai prospektif sebagai agen kuratif antikanker karena aktivitas antiproliferasinya tergolong tinggi terhadap sel kanker serviks HeLa dan sel kanker payudara MCF7.

Dari penggunaan daun sungkai secara tradisional serta penelitian sebelumnya yang telah dilakukan menunjukkan adanya potensi daun sungkai sebagai antibakteri dan sitotoksik. Potensi bioaktivitas tersebut dipengaruhi oleh senyawa metabolit sekunder yang terkandung didalamnya. Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi terhadap daun sungkai secara maserasi bertingkat dengan beberapa pelarut yang berbeda kepolarannya dan penentuan aktivitas antibakteri dengan metode difusi cakram terhadap bakteri uji *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* serta aktivitas sitotoksik dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) terhadap larva udang *Artemia salina* Leach. Dilakukannya pengujian bioaktivitas agar diketahui bagaimana potensi daun sungkai sebagai tumbuhan obat, terutama sebagai antibiotik dalam menghambat pertumbuhan bakteri patogen dan sebagai antikanker dalam menghambat dan merusak sel tumor atau selkanker.

2. Metodologi Penelitian

2.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah grinder, timbangan, neraca analitik, botol berwarna gelap, peralatan distilasi pelarut, kertas saring, rotary evaporator Heidolp WB 2000, wadah ekstrak, plat KLT, pipa kapiler, tabung reaksi, *chamber*, lampu UV (λ 254 nm dan 365 nm), plat tetes, kertas cakram berukuran 5 mm, autoklaf, cawan petri, pipet mikro, jarum ose, spiritus, bunsen, *laminar air flow*, *magnetic stirrer*, hot plate, inkubator, *cotton bud*, kaca arloji, jangka sorong, *vortex mixer*, vial, wadah pembiakan larva udang *Artemia salina* Leach, lampu, *aerator* dan peralatan gelas yang umum digunakan dilaboratorium.

2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel daun sungkai, pelarut heksana, etil asetat dan metanol yang telah didistilasi, bahan yang digunakan untuk uji fitokimia yaitu akuades, kloroform, HCl pekat, bubuk magnesium, larutan FeCl₃ 5%, pereaksi *Liebermann-Burchard*, larutan kloroform-amonia 0,05 M, pereaksi Mayer, H₂SO₄ 2N dan NaOH 1%, bahan yang digunakan untuk uji aktivitas antibakteri yaitu bakteri uji *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*, media Nutrient Agar (NA), media *Mueller-Hinton* Agar (MHA), NaCl fisiologis, chloramphenicol dan alkohol 70%, bahan yang digunakan untuk uji aktivitas sitotoksik yaitu larva udang *Artemia salina* Leach, air laut dan Dimetil Sulfoksida (DMSO).

2.3 Persiapan Sampel dan Identifikasi Tumbuhan Sungkai

Sampel daun sungkai yang digunakan diperoleh di daerah Kecamatan Enam Lingsung, Kabupaten Padang Pariaman, Provinsi Sumatera Barat. Sebanyak 5500 gram sampel segar daun sungkai dikeringanginkan pada tempat yang tidak terkena cahaya matahari secara langsung. Setelah kering sampel dihaluskan menggunakan grinder hingga berbentuk bubuk dan ditimbang. Sampel berupa bubuk kemudian digunakan untuk tahapan ekstraksi. Sebagian sampel tumbuhan sungkai dilakukan identifikasi di Herbarium Universitas Andalas (ANDA) Jurusan Biologi FMIPA Universitas Andalas.

2.4 Uji Kandungan Metabolit Sekunder

Sebanyak 2 gram daun sungkai dipotong halus, dimasukkan ke dalam tabung reaksi lalu dilarutkan dengan 5 mL metanol dan dipanaskan diatas nyala spiritus kemudian disaring. Filtrat lalu ditambahkan kloroform:air (1:1) masing-masing sebanyak 3 mL, selanjutnya dikocok dan dibiarkan sampai terbentuk dua lapisan. Lapisan air (bagian atas) untuk pemeriksaan senyawa flavonoid, fenolik dan saponin sedangkan lapisan kloroform (bagian bawah) digunakan untuk pemeriksaan senyawa triterpenoid dan steroid [13].

a. Pemeriksaan Flavonoid

Sebanyak 1 mL lapisan air dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan asam klorida pekat dan beberapa butir serbuk magnesium. Jika terbentuknya warna jingga sampai merah menandakan adanya senyawa flavonoid [14].

b. Pemeriksaan Fenolik

Sebanyak 1 mL lapisan air dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambah larutan besi (III) klorida ($FeCl_3$) dan diamati perubahan warna larutan. Apabila larutan berwarna biru hingga hijau pekat menandakan adanya senyawa fenolik [15].

c. Pemeriksaan Saponin

Sebanyak 1 mL lapisan air dimasukkan kedalam tabung reaksi dan dikocok. Apabila terbentuk busa yang tidak hilang (\pm 5 menit) setelah penambahan beberapa tetes asam klorida pekat, menandakan adanya senyawa saponin [16].

d. Pemeriksaan Triterpenoid dan Steroid

Lapisan kloroform dipipet dan ditetaskan pada lubang plat tetes, kemudian ditambah 2 tetes pereaksi *Liebermann-Burchard*. Apabila terbentuk cincin merah atau ungu, menandakan adanya senyawa triterpenoid dan apabila terbentuk cincin hijau atau hijau biru, menandakan adanya senyawa steroid [14].

e. Pemeriksaan Alkaloid

Sebanyak 2 gram daun sungkai dipotong halus, digerus dalam lumpang kemudian ditambahkan 5 mL kloroform dan 5 mL kloroform-amonia 0,05 M, diambil filtratnya, lalu ditambah asam sulfat 2 N

dan dikocok, di biarkan hingga terbentuk 2 lapisan. Diambil lapisan asam sulfat (bagian atas) dan ditambahkan pereaksi Mayer. Apabila timbul kabut putih hingga endapan berwarna putih menandakan adanya senyawa alkaloid [15].

f. Pemeriksaan Kumarin

Sebanyak 2 gram daun sungkai digerus dan diekstrak dengan metanol kemudian disaring. Filtratnya ditotolkan pada plat KLT menggunakan pipa kapiler dan dielusi dengan eluen yang sesuai di dalam *chamber*. Plat KLT yang telah dielusi diamati dibawah sinar UV λ 254 nm dan 365 nm. Jika terlihat adanya fluoresensi biru dan setelah disemprot dengan basa, warna biru tersebut bertambah terang maka hal tersebut menandakan adanya senyawa kumarin [17].

2.5 Ekstraksi Daun Sungkai

Sampel bubuk daun sungkai diekstraksi dengan cara maserasi (perendaman) secara bertingkat menggunakan pelarut heksana, etil asetat dan metanol. Sampel dimasukkan kedalam botol berwarna gelap, kemudian direndam dengan heksana selama 3-4 hari, sambil dikocok sesekali untuk menyempurnakan proses ekstraksi, kemudian disaring. Maserasi dilakukan berulang kali, hingga filtrat yang dihasilkan tidak lagi berwarna pekat atau terjadi perubahan warna yang signifikan dari maserasi pertama. Filtrat kemudian diuapkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator* hingga didapatkan ekstrak pekat heksana. Ampas yang didapat dari maserasi dengan heksana, dikeringkan, kemudian dilakukan ekstraksi kembali dengan cara yang sama menggunakan pelarut etil asetat sehingga diperoleh ekstrak pekat etil asetat. Cara ekstraksi yang sama juga dilakukan dengan pelarut metanol, hingga didapat ekstrak pekat metanol. Masing-masing ekstrak yang diperoleh kemudian ditentukan kadarnya dengan rumus:

$$\text{Kadar Ekstrak (\%)} = \frac{\text{Berat Ekstrak}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

2.6 Uji Aktivitas Antibakteri

Uji aktivitas antibakteri ekstrak heksana, etil asetat dan metanol dilakukan dengan metode difusi cakram. Bakteri uji yang digunakan yaitu *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. Prosedur

pengujian ini mengacu pada cara kerja Ibrahim dan Kuncoro (2012) [7], Fransisca dkk (2020) [18] dan Niswah (2014) [19].

a. Persiapan Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam pengujian antibakteri disiapkan dan disterilisasi dengan autoklaf pada suhu 121°C selama 15 menit.

b. Persiapan Larutan Uji, Kontrol Positif dan Kontrol Negatif

Untuk larutan uji, sebanyak 2 gram sampel uji (ekstrak heksana, etil asetat dan metanol) dilarutkan dengan masing-masing pelarutnya dalam labu 10 mL sampai tanda batas dan diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 20% b/v. Kemudian dibuat larutan uji dengan beberapa variasi konsentrasi 20, 10, 5, 2,5 dan 1,25% b/v dengan pengenceran bertingkat. Kontrol positif yang digunakan adalah chloramphenicol 0,3% b/v yang dibuat dengan melarutkan 75 mg chloramphenicol dilarutkan dengan akuades dalam labu 25 mL hingga tanda batas. Kontrol negatif yang digunakan adalah pelarut heksana, etil asetat dan metanol.

c. Pembuatan Medium Nutrient Agar (NA) Miring

Bubuk medium Nutrien Agar (NA) ditimbang sebanyak 2 gram dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer kemudian dilarutkan dengan 80 mL akuades. Dipanaskan dan diaduk sampai larut sempurna dengan bantuan *magnetic stirrer*. Setelah larut media agar disterilkan dengan autoklaf pada suhu 121°C selama 15 menit. Kemudian disiapkan 2 buah tabung reaksi, dimasukkan media NA ke dalam tabung reaksi tersebut masing-masing sebanyak 10 mL di dalam *laminar air flow*. Tabung reaksi lalu dimiringkan dan dibiarkan medium agar memadat.

d. Peremajaan Bakteri Uji

Bakteri uji yang akan diremajakan diambil dari stok bakteri menggunakan jarum ose dan ditempatkan pada medium Nutrient Agar miring yang sudah memadat. Penempatan bakteri uji ini dilakukan di dalam *laminar air flow*. Setelah menempatkan bakteri uji tersebut, diinkubasi selama 24 jam pada suhu 37°C selama 24 jam di dalam inkubator. Setelah 24 jam bakteri siap digunakan untuk tahap selanjutnya.

e. Pembuatan Suspensi Bakteri Uji

Suspensi bakteri uji dibuat dalam larutan NaCl fisiologis 0,9% b/v dengan melarutkan 225 mg NaCl dalam labu 25 mL dengan akuades sampai tanda batas. Setelah itu, larutan NaCl dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditutup rapat, lalu disterilkan dalam autoklaf pada suhu 121°C selama 15 menit. Kemudian, dimasukkan larutan NaCl yang sudah steril sebanyak 5 mL ke dalam vial, diambil bakteri uji yang telah diremajakan sebanyak 1-2 ose. Suspensi bakteri siap digunakan untuk tahap pengujian.

f. Pembuatan Medium Mueller-Hinton Agar (MHA)

Bubuk medium *Mueller-Hinton Agar* (MHA) ditimbang sebanyak 7,6 gram dan dilarutkan dengan 200 mL akuades, dipanaskan dan diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai larut sempurna. Setelah larut medium MHA disterilkan dalam autoklaf pada suhu 121°C selama 15 menit. Setelah disterilkan, dituangkan medium MHA ke dalam cawan petri di dalam *laminar air flow*, kemudian biarkan medium memadat.

g. Pengujian Aktivitas Antibakteri

Pengujian aktivitas antibakteri dilakukan di dalam *laminar air flow*. Medium MHA yang telah memadat di dalam cawan petri ditetesi dengan 500 µL suspensi bakteri uji dan diratakan dengan *cotton bud*, kemudian dидiamkan hingga kering. Kertas cakram steril berukuran 5 mm dibasahi dengan larutan uji (larutan ekstrak dengan variasi konsentrasi), kontrol positif dan kontrol negatif, lalu ditempatkan kertas cakram tersebut sedemikian rupa diatas medium. Setelah diletakkan, cawan petri ditutup rapat-rapat, diinkubasi selama 24 jam di dalam inkubator. Pengerjaan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan. Adanya zona bening disekitar cakram setelah 24 jam menunjukkan adanya daerah hambatan pertumbuhan bakteri. Diameter zona hambat diukur menggunakan jangka sorong.

2.7 Uji Aktivitas Sitotoksik

Uji aktivitas sitotoksik pada penelitian ini dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) yang mengacu pada prosedur kerja yang dilakukan oleh Meyer dkk (1982) [20] dan Ningdyah (2015) [21].

a. Pembenihan Larva Udang Artemia salina Leach

Air laut dimasukkan ke dalam wadah pembiakan yang terdiri dari dua bagian (bagian gelap dan bagian terang) serta dilengkapi dengan lampu, penutup, dan aerator. Telur udang dimasukkan ke dalam bagian gelap wadah, dinyalakan aerator dan dibiarkan selama 48 jam. Setelah 48 jam, telur akan menetas menjadi larva (nauplius) dan bergerak ke bagian terang wadah. Larva inilah yang akan digunakan sebagai hewan percobaan uji toksisitas pada penelitian ini.

b. Pembuatan Larutan Uji

Sebanyak 100 mg ekstrak heksana, etil asetat dan metanol ditimbang dan dilarutkan dengan masing-masing pelarutnya dalam labu 100 mL sampai tanda batas dan diperoleh konsentrasi larutan induk 1000 mg/L. Larutan uji dibuat dengan beberapa variasi konsentrasi melalui pengenceran bertingkat yaitu konsentrasi 1000, 500, 250, 125, 62,5, 31,25 dan 15,625 mg/L.

c. Pengujian Aktivitas Sitotoksik

Masing-masing larutan uji yang telah disiapkan dengan variasi konsentrasi diambil sebanyak 5 mL dan dimasukkan kedalam botol vial dan diuapkan pelarutnya dengan sempurna. Setelah menguap, kedalam setiap sampel uji dilarutkan dengan 50 µL larutan Dimetil Sulfoksida (DMSO). Kemudian masing-masing sampel ditambahkan 5 mL air laut dan 10 ekor larva udang *A. salina* Leach. Untuk kontrol yang digunakan adalah campuran 50 µL DMSO dengan 5 mL air laut dan dimasukkan kedalamnya 10 ekor larva udang *A. salina* Leach. Dilakukan pengamatan terhadap larva udang didalam larutan sampel dan kontrol

dengan cara menghitung jumlah larva yang mati setelah 24 jam. Jumlah larva yang mati diolah untuk mendapatkan nilai LC₅₀. Percobaan uji aktivitas sitotoksik ini dilakukan dengan 2 kali pengulangan.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Persiapan Sampel dan Identifikasi Tumbuhan Sungkai

Hasil persiapan sampel sebanyak 5500 gram daun sungkai segar diperoleh bubuk keringnya sebanyak 2000 gram. Pengeringan sampel dilakukan dengan dikeringinkan dalam suhu ruang tanpa terkena cahaya matahari. Pengeringangan sampel bertujuan untuk mengurangi kadar airnya sehingga mempermudah proses penggilingan sampel menjadi bentuk bubuk. Sampel dalam bentuk bubuk akan mempermudah proses ekstraksi senyawa metabolit sekunder karena semakin luasnya bidang permukaan pada sampel terhadap pelarut organik [22].

Berdasarkan hasil identifikasi tumbuhan sampel di Herbarium Universitas Andalas (ANDA) Jurusan Biologi FMIPA Universitas Andalas, dalam surat nomor 306/K-ID/ANDA/IX/2020, sampel tumbuhan yang digunakan termasuk dalam famili Lamiaceae, spesies *Peronema canescens* Jack.

3.2 Uji Kandungan Metabolit Sekunder

Uji kandungan metabolit sekunder dilakukan terhadap sampel segar, ekstrak heksana, etil asetat dan metanol daun sungkai. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui golongan senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada daun sungkai dan masing-masing ekstrak. Hasil uji kandungan metabolit sekunder dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Uji Kandungan Metabolit Sekunder

Kandungan Metabolit Sekunder	Pereaksi	Sampel Segar	Ekstrak		
			Heksana	Etil asetat	Metanol
Flavonoid	HCl+bubuk	+	-	-	+
	Mg				
Fenolik	FeCl ₃	+	-	+	+
Saponin	HCl pekat	+	-	-	+
Triterpenoid	Liebermann	-	-	-	-

	-Burchard				
Steroid	Liebermann	+	-	+	+
	-Burchard				
Alkaloid	Mayer	+	+	-	-
Kumarin	NaOH 1%	-	-	-	-

Keterangan : (+) mengandung metabolit sekunder
 (-) tidak mengandung metabolit sekunder

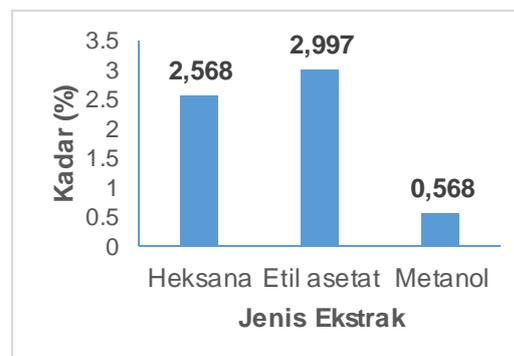
Dari Tabel 1, diketahui bahwa daun sungkai memiliki beberapa kandungan senyawa metabolit sekunder diantaranya flavonoid, fenolik, saponin, steroid dan alkaloid. Pada masing-masing ekstrak terdapat perbedaan kandungan senyawa metabolit sekunder yang teridentifikasi. Senyawa flavonoid dan saponin hanya teridentifikasi di ekstrak metanol saja. Senyawa fenolik dan steroid teridentifikasi di ekstrak etil asetat dan metanol. Sedangkan senyawa alkaloid hanya teridentifikasi di ekstrak heksana saja. Perbedaan ini terjadi karena adanya perbedaan sifat kepolaran senyawa yang terkandung pada daun sungkai, yang mengakibatkan tiap senyawa tersebut cenderung terlarut pada pelarut dengan kepolaran yang sama dengannya sehingga senyawa tersebut dapat teridentifikasi pada masing-masing ekstrak.

3.3 Ekstraksi Daun Sungkai

Sampel daun sungkai yang telah dihaluskan menjadi bubuk dilakukan ekstraksi dengan metode maserasi bertingkat dengan pelarut heksana, etil asetat dan metanol. Penempatan urutan pelarut tersebut bertujuan agar senyawa yang terkandung dalam daun sungkai dapat terekstrak sesuai dengan kepolarannya, yaitu heksana mengekstrak senyawa non polar, etil asetat mengekstrak senyawa semi polar dan metanol mengekstrak senyawa polar [23], sehingga senyawa pada daun sungkai dapat terekstrak dan terdistribusi dengan baik sesuai dengan kepolarannya.

Dari proses ekstraksi yang dilakukan diperoleh 51,361 gram ekstrak heksana, 59,938 gram ekstrak etil asetat dan 11,354 gram ekstrak metanol. Dari hasil ekstraksi diketahui bahwa jumlah ekstrak etil asetat dan heksana lebih banyak dibandingkan dengan ekstrak metanol. Hasil ini

mengindikasikan bahwa pada daun sungkai mengandung senyawa semipolar dan non polar yang lebih mendominasi daripada senyawa polar. Hal ini dapat dilihat dari jumlah kadar ekstrak etil asetat sebesar 2,997%, ekstrak heksana 2,568% sedangkan kadar ekstrak metanol 0,568%. Grafik jumlah kadar ekstrak dapat dilihat pada Gambar 1.



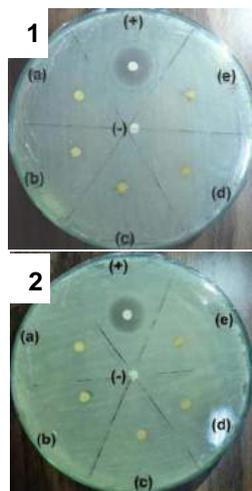
Gambar 1. Persentase Kadar Ekstrak

3.4 Uji Aktivitas Antibakteri

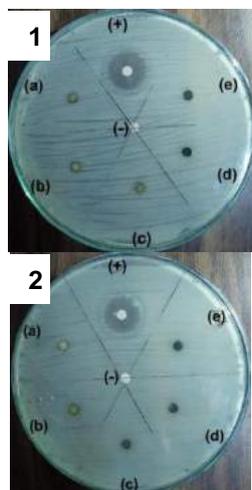
Secara tradisional daun sungkai telah digunakan sebagai obat sakit perut, perawatan kulit [10] dan sebagai antiseptik [9] yang umumnya disebabkan oleh infeksi bakteri *Staphylococcus aureus* [24] dan *Escherichia coli* [25]. Hal ini membuktikan bahwa daun sungkai berpotensi menghambat pertumbuhan bakteri patogen. Pada penelitian ini dilakukan pengujian aktivitas antibakteri ekstrak daun sungkai dengan metode difusi cakram terhadap bakteri uji *S. aureus* dan *E. coli*, mewakili bakteri gram positif dan bakteri gram negatif. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui bagaimana potensi ekstrak daun sungkai dalam menghambat pertumbuhan bakteri tersebut. Adanya aktivitas antibakteri ditunjukkan dengan terbentuknya zona hambat atau zona bening disekitar kertas cakram. Hasil pengamatan uji aktivitas

antibakteri dapat dilihat pada Gambar 2.

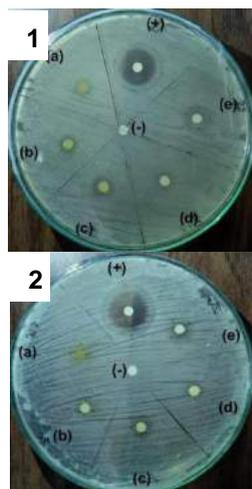
Staphylococcus aureus



Ekstrak Heksana

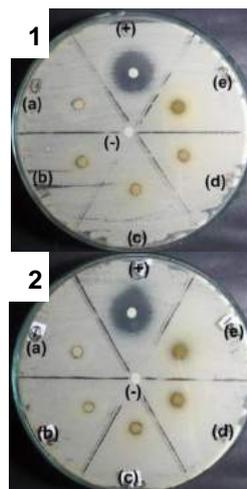
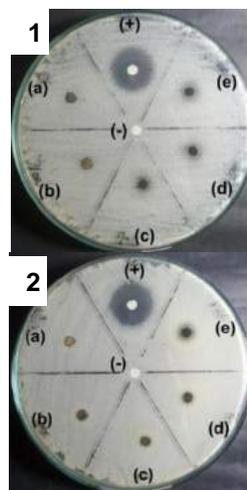
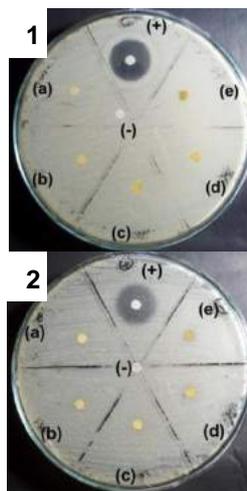


Ekstrak Etil asetat



Ekstrak Metanol

Escherichia coli



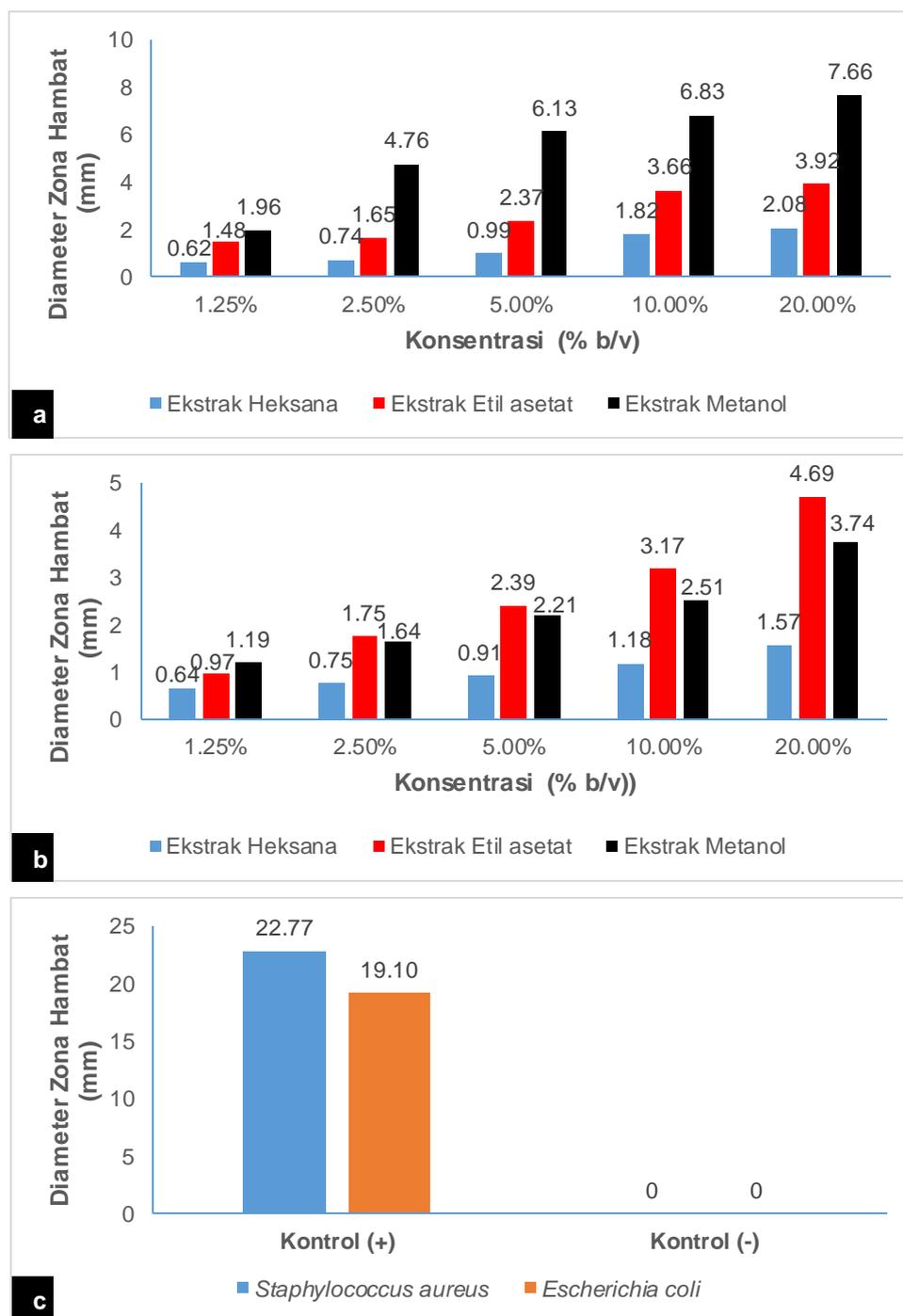
Gambar 4.2 Pengujian Aktivitas Antibakteri: (a) konsentrasi 1,25% b/v; (b) 2,5% b/v; (c) 5% b/v; (d) 10% b/v; (e) 20% b/v; (+) kontrol positif; (-) kontrol negatif; (1) percobaan pertama; (2) percobaan kedua

Dari Gambar 2 diatas, terlihat bahwa zona hambat disekitar kertas cakram memiliki ukuran diameter

tertentu pada masing-masing ekstrak.

Diameter zona hambat aktivitas antibakteri dapat dilihat pada Gambar

3.



Gambar 3. Diameter Zona Hambat Aktivitas Antibakteri: (a) terhadap bakteri *Staphylococcus aureus*; (b) terhadap bakteri *Escherichia coli*; (c) perbandingan dengan kontrol positif dan negatif

Dari Gambar 3 diatas, dapat dilihat bahwa diameter zona hambat cenderung mengalami peningkatan dengan meningkatnya konsentrasi larutan uji. Selain itu terdapat perbedaan ukuran diameter zona hambat terhadap 2 bakteri uji yang dilakukan. Perbedaan diameter zona hambat ini menunjukkan adanya perbedaan kekuatan daya antibakteri. Menurut Davis dan Stout

(1971), kekuatan daya suatu antibakteri jika daerah hambatannya sebesar 20 mm atau lebih termasuk kategori sangat kuat, jika daerah hambatannya 10-20 mm termasuk kategori kuat, jika daerah hambatannya 5-10 mm termasuk kategori sedang dan jika daerah hambatannya 5 mm atau kurang termasuk kategori lemah. Dari penelitian yang telah dilakukan, ekstrak metanol termasuk kategori sedang

dalam menghambat pertumbuhan bakteri *S. aureus* yang terjadi pada konsentrasi 5, 10 dan 20% b/v dengan diameter zona hambatnya masing-masing 6,13, 6,83 dan 7,66 mm, namun pada ekstrak etil asetat dan heksana terkategori lemah dalam menghambat pertumbuhannya. Terhadap bakteri *E. coli* semua ekstrak terkategori lemah dalam menghambat pertumbuhannya, dimana diameter zona hambat terbesar terjadi pada ekstrak etil asetat di konsentrasi 20% b/v dengan diameter zona hambatnya 4,69 mm.

Pada pengujian antibakteri, diameter zona hambat pada bakteri *S. aureus* cenderung lebih besar daripada bakteri *E. coli*. Hal ini sesuai pada perbandingan dengan kontrol positif chloramphenicol 0,3% b/v dimana diameter zona hambatnya di bakteri *S. aureus* sebesar 22,77 mm dan pada bakteri *E. coli* sebesar 19,10 mm. Chloramphenicol adalah suatu golongan obat antibiotik berzona hambat yang luas dan bersifat resistan terhadap pertumbuhan bakteri [19]. Adapun kontrol negatif yang digunakan adalah pelarut masing-masing ekstrak yaitu heksana, etil asetat dan metanol. Pada kontrol negatif tidak terdapat adanya zona hambat. Hal ini membuktikan bahwa terbentuknya zona hambat pada pengujian antibakteri hanya dipengaruhi oleh ekstrak daun sungkai, yang dalam hal ini adalah pengaruh kandungan senyawa metabolit sekunder pada ekstrak tersebut.

Perbedaan kekuatan daya antibakteri ekstrak dipengaruhi oleh perbedaan sifat dari bakteri uji. Bakteri gram positif cenderung lebih sensitif terhadap antibakteri karena struktur dinding selnya lebih sederhana dibandingkan struktur sel bakteri gram negatif sehingga memudahkan senyawa antibakteri untuk masuk ke dalam sel bakteri tersebut [26]. *S. aureus* adalah salah satu bakteri gram positif yang memiliki peptidoglikan pada dinding sel lebih tebal sehingga membentuk suatu struktur yang kaku. Struktur dinding selnya lebih sederhana sehingga memudahkan senyawa antibakteri masuk ke dalam sel dan menemukan sasaran untuk bekerja. Sedangkan bakteri *E. coli* merupakan bakteri gram negatif, dimana kelompok bakteri ini bersifat kurang rentan terhadap

beberapa antibiotik. Hal ini karena struktur dinding selnya relatif lebih kompleks dan berlapis tiga dimana lapisan luar berupa lipoprotein, lapisan tengah berupa lipopolisakarida dan lapisan dalam berupa peptidoglikan [27].

Kemampuan ekstrak daun sungkai sebagai antibakteri dipengaruhi oleh senyawa metabolit sekunder yang terkandung di dalamnya. Pada penelitian ini, ekstrak metanol dan etil asetat dinilai memiliki aktivitas antibakteri yang lebih baik daripada ekstrak heksana, dilihat dari diameter zona hambat yang terbentuk. Hasil skrining fitokimia menunjukkan bahwa pada ekstrak metanol dan etil asetat memiliki kandungan senyawa flavonoid, fenolik, saponin dan steroid, dimana golongan senyawa ini berpotensi dalam menghambat pertumbuhan bakteri. Sebagai senyawa antibakteri, flavonoid berperan menghambat sintesis asam nukleat, menghambat fungsi membran sel dan menghambat metabolisme energi. Dalam menghambat sintesis asam nukleat, cincin benzoil dan sinamoil pada flavonoid berperan dalam proses interkalisasi atau ikatan hidrogen dengan menumpuk basa asam nukleat sehingga menghambat pembentukan DNA dan RNA. Dalam menghambat fungsi membran sel, flavonoid akan membentuk senyawa kompleks dari protein ekstraseluler dan terlarut sehingga membran sel akan rusak dan senyawa intraseluler akan keluar. Sedangkan dalam menghambat metabolisme energi, flavonoid berperan dengan menghambat penggunaan oksigen oleh bakteri sehingga mencegah pembentukan energi pada proses metabolisme [28,29]. Adapun senyawa fenolik, saponin dan steroid dalam antibakteri berperan dengan mengganggu dan merusak fungsi membran sel sehingga membran sel mengalami lisis dan komponen intraselulernya keluar [30].

3.5 Uji Aktivitas Sitotoksik

Uji aktivitas sitotoksik ekstrak daun sungkai dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Metode ini dilakukan untuk mengamati toksisitas ekstrak dan sebagai tahapan awal isolasi senyawa toksik pada ekstrak. Selain itu, pengujian dengan metode ini juga sebagai penapisan awal dan mengetahui sifat aktivitas antikanker pada ekstrak

daun sungkai [31].

Sifat sitotoksik pada metode ini diketahui dari nilai *Lethal of Concentration 50* (LC₅₀) yang diperoleh berdasarkan jumlah kematian larva udang *Artemia salina* Leach hasil pengujian setelah inkubasi selama 24 jam dari larutan uji. Adapun fase pertumbuhan larva udang yang digunakan adalah fase *nauplius*, dimana pada fase ini *A. salina* Leach berada pada fase yang paling aktif membelah secara mitosis yang identik dengan sel kanker

yang juga membelah secara mitosis. Hal ini yang menyebabkan metode BSLT dapat digunakan sebagai uji pendahuluan untuk aktivitas antikanker. Salah satu mekanisme kerja obat antikanker juga bersifat sitotoksik dengan cara menghambat pertumbuhan sel yang akhirnya menyebabkan kematian pada sel [32].

Hasil uji aktivitas sitotoksik dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Hasil Uji Aktivitas Sitotoksik Ekstrak Daun Sungkai

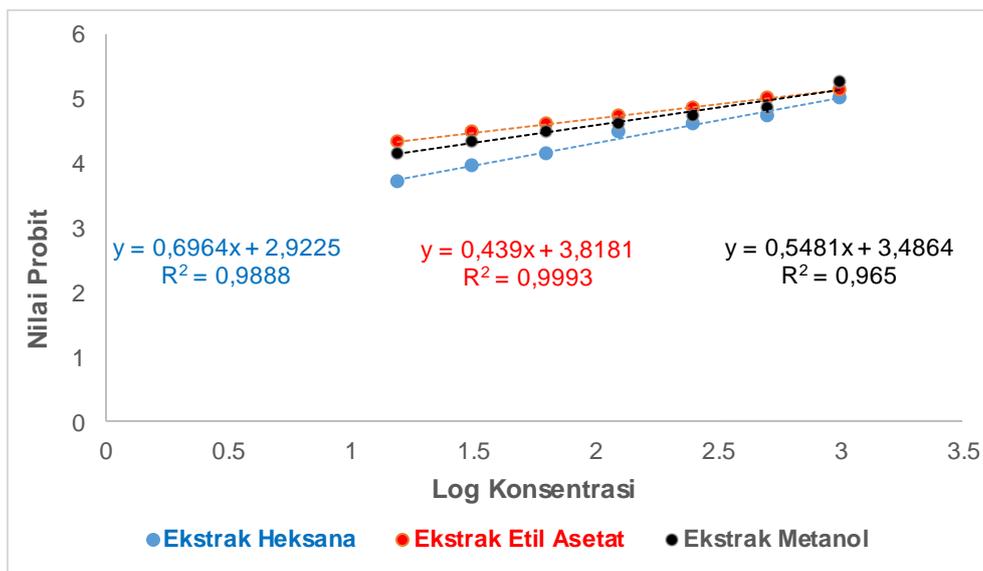
Ekstrak	Konsentrasi (mg/L)	Persen Kematian (%)	Log Konsentrasi	Nilai Probit
Heksana	15,625	10	1,1938	3,72
	31,25	15	1,4948	3,96
	62,5	20	1,7958	4,16
	125	30	2,0969	4,48
	250	35	2,3979	4,61
	500	40	2,6989	4,75
	1000	50	3	5
Etil asetat	15,625	25	1,1938	4,33
	31,25	30	1,4948	4,48
	62,5	35	1,7958	4,61
	125	40	2,0969	4,75
	250	45	2,3979	4,87
	500	50	2,6989	5
	1000	55	3	5,13
Metanol	15,625	20	1,1938	4,16
	31,25	25	1,4948	4,33
	62,5	30	1,7958	4,48
	125	35	2,0969	4,61
	250	40	2,3979	4,75
	500	45	2,6989	4,87
	1000	60	1,1938	5,25
Kontrol	0	0	0	0

Keterangan : pengujian dilakukan dengan 2 kali pengulangan

Dari hasil pengujian diatas, diketahui bahwa adanya kematian larva udang *A. salina* Leach dengan jumlah tertentu ditiap konsentrasi larutan uji. Pada kontrol tidak ada menunjukkan kematian larva udang *A. salina* Leach. Hal ini membuktikan bahwa kematian

pada larva udang hanya dipengaruhi oleh ekstrak daun sungkai. Data diatas kemudian ditentukan persamaan regresi linearnya dengan sumbu x (horizontal) adalah log konsentrasi larutan uji dan sumbu y (vertikal) adalah nilai probit. Analisis nilai probit ditentukan

berdasarkan persentase kematian larva udang *A. salina* Leach.



Gambar 4 Grafik Aktivitas Sitotoksik Ekstrak Daun Sungkai

Dari grafik Gambar 4, adanya korelasi antara log konsentrasi (sumbu x) dengan nilai probit (sumbu y). Korelasi antara 2 variabel tersebut dinilai memiliki keakuratan yang tinggi dilihat dari nilai koefisien determinasinya (R^2) yang hampir mendekati 1 (ekstrak heksana $R^2 = 0,9888$; ekstrak etil asetat $R^2 = 0,9993$; ekstrak metanol $R^2 = 0,965$). Pada grafik diatas, nilai probit cenderung mengalami peningkatan seiring dengan

meningkatnya log konsentrasi. Ini membuktikan bahwa jumlah kematian larva *A. salina* Leach berbanding lurus dengan konsentrasi larutan uji.

Persamaan regresi linear dari masing-masing ekstrak kemudian ditentukan nilai LC_{50} untuk mengetahui sifat toksisitasnya. Nilai LC_{50} dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Nilai LC_{50} Ekstrak Daun Sungkai

Ekstrak	Persamaan Regresi	Nilai LC_{50} (mg/L)
Heksana	$y = 0,6964x + 2,9225$	961,612
Etil asetat	$y = 0,439x + 3,8181$	492,266
Metanol	$y = 0,5481x + 3,4864$	578,096

Suatu ekstrak dikatakan sangat toksik jika nilai $LC_{50} \leq 30$ mg/L, bersifat toksik jika 31 mg/L $\leq LC_{50} \leq 1000$ mg/L dan dikatakan bersifat tidak toksik jika $LC_{50} > 1000$ mg/L [33]. Ini menunjukkan bahwa tingkat daya toksisitas suatu ekstrak berbanding terbalik dengan nilai LC_{50} . Pada penelitian ini, ekstrak heksana, etil asetat dan metanol bersifat toksik karena memiliki nilai 31 mg/L $\leq LC_{50} \leq 1000$ mg/L. Ekstrak etil asetat dinilai paling toksik karena memiliki nilai LC_{50} paling kecil (492,266 mg/L), disusul

ekstrak metanol (578,096 mg/L) dan ekstrak heksana (961,612 mg/L). Perbedaan nilai LC_{50} ini menunjukkan

bahwa bioaktivitas ekstrak heksana, etil asetat dan metanol berbeda-beda karena kandungan dan jumlah senyawa metabolit sekunder yang juga berbeda sehingga ada ekstrak yang memberikan aktivitas yang kuat dan ada ekstrak yang memberikan aktivitas yang lemah terhadap larva udang *A. salina* Leach [5]. Golongan senyawa metabolit sekunder yang diketahui berpotensi bersifat toksik

adalah golongan flavonoid, fenolik, saponin, triterpenoid, steroid dan alkaloid [31,34]. Pada penelitian ini, hasil skrining fitokimia menunjukkan bahwa ekstrak heksana, etil asetat dan metanol mengandung senyawa flavonoid, fenolik, saponin, steroid dan alkaloid. Kandungan senyawa inilah pada ekstrak daun sungkai yang diduga memberikan aktivitas toksik terhadap larva udang *A. salina* Leach, dimana senyawa tersebut berperan sebagai *stomach poisoning* (racun perut) dengan menurunkan aktivitas enzim pencernaan dan penyerapan makanan. Ketika senyawa tersebut masuk ke dalam tubuh larva, alat pencernaannya akan terganggu dan menghambat reseptor perasa pada daerah mulut larva, yang mengakibatkan larva gagal mendapatkan stimulus rasa sehingga tidak mampu mengenali makanannya dan akibatnya larva akan mati [31].

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa daun sungkai mengandung senyawa metabolit sekunder flavonoid, fenolik, saponin, steroid dan alkaloid. Ekstrak heksana mengandung senyawa alkaloid, ekstrak etil asetat mengandung senyawa fenolik dan steroid, serta ekstrak metanol mengandung senyawa flavonoid, fenolik, saponin dan steroid. Pada uji aktivitas antibakteri dengan metode difusi cakram terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*, ekstrak metanol bersifat sedang dalam menghambat pertumbuhan bakteri *S. aureus* pada konsentrasi 5, 10 dan 20% b/v dengan diameter zona hambatnya 6,13, 6,83 dan 7,66 mm, namun pada ekstrak heksana dan etil asetat bersifat lemah. Terhadap bakteri *E. coli* semua ekstrak bersifat lemah dalam menghambat pertumbuhannya, dimana diameter zona hambat paling besar terjadi pada ekstrak etil asetat konsentrasi 20% b/v yaitu sebesar 4,69 mm. Pada uji aktivitas sitotoksik dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) terhadap larva udang *Artemia salina* Leach menunjukkan ekstrak heksana, etil asetat dan metanol bersifat toksik dengan nilai LC₅₀ masing-masingnya 961,612, 492,266 dan 578,096 mg/L.

Referensi

1. Masyhud. *Lokakarya Nasional Tanaman Obat Indonesia: Sinergi*

- Multipihak dalam Budidaya, Pelestarian dan Peningkatan Kualitas Tanaman Obat Indonesia*. Kementerian Kehutanan Badan Penelitian dan Pengembangan Kehutanan Pusat Penelitian dan Pengembangan Hutan Tanaman, 2010.
2. Hidayat, Deden.; Hardiansyah, Gusti. *Studi Keaneekaragaman Jenis Tumbuhan Obat di Kawasan IUPHHK PT. Sari Bumi Kusuma Camp Tontang Kabupaten Sintang. Vokasi*. 2012, 8(2), 61-68.
3. Trubus. *Herbal Indonesia Berkhasiat: Bukti Ilmiah dan Cara Racik*. PT. Trubus Swadaya. Jakarta, 2012.
4. Redaksi Agromedia. *Ramuan Tradisional untuk Mengatasi Aneka Penyakit*. Agromedia Pustaka. Jakarta, 2008.
5. Ahmad, Islamudin.; Ibrahim, Arsyik. *Bioaktivitas Ekstrak Metanol dan Fraksi n-Heksana Daun Sungkai (Peronema canescens JACK) terhadap Larva Udang (Artemia salina LEACH)*. *Jurnal Sains dan Kesehatan*. 2015, 1(3), 114-119.
6. Ningsih, Arna.; Subehan.; Djide, M. Natsir. *Potensi Antimikroba dan Analisis Spektroskopi Isolat Aktif Ekstrak n-Heksana Daun Sungkai (Peronema canescens JACK) Terhadap Beberapa Mikroba Uji*. Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin. Makassar, 2013.
7. Ibrahim, Arsyik.; Kuncoro, Hadi. *Identifikasi Metabolit Sekunder dan Aktivitas Antibakteri Ekstrak Daun Sungkai (Peronema canescens JACK) terhadap Beberapa Bakteri Patogen*. *Journal of Tropical Pharmacy and Chemistry*. 2012, 2(1), 8-18.
8. Ramadenti, Fuji.; Sundaryono, Agus.; Handayani, Dewi. *Uji Fraksi Etil Asetat Peronema canescens terhadap Plasmodium berghei pada Mus musculus*. *Jurnal Pendidikan dan Ilmu Kimia*. 2017: 1 (2) : 89-92.
9. Ibrahim, Arsyik.; Utami, Indah Woro.; Agustina, Risna. *Aktivitas Sediaan Gel Antiseptik Tangan Berbahan Aktif Ekstrak Fraksi Etanol Daun Sungkai (Peronema canescens JACK) terhadap beberapa Bakteri Patogen*. *Journal Tropical Pharmacy and Chemistry*. 2015, 3(2), 94-100.
10. Yani, Ariefa P.; Putranto, Agus M.H. *Examination of The Sungkai'S Young Leaf Extract (Peronema canescens) as an Antipiretic, Immunity,*

- Antiplasmodium and Teratogenity in Mice (*Mus, musculus*). *International Journal of Science and Engineering (IJSE)*. 2014, 7(1), 30-34.
11. Simanjuntak, Partomuan. Studi Kimia Senyawa Glikosida Tumbuhan Sungkei, *Peronema canescens* (Verbenaceae). *JKTI Puslitbang Bioteknologi-LIPI*. 1996, 6(1-2), 8-12.
 12. Kitagawa, I.; Simanjuntak, P.; Hori, K.; Nagami, N.; Mahmud, T.; Shibuya, H.; Kobayashi, K., Indonesian Medicinal Plants. VII. Seven New Clerodane-Type Diterpenoids, Peronemins A2, A3, B1, B2, B3, C1, And D1, From The Leaves Of *Peronema Canescens* (Verbenaceae). *Chem. Pharm. Bull.* 1994, 42(5) : 1050-1055.
 13. Njoku, O. Victor.; Obi, Chidi. Phytochemical Constituents of Some Selected Medical Plants. *African Journal of Pure and Applied Chemistry*. 2009, 3(11), 228-233.
 14. María, Rondóm.; Shirley, Moncayo.; Xavier, Cornejo.; Jaime, Santos.; David, Villalta.; Rosa, Siguencia.; Jodie, Duche. Preliminary Phytochemical Screening, Total Phenolic Content and Antibacterial Activity of Thirteen Native Species Guayas Province Ecuador. *Journal of King Saud University*. 2018, 30, 500-505.
 15. Ajuru, Mercy Gospel.; Williams, Light Femi.; Ajuru, Gospel. Qualitative and Quantitative Phytochemical Screening of Some Plants Used in Ethnomedicine in the Niger Delta Region of Nigeria. *Journal of Food and Nutrition Science*. 2017, 5(5), 198-205.
 16. Tyagi, Tulika.; Agarwal, Mala. Phytochemical Screening and GC-MS Analysis of Bioactive Constituents in the Ethanolic Extract of *Pistia Stratiotes* L. and *Eichhornia crassipes* (Mart.) Solms. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*. 2017, 6(1), 195-206.
 17. Indrayani, Lany.; Soetjipto, Hartati.; Sihasale, Lidya. Skrining Fitokimia dan Uji Toksisitas Ekstrak Daun Pecut Kuda (*Stachytarpheta jamaicensis* L. Vahl) terhadap Larva Udang *Artemia salina* Leach. *Berkala Penelitian Hayati*. 2006, 12(1), 57-61.
 18. Fransisca, D.; Kahanjak, D.N.; Frethernety, A. Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Daun Sungkai (*Peronema canescens* Jack) terhadap pertumbuhan *Escherichia coli* dengan metode Difusi Cakram Kirby-Bauer. *Jurnal Pengelolaan Lingkungan Berkelanjutan*. 2020, 4(1), 460-470.
 19. Niswah, Lukluatun. Uji Aktivitas Antibakteri dari Ekstrak Buah Parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) menggunakan Metode Difusi Cakram. Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah. Jakarta, 2014.
 20. Mayer, B. N.; N. R Ferrigni; J.E Puthman; J. L. Nicols and McLaughlin: *Brine Shrimp: A convenient general bioassay for actif plant constituens*. *Journal of Medicinal Plant Research*. 1982 45:31-34.
 21. Ningdyah, Arimbi Wahyu; Alimuddin, Andi Hairil; Jayuska, Afghani. Uji Toksisitas dengan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*) terhadap Fraksinasi Ekstrak Kulit Buah Tampoi (*Baccaurea macrocarpa*). *JKK*. 2015, 4(1), 75-83.
 22. Obenu, Noviana M. Ekstraksi dan Identifikasi Kandungan Metabolit Fraksi Diklorometana dan Aquades Ekstrak Metanol Daun Sirsak (*Annona muricata* Linn). *Jurnal Saintek Lahan Kering*. 2019, 2(1), 17-19.
 23. Rahmaniah, Zulfa Asifa. *Aktivitas Sitotoksik Ekstrak Heksana, Etil Asetat dan Metanol Buah Leunca (*Solanum nigrum* L.) hasil Maserasi Bertingkat terhadap Sel MCF-7*. Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Surakarta. Surakarta, 2019.
 24. Dayan, Gustavo H.; Mohamed, Naglaa.; Scully, Ingrid L.; Cooper, David.; Begier Elizabeth.; Eiden, Joseph.; Jansen, Kathrin U.; Gurtman, Alejandra.; Anderson, Annaliesa S. *Staphylococcus aureus: the Current State of Disease, Pathophysiology and Strategies for Prevention*. *Expert Review of Vaccines*. 2016, 15(11), 1373-1392.
 25. Nurliyana, M.R.; Sahdan, M.Z.; Wibowo, K.M.; Muslihata, A.; Saim, H.; Ahmad, S.A.; Sari, Y.; Mansor, Z. The Detection Method of *Escherichia coli* in Water Resources: A Review. *Journal of Physic: Conference Series*. 2018, 995, 1-11.

26. Dewi, Fajar Kusuma. *Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Buah Mengkudu (Morinda citrifolia Linnaeus) terhadap Bakteri Pembusuk Daging Segar*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret. Surakarta, 2010.
27. Muharni; Fitriya; Farida, Sofa. Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Tanaman Obat Suku Musi di Kabupaten Musi Banyuasin, Sumatera Selatan. *Jurnal Kefarmasian Indonesia*. 2017, 7(2), 127-135.
28. Nomer, Ni Made Gress Rakasari; Duniaji, Agus Selamat; Nocianitri, Komang Ayu. Kandungan Senyawa Flavonoid dan Antosianin Ekstrak Kayu Secang (*Caesalpinia sappan* L.) serta Aktivitas Antibakteri terhadap *Vibrio cholerae*. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Pangan*. 2019, 8(2), 216-225.
29. Cushie, T. P.; Lamb, A. J. Antimicrobial activity of Flavonoids. *International Journal of Antimicrobial Agents*. 2005, 26, 343-356.
30. Rachmawaty, Dhinary Umi. Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol, Etil Asetat dan Petroleum Eter Rambut Jagung Manis (*Zea mays ssaccharata* Sturt) terhadap Bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang, 2016.
31. Vitalia, Nurhawa.; Najib, Ahmad.; Ahmad, Aktsar Roskiana. Uji Toksisitas Ekstrak Daun Pletekan (*Ruellia tuberosa* L.) dengan Menggunakan Metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). *Jurnal Fitofarmaka Indonesia*. 3(1), 124-129.
32. Rang, L. Y.; A, Camerlengo; A.K.A, Wahab; N, Mokhtar. Interannual Variability of Certain Meteorological Parameters in East Malaysia. Part II. *Science International*. 2003, 15(2), 147-150.
33. Rahayu, Sosna Sri. *Penentuan Kandungan Fenolik Total, Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Sitotoksik Ekstrak Metanol dan Fraksi Dari Ekstrak Kulit Nanas (Ananas comosus L, Merr)*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas. Padang, 2019.
34. Frengki; Roslizawaty; Pertiwi, Desi. Uji Toksisitas Ekstrak Etanol Sarang Semut Lokal Aceh (*Mymecodia* sp.) dengan Metode BSLT terhadap Larva Udang *Artemia Salina* Leach. *Jurnal Medika Veterinaria*. 2014, 8(1), 60-62.

REVIEW ARTIKEL: KOMPOSIT MFe_2O_4 /ZEOLIT SEBAGAI FOTOKATALIS POLUTAN ORGANIK DAN LOGAM BERAT DALAM LARUTAN BERAIR

Rahmayeni¹, Zilfa², Halimah Fahri^{1,*}

¹Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

²Laboratorium Kimia Kimia Analitik Terapan, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

*Email: halimahlily5@gmail.com

Abstrak: Komposit MFe_2O_4 /zeolit telah digunakan sebagai fotokatalis untuk mendegradasi kontaminan organik dan mereduksi logam berat dalam larutan berair dengan bantuan energi matahari. Beberapa peralatan telah digunakan untuk mengkarakterisasi komposit yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infra-Red* (FT-IR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Transmission Electron Microscopy* (TEM), dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). Berdasarkan pola XRD, didapatkan puncak difraksi spesifik dari zeolit dan MFe_2O_4 masing-masing pada 2θ sekitar 30, 35, 43, 57, 63 dan 22,41; 25,74 dalam komposit. Analisis FTIR menunjukkan bahwa partikel MFe_2O_4 bergabung dengan situs aktif zeolit ditandai dengan terdapatnya pita serapan zeolit dan MFe_2O_4 pada 400-650 cm^{-1} yang menunjukkan getaran ikatan Fe-O di situs oktahedral dan M-O di situs tetrahedral. Analisis SEM dan TEM terlihat bahwa struktur zeolit yang beraglomerasi menjadi lebih halus ketika ditambahkan MFe_2O_4 hal ini menandakan partikel MFe_2O_4 berhasil menutupi permukaan zeolit secara merata. Analisis VSM menunjukkan komposit memiliki sensitivitas magnetik yang tinggi ketika diberi medan magnet dari luar. Berdasarkan analisis dari beberapa instrumen tersebut, penggunaan komposit MFe_2O_4 /zeolit pada pemurnian air lebih efisien karena bersifat stabil, lebih murah, dan dapat digunakan berulang kali.

Kata Kunci: Komposit MFe_2O_4 /zeolit, adsorpsi, degradasi, polutan, magnetik

1. Pendahuluan

Pencemaran air merupakan salah satu masalah lingkungan yang paling menantang saat ini. Hal ini disebabkan oleh zat beracun yang masuk ke dalam air dan menurunkan kualitas air [1]. Dengan berkembangnya berbagai industri mengakibatkan pembuangan limbah yang mengandung logam berat dan pewarna juga terus meningkat [2]. Hal ini dapat menimbulkan risiko serius bagi kesehatan manusia dan lingkungan [3]. Zat organik yang larut dalam air ini dapat menyebabkan penyakit kulit, alergi, iritasi mata, masalah pernapasan, dermatitis, kanker, mutasi genetik pada manusia dan bahkan dapat bersifat toksik terhadap lingkungan dan kesehatan manusia [4,5,6].

Dalam beberapa dekade terakhir, telah banyak upaya yang dilakukan untuk menghilangkan polutan organik dari air dan limbah industri diantaranya yaitu teknik pertukaran ion [7], koagulasi [8], elektro-kinetik [9], presipitasi [10], reverse osmosis [11], adsorpsi [12,13], dan sebagainya. Adsorpsi adalah salah satu teknik terbaik untuk penghilangan logam berat dan pewarna beracun dari air limbah karena biayanya yang rendah, efektif, selektif, dapat digunakan kembali dan

kecenderungan untuk menghilangkan kontaminan dengan konsentrasi yang sangat rendah. Namun penggunaan teknik adsorpsi belum efisien karena dapat menghasilkan limbah baru. Untuk mengatasi masalah tersebut, maka diperlukan material fotokatalis yang mampu menyerap dan sekaligus mendegradasi polutan organik dalam air dibawah sinar matahari [14].

Nanopartikel MFe_2O_4 (M = ion logam divalen) merupakan salah satu material fotokatalis yang banyak diminati sebagai adsorben karena dapat menyerap di daerah cahaya tampak, biaya rendah dan sifat magnetiknya yang memungkinkan untuk memisahkan polutan dari limbah dengan mudah [15]. Namun pada pengolahan air, nanopartikel MFe_2O_4 memiliki kapasitas adsorpsi yang rendah, maka perlu dilakukan penggabungan nanopartikel MFe_2O_4 dengan surfaktan padat yang lain seperti silika mesopori dan zeolit yang memiliki luas permukaan yang tinggi [16].

Zeolit merupakan salah satu mineral yang banyak digunakan sebagai adsorben untuk menghilangkan kontaminan karena sangat stabil saat kapasitas adsorpsi sangat tinggi, selektif, memiliki struktur pori aktif yang besar (mikropori), memiliki

luas permukaan yang tinggi, dan kapasitas pertukaran kationnya tinggi [17,18]. Penggabungan zeolit dengan MFe_2O_4 membentuk komposit MFe_2O_4 /zeolit dapat bekerja sebagai pendegradasi polutan organik sekaligus mereduksi logam berat [5].

Dalam *review* ini akan dibahas tentang struktur kristal, interaksi, morfologi dari komposit MFe_2O_4 /zeolit yang telah disintesis dengan berbagai metode. Selain itu juga sifat magnet serta aktivitas adsorpsi dan fotokatalisis dari komposit MFe_2O_4 /zeolit yang merujuk dari berbagai artikel yang relevan.

2. Metode Sintesis Komposit MFe_2O_4 /zeolit

Beberapa peneliti telah melakukan sintesis komposit MFe_2O_4 /zeolit dengan metode yang berbeda-beda. Berbagai metode yang telah dilaporkan diantaranya yaitu metode ko-presipitasi, metode termal, metode sol-gel dan sitrat, metode solid-state.

2.1 Metode Ko-Presipitasi

Metode ko-presipitasi salah satu metode yang digunakan untuk mensintesis nanopartikel ferit dan komposit ferit seperti nanokomposit zeolit/nikel ferit/natrium alginat [5], komposit $CoFe_2O_4$ /klinoptilolit [19], dan $CoFe_2O_4$ /kaolinit [20]. Dalam metode ini, logam transisi trivalen Fe(III) dan garam logam divalen dilarutkan dalam air dengan rasio 2:1 bersama dengan surfaktan atau didalam media alkali. Selanjutnya ditambahkan dengan agen support komposit seperti klinoptilolit [5,19] dan kaolinit [20] dengan pengadukan dan pemanasan perlahan. Metode sintesis ini dilakukan dengan mengontrol pH campuran reaksi dinaikkan menjadi 7-11 dengan larutan ammonium atau natrium hidroksida untuk mengendapkan nanopartikel ferit [21,22]. Ukuran, bentuk, dan komposisi nanopartikel hasil ko-presipitasi dipengaruhi oleh jenis dan konsentrasi garam prekursor, jenis media pengendap, suhu reaksi, pH, kekuatan ionik media, laju pencampuran, keberadaan dan jenis surfaktan tambahan, dan prosedur perlakuan mekanis dan pemanasan [23].

2.2 Metode Termal

Sintesis ferit dan komposit ferit dengan metode termal terdiri dari hidrotermal, solvotermal, gelombang mikro, *mechano-thermal*, dan *seed-hydrothermal*. Metode ini didasarkan pada pendispersian bahan awal dalam pelarut yang sesuai dan kristalisasi produk pada kondisi suhu dan tekanan

tinggi. Parameter kimia dan termodinamika dapat mempengaruhi ukuran partikel [23]. Dalam masing-masing metode ini garam besi dan garam dari logam yang biasa digunakan, yaitu $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ atau $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, dan M-(NO_3)₂, M-SO₄, atau M-Cl₂. Garam ini dilarutkan dalam air atau pelarut lain dengan pengadukan dan pengaturan pH tergantung pada garam logam yang digunakan [22]. Kemudian campurannya dipanaskan di bawah tekanan tinggi dalam autoklaf dengan pengaturan suhu dan waktu tertentu tergantung pada jenis ferit atau komposit ferit yang diinginkan tercapai dan diikuti dengan pendinginan secara alami hingga suhu kamar [21,22]. Padatan yang dihasilkan dikumpulkan dengan filtrasi atau sentrifugasi dan dicuci, dilanjutkan dengan pengeringan selama semalam [22].

Istilah proses hidrotermal didefinisikan sebagai suatu reaksi kimia yang dilakukan dengan perlakuan panas terhadap reaktan dalam larutan air di bawah tekanan tinggi dalam sistem tertutup [24,25]. Proses ini disebut sebagai hidrotermal karena menggunakan air sebagai pelarut [26]. Sintesis dengan metoda hidrotermal ini digunakan dalam sintesis nanokristal dengan mengendalikan morfologi, ukuran partikel dan derajat kemurnian dengan memvariasikan parameter sintesis [27,25]. Pertumbuhan kristal terjadi pada bejana baja bertekanan atau yang disebut autoklaf, pada suhu yang sedang berjalan mulai dari 60°C hingga 260°C [28]. Untuk mengendalikan bentuk, ukuran dan morfologi material yang akan dibuat, dapat dilakukan dengan menyesuaikan kondisi reaksi percobaan, seperti komposisi, pH, suhu, waktu, pelarut, bahan prekursor, dan surfaktan [24,25,29]. Metode hidrotermal sangat diminati karena sederhana, biaya murah, prosesnya pada suhu rendah, tingkat kristalinitas tinggi, kontrol stoikiometri, ukuran partikel kecil, homogenitas dan kemurnian yang tinggi [24,25].

Dalam sintesis *mechano-thermal*, senyawa prekursor tidak dilarutkan tetapi digiling bersama didalam *ball-mill* menggunakan prosedur dasar yang sama. Teknik *seed-hydrothermal* menggunakan biji oksida logam (M_2O_3) dengan garam Fe(III). Kedua senyawa tersebut ditempatkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan, dan menggunakan prosedur yang sama seperti yang dijelaskan di atas [22]. Metode hidrotermal adalah salah satu metode sintesis yang paling menjanjikan untuk menghasilkan nanopartikel ferit skala besar. Pembentukan kualitas

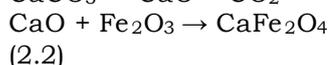
nanopartikel yang baik dengan ukuran dan distribusi ukuran terkontrol dapat dicapai dengan memilih campuran yang sesuai pelarut dan berbagai parameter seperti suhu, tekanan dan waktu reaksi [21].

2.3 Metode Sol-Gel dan Sitrat

Metode sol-gel dan sitrat melibatkan penambahan prekursor garam (oksidator) dan agen pengompleks (reduktor) untuk membentuk gel. Asam sitrat biasanya digunakan sebagai agen pengkelat dan juga reduktor yang dioksidasi oleh ion nitrat, sehingga bekerja sebagai bahan bakar dalam metode sol-gel pembakaran otomatis [23]. Prekursor dilarutkan dalam air atau etanol dan diaduk dengan kuat pada pH ~9 sampai bahan seperti gel terbentuk. Asam sitrat membantu distribusi homogen ion logam ke dalam larutan. Gel tersebut dikeringkan dan kemudian disinter pada berbagai periode waktu. Waktu sintering biasanya divariasikan dan diuji untuk mengetahui pengaruh aktivitas fotokatalitik tersebut [22].

2.4 Metode Solid-State

Reaksi keadaan padat melibatkan bubuk pengolah panas dari besi dan garam logam. Misalnya untuk mensintesis CaFe_2O_4 , serbuk Fe_2O_3 dan CaCO_3 dicampur lalu dipanaskan hingga 1100°C selama 2 jam. Sintesis terjadi menurut reaksi berikut [22]:

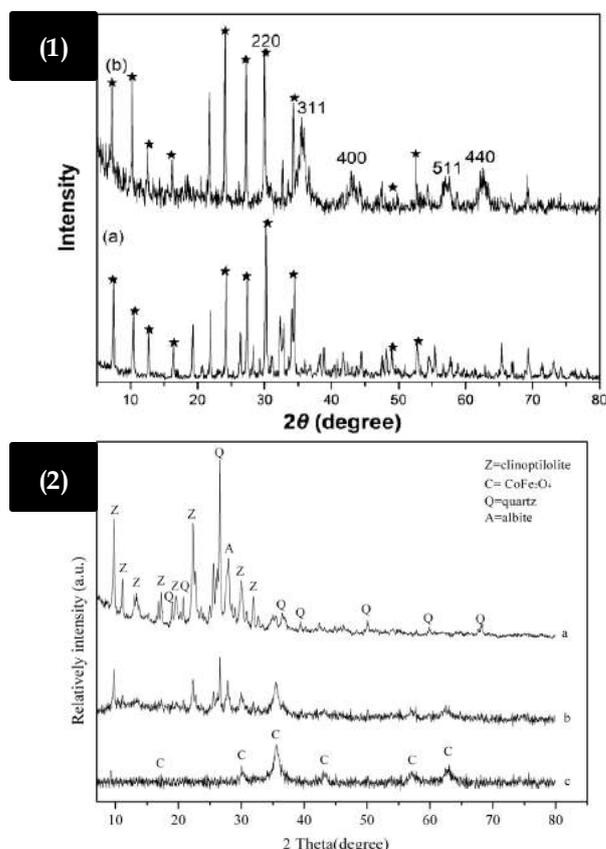


Metode sintesis *solid-state* atau keramik melibatkan penggilingan besi dan garam logam diikuti dengan reaksi langsung pada suhu tinggi. Ukuran partikel reaktan, atmosfer gas, dan aditif asing bisa mempengaruhi teknik keramik. Prosesnya sederhana dan hemat biaya, dengan produktivitas dan selektivitas tinggi. Reaksi terjadi tanpa adanya pelarut dan dengan demikian pengotor terkait pelarut dihindari. Namun, metode ini memiliki banyak kerugian yaitu sulit memantau kemajuan reaksi dan menemukan kondisi yang tepat untuk penyelesaian reaksi. Selain itu juga sulit memisahkan produk yang diinginkan dari campuran reaktan dan produk. Dan juga bahkan jika reaksi berlanjut hampir selesai, sulit untuk mendapatkan produk murni yang homogen dengan reaksi *solid-state* [23].

3. Karakterisasi

3.1 Analisis Struktur Kristal Komposit $\text{MFe}_2\text{O}_4/\text{zeolit}$ dengan X-ray Diffraction (XRD)

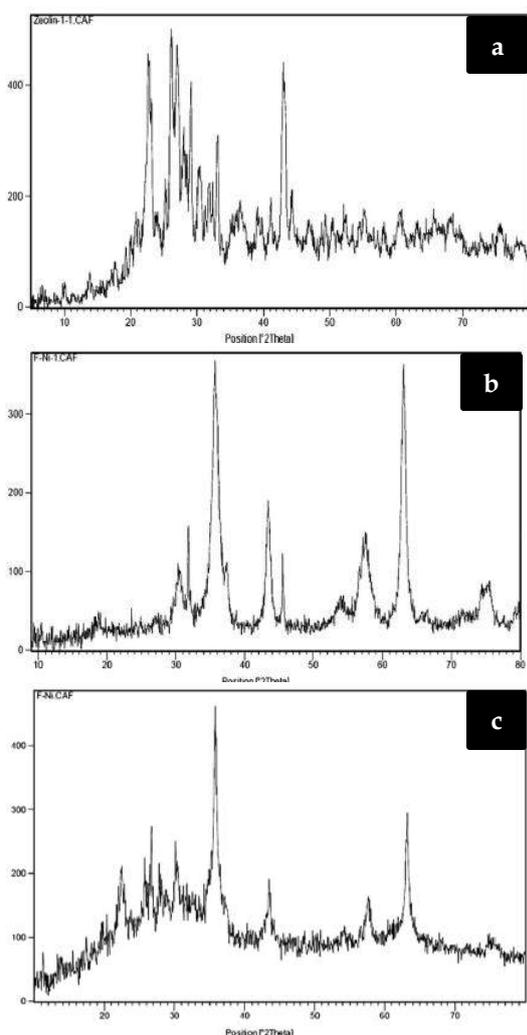
Difraksi sinar-X (XRD) sering digunakan untuk menentukan struktur fase kristal dari fotokatalis. Spektrum yang diperoleh, dibandingkan dengan penggunaan standar yang diketahui yaitu kartu indeks *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS). XRD mengukur pola difraksi struktur kristal (2θ) pada intensitas yang berbeda, yang memberikan informasi tentang jenis kisi kristal yang terbentuk. Setiap ferit memiliki pola difraksi yang berbeda karena perbedaan kation logam yang ada dalam struktur [22].



Gambar 1. Pola XRD dari (1) (a) zeolit dan (b) $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{zeolit}$ [30], dan (2) (a) klinoptilolit, (b) komposit, dan (c) CoFe_2O_4 [19].

Zhao *et al.*, 2015 telah melakukan analisis XRD untuk mengetahui struktur kristal dari $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{zeolit}$ yang dibuat dengan metode hidrotermal pada Gambar 1.1 dan Huang *et al.*, 2017 juga melakukan analisis XRD untuk klinoptilolit, CoFe_2O_4 dan komposit yang telah dibuat menggunakan metode presipitasi pada Gambar 1.2. Hasil yang diperoleh oleh kedua peneliti ini serupa dimana muncul puncak utama CoFe_2O_4 pada sudut 2θ 18,3; 30,15; 35,40; 43,15, 57,00; 62,65°

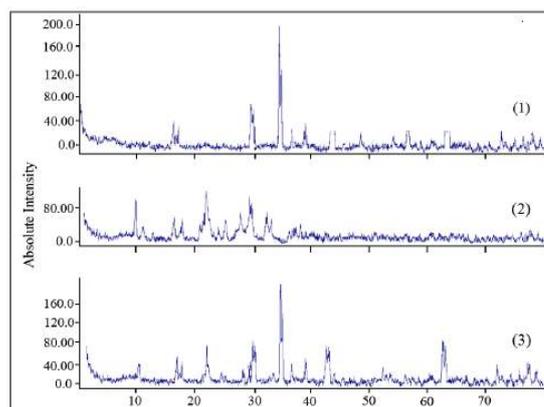
masing-masing termasuk dalam indeks kristal (220), (311), (400), (511), dan (440). Hasil tersebut sesuai dengan data XRD standar CoFe_2O_4 (JCPDS No. 22-1086). Ukuran kristal rata-rata yang diperoleh oleh Zhao *et al.*, 2015 sekitar 18 nm dan Huang *et al.*, 2017 sebesar 17,8 nm [19,30]. Dari perbandingan Gambar 1.2 a dan b menunjukkan bahwa puncak difraksi zeolit (JCPDS No. 39-0223) sedikit berubah karena pelapisan CoFe_2O_4 [30]. Berdasarkan Analisis XRD dari klinoptilolit pada Gambar 1.2 menunjukkan adanya kuarsa dan albite sebagai campuran mineral. Hal ini bisa dilihat bahwa komposit mengandung puncak karakteristik dari CoFe_2O_4 dan klinoptilolit. Hasil ini membuktikan keberadaan partikel CoFe_2O_4 dalam komposit [19].



Gambar 2. Hasil XRD dari (a) klinoptilolit, (b) nanopartikel nikel ferit, dan (c) nanokomposit klinoptilolit/nikel ferit [5].

Selanjutnya Bayat *et al.*, 2018 melakukan analisis XRD dari nanokomposit zeolit/nikel ferit/natrium alginat yang telah dibuat dengan metode ko-presipitasi ditunjukkan pada Gambar 2.

Dari pola XRD tersebut diperlihatkan pembentukan nikel ferit dimana terdapat puncak khas pada $2\theta = 30,41; 35,69; 43,45; 37,30; 54,05; 57,48$ dan $63,08^\circ$ yang masing-masing mewakili indeks miller (2,2,0), (3,1,1), (0,0,4), (4,2,2), (1,1,5) dan (4,4,0) (Kode referensi: 03-0875). Dari analisis XRD sampel menunjukkan puncak struktur kristal nanokomposit pada $2\theta = 35,69; 63,21$ dan yang diamati pada $2\theta = 22,41$ dan $25,74$ masing-masing menunjukkan adanya nikel ferit dan zeolit [5].



Gambar 3. Pola XRD (1) CuFe_2O_4 murni, (2) klinoptilolit, (3) 10% berat CuFe_2O_4 /klinoptilolit yang dibuat dari metode SSD setelah kalsinasi di udara pada 450°C selama 5 jam [31].

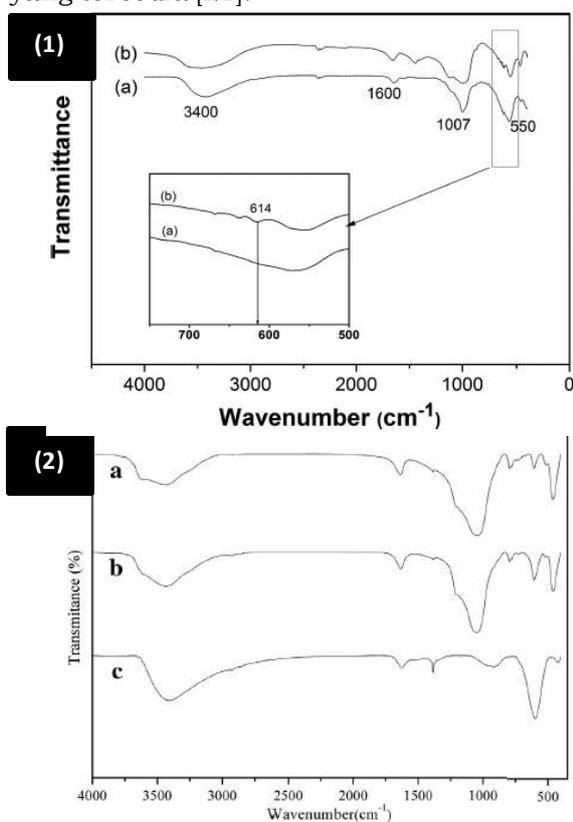
Ghomi *et al.*, 2012 juga telah melakukan pengukuran CuFe_2O_4 /klinoptilolit dengan XRD yang disintesis dengan metode *Solid State Dispersion* (SSD). Pola XRD sampel tembaga ferit ditunjukkan pada Gambar 3. Dari gambar tersebut muncul puncak tajam yang menandakan adanya CuFe_2O_4 dan tidak terdapat puncak CuO dan Fe_2O_3 . Terlihat jelas pada pola XRD komposit CuFe_2O_4 /zeolit terdapat puncak khas dari CuFe_2O_4 dan zeolit. Berdasarkan pola XRD tersebut menunjukkan bahwa struktur kerangka zeolit setelah penambahan CuFe_2O_4 belum hancur [31].

Berdasarkan hasil analisis struktur kristal yang telah di analisis menggunakan XRD diatas muncul puncak difraksi spesifik dari MFe_2O_4 dan zeolit. Puncak difraksi spesifik yang dihasilkan MFe_2O_4 terdapat pada 2θ sekitar 18, 30, 35, 37, 43, 54, 57, dan 63° yang masing-masing termasuk dalam indeks kristal yang berbeda-beda. Selain itu, ukuran kristal yang dihasilkan berbeda-beda tergantung pada metode sintesisnya. Puncak difraksi zeolit juga dapat diamati terdapat pada 2θ sekitar 12,3; 19,8; 20,8; 24,8; 22,41; 25,74;

26,6; dan 31,7°. Dari analisis XRD komposit terdapat puncak spesifik dari MFe_2O_4 dan zeolit yang menunjukkan struktur kristal komposit MFe_2O_4 /zeolit terbentuk dengan baik.

3.2 Analisis Interaksi dalam Komposit MFe_2O_4 /zeolit dengan Fourier Transform Infra-Red (FT-IR)

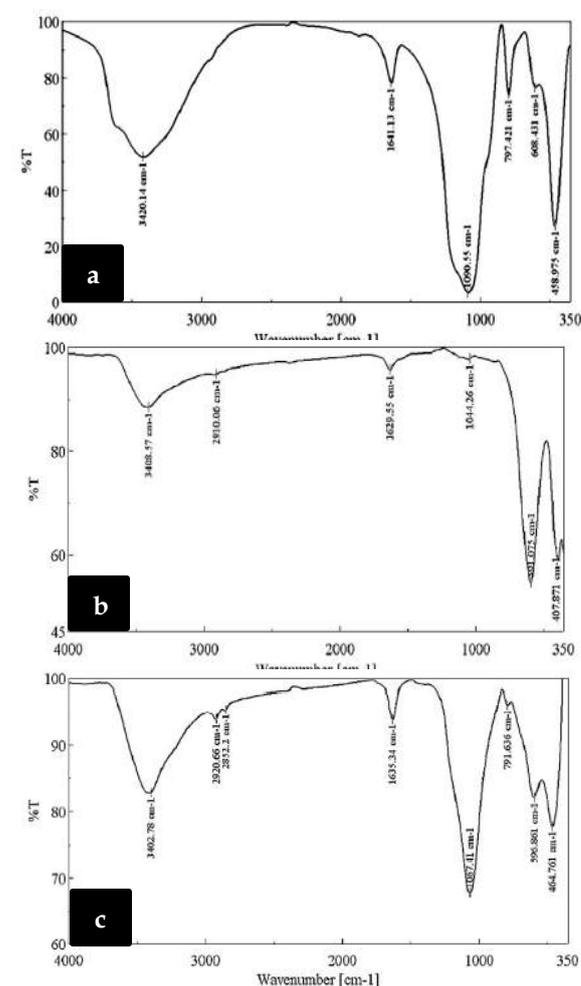
Salah satu teknik untuk menganalisis interaksi suatu material dapat dilakukan dengan FT-IR. FT-IR digunakan untuk mengkonfirmasi pembentukan ikatan logam-oksigen, memungkinkan identifikasi struktur spinel ferit, serta adanya zat kimia lainnya yang teradsorpsi pada permukaan partikel termasuk gugus fungsi organik yang tersedia [21].



Gambar 4. Spektrum FT-IR dan (1) (a) zeolit dan (b) $CoFe_2O_4$ /zeolit [30], dan (2) (a) klinoptilolit, (b) komposit, dan (c) $CoFe_2O_4$ [19].

Zhao *et al.*, 2015 dan Huang *et al.*, 2017 masing-masing telah melakukan analisis FT-IR dari $CoFe_2O_4$ /zeolit yang disintesis dengan metode hidrotermal dan $CoFe_2O_4$ /klinoptilolit yang disintesis dengan metode presipitasi. Pada Gambar 4 ditunjukkan spektrum serapan FT-IR zeolit dan $CoFe_2O_4$ /zeolit yang muncul dalam kisaran 400 cm^{-1} hingga 4000 cm^{-1} . Puncak serapan pada $1600\text{--}3700\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya getaran regangan $-OH$ yang disebabkan oleh adanya air dalam zeolit. Puncak serapan FT-IR yang

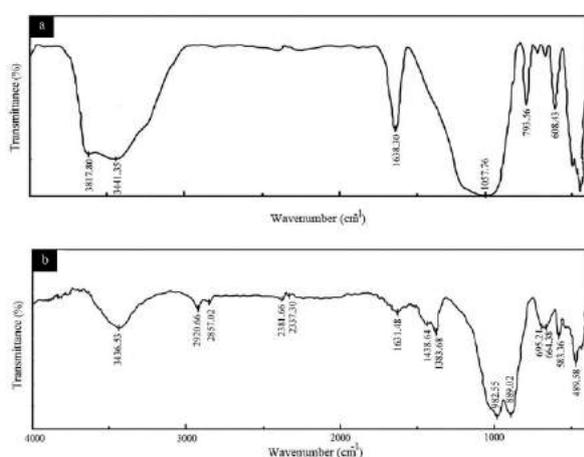
terletak pada kisaran $1200\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ tepatnya pada 1033 cm^{-1} dan 550 cm^{-1} menunjukkan getaran internal asimetris dari ikatan $Si-O$ (Si) dan $Si-O$ (Al) pada struktur tetrahedral [19,30]. Puncak serapan pada 614 cm^{-1} adalah karakteristik pita getaran oksida logam dari $Co-O$ [30]. Selain itu, getaran $CoFe_2O_4$ pada pita serapan 599 cm^{-1} menunjukkan getaran intrinsik $Fe-O$ di sisi tetrahedral sedangkan pada pita serapan 418 cm^{-1} dikaitkan dengan getaran intrinsik sisi oktahedral. Dalam spektrum komposit, diamati semua pita serapan klinoptilolit tumpang tindih dengan pita pada 599 dan 418 cm^{-1} dari $CoFe_2O_4$ [19]. Oleh karena itu, dapat disimpulkan dari spektrum FT-IR tersebut bahwa $CoFe_2O_4$ /zeolit berhasil dibuat [30].



Gambar 5. Spektrum FT-IR dari (a) klinoptilolit, (b) nanopartikel magnetik nikel ferit, dan (c) nanokomposit klinoptilolit/nikel ferit/alginat [5].

Selanjutnya Bayat *et al.*, 2018 juga telah melakukan analisis FT-IR untuk nanokomposit zeolit/nikel ferit/natrium alginat yang disintesis dengan metode ko-presipitasi. Hasil yang sama diperoleh

dengan Zhao *et al.*, 2015 dan Huang *et al.*, 2017 dari pengukuran FT-IR dimana muncul puncak serapan dari getaran regangan gugus O-H dan ikatan Si-O atau Al-O dalam rentang yang serupa. Selain itu terdapat puncak serapan yang kuat di 464,76 cm^{-1} dan 608,43 cm^{-1} yang merupakan ikatan Fe-O, ini menunjukkan bahwa ferit sudah terbentuk. Secara umum, panjang gelombang di bawah 700 dikaitkan dengan ikatan Fe-O. Pita muncul di daerah 400-650 cm^{-1} yang menunjukkan getaran regangan ikatan Fe-O di situs tetrahedral dan oktahedral. Berdasarkan spektrum IR yang digambarkan terlihat bahwa puncak zeolit berkaitan tumpang tindih dengan puncak nikel ferit [5].



Gambar 6. Spektrum FT-IR dari (a) klinoptilolit dan (b) CuFe_2O_4 [31].

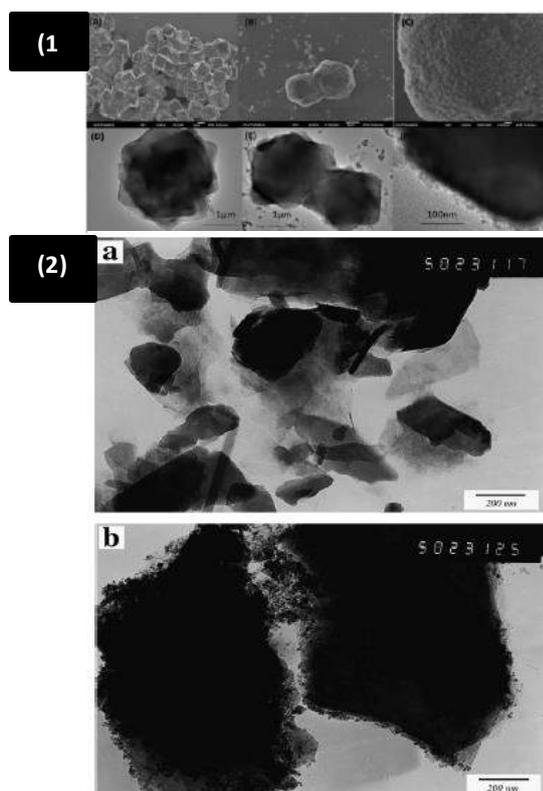
Ghomi *et al.*, 2012 juga melakukan analisis FT-IR dari CuFe_2O_4 /klinoptilolit yang disintesis menggunakan metode *Solid-State Dispersion* (SSD). Berdasarkan analisis FT-IR pada Gambar 6, diperlihatkan bahwa partikel CuFe_2O_4 bergabung dengan sisi aktif dari klinoptilolit, Ti-O-Al dan Ti-O-Si. Wilayah spektrum yang berpusat pada 3436 cm^{-1} merupakan getaran regangan gugus -OH dari molekul air yang terkoordinasi ke struktur zeolit. Pada frekuensi sekitar 1383 dan 1438 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi dalam kompleks Fe-Cu, serta pita karena ligan bebas yg berpusat pada ~1631 cm^{-1} terlihat. Hal ini dapat diamati dari pita yang tajam pada spektrum terbagi pada 982 dan 889 cm^{-1} karena peregangan ikatan Al-O-Si dari unit bangunan tetrahedral yang membentuk struktur. Getaran peregangan dari O-H sebagian besar menunjukkan sedikit lebih lemah setelah ditambahkan CuFe_2O_4 . Hal ini mengindikasikan bahwa sejumlah -OH

telah berkurang ketika ditambahkan CuFe_2O_4 [31].

Berdasarkan hasil analisis ikatan menggunakan FT-IR yang telah dijelaskan di atas, dapat disimpulkan bahwa terdapat puncak serapan spesifik dari komposit MFe_2O_4 /zeolit. Hasil FT-IR pada daerah 1600-3700 cm^{-1} menunjukkan adanya getaran regangan gugus -OH dari air dalam zeolit. Puncak serapan yang berpusat pada daerah 400 - 1500 cm^{-1} merupakan hasil getaran regangan dari ikatan Si-O atau Al-O dalam struktur tetrahedral zeolit. Selain itu muncul puncak serapan pada kisaran 580 - 650 cm^{-1} dan 400 - 500 cm^{-1} yang masing-masing menunjukkan getaran intrinsik dari ikatan Fe-O di sisi tetrahedral dan Fe-O di sisi oktahedral dari struktur MFe_2O_4 . Puncak serapan yang muncul pada daerah 400 - 650 cm^{-1} juga merupakan getaran dari gugus oksida logam M-O yang menunjukkan senyawa ferit terbentuk. Berdasarkan hasil FT-IR dari masing-masing komposit, puncak serapan dari zeolit dan MFe_2O_4 saling tumpang tindih. Hal ini menandakan bahwa komposit MFe_2O_4 /zeolit berhasil dibuat.

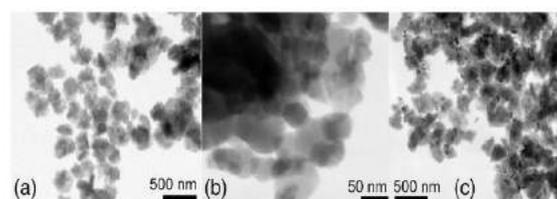
3.3 Analisis Morfologi Komposit MFe_2O_4 /zeolit dengan Scanning Electron Microscope (SEM) dan Transmission Electron Microscopy (TEM)

Morfologi permukaan nanopartikel diselidiki dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Transmission Electron Microscopy (TEM). Teknik ini digunakan secara luas untuk memvisualisasikan morfologi nanopartikel dan untuk mengukur diameternya. Khususnya, TEM adalah teknik yang lebih banyak memberikan informasi mengenai komposisi, morfologi dan kristalinitas nanopartikel ferit. Hal ini dapat memberikan resolusi yang lebih baik untuk skala atom. Sedangkan SEM adalah teknik pencitraan sensitif permukaan, dan menggunakan elektron yang dihasilkan ketika sinar berinteraksi dengan permukaan sampel. Dengan demikian, sampel harus bersifat konduktif. Sampel yang non-konduktif memerlukan pelapisan permukaan sebelum dianalisis dengan SEM. Hal ini biasanya digunakan untuk melihat sisi agregasi dan morfologi permukaan nanopartikel [21].



Gambar 7. (1) Gambar SEM (A, B, C) dan TEM (D, E, F) dari zeolit dan CoFe₂O₄/zeolit [30], dan (2) Gambar TEM dari (a) klinoptilolit dan (b) komposit [19]

Zhao *et al.*, 2015 telah melakukan analisis SEM dan TEM untuk zeolit dan CoFe₂O₄/zeolit. Pada Gambar 7.1 terlihat jelas bahwa morfologi kristal zeolit seperti kubik dan halus dengan diameter rata-rata sekitar 2 μm hingga 3 μm (Gambar 7.1A, D). Sementara itu, dapat diamati dari Gambar 7.1B dan E bahwa permukaan zeolit kasar setelah dilapisi dengan CoFe₂O₄. Dalam Gambar 7.1C dan F, CoFe₂O₄ berukuran nano yang terdistribusi di permukaan zeolit terlihat dengan jelas. Ukuran CoFe₂O₄ ~20 nm, yang sesuai dengan analisis dengan XRD. Semua hasil yang disebutkan di atas menggambarkan bahwa zeolit berhasil dilapisi dengan partikel magnetic [30]. Kemudian Huang *et al.*, 2017 melaporkan hasil analisis TEM klinoptilolit sebelum dan setelah modifikasi magnetik dengan CoFe₂O₄. Gambar 7.2 menunjukkan bahwa klinoptilolit muncul dalam morfologi yang tidak teratur, tetapi permukaan dan batasnya jelas. Seperti terlihat di gambar bahwa partikel CoFe₂O₄ menutupi secara merata pada permukaan klinoptilolit, hal ini penting untuk komposit untuk meningkatkan tingkat pemisahan magnetik [19].



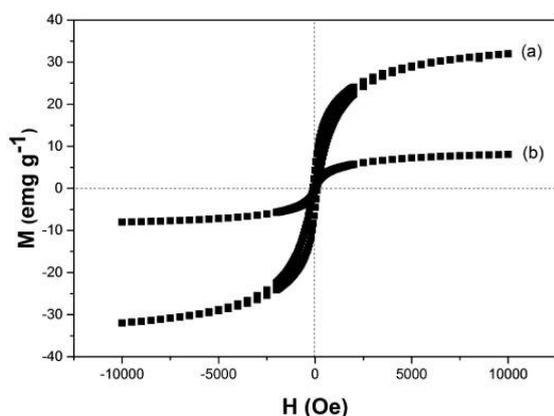
Gambar 8. Gambar TEM untuk (a) zeolit faujasit (FAU), (b) CoFe₂O₄, dan (c) nanokomposit CoFe₂O₄/zeolite faujasit (FAU) [32]

Paris *et al.*, 2020 juga melaporkan hasil analisis TEM dari komposit CoFe₂O₄/zeolit faujasit (FAU) yang telah disintesisnya. Pada Gambar 8a ditunjukkan ukuran dan morfologi partikel zeolit faujasit (FAU) yang homogen, dengan ukuran rata-rata 150-250 nm. Ukuran nanopartikel dalam kisaran dari 25 hingga 50 nm diamati untuk kobalt ferit pada Gambar 8b. Untuk nanokomposit zeolit faujasit (FAU) yang dikombinasikan dengan nanopartikel kobalt ferit diamati, ukuran rata-rata yang sama dipertahankan dari masing-masing partikel. Dengan demikian, saat ini untuk mendapatkan zeolit faujasit (FAU) yang dikombinasikan dengan nanopartikel CoFe₂O₄ dengan kemurnian dan ukuran yang diinginkan untuk nanokomposit magnetik dapat dilakukan. Pada gambar 8c terlihat bahwa nanopartikel kobalt ferit terdistribusi pada permukaan faujasit (FAU) dengan baik hal ini menunjukkan keefektifan metode pembuatan nanokomposit dan menjaga aktivitas magnet yang efisien dari material [32].

Berdasarkan hasil analisis morfologi permukaan menggunakan SEM dan TEM diatas, dapat dilihat bahwa morfologi dari zeolit terlihat dengan jelas dan memiliki ukuran dan bentuk yang hampir homogen. Morfologi dari MFe₂O₄ terlihat terbentuk aglomerasi. Sementara itu, pada komposit MFe₂O₄/zeolit terlihat bahwa permukaan terlihat lebih kasar karena telah tertutupi oleh partikel MFe₂O₄. Partikel magnetik MFe₂O₄ yang telah terdistribusi secara merata pada permukaan zeolit, menandakan bahwa komposit MFe₂O₄/zeolit berhasil dibuat. Dengan adanya partikel magnetik MFe₂O₄, komposit MFe₂O₄/zeolit dapat digunakan berulang kali karena komposit dapat dengan mudah dipisahkan dari larutan dengan bantuan magnet eksternal.

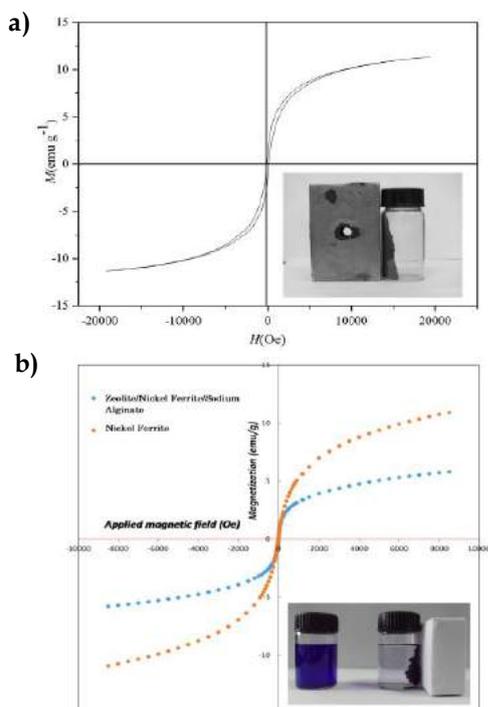
3.4 Analisis Sifat Magnetik Komposit MFe₂O₄/zeolit dengan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM)

Teknik umum yang digunakan untuk menyelidiki dan mengukur sifat magnetik nanopartikel adalah VSM. VSM digunakan ketika pengukuran magnetisasi dengan sensitif tinggi diperlukan, terutama batas sensitivitasnya VSM sekitar 10^{-6} emu [21].



Gambar 9. Kurva magnetisasi bergantung medan diukur pada 300 K untuk (a) CoFe₂O₄ dan (b) CoFe₂O₄/zeolit [30]

Perilaku magnetik CoFe₂O₄/zeolit telah dipelajari oleh Zhao *et al.*, 2015 dengan menggetarkan sampel magnetometer pada 300 K. Kurva magnetisasi CoFe₂O₄ dan CoFe₂O₄/zeolit ditunjukkan pada Gambar 9. Dapat diamati bahwa sampel memiliki histeresis, remanensi, dan koersivitas yang kecil, hal ini menunjukkan bahwa sampel bersifat superparamagnetik [30].



Gambar 10. Kurva histeresis dari (1) komposit CoFe₂O₄/klinoptilolit [19] dan (2) nanokomposit zeolit/nikel ferit/natrium alginate [5]

Huang *et al.*, 2017 juga melakukan pengukuran magnetisasi komposit CoFe₂O₄/klinoptilolit yang menunjukkan perilaku histeris yang jelas. Kurva histeresis komposit pada Gambar 10.1 menunjukkan nilai magnetisasi saturasi (M_s) dan magnetisasi sisa (M_r) masing-masing adalah 11,31 dan 1,08 emu g⁻¹, yang lebih rendah dari partikel CoFe₂O₄ (M_s adalah 36,59 emu g⁻¹ dan M_r adalah 4,07 emu g⁻¹) karena keberadaan dari klinoptilolit. Selain itu, kinerja pemisahan magnetik komposit juga diuji dengan menempatkan magnet (~4000 Gauss) di dekat botol kaca. Produk yang berwarna hitam tertarik ke arah magnet dalam waktu yang singkat, menunjukkan sensitivitas magnetik produk yang tinggi. Hasil ini menunjukkan bahwa komposit dapat berpotensi digunakan sebagai adsorben magnetik untuk menghilangkan kontaminan dari larutan berair [19].

Bayat *et al.*, 2018 juga melaporkan hasil VSM sampel yang disintesis membentuk kurva histeresis berbentuk S yang menyiratkan bahwa nanokomposit bersifat superparamagnetik. Garis horizontal menyatakan magnetisasi saturasi dari zeolit yang mencapai sekitar 12 emu/g setelah digabungkan dengan nikel ferit. Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin kecil nilai magnetisasi saturasinya akan memudahkan pemisahan nanokomposit dari suspensi berair setelah nanokomposit digunakan dalam proses adsorpsi. Hal ini dianggap sebagai salah satu keunggulan yang dapat diterapkan dari nanokomposit yang dimagnetisasi oleh nikel ferit [5].

Berdasarkan hasil analisis VSM, masing-masing komposit membentuk kurva histeresis berbentuk seperti huruf S. Kurva histeresis terbentuk ketika diberikan medan magnet dari luar untuk melihat sifat magnetik yang dihasilkan dari masing-masing komposit. Bentuk kurva yang dihasilkan berbeda-beda tergantung pada metode dan berbagai macam perlakuan saat mensintesis partikel atau komposit. Berdasarkan hasil di atas, komposit MFe₂O₄/zeolit cenderung menunjukkan sifat superparamagnetik. Hal ini terlihat dari perilaku histeresis yang jelas, dimana nilai magnetisasi saturasi dan sisa dari komposit lebih kecil dari partikel MFe₂O₄ karena keberadaan dari zeolit. Sifat magnet yang dihasilkan dari komposit inilah yang berperan dalam regenerasi komposit setelah dilakukan adsorpsi dan fotokatalisis. Hal ini dikarenakan komposit MFe₂O₄/zeolit dapat dipisahkan kembali dari larutan polutan dengan bantuan

magnet eksternal sehingga dapat digunakan kembali untuk polutan lainnya.

4. Aplikasi Komposit MFe_2O_4 /zeolit

Beberapa komposit dari spinel ferit telah banyak digunakan untuk menghilangkan kontaminan organik dan anorganik dari lingkungan dengan cara adsorpsi dan fotokatalitik. Berbagai peneliti telah mensintesis komposit untuk pengolahan air sebagai adsorben dan fotokatalis polutan organik seperti zat warna. Selain itu beberapa parameter juga dilakukan oleh peneliti seperti mengukur kapasitas adsorpsi maksimum dari komposit yang telah dibuat, model isoterm adsorpsi, dan model kinetika adsorpsi. Hasil yang diperoleh dari beberapa peneliti disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Aplikasi Komposit Spinel Ferit dalam Pengolahan Polutan Organik dan Parameternya

No.	Komposit	Aplikasi	Kapasitas Adsorpsi (q_m)
1.	$CuFe_2O_4$ /zeolit [31]	Degradasi <i>Acid Red</i> 206	-
2.	klinoptilolit/nikel ferit/natrium alginate [5]	Adsorpsi metilen biru	54,05 mg g^{-1}
3.	$CoFe_2O_4$ /kaolinit [20]	Adsorpsi doksisisiklin (DOX) dan Congo red (CR)	DOX = 400 mg g^{-1} CR = 547 mg g^{-1}
4.	$CoFe_2O_4$ /montmorillonit [33]	Adsorpsi metilen biru	97,75 mg g^{-1}
5.	Kaolin/ $CuFe_2O_4$ [34]	Adsorpsi metilen biru (MB) dan metil violet (MV)	MB = 120,48 mg g^{-1} MV = 117,65 mg g^{-1}
6.	$CoFe_2O_4$ /montmorillonit [35]	Adsorpsi tetrasiklin (TC) dan siprofloksasin (CIP)	TC = 240,91 mg g^{-1} CIP = 224,00 mg g^{-1}

Dari berbagai aplikasi komposit MFe_2O_4 /zeolit yang telah disebutkan diatas dapat disimpulkan bahwa komposit MFe_2O_4 /zeolit efektif dalam menghilangkan polutan organik seperti zat warna dan antibiotik dalam larutan berair. Model isoterm adsorpsi mengikuti model Langmuir dan model kinetika adsorpsi mengikuti model orde dua semu. Selain itu, karena sifat magnet yang dimiliki oleh

masing-masing komposit, dapat meningkatkan penggunaan kembali dari komposit untuk adsorpsi kontaminan lain. Oleh karena itu, penggunaan komposit MFe_2O_4 /zeolit dalam pengolahan air limbah sangat efektif karena lebih ekonomis dan dapat didaur ulang.

Selain polutan organik, beberapa peneliti juga menggunakan komposit MFe_2O_4 /zeolit dalam pengolahan logam berat dalam air dengan metode adsorpsi. Hasil yang diperoleh dari beberapa peneliti ini disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Aplikasi Komposit Spinel Ferit dalam Pengolahan Logam Berat dan Parameternya

No.	Komposit	Aplikasi	Kapasitas Adsorpsi (q_m)
1.	$CoFe_2O_4$ /klinoptilolit [19]	Adsorpsi Sr^{2+}	20,58 mg g^{-1}
2.	$CoFe_2O_4$ /zeolit [30]	Adsorpsi Ga(III) dan In(III)	Ga(III) = 37,68 μg g^{-1} In(III) = 37,18 μg g^{-1}
3.	$CoFe_2O_4$ /zeolit faujasit (FAU)[32]	Adsorpsi Pb^{2+}	602,4 mg g^{-1}
4.	$MgFe_2O_4$ /bentonit [36]	Adsorpsi Pb(II) dan Ni(II)	Pb(II) = 90,90 mg g^{-1} Ni(II) = 76,92 mg g^{-1}
5.	$MgFe_2O_4$ /bentonit [37]	Adsorpsi Cr(VI)	Cr(VI) = 161,29 mg g^{-1}
6.	Bentonit/kitosan/ $NiFe_2O_4$ [38]	Adsorpsi Pb(II)	Efisiensi = 82%

Berdasarkan hasil adsorpsi berbagai jenis logam berat yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti menghasilkan kapasitas adsorpsi yang berbeda-beda bergantung pada bahan komposit yang digunakan. Proses adsorpsi dari masing-masing logam mengikuti model isoterm adsorpsi Langmuir dan model kinetika orde dua semu. Dari hasil tersebut, komposit MFe_2O_4 /zeolit dapat digunakan sebagai fotokatalis menghilangkan ion logam berat dalam larutan berair dan dapat digunakan kembali karena sifat magnetik yang dimilikinya.

5. Kesimpulan

Berdasarkan *review* yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa senyawa ferit yang dikombinasikan dengan zeolit terbukti dapat digunakan sebagai adsorben sekaligus fotokatalis yang efektif untuk menghilangkan kontaminan dalam larutan

berair dengan memanfaatkan cahaya matahari. Metode sintesis yang berbeda dapat mempengaruhi ukuran, bentuk, dan struktur kristal yang dapat mengubah aktivitas adsorpsi dan fotokatalitik. Dengan seyawa ferit yang merupakan material semikonduktor, kontaminan tersebut dapat terdegradasi dan tereduksi menjadi senyawa yang lebih sederhana dan ramah lingkungan. Berdasarkan hasil struktur kristal, analisis ikatan, morfologi permukaan dan sifat magnetnya membuktikan bahwa komposit MFe_2O_4 /zeolit dapat digunakan sebagai fotokatalis yang dapat menghilangkan kontaminan organik dan logam berat di dalam larutan berair dengan memanfaatkan cahaya matahari untuk melakukan proses oksidasi dan reduksi. Komposit MFe_2O_4 /zeolit juga dapat digunakan kembali untuk adsorpsi dan fotokatalisis sejumlah kontaminan yang berbeda dengan sedikit atau tanpa kehilangan aktivitas fotokatalitik. Hal ini dikarenakan sifat MFe_2O_4 yang merupakan material magnetik sehingga dapat dipisahkan kembali dengan teknologi pemisahan magnetik.

Referensi

1. Rachna, K., Agarwal, A., Singh, N. B.; Preparation and characterization of zinc ferrite—Polyaniline nanocomposite for removal of rhodamine B dye from aqueous solution. *Environmental Nanotechnology, Monitoring Management*. 2018, 154–163.
2. Peláez-Cid, A. A., Romero-Hernández, V., Herrera-González, A. M., Bautista-Hernández, A., Coreño-Alonso, O.; Synthesis of activated carbons from black sapote seeds, characterization and application in the elimination of heavy metals and textile dyes. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. 2020, 28(2): 613–623.
3. Sharma, R. K., Kumar, R.; Functionalized cellulose with hydroxyethyl methacrylate and glycidyl methacrylate for metal ions and dye adsorption applications. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2019, 134: 704–721.
4. Sivalingam, S., Sen, S.; Efficient removal of textile dye using nanosized fly ash derived zeolite-x: Kinetics and process optimization study. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*. 2019, 96: 305–314.
5. Bayat, M., Javanbakht, V., Esmaili, J.; Synthesis of zeolite/nickel ferrite/sodium alginate bionanocomposite via a coprecipitation technique for efficient removal of water-soluble methylene blue dye. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2018, 116: 607–619.
6. Brookstein, D. S.; Factors Associated with Textile Pattern Dermatitis Caused by Contact Allergy to Dyes, Finishes, Foams, and Preservatives. *Dermatologic Clinics*. 2009, 27(3): 309–322.
7. Kaur, K., Jindal, R.; Synergistic effect of organic-inorganic hybrid nanocomposite ion exchanger on photocatalytic degradation of Rhodamine-B dye and heavy metal ion removal from industrial effluents. *Journal Environmental Chemical Engineering*. 2018, 6(6): 7091–7101.
8. Cai, L., Cui, L., Lin, B., Zhang, J., Huang, Z.; Advanced treatment of piggery tail water by dual coagulation with Na^+ zeolite and Mg/Fe chloride and resource utilization of the coagulation sludge for efficient decontamination of Cd^{2+} . *Journal of Cleaner Production*. 2018, 202: 759–769.
9. Kim, S. O., Moon, S. H., Kim, K. W., Yun, S. T.; Pilot scale study on the ex situ electrokinetic removal of heavy metals from municipal wastewater sludges. *Water Research*. 2002, 36(19): 4765–4774.
10. Chen, Q., Luo, Z., Hills, C., Xue, G., Tyrer, M.; Precipitation of heavy metals from wastewater using simulated flue gas: Sequent additions of fly ash, lime and carbon dioxide. *Water Research*. 2009, 43(10): 2605–2614.
11. Anis, S. F., Hashaikeh, R., Hilal, N.; Reverse osmosis pretreatment technologies and future trends: A comprehensive review. *Desalination*. 2019, 452: 159–195.
12. Sharma, R. K., Kumar, R., Singh, A. P.; Metal ions and organic dyes sorption applications of cellulose grafted with binary vinyl monomers. *Separation and Purification Technology*. 2019, 209: 684–697.
13. Kumar, R., Sharma, R. K., Singh, A. P.; Removal of organic dyes and metal ions by cross-linked graft copolymers of cellulose obtained from the agricultural residue. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 2018, 6(5): 6037–6048.
14. Tian, C., Zhao, H., Sun, H., Xiao, K.,

- Keung Wong, P.; Enhanced adsorption and photocatalytic activities of ultrathin graphitic carbon nitride nanosheets: Kinetics and mechanism. *Chemical Engineering Journal*. 2020, 381: 122760.
15. Kefeni, K. K., Mamba, B. B.; Photocatalytic application of spinel ferrite nanoparticles and nanocomposites in wastewater treatment: Review. *Sustainable Materials and Technologies*. 2020, 23.
 16. Masunga, N., Mmesesi, O. K., Kefeni, K. K., Mamba, B. B.; Recent advances in copper ferrite nanoparticles and nanocomposites synthesis, magnetic properties and application in water treatment: Review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 2019, 7(3): 103179.
 17. Crini, G.; Non-conventional low-cost adsorbents for dye removal: A review. *Bioresource Technology*. 2006, 97(9): 1061–1085.
 18. Gultom, G., Wirjosentono, B., Sebayang, K., Ginting, M.; Preparation and Characterization of Microwave-absorption of Sarulla North Sumatra Zeolite and Ferric Oxide-filled Polyurethane Nanocomposites. *Procedia Chemistry*. 2016, 19: 441–446.
 19. Huang, Y., Wang, W., Feng, Q., Dong, F.; Preparation of magnetic clinoptilolite/CoFe₂O₄ composites for removal of Sr²⁺ from aqueous solutions: Kinetic, equilibrium, and thermodynamic studies. *Jornal Saudi Chemical Society*. 2017, 21(1): 58–66.
 20. Olusegun, S. J., Mohallem, N. D. S.; Comparative adsorption mechanism of doxycycline and Congo red using synthesized kaolinite supported CoFe₂O₄ nanoparticles. *Environmental Pollution*. 2020, 260: 114019.
 21. Kefeni, K. K., Msagati, T. A. M., Mamba, B. B.; Ferrite nanoparticles: Synthesis, characterisation and applications in electronic device. *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*. 2017, 215: 37–55.
 22. Casbeer, E., Sharma, V. K., Li, X. Z.; Synthesis and photocatalytic activity of ferrites under visible light: A review. *Separation and Purification Technology*. 2012, 87: 1–14.
 23. Chaibakhsh, N., Moradi-Shoeili, Z.; Enzyme mimetic activities of spinel substituted nanoferrites (MFe₂O₄): A review of synthesis, mechanism and potential applications. *Materials Science and Engineering C*. 2019, 99: 1424–1447.
 24. Li, S., Li, X., Zou, K., Huang, Z., Zhang, L., Zhou, X., Guo, D., *et al.*; Preparation of single-crystalline BaTi₅O₁₁ nanocrystals by hydrothermal method. *Materials Letters*. 2019, 245: 215–217.
 25. Junior, V. P., Rachadel, P. L., Quadri, M. N., Hotza, D., González, S. Y. G.; Enhanced LSCF oxygen deficiency through hydrothermal synthesis. *Ceramics International*. 2018, 44(17): 20671–20676.
 26. Gan, Y. X., Jayatissa, A. H., Yu, Z., Chen, X., Li, M.; Hydrothermal Synthesis of Nanomaterials. *Journal of Nanomaterials*. 2020.
 27. Sonu., Dutta, V., Sharma, S., Raizada, P., Hosseini-Bandegharai, A., Kumar Gupta, V., Singh, P.; Review on augmentation in photocatalytic activity of CoFe₂O₄ via heterojunction formation for photocatalysis of organic pollutants in water. *Journal of Saudi Chemical Society*. 2019, 23(8): 1119–1136.
 28. Fang, Q., Sculley, J., Zhou, H. C. J., Zhu, G.; Porous Metal-Organic Frameworks. *Compr. Comprehensive Nanoscience and Technology*. 2011, 1–5: 1–20.
 29. Tatarchuk, T., Bououdina, M., Judith Vijaya, J., John Kennedy, L.; Spinel ferrite nanoparticles: Synthesis, crystal structure, properties, and perspective applications. *Springer Proceedings in Physics*. 2017, 195: 305–325.
 30. Zhao, F., Zou, Y., Lv, X., Liang, H., Jia, Q., Ning, W.; Synthesis of CoFe₂O₄-zeolite materials and application to the adsorption of gallium and indium. *Journal of Chemical and Engineering Data*. 2015, 60(5): 1338–1344.
 31. Paris, E. C., Malafatti, J. O. D., Musetti, H. C., Manzoli, A., Zenatti, A., Escote, M. T.; Faujasite zeolite decorated with cobalt ferrite nanoparticles for improving removal and reuse in Pb²⁺ ions adsorption. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. 2020, 28(7): 1884–1890.
 32. Ghomi, A. B., Ashayeri, V.; Photocatalytic efficiency of CuFe₂O₄ by supporting on clinoptilolite in the decolorization of acid red 206 aqueous solutions. *Iranian Journal of Catalysis*. 2012, 2(3): 135–140.
 33. Ai, L., Zhou, Y., Jiang, J.; Removal of methylene blue from aqueous solution

- by montmorillonite/ CoFe_2O_4 composite with magnetic separation performance. *Desalination*. 2011, 266(1-3): 72-77.
34. Meigoli Boushehrian, M., Esmaeili, H., Foroutan, R.; Ultrasonic assisted synthesis of Kaolin/ CuFe_2O_4 nanocomposite for removing cationic dyes from aqueous media. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 2020, 8(4): 103869.
 35. Zhang, J., Khan, M. A., Xia, M., Abdo, A. M., Lei, W., Liao, C., Wang, F.; Facile hydrothermal synthesis of magnetic adsorbent CoFe_2O_4 /MMT to eliminate antibiotics in aqueous phase: tetracycline and ciprofloxacin. *Environmental Science and Pollution Research*. 2019, 26(1): 215-226.
 36. Kaur, M., Ubhi, M. K. & Singh, D., Magnetically retrievable nanocomposite of magnesium ferrite and bentonite clay for sequestration of Pb(II) and Ni(II) ions: A comparative study. *Bull. Mater. Sci.*, **41(5)**: (2018).
 37. Kaur, M., Singh, M., Mukhopadhyay, S. S., Singh, D., Gupta, M.; Structural, magnetic and adsorptive properties of clay ferrite nanocomposite and its use for effective removal of Cr (VI) from water. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015, 653: 202-211.
 38. Thakurata, D. G., Paul, A., Chandra Das, K., Dhar, S. S.; Fabrication of hierarchical Bentonite/Chitosan/ NiFe_2O_4 ternary nanocomposite and its efficiency in the removal of Pb(II) from aqueous medium. *Environmental Engineering Research*. 2020, 26(4): 200216.

OPTIMASI TRANSPOR Cd(II) MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH DENGAN MENGGUNAKAN METIL MERAH SEBAGAI ZAT PEMBAWA

Refinel, Olly Norita Tetra, Muhammad Chairawan*

Laboratorium Elektro/Fotokimia, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

*Email: mhd.chairawan@gmail.com

Abstrak: Transpor Cd(II) dari fasa sumber ke fasa penerima telah dilakukan dengan menggunakan metil merah sebagai zat pembawa melalui teknik membran cair fasa ruah yang terdiri dari 6 mL larutan Cd(II) $1,779 \times 10^{-4}$ M sebagai fasa sumber, 30 mL kloroform mengandung metil merah di fasa membran, dan 12 mL EDTA sebagai fasa penerima. Teknis dalam penelitian ini dibantu dengan pengadukan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 300 rpm dan waktu kesetimbangan selama 15 menit. Konsentrasi Cd(II) yang tertranspor ke fasa penerima dan sisa di fasa sumber ditentukan dengan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) pada panjang gelombang 228,63 nm. Hasil penelitian diperoleh bahwa transpor optimum Cd(II) $1,779 \times 10^{-4}$ M pada pH 5 di fasa sumber, konsentrasi metil merah 0,0003 M di fasa membran, konsentrasi EDTA 0,05 M pada pH 4 di fasa penerima, dan waktu pengadukan 120 menit, jumlah Cd(II) yang tertranspor ke fasa penerima mencapai 19,79% sedangkan yang tersisa di fasa sumber 40,70%. Dari hasil karakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) menunjukkan bahwa adanya zat pembawa (*carrier*) metil merah yang masuk ke dalam fasa sumber dan fasa penerima.

Kata Kunci: Cd(II), metil merah, EDTA, teknik membran cair fasa ruah

1. Pendahuluan

Aktivitas perindustrian di dunia saat ini berkembang pesat, hal ini dapat dilihat dengan meningkatnya industri-industri yang memproduksi barang kebutuhan manusia. Kegiatan perindustrian ini juga menghasilkan limbah yang sangat banyak, diantaranya mengandung logam-logam berat. Menurut *World Health Organization* (WHO) logam berat yang paling beracun adalah kromium, besi, kobalt, nikel, tembaga, seng, kadmium, merkuri, dan timbal¹. Kadmium adalah logam yang membentuk kompleks dengan biomolekul². Sumber utama dari limbah kadmium antara lain industri elektroplating, pupuk, pigmen, plastik, baterai dan pertambangan³. Dari kegiatan industri-industri inilah banyak yang menghasilkan limbah kadmium, sehingga limbah kadmium yang terbuang dapat merusak lingkungan dan kesehatan manusia seperti gangguan hati dan ginjal, dan mengalami kanker⁴. Hal ini menjadi pusat perhatian terutama para ahli untuk memisahkan kadmium dari media berair dengan berbagai perlakuan secara fisika dan kimia.

Beberapa teknik diterapkan untuk memisahkan kadmium dari air limbah antara lain presipitasi kimia, adsorpsi,

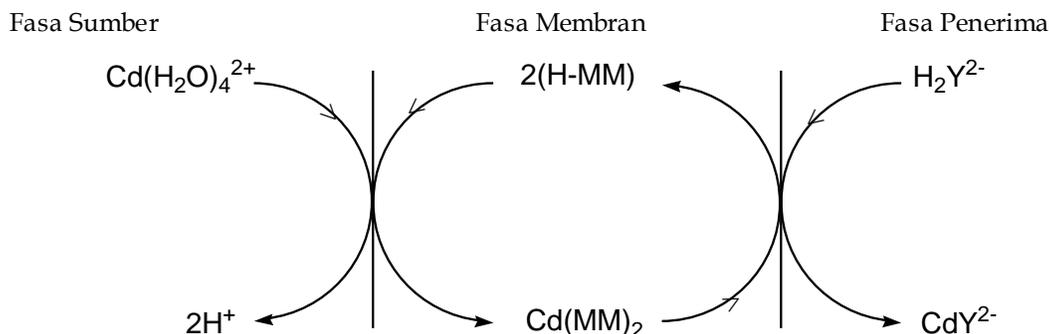
biosorpsi, *ion exchange*, floatasi, dan proses elektrokimia, cara ini tidak menghasilkan penurunan kadar logam yang memenuhi standar baku mutu air limbah. Maka dari itu dibuatlah suatu terobosan baru sebagai salah satu alternatif pengolahan tahap akhir agar kadar dari limbah logam berat yang dihasilkan dapat memenuhi standar baku mutu air limbah sehingga aman bila dibuang ke lingkungan. Alternatif yang digunakan ini berupa pengolahan dengan menggunakan teknik membran cair⁵. Membran cair merupakan teknik handal yang digunakan untuk pemisahan spesi kimia karena bersifat semipermeabel dengan memanfaatkan pelarut organik atau anorganik tertentu sebagai lintasan transpor dari suatu komponen kimia yang akan dipisahkan⁶.

Baru-baru ini, teknik membran cair telah terbukti berhasil secara aktif dan selektif memisahkan ion logam dari larutan air. Teknik membran cair lebih mudah dari pada proses ekstraksi biasa⁷. Membran cair berpendukung, membran cair fasa ruah, dan membran cair emulsi merupakan teknik dengan metode pemisahan secara proses ekstraksi dan re-ekstraksi.

Membran cair fasa ruah adalah teknik yang paling sederhana dan efisien di antara metode lainnya, hanya saja pada ekstraksi

dilakukan secara bertahap-tahap, sedangkan pada membran cair fasa ruah hanya berlangsung secara kontinu

(Mettler PM4000), alat-alat laboratorium lainnya, peralatan gelas laboratorium, *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) Shimadzu AA-6300, pH meter (SI Analytics), dan FTIR (Shimadzu 8400).



Gambar 1. diagram mekanisme transpor Cd(II) dengan zat pembawa metil merah melalui teknik membran cair fasa ruah

dalam satu tahap dan jumlah pelarut organik yang digunakan sedikit⁸. Persentase ion logam tersebut dapat dihitung melalui persamaan berikut:

$$\% \text{ ion logam sisa dalam fasa sumber} = \frac{n_s}{n_g} \times 100\%$$

$$\% \text{ ion logam di fasa penerima} = \frac{n_p}{n_g} \times 100\%$$

dimana n_p adalah jumlah mol ion logam yang ditranspor ke fasa penerima, n_s adalah jumlah mol ion logam mula-mula dalam fasa sumber dan n_g adalah jumlah mol ion logam yang tinggal dalam fasa sumber setelah dilakukan proses transpor⁹.

Teknik membran cair fasa ruah dinilai memiliki keuntungan antara lain adalah biaya operasional yang rendah, waktu operasional relatif sederhana, mempunyai kemampuan selektifitas dan efisiensi pemisahan yang tinggi untuk logam, dan pemakaian bahan-bahan kimia yang sedikit¹⁰. Membran cair fasa ruah terdiri dari fasa sumber dan fasa penerima yang dipisahkan oleh lapisan yang relatif tebal dari fase cair yang tidak bercampur. *Carrier* (agen pembawa) banyak digunakan untuk memfasilitasi transpor anion dan kation melalui membran cair.

2. Metodologi Penelitian

2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah, *magnetic stirrer*, magnetik bar (ukuran 1,5 cm), neraca analitik, sel membran cair fasa ruah, neraca analitik

2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Kloroform (CHCl₃), Metil Merah (C₁₅H₁₅N₃O₂), Kadmium Klorida Monohidrat (CdCl₂.H₂O), Asam Klorida (HCl), Dinatrium EDTA (Na₂EDTA), larutan buffer asetat, dan akuades.

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Pembuatan Larutan Fasa Sumber

CdCl₂.H₂O (Mr = 201,4 g/mol) ditimbang sebanyak 0,0100 g, dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dengan akuades hingga tepat batas, didapatkan larutan induk yang mengandung ion Cd(II) 100 ppm. Diambil sebanyak 5 mL dan diatur pH nya dengan menambahkan HCl 0,001 M kemudian diencerkan ke dalam labu ukur 25 mL sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan Cd(II) 20 ppm.

2.3.2 Pembuatan Larutan Fasa Membran

Metil merah (Mr = 269,3 g/mol) ditimbang sebanyak 0,0081 g, dilarutkan dengan kloroform sampai volumenya 100 mL, larutan membran adalah kloroform yang mengandung metil merah 0,0003 M.

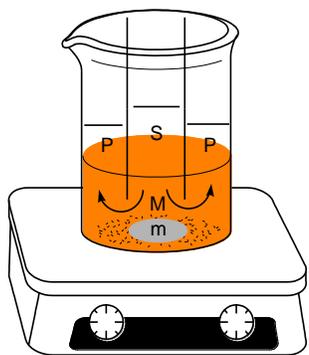
2.3.3 Pembuatan Larutan Fasa Penerima

Na₂EDTA (Mr = 372,24 g/mol) ditimbang sebanyak 3,7224 g dan dilarutkan dengan akuades sampai volumenya 100 mL hingga tepat batas. Larutan Fasa penerima yang diperoleh berupa EDTA dengan konsentrasi 0,1 M. Kemudian dipipet dengan volume

tertentu dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan akuades sampai tepat tanda batas. Untuk mengatur pH EDTA dilakukan dengan penambahan buffer asetat.

2.3.4 Penentuan Transpor Cd(II) dengan Teknik Membran Cair Fasa Ruah

Proses transpor dilakukan seperti percobaan Savafi. Disiapkan beker gelas 100 mL dan dimasukkan 30 mL larutan metil merah 0,0003 M dalam kloroform sebagai fasa membran. Dalam larutan fasa membran ini dicelupkan sebuah tabung kaca silindris dan dipipetkan ke dalamnya 6 mL larutan fasa sumber berupa Cd(II) pada pH tertentu. Di luar tabung gelas dipipetkan 12 mL fasa penerima larutan Na₂EDTA pada konsentrasi tertentu. Teknis operasi dilakukan melalui pengadukan dengan memakai *magnetic stirrer* pada kecepatan 300 rpm selama 1 jam. Setelah pendiaman 15 menit, fasa penerima dan fasa sumber diambil untuk diukur jumlah konsentrasi ion yang terkandung di dalamnya dengan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS), sehingga didapatkan mol Cd(II) sisa di fasa sumber dan yang berhasil sampai ke fasa penerima dengan bantuan kurva kalibrasi Cd(II). Prosedur yang sama dilakukan untuk mendapatkan optimasi terhadap parameter yang diuji antara lain, pengaruh pH fasa sumber, pengaruh konsentrasi carrier fasa membran, pengaruh konsentrasi fasa penerima, pengaruh pH fasa penerima, dan pengaruh lama waktu pengadukan.



Gambar 2. Model percobaan transpor Cd(II) melalui teknik membran cair fasa ruah

Keterangan:

S = fasa sumber (fasa air, 6 mL larutan Cd(II))

M = fasa membran (fasa organik, 30 mL larutan kloroform dan metil merah)

P = fasa penerima (fasa air, 12 mL larutan EDTA)

m = *magnetic stirrer*

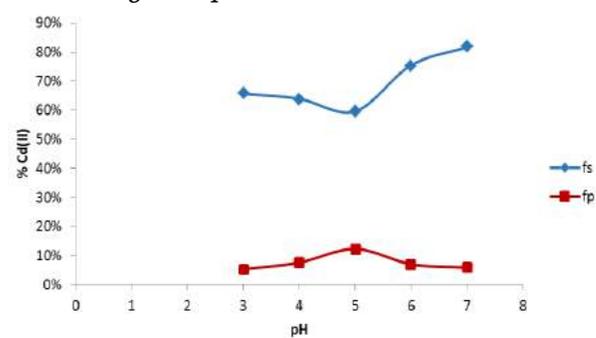
2.3.5 Uji Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Setelah didapatkan waktu optimum, dilakukan perlakuan yang sama seperti prosedur 2.2.4, kemudian uji kedua fasa (fasa sumber dan fasa penerima) sebelum dan sesudah transpor dengan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengaruh Kondisi Optimum Transpor Cd(II)

3.1.1 Pengaruh pH Fasa Sumber



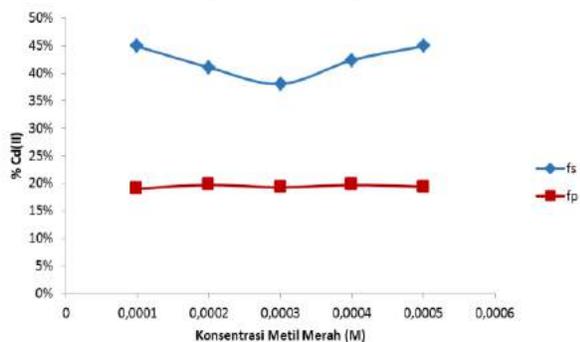
Gambar 3. Pengaruh pH fasa sumber terhadap persentase transpor Cd(II)

Berdasarkan pada Gambar 3, menunjukkan bahwa pH optimum dari fasa sumber ke fasa membran adalah pH 5 ditandai dengan persentase transpor ion Cd(II) ke fasa penerima mencapai 12,37% dan sisa di fasa sumber 59,64%. Pada pH fasa sumber yang lebih rendah sebagian metil merah masuk ke dalam fasa sumber dan mengikat Cd²⁺ yang ada di fasa sumber. Pada pH 6 dan 7 jumlah ion Cd(II) yang ditranspor ke fasa penerima mengalami penurunan dan Cd(II) yang tersisa di fasa sumber mengalami kenaikan, hal ini dipengaruhi oleh metil merah bila nilai pH lebih besar dari nilai pKa maka metil merah mudah berinteraksi dengan Cd(II), sehingga Cd(II) tertahan di dalam fasa sumber ($pK_{a_{\text{metil merah}}} = 5,1$)¹¹.

3.1.2 Pengaruh Konsentrasi Metil Merah dalam Fasa Membran

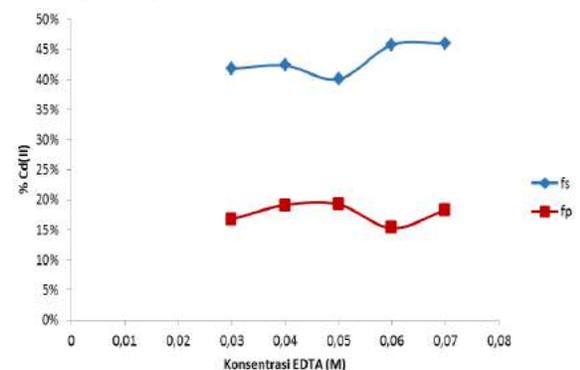
Dari Gambar 4 memperlihatkan bahwa kondisi optimum konsentrasi metil merah diperoleh 0,0003 M dengan jumlah transpor ion Cd(II) tertranspor ke fasa penerima sebesar 19,22% dan ion Cd(II) sisa dalam fasa sumber 38,00%. Pada konsentrasi metil merah yang lebih kecil dan lebih besar dari 0,0003 M, kompleks yang terbentuk belum sempurna yang disebabkan terjadinya kejenuhan di fasa membran sehingga Cd(II)

banyak menumpuk di fasa membran dan sedikit tertranspor ke fasa penerima.



Gambar 4. Pengaruh Konsentrasi Metil Merah dalam Kloroform terhadap persentase transpor Cd(II)

3.1.3. Pengaruh Konsentrasi EDTA dalam Fasa Penerima



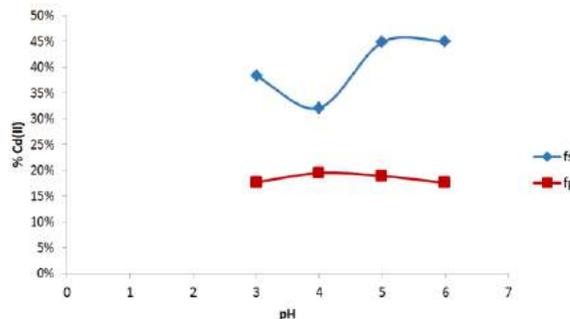
Gambar 5. Pengaruh Konsentrasi EDTA dalam fasa penerima terhadap persentase transpor Cd(II)

Gambar 5 memperlihatkan bahwa kondisi optimum transpor Cd(II) pada konsentrasi EDTA diperoleh 0,05 M dengan jumlah ion Cd(II) tertranspor ke fasa penerima sebesar 19,22% dan ion Cd(II) sisa dalam fasa sumber 40,08%. Pada konsentrasi yang lebih tinggi dari 0,05 M transpor Cd(II) mengalami penurunan yang disebabkan pada konsentrasi yang tinggi dari 0,05 M, kelarutan Na₂EDTA semakin kecil dan terjadi kejenuhan di fasa penerima, sehingga kekuatan Na₂EDTA untuk menarik logam ke fasa penerima berkurang.

3.1.4 Pengaruh pH dalam Fasa Penerima

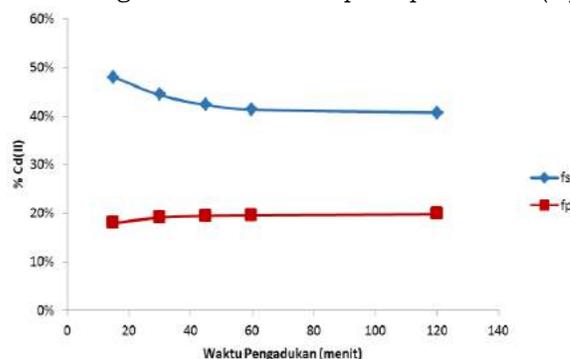
Dari Gambar 6 dapat dilihat kondisi optimum transpor Cd(II) ke fasa penerima terhadap pH EDTA diperoleh pada pH 4 dengan jumlah Cd(II) tertranspor dalam fasa penerima 19,45% sedangkan di fasa sumber 32,10%. Pada semua ion logam bereaksi dengan EDTA memiliki perbandingan 1:1, dan masing masing logam dengan EDTA juga

memiliki pH tertentu. Di sisi lain, Na₂EDTA lebih stabil dalam kondisi asam dan basa yang lebih rendah dari fasa penerima, yang menyebabkan kesulitan reaksi substitusi yang terjadi pada antarmuka fasa membran ke fasa penerima¹².



Gambar 6. Pengaruh pH EDTA 0,05 M dalam fasa penerima terhadap persentase transpor Cd(II)

3.1.5 Pengaruh Waktu Transpor Optimum Cd(II)

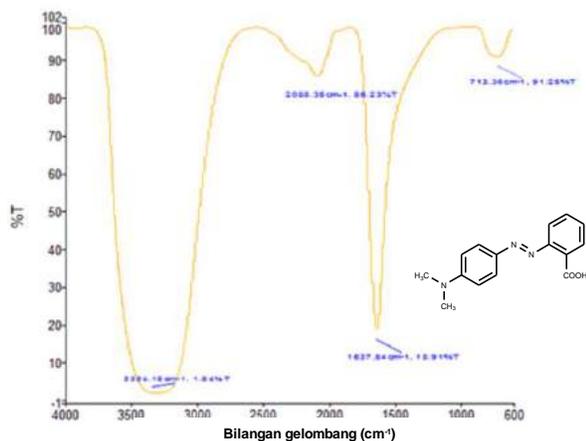


Gambar 7. Pengaruh variasi waktu terhadap persentase transpor Cd(II)

Semakin lama waktu transpor, persentase Cd(II) yang tersisa di fasa sumber menjadi semakin kecil sedangkan persentase Cd(II) yang tertranspor ke fasa penerima peningkatannya tidak signifikan disebabkan bahwa Cd(II) yang tertranspor banyak menumpuk dalam fasa membran. Pada Gambar 7 menunjukkan bahwa waktu optimum transpor Cd(II) dari fasa sumber ke fasa penerima dengan kecepatan pengadukan 300 rpm adalah 120 menit dengan persentase transpor Cd(II) ke fasa penerima 19,79% dan persentase Cd(II) yang tersisa dalam fasa sumber 40,70%

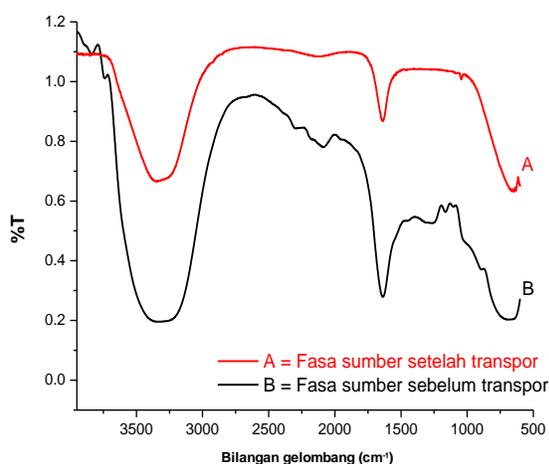
3.2 Analisis Fourier Transform Infrared (FTIR)

Pada Gambar 8 menunjukkan adanya vibrasi gugus O-H karboksilat pada serapan 3334 cm⁻¹, dan pada spektrum serapan 1637 cm⁻¹ merupakan vibrasi regangan alkena aromatik (C=C) dalam senyawa metil merah.

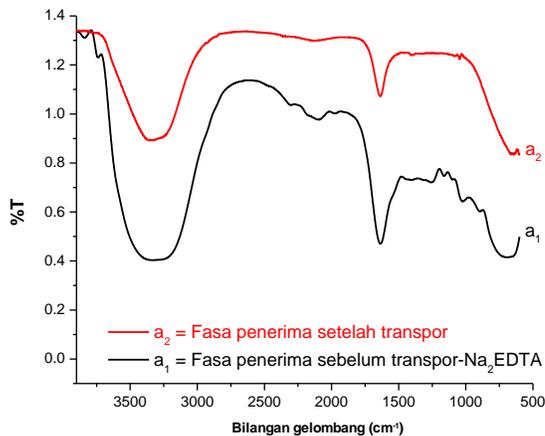


Gambar 8. Spektrum metil merah dalam air

Gambar 9 menunjukkan hasil FTIR fasa sumber sebelum dilakukan transpor, dapat dilihat adanya spektrum serapan pada 3336 cm^{-1} merupakan vibrasi dari gugus O-H dan angka gelombang 1637 cm^{-1} yang merupakan vibrasi regangan C=C yang berasal dari molekul metil merah, adanya ikatan C-N terbentuk pada angka gelombang 1265 cm^{-1} dan 1164 cm^{-1} , dan daerah sidik jari (*finger print*) pada spektrum fasa sumber menunjukkan adanya interaksi metil merah dengan Cd(II). Sedangkan pada spektrum 9A dapat terlihat bahwa munculnya angka gelombang baru setelah dilakukan transpor. Dari kedua spektrum menunjukkan adanya gugus dari metil merah dalam larutan fasa sumber.



Gambar 9. Spektrum FTIR dari fasa sumber sebelum transpor (B) dan fasa sumber setelah transpor (A)



Gambar 10. Spektrum FTIR dari fasa penerima sebelum transpor (a_1) dan fasa penerima setelah transpor (a_2)

Gambar 10 dapat dilihat adanya perbedaan spektrum fasa penerima sebelum dilakukan transpor dengan sesudah dilakukan transpor. Gambar 10a₁ terlihat serapan pada angka gelombang 3334 cm^{-1} yang merupakan gugus dari O-H, munculnya angka gelombang 1635 cm^{-1} merupakan vibrasi regangan C=C yang berasal dari metil merah dalam larutan fasa penerima.

Gambar 10a₂ terlihat serapan pada angka gelombang 3356 cm^{-1} adanya vibrasi gugus O-H, sedangkan pada angka gelombang 1635 cm^{-1} merupakan ikatan C=C didalam larutan fasa penerima. Hal ini membuktikan bahwa pada fasa penerima setelah dilakukan transpor yang menunjukkan adanya gugus logam Cd(II) dan metil merah. Sehingga dari semua fasa yang telah diuji memperlihatkan bahwa fasa membran yang mengandung metil merah sebagai zat pembawa (*carrier*) mengalami distribusi pada kedua fasa.

4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa transpor ion Cd(II) dapat dilakukan melalui teknik membran cair fasa ruah. Kondisi optimum dari metode transpor ion Cd(II) adalah $1,779 \times 10^{-4}\text{ M}$ Cd(II) dengan pH 4 di fasa sumber, konsentrasi metil merah dalam fasa membran $0,0003\text{ M}$, konsentrasi EDTA $0,05\text{ M}$ pada pH 4 dalam fasa penerima, dan waktu pengadukan 120 menit. Pada kondisi ini didapatkan persentase transpor ion Cd(II) ke fasa penerima 19,79% dan Cd(II) sisa di fasa sumber 40,70%. Dari hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan bahwa metil

merah sebagai zat pembawa (carrier) mengalami distribusi kedua fasa (fasa sumber dan fasa penerima).

Referensi

1. International Programme on Chemical Safety (IPCS), Environmental Health Criteria 61, World Health Organization, Geneva, 1988.
2. Bolton, K.A.; Evans, L.J.: Cadmium adsorption capacity of selected Ontario soils. *Canadian Journal Soil Science*, 1996, 76(2), 183–189
3. Mohammed, Ahmed A.; Maad A. Hussein; Amer D. Z. Albdiri. Application of Bulk Liquid Membrane Technique for Cadmium Extraction from Aqueous Solution. *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2018.
4. I. Sax; Dangerous Properties of Industrial Materials. New York: Nostrand-Reinhold. 1979
5. V.S. Kislik: Liquid Membranes Principles and Application in Chemical Separation and Wastewater Treatment. Elsevier B.V., 2010.
6. Khalil, F; dan Shamsipur: Separation Study of Cadmium as CdI_4^{2-} Through a Bulk Liquid Membrane Containing Ketoconazole and Oleic Acid. *Analytical Science Journal*, 2005, 21: 501-505.
7. Dimitrov, K.; Gancel, F.; Montastruca, L.; Nikov, I.: Liquid membrane extraction of bio-active amphiphilic substances: recovery of surfactin. *Biochemistry Engineering Journal*, 2008, 42(3), 248–253.
8. Mulder, M.: Basic Principle of Membrane Technology. DoRsrecht: Kluwer Academic Publisher. 1991.
9. Theresa Sita, K.: *Kinetika Kimia*. Padang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas. 1981.
10. Yulistia, V; Mustafa, D; Refinel: Optimasi transpor asam salisilat melalui teknik membran cair fasa ruah. *Jurnal Kimia Unand*. 2013, 2: 62-70.
11. Uglea, C.V.; Croitoru, M.: Transport of amino acid through liquid membranes III. The Alkaline Ion Role. *Journal Membrane Science*, 1997, 133, 127-131.
12. Bhatluri, K.K.; Mriganka, S.M.; Prabirkumar S.; Alope K.G.: Separation of Cd(II) from its aqueous solution using environmentally benign vegetable oil as liquid membrane. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, 2013.