

**ISSN 1410-8917**

---

---

# **JURNAL KIMIA SAINS DAN APLIKASI**

---

---

**VOL. XX, No. 2, Juli 2017**

**DITERBITKAN OLEH**

**DEPARTEMEN KIMIA FMIPA  
UNIVERSITAS DIPONEGORO  
SEMARANG**

<b>JKSA</b>	<b>VOL</b>	<b>NO</b>	<b>HALAMAN</b>	<b>SEMARANG</b>	<b>ISSN</b>
	<b>XX</b>	<b>2</b>	<b>53 - 104</b>	<b>Juli 2017</b>	<b>1410-8917</b>

**Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi**  
**Journal of Scientific and Applied Chemistry**  
**Editorial Team**

**Editor in Chief**

**Dr. Adi Darmawan**

Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University

**Editorial Board**

**Dr. Nor Basid Adiwibawa Prasetya**

Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University

**Dr. Yayuk Astuti**

Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University

**Dr. Choiril Azmiyawati**

Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University

**Dr. Mukhammad Asy'ari**

Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University

**Didik Setiyo Widodo, M.Si**

Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University

**Publisher**

Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University

Jl. Prof. Soedharto, S.H., Tembalang, Semarang, 50275

Email : [jksa@live.undip.ac.id](mailto:jksa@live.undip.ac.id)

website : <https://ejournal.undip.ac.id/index.php/ksa/>

Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi is indexed in



# Table of Contents

## Volume 20 Issue 2 Year 2017

### July 2017

<a href="#">Uji Aktivitas Fotokatalis Genteng Berglasir Silika/TiO<sub>2</sub> terhadap Degradasi Larutan Indigo Carmine, Metanil Yellow dan Rhodamin</a>	53-57
Maranti Sianita Sianita, Adi Darmawan, Choiril Azmiyawati DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.53-57">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.53-57</a>	
<a href="#">Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi menggunakan Metode Hidrotermal :Variasi Waktu dan Temperatur</a>	58-61
Arnelli Arnelli, Fitriani Solichah, Alfiansyah Alfiansyah, Ahmad Suseno, Yayuk Astuti DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.58-61">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.58-61</a>	
<a href="#">Fabrikasi Dye-Sensitized Solar Cell Menggunakan Fotosensitizer Ekstrak Bunga Rosela (Hibiscus sabdariffa L) dan Elektrolit Padat Berbasis PEG (Polyethylene Glycol)</a>	62-67
Mustaqim Mustaqim, Abdul Haris, Gunawan Gunawan DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.62-67">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.62-67</a>	
<a href="#">Pemisahan Ion Logam Timbal(II) Menggunakan Resin Terimpregnasi (SIR) dengan D2EHPA</a>	68-73
Ika Yunita, Muhammad Cholid Djunaidi, Abdul Haris DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.68-73">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.68-73</a>	
<a href="#">Pengaruh Konsentrasi Substrat Maltosa terhadap Potensial Listrik Baterai Lactobacillus bulgaricus (MFC)</a>	74-78
Farida Zulfah Fitriani, Linda Suyati, Wasino Hadi Rahmanto DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.74-78">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.74-78</a>	
<a href="#">Pengaruh Variasi Waktu Hidrotermal terhadap Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal Zeolit A dari Abu Sekam Padi</a>	79-83
Pungki Hanipa, Pardoyo Pardoyo, Taslimah Taslimah, Arnelli Arnelli, Yayuk Astuti DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.79-83">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.79-83</a>	
<a href="#">Isolasi Bakteri Termofilik Sumber Air Panas Gedongsongo dengan Media Pengaya MB (Minimal Broth) dan TS (Taoge Sukrosa) serta Identifikasi Fenotip dan Genotip</a>	84-91
Dewi Nuritasari, Purbowatiningrum Ria Sarjono, Agustina L. N. Aminin DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.84-91">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.84-91</a>	
<a href="#">Pengaruh Agen Pencangkok Heparin terhadap Kemampuan Transpor Kreatinin dan Urea Membran Turunan Kitosan</a>	92-94
Fathur Al Baani, Retno Ariadi Lusiana, Muhammad Cholid Djunaidi DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.92-94">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.92-94</a>	
<a href="#">Pengaruh CoO dan TiO<sub>2</sub> terhadap Warna Glasir Porselen ZnO</a>	95-98
Vega Norma Rafika Putri, Nurul Latifah, Yayuk Astuti DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.95-98">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.95-98</a>	
<a href="#">Pengelolaan Alat Bahan dan Laboratorium Kimia</a>	99-104
Raharjo Raharjo DOI: <a href="https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.99-104">https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.99-104</a>	



## Uji Aktivitas Fotokatalis Genteng Berglasir Silika/TiO<sub>2</sub> terhadap Degradasi Larutan Indigo Carmine, Metanil Yellow Dan Rhodamin

Maranti Sianita<sup>a</sup>, Choiril Azmiyawati<sup>a</sup>, Adi Darmawan<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> Inorganic Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [adidarmawan@live.undip.ac.id](mailto:adidarmawan@live.undip.ac.id)

### Article Info

**Keywords:**  
photocatalytic,  
glaze, Indigo  
carmine, Methyl  
Yellow, Rhodamine

**Kata kunci:**  
fotokatalitik, glasir,  
Indigo carmine,  
Metil Yellow,  
Rhodamine

### Abstract

The mixing of silica and TiO<sub>2</sub> and its use as catalysts has been investigated. The purpose of this study was to test the photocatalytic activity of silica/TiO<sub>2</sub> glaze roof to degrade dyes, such as indigo carmine, rhodamine and methyl yellow. The glaze was made by mixing the soda ash, borax, glass powder as the source of silica and TiO<sub>2</sub> functioned as the photocatalyst. Calcination was conducted at 900°C. The photocatalyst activity of the resulting glaze was performed by degradation using three different dyes. The dyes were flowed on the silica/TiO<sub>2</sub> glaze surface for 1, 2, 3, and 4 hours. The change in dye concentration was measured by a UV-VIS spectrophotometer. The results showed that glaze production of tile could be conducted by adding TiO<sub>2</sub> mixture on glaze. Photocatalytic results showed indigo carmine degradation was 74.58%, methyl yellow 16.08% and rhodamine 47.56%.

### Abstrak

Pencampuran silika dan TiO<sub>2</sub> dan penggunaan sebagai katalis telah diteliti. Tujuan dari penelitian ini adalah pengujian aktivitas fotokatalitik dari atap glasir silika/TiO<sub>2</sub> untuk mendegradasi zat warna, seperti indigo carmine, rhodamin dan methyl yellow. Glasir dibuat dengan mencampur abu soda, boraks, serbuk kaca yang dikenal sebagai sumber silika dan TiO<sub>2</sub> yang difungsikan sebagai fotokatalis. Pembakaran dilakukan dua kali pada 900°C. Aktivitas fotokatalis dari glasir yang dihasilkan dilakukan dengan uji kinerja degradasi menggunakan tiga pewarna berbeda. Pewarna dialirkan pada permukaan glasir silika / TiO<sub>2</sub> selama 1, 2, 3, dan 4 jam. Perubahan konsentrasi zat warna diukur dengan spektrofotometer UV-VIS. Hasil penelitian menunjukkan produksi glasir genteng dapat dilakukan dengan menambahkan campuran TiO<sub>2</sub> pada glasir. Hasil fotokatalitik menunjukkan degradasi indigo carmine adalah 74,58%, methanyl yellow 16,08% dan rhodamin 47,56%.

### 1. Pendahuluan

Penelitian yang mengkaji tentang penggunaan campuran silika/TiO<sub>2</sub> sebagai katalis telah banyak dilakukan. Kebanyakan campuran silika TiO<sub>2</sub> digunakan untuk membantu mempercepat reaksi yang melibatkan sinar UV atau yang lebih dikenal dengan proses fotokatalis. Penelitian tersebut antara lain degradasi *metil yellow* dan *rhodamin* menggunakan katalis lempung terpillar SiO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> [1, 2], degradasi larutan *metil orange* menggunakan fotokatalis nanopartikel TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>

[3] dan adsorpsi dan dekomposisi larutan organik volatil oleh serbuk SiO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub>. Hasil penelitian tersebut membuktikan bahwa campuran silika/TiO<sub>2</sub> dapat digunakan sebagai fotokatalis, yaitu mampu mendegradasi zat warna dengan bantuan sinar UV. Selain itu, TiO<sub>2</sub> dapat digunakan sebagai pereduksi emisi gas buang khususnya gas NO<sub>x</sub> dan CO, dengan prinsip fotokatalis. Fotokatalis merupakan suatu reaksi kimia yang melibatkan sinar UV dan katalis padat.

Penelitian [4] membuktikan bahwa di bawah sinar UV, mikroba akan mati ketika bersentuhan dengan senyawa titanium oksida. Sinar ultraviolet akan mengeksitasi elektron di permukaan partikel titanium oksida dan memicu reaksi dengan molekul air di permukaan partikel. Hasilnya adalah campuran radikal hidroksil dan ion superoksida potensial, produk reaktif yang membunuh sel dengan merusak membran sehingga semua isinya akan keluar. Titanium dioksida dapat digunakan sebagai fotokatalis karena merupakan semikonduktor yang memiliki celah energi yang cocok untuk membentuk beberapa reaksi kimia. Celah energi  $\text{TiO}_2$  mengakibatkan padatan ini mengabsorpsi radiasi elektromagnetik pada daerah UV dekat (*near UV*) [5].

Karena sifat fotokatalis tersebut,  $\text{TiO}_2$  secara luas digunakan pada berbagai aplikasi di kehidupan sehari-hari. Pada beberapa tahun terakhir, penelitian tentang fotokatalis beralih kepada pemanfaatan  $\text{TiO}_2$  sebagai bahan campuran untuk material bangunan. Dengan adanya  $\text{TiO}_2$  pada material bangunan menyebabkan material bangunan memiliki efek *self-cleaning* dan *self-sterilizing* pada permukaan material bangunan tersebut yang akibatnya dapat mendegradasi beberapa kontaminan organik di lingkungan sekitarnya. Baik polutan *outdoor* maupun *indoor* dalam hal ini dapat dikurangi dengan peran pasif dari material bangunan. Pada tahun 2008, Tobaldi dkk. [6] memanfaatkan  $\text{TiO}_2$  untuk dicampur pada adonan genteng dan digunakan untuk mendegradasi larutan *indigo carmine*.

Genteng merupakan salah satu properti rumah yang dibuat dengan bahan dasar lempung. Genteng bermutu baik apabila memenuhi sejumlah persyaratan, di antaranya adalah memiliki kuat tekan yang tinggi dan daya serap air yang rendah [7]. Sejauh ini pembuatan genteng umumnya hanya meliputi pencetakan dan pembakaran genteng serta pengglasiran genteng. Pengglasiran dilakukan untuk melapisi permukaan genteng agar genteng tampak mengkilap dan memiliki warna yang bagus, selain itu juga untuk mengurangi daya serap genteng terhadap air.

Glasir merupakan material yang terdiri dari beberapa bahan tanah atau batuan silikat yang dengan proses pembakaran akan melebur menjadi satu pada permukaan badan keramik. Glasir merupakan kombinasi seimbang dari salah satu atau lebih oksida basa (*fluks*), oksida asam (silika), dan oksida netral (alumina), ketiga bahan tersebut merupakan bahan utama pembentuk glasir yang dapat disusun dengan berbagai komposisi untuk suhu kematangan glasir yang dikehendaki. Dalam pengertian yang sederhana, untuk membuat glasir diperlukan tiga bahan utama, yaitu: silika yang berfungsi sebagai unsur pengglas (pembentuk kaca), alumina yang berfungsi sebagai unsur penguat, dan flux yang berfungsi sebagai unsur pelebur atau peleleh untuk menurunkan temperatur lebur bahan-bahan glasir [8].

Penambahan  $\text{TiO}_2$  dalam bahan pembuat glasir akan menyebabkan glasir mempunyai manfaat tambahan sebagai fotokatalis. Dengan berfungsi sebagai fotokatalis diharapkan genteng dengan disinari

matahari dapat membersihkan polutan di udara. Ditambahkannya  $\text{TiO}_2$  pada glasir didasarkan pada pertimbangan bahwa  $\text{TiO}_2$  mempunyai kemampuan untuk membunuh bakteri dan polutan lain di udara dengan bantuan sinar UV. Genteng berada di atap rumah yang selalu terkena sinar matahari maka dengan adanya  $\text{TiO}_2$  pada genteng, bila genteng terkena sinar matahari reaksi fotokatalis dapat terjadi dan polutan yang terdapat pada udara dapat berkurang.

Dalam penelitian ini diuji aktivitas fotokatalis dari genteng yang telah dilapisi glasir silika/ $\text{TiO}_2$  terhadap beberapa zat warna, yaitu *indigo carmine*, *metanil yellow*, dan *rhodamin*. Ketiga zat warna tersebut diatas digunakan untuk mewakili polutan udara, karena sangat sulit menganalisis persentase pengurangan konsentrasi kontaminan udara secara langsung. Oleh sebab itu, perlu dicari zat lain yang lebih mudah dianalisis persentase pengurangannya, maka pada penelitian ini digunakan zat warna sebagai model untuk menguji aktivitas fotokatalis dari genteng berglasir silika/ $\text{TiO}_2$ . Penelitian ini bertujuan menguji kemampuan degradasi dari genteng berglasir silika/ $\text{TiO}_2$  terhadap beberapa zat warna, meliputi *indigo carmine*, *rhodamin*, dan *metanil yellow*.

## 2. Metode Penelitian

### Bahan dan Alat

Genteng, bahan-bahan kimia teknis seperti  $\text{TiO}_2$ , Natrium tetraborat,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , silika dari kaca, akuades, larutan *indigo carmine*, *metanil yellow*, dan *rhodamin*. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: peralatan gelas, oven, ayakan 100 mesh, timbangan listrik, *furnace*, pompa akuarium, dan spektrofotometer UV Vis.

### Pengglasiran Genteng

Sampel berupa genteng diglasir dengan campuran silika, soda ash, boraks, dan  $\text{TiO}_2$  dengan perbandingan silika : Soda abu : boraks : titanium dioksida = 1 : 1,5 : 1 : 0,02. Campuran digerus hingga halus kemudian sampel genteng difurnace pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 3,5 jam.

### Uji Kemampuan Fotokatalis Genteng

Aktivitas fotokatalis genteng berglasir silika/ $\text{TiO}_2$  diteliti berdasarkan kemampuannya dalam mendegradasi larutan warna *indigo carmine*, *metanil yellow*, dan *rhodamin*. Pengujian dilakukan di bawah sinar matahari dengan reaktor fotokatalis yang telah berisi larutan zat warna masing-masing sebanyak 4 L dengan konsentrasi 1 ppm untuk *metanil yellow*, *rhodamin*, dan *indigo carmine* selama 1, 2, 3, dan 4 jam. Larutan zat warna di tempatkan dalam suatu wadah kemudian dialirkan ke atas permukaan genteng menggunakan aerator aquarium. Perubahan konsentrasi larutan warna setiap jam dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Hasil pembacaan absorbansi dikonversi ke konsentrasi dengan bantuan larutan standar masing-masing zat warna. Sebagai pembanding dibuat juga reaktor menggunakan genteng tanpa glasir dan diberi perlakuan yang sama.

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### Pengglasiran Sampel Genteng

Bahan penyusun glasir yang digunakan dalam penelitian ini adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ), Natrium tetraborat ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), Soda abu ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), dan  $\text{TiO}_2$  teknis. Sumber silika yang digunakan adalah botol kaca bekas transparan (tidak berwarna) jenis soda gamping (*soda-lime glass*). Kaca yang digunakan tidak berwarna karena dengan tidak adanya warna maka akan lebih sedikit mengandung oksida-oksida logam atau garam sehingga reaksi dapat berjalan sempurna. Botol kaca bening yang sudah dibersihkan dari pengotor kemudian dihaluskan dan disaring dengan ukuran 100 mesh. Tujuan penghalusan adalah untuk menyeragamkan ukuran serbuk kaca. Selain itu agar hasil lelehan kaca sempurna dan seragam. Boraks dan Soda abu termasuk ke dalam oksida basa (*flux*), digunakan untuk menurunkan titik lebur serbuk kaca (silika) (oksida asam) dari  $1.610^\circ\text{C}$ – $1.710^\circ\text{C}$  menjadi sekitar  $900^\circ\text{C}$ , sehingga akan menghemat penggunaan energi. Penambahan  $\text{TiO}_2$  dimaksudkan untuk memberikan efek fotokatalitik.

Dalam penelitian ini digunakan genteng yang sudah jadi atau genteng yang telah dibakar terlebih dahulu. Hal ini disebabkan karena penggunaan glasir pada genteng *single firing* akan membutuhkan perlakuan yang lebih khusus, karena benda mentah dalam keadaan kering akan sangat rapuh dan apabila diglasir akan cepat menyerap air, yang dapat menyebabkan benda mentah tersebut retak dan hancur. Bila menggunakan *double firing*, silika untuk bahan glasir akan meleleh dengan lebih sempurna.

Hasil pengglasiran pada permukaan genteng walaupun menghasilkan genteng yang mengkilap dan permukaannya halus namun tidak terlalu sempurna, yaitu warna glasir yang dihasilkan adalah hitam, masih terdapat *crazing* dan *pinhole*. Menurut Chavarria [8], warna glasir yang tidak muncul dengan baik disebabkan karena lapisan glasir terlalu tipis, sementara terjadinya *crazing* (retak seribu) disebabkan karena penyusutan larutan glasir tidak sesuai, pembakaran glasir di bawah temperatur bakarnya, dan *pinhole* (lubang-lubang kecil) diakibatkan oleh pembakaran glasir yang terlalu cepat.

Selain itu, warna glasir yang gelap juga disebabkan oleh adanya karbon yang menempel pada permukaan glasir selama proses pembakaran. Hal ini disebabkan proses pembakaran yang kurang stabil dan tidak sempurna sehingga karbon yang berasal dari bahan bakar (gas) menempel pada permukaan glasir dan menyebabkan warna glasir menjadi hitam.

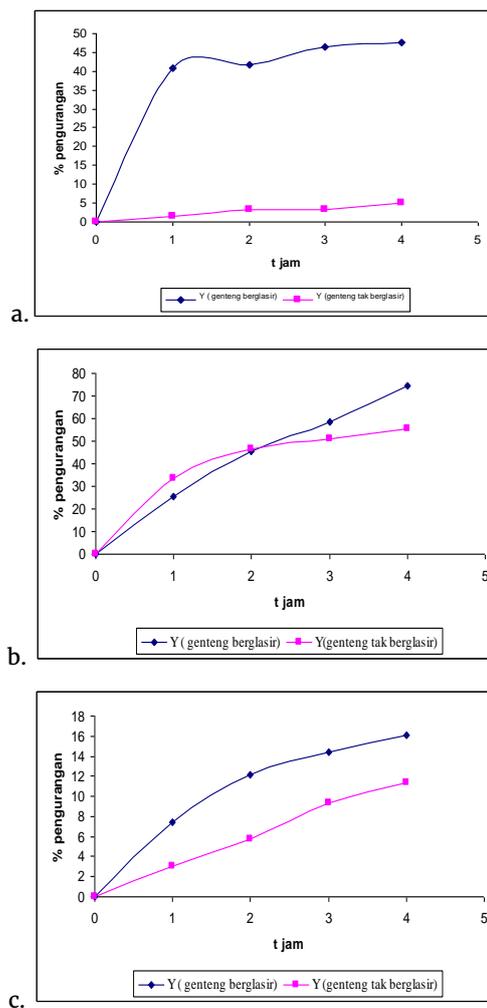
#### Uji Aktifitas Fotokatalis Genteng Berglasir Silika/ $\text{TiO}_2$ terhadap zat warna *indigo carmine*, *metanil yellow* dan *rhodamin*.

Penambahan  $\text{TiO}_2$  sebagai bahan glasir dilakukan dengan mencampurkan serbuk  $\text{TiO}_2$  ke dalam campuran bahan-bahan glasir lain yaitu silika, boraks, dan soda ash, kemudian dilapiskan pada permukaan genteng dan dibakar pada suhu  $900^\circ\text{C}$ .

Aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dipengaruhi oleh beberapa faktor, salah satu yang terpenting adalah bentuk kristalnya.  $\text{TiO}_2$  memiliki tiga macam bentuk kristal yaitu anatase, rutil, dan brokit. Namun hanya anatase dan rutil yang memiliki aktivitas fotokatalis. Bentuk kristal anatase diamati terbentuk pada pemanasan  $\text{TiO}_2$  bubuk mulai dari suhu  $120^\circ\text{C}$  dan mencapai sempurna pada suhu  $500^\circ\text{C}$ . Pada suhu  $700^\circ\text{C}$  mulai terbentuk kristal rutil [9]. Pada suhu  $900^\circ\text{C}$  diperkirakan seluruh serbuk  $\text{TiO}_2$  berbentuk kristal rutil sehingga masih memiliki karakter fotokatalis.

Menurut Wijaya dkk. [10] reaksi fotodegradasi terkatalisis memerlukan empat komponen utama, yaitu: sumber cahaya (foton), senyawa target, oksigen dan fotokatalis. Dalam penelitian ini, sumber cahaya berasal dari cahaya matahari, senyawa target adalah larutan zat warna *Indigo Carmine*, *Rhodamin*, dan *Metanil Yellow*, oksigen dari gas  $\text{O}_2$  sebagai penangkap elektron dan glasir silika/ $\text{TiO}_2$  sebagai fotokatalis.

Fotodegradasi zat warna dilakukan di ruang terbuka (terkena sinar matahari). Radiasi cahaya UV berperan sebagai foton yang dapat menghasilkan radikal OH<sup>-</sup> yang memiliki potensial oksidasi yang besar untuk molekul organik.



Gambar 1. Grafik persentase pengurangan konsentrasi zat warna terhadap waktu (a) *Rhodamin* (b) *indigo carmine* dan (c) *metanil yellow*

Dari grafik tersebut dapat dilihat bahwa dengan penambahan TiO<sub>2</sub> pada glasir menyebabkan glasir berfungsi sebagai fotokatalis. Hal ini terbukti dari persentase pengurangan konsentrasi zat warna yang dialirkan pada permukaan genteng berglasir silika/TiO<sub>2</sub> lebih besar dibandingkan dengan genteng yang tidak berglasir. Genteng berglasir silika/TiO<sub>2</sub> lebih mampu mendegradasi zat warna.

Dari ketiga grafik di atas dapat dilihat juga bahwa dengan semakin lamanya waktu kontak glasir silika/TiO<sub>2</sub> dengan larutan zat warna maka% pengurangan konsentrasi zat warna akan semakin besar. Degradasi zat warna menggunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub> terjadi melalui proses absorpsi zat warna ke permukaan partikel fotokatalis yang secara simultan disertai dengan proses oksidasi fotokatalitik terhadap zat warna. Menurut Gunlazuardi [11], h<sup>+</sup> pada permukaan TiO<sub>2</sub> merupakan spesi oksidator kuat, karenanya akan mengoksidasi spesi kimia lainnya yang mempunyai potensial redoks lebih kecil, termasuk dalam hal ini molekul air dan atau gugus hidroksil yang akan menghasilkan radikal hidroksil.

Mekanisme fotokatalis semikonduktor TiO<sub>2</sub> dengan adanya bantuan sinar UV dapat dijelaskan sebagai berikut. Pada saat Silika/TiO<sub>2</sub> terkena radiasi sinar UV yang memiliki energi yang bersesuaian atau bahkan melebihi energi celah pita dalam oksida titan tersebut, di dalam fotokatalis akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi yang akan menghasilkan e<sup>-</sup>, dan menyebabkan adanya kekosongan atau hole (h<sup>+</sup>) yang berperan sebagai muatan positif [12]. Reaksi menurut [13]Banerjee (2006) adalah sebagai berikut :



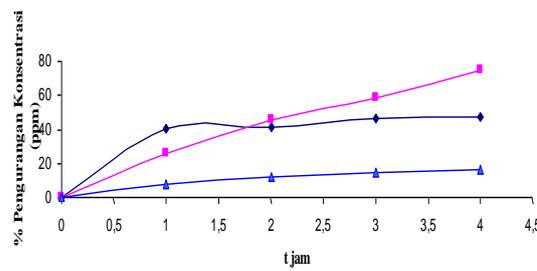
Selanjutnya hole (h<sup>+</sup>) akan bereaksi dengan hidroksida logam yaitu hidroksida oksida titan membentuk radikal hidroksida logam yang merupakan oksidator kuat untuk mengoksidasi zat warna. Untuk elektron yang ada pada permukaan semikonduktor akan terjebak dalam hidroksida logam dan dapat bereaksi dengan penangkap elektron yang ada dalam larutan misalnya H<sub>2</sub>O atau O<sub>2</sub>, membentuk radikal hidroksil (.OH) atau superoksida (.O<sub>2</sub><sup>-</sup>) yang akan mengoksidasi zat warna dalam larutan. Radikal-radikal ini akan terbentuk terus-menerus selama glasir silika/TiO<sub>2</sub> masih dikenai radiasi sinar UV dan akan menyerang zat warna yang ada di permukaan katalis sehingga zat warna mengalami degradasi.



Jadi dengan bertambahnya radiasi sinar UV maka foton yang mengenai glasir silika/TiO<sub>2</sub> akan semakin banyak sehingga zat warna yang terdegradasi akan semakin banyak. Molekul yang dihasilkan dari degradasi zat warna oleh TiO<sub>2</sub> akan teradsorpsi dan teroksidasi kembali oleh radikal hidroksil terus menerus hingga proses radiasi berakhir. Dalam penelitian ini glasir silika/TiO<sub>2</sub> dengan bantuan sinar matahari juga dapat

menghasilkan radikal hidroksil yang akan bertindak sebagai agen pengoksidasi kuat, yang mampu mendegradasi zat warna.

Pada permukaan glasir silika/TiO<sub>2</sub> terjadi adsorpsi dari molekul-molekul zat warna. Sehingga absorbansi dari zat warna yang telah dialirkan di atas glasir menurun dibandingkan dengan sampel genteng tanpa glasir silika/TiO<sub>2</sub>. Keberadaan TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis tentu saja memiliki peranan yang sangat penting dalam reaksi fotodegradasi zat warna, karena dengan adanya TiO<sub>2</sub> dapat menjadi katalis dalam terbentuknya radikal OH<sup>.</sup> yang berperan dalam degradasi zat warna.



Gambar 2. Grafik perbandingan persentase pengurangan zat warna terhadap waktu

Setiap zat warna mempunyai serapan warna pada panjang gelombang yang berbeda-beda. Pada pengukuran menggunakan spektrofotometer menunjukkan bahwa gelombang maksimum yang paling besar dimiliki oleh indigo carmine, yaitu pada panjang gelombang 580 nm, sedangkan untuk rhodamin dan metanil yellow masing-masing mempunyai panjang gelombang 540 nm dan 480 nm.

Dari grafik di atas dapat dilihat bahwa terdapat perbedaan yang signifikan antara konsentrasi sebelum dan setelah proses degradasi. Pada pengukuran persentase degradasi didapatkan persentase senyawa indigo carmine sebesar 74,58% dan rhodamin sebesar 47,56%. Sedangkan metanil yellow menunjukkan persentase degradasi yang paling kecil yaitu sebesar 16,08%. Hal ini sesuai dengan penelitian [1] yang menyatakan katalis TiO<sub>2</sub> kurang signifikan dalam mendegradasi Metil yellow. Namun hasil persentase degradasi untuk indigo carmine dan rhodamin pada penelitian ini tidak sesuai dengan penelitian [14], di mana pada penelitian ini persentase degradasi TiO<sub>2</sub> terhadap indigo carmine lebih besar dibandingkan dengan persentase degradasi TiO<sub>2</sub> terhadap rhodamin.

Pada penelitian [14], dinyatakan bahwa persentase degradasi TiO<sub>2</sub> terhadap rhodamin lebih besar dibandingkan persentase degradasi indigo carmine. Rhodamin lebih mudah didegradasi oleh TiO<sub>2</sub> dibandingkan dengan metanil yellow dan indigo carmine karena perbedaan struktur molekul ketiga zat warna tersebut. Zat warna indigo carmine dan metanil yellow memiliki struktur memanjang sedangkan rhodamin memiliki struktur yang cenderung rapat. Hal ini dimungkinkan akan mempengaruhi mudah tidaknya zat warna ini masuk ke dalam pori TiO<sub>2</sub> dan kemudian akan bereaksi dengan radikal OH<sup>.</sup> dan menyebabkan zat

warna terdegradasi. Molekul zat warna yang merapat cenderung mempunyai ukuran yang lebih kecil sehingga akan mudah masuk ke dalam pori-pori gelasir. Sedangkan *indigo carmine* dan *metanil yellow* mempunyai ikatan memanjang dan mempunyai molekul yang besar pula sehingga sukar masuk ke dalam pori-pori gelasir. Pernyataan ini kurang tepat, karena rhodamin sebenarnya memiliki struktur yang cukup meruah, yaitu tersusun dari beberapa cincin aromatis yang menyatu. Hal ini mengakibatkan radikal  $\text{OH}^-$  lebih sulit untuk mendegradasi rhodamin.

Faktor lain yang menyebabkan perbedaan hasil penelitian adalah kondisi lingkungan ketika melakukan penelitian yaitu perbedaan sumber cahaya UV yang digunakan. Pada penelitian Saefudin, sumber UV yang digunakan adalah lampu ultraviolet, sedangkan pada penelitian ini menggunakan sinar matahari. Selain itu pada penelitian Saefudin  $\text{TiO}_2$  diimpregnasikan pada lempung. Perbedaan lainnya adalah luas permukaan katalis yang digunakan, hal ini menyebabkan perbedaan besarnya persentase degradasi zat warna.

*Metanil yellow* mempunyai tingkat degradasi yang paling kecil karena dipengaruhi gugus azo pada struktur molekulnya. Gugus azo ( $\text{N}=\text{N}$ ) pada zat warna *metanil yellow* akan mudah putus dikarenakan gugus benzene yang mengapitnya merupakan penarik elektron yang baik. Gugus N mempunyai pasangan elektron bebas sehingga akan mampu menarik molekul air. Zat warna *metanil yellow* mempunyai gugus yang kemungkinan dapat mengikat molekul air yang paling banyak, yaitu pada gugus azo pada bagian tengah dan pada gugus N-H. Karena mengikat banyak molekul air ini maka zat warna *metanil yellow* akan lebih sulit masuk ke dalam pori-pori gelasir dan akan lebih sulit terdegradasi.

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa genteng yang dilapisi gelasir silika/ $\text{TiO}_2$  memiliki aktivitas sebagai fotokatalis dan kemampuan degradasi dari genteng bergelasir silika/ $\text{TiO}_2$  terhadap zat warna *indigo carmine* sebesar 74,58% , *metanil yellow* 16,08%, dan rhodamin sebesar 47,56%.

#### 5. Referensi

- [1] Siwi Harning Pambudi, Pengaruh Surfaktan CTMA-Br (Setiltrimetilamonium-Bromida) Pada Sintesis Lempung Terpilar  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$  Serta Aplikasinya Sebagai Fotokatalis Degradasi Metanil Yellow, Jurusan Kimia, Universitas Diponegoro, Semarang
- [2] Ryzkyningtyas Kusumawardani, Pengaruh Surfaktan Dodesilamin pada Sintesis Lempung Terpilar  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$  serta Aplikasinya sebagai Fotokatalis Degradasi Rhodamin, (2008)
- [3] Shihong Xu, Wenfeng Shanguan, Jian Yuan, Mingxia Chen, Jianwei Shi, Zhi Jiang, Synthesis and performance of novel magnetically separable nanospheres of titanium dioxide photocatalyst with egg-like structure, *Nanotechnology*, 19, 9, (2008) 095606
- [4] Tae-Kyu Lim, Tadataka Murakami, Makoto Tsuboi, Kazuharu Yamashita, Tadashi Matsunaga, Preparation of a colored conductive paint electrode for electrochemical inactivation of bacteria, *Biotechnology and bioengineering*, 81, 3, (2003) 299-304
- [5] Ismunandar, Padatan Oksida Logam, Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya, Thesis, Departemen Kimia FMIPA ITB, ITB, Bandung
- [6] DM Tobaldi, A Tucci, G Camera-Roda, G Baldi, L Esposito, Photocatalytic activity for exposed building materials, *Journal of the European Ceramic Society*, 28, 14, (2008) 2645-2652
- [7] Ambar Astuti, Pengetahuan Keramik, Gajah Mada University Press, Yogyakarta, 1997.
- [8] Joaquim Chavarria, Ceramic class: Glazing techniques, in, New York: Watson-Guptill Publication, 1998.
- [9] David F Ollis, Hussain Al-Ekabi, Photocatalytic purification and treatment of water and air: proceedings of the 1st International Conference on  $\text{TiO}_2$  Photocatalytic Purification and Treatment of Water and Air, London, Ontario, Canada, 8-13 November, 1992, Elsevier Science Ltd, 1993.
- [10] Karna Wijaya, Eko Sugiharto, Is Fatimah, Sri Sudiono, Dyan Kurniaysih, Utilisasi  $\text{TiO}_2$ -Zeolit dan Sinar UV Untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red, *Berkala Ilmiah MIPA*, 16, 3, (2006)
- [11] Jarnuzi Gunlazuardi, Fotokatalisis pada Permukaan  $\text{TiO}_2$ : Aspek Fundamental dan Aplikasinya, Seminar Nasional Kimia Fisika II, (2001).
- [12] Hinda Lachheb, Eric Puzenat, Ammar Houas, Mohamed Ksibi, Elimame Elaloui, Chantal Guillard, Jean-Marie Herrmann, Photocatalytic degradation of various types of dyes (Alizarin S, Crocein Orange G, Methyl Red, Congo Red, Methylene Blue) in water by UV-irradiated titania, *Applied Catalysis B: Environmental*, 39, 1, (2002) 75-90
- [13] S Banerjee, Judy Gopal, P Muraleedharan, AK Tyagi, Baldev Raj, Physics and chemistry of photocatalytic titanium dioxide: visualization of bactericidal activity using atomic force microscopy, *Current Science*, 90, 10, (2006) 1378-1383
- [14] Agus Saefudin, Adi Darmawan, Choiril Azmiyawati, Sintesis Lempung Terpilar  $\text{TiO}_2$  Menggunakan Surfaktan Dodesilamin, Karakterisasi Dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis Degradasi Zat Warna Indigo Carmine, Metanil Yellow, Dan Rhodamin, (2008)



## Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi menggunakan Metode Hidrotermal :Variasi Waktu dan Temperatur

Arnelli<sup>a\*</sup>, Fitriani Solichah<sup>a</sup>, Alfiansyah<sup>a</sup>, Ahmad Suseno<sup>a</sup>, Yayuk Astuti<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Physical Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [arnelli@live.undip.ac.id](mailto:arnelli@live.undip.ac.id)

Article Info	Abstract
<p>Keywords:</p> <p>Zeolites, rice husk ash</p>	<p>The synthesis of zeolites from rice husk ash by varying hydrothermal time and temperature has been conducted. The results obtained are Na-A zeolite having KTK value 53.23 meq/100 gram at 7 hours hydrothermal time variation and at 100°C temperature obtained Na-A zeolite with KTK value of 132.8 meq/100 gram</p>
<p>Kata kunci:</p> <p>Zeolite, abu sekam padi</p>	<p><b>Abstrak</b></p> <p>Telah disintesis zeolit dari abu sekam padi dengan memvariasikan waktu dan temperatur hidrotermal. Hasil yang diperoleh merupakan zeolit Na-A yang mempunyai nilai KTK 53,23 meq/100 gram pada variasi waktu hidrotermal 7 jam dan pada temperatur 100 oC diperoleh zeolit Na-A dengan nilai KTK 132,8 meq/100 gram</p>

### 1. Pendahuluan

Zeolit mengandung kation-kation untuk menstabilkan muatan zeolit serta sejumlah molekul air [1] dan memiliki kemampuan melakukan pertukaran kationnya tersebut [2]. Kation-kation tersebut dapat dipertukarkan dengan kation sejenis, kemampuan inilah yang banyak dimanfaatkan di industri, salah satunya pada industri deterjen, diantaranya menurunkan kesadahan air dengan cara pertukaran ion natrium yang dilepaskan zeolit dan digantikan ion kalsium dari air sadah [3]. Zeolit jenis A, X, dan P. Zeolit jenis A memiliki kemampuan dalam selektifitas adsorpsi yang tinggi terhadap ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  serta memiliki diameter pori-pori sebesar 0,42 nm dan rasio Si/Al mendekati 1 [4].

Peranan silika pada sintesis zeolit sebagai bahan dasar sangat mutlak disamping alumina. Salah satu sumber di alam yang kaya akan silika adalah sekam padi, dimana sekam padi selama ini kurang dimanfaatkan penggunaannya. Kandungan silika dalam abu sekam padi mencapai 86,9-97,80%. Katsuki dan Komarneni [5] telah mensintesis zeolit Na-A dari bahan dasar sekam padi menunjukkan rasio Si/Al sebesar 2

dengan diameter pori-pori 3,9 nm dan nilai KTK 506 meq/100 gram.

Hui dan Chao [6] telah mensintesis zeolit 4A dari fly ash batu bara dengan menggunakan metode hidrotermal menunjukkan bahwa zeolit yang terbentuk adalah zeolit 4A. Sintesis tersebut dapat menghilangkan ion kalsium dalam air sadah, namun dalam bentuk morfologi kristal serta ukuran diameter pori-pori kurang baik yaitu dengan diameter pori-pori sebesar 2-4,5  $\mu\text{m}$  dan nilai KTK sebesar 190 meq/100 gram.

Jiang dkk. [7] telah melakukan sintesis zeolit A dari palygorskite dengan variasi waktu hidrotermal menghasilkan zeolit sintesis dengan ukuran diameter pori-pori 2  $\mu\text{m}$  dan nilai KTK 318 meq/100 gram dan rasio Si/Al sebesar 1,53-3,05 pada waktu hidrotermal 5 jam. Waktu hidrotermal dalam sintesis zeolit berpengaruh terhadap ukuran pori, luas permukaan, volume zeolit, dan kristalinitas zeolit.

Berdasarkan kajian penelitian diatas, maka pada penelitian ini di lakukan sintesis zeolit dari sekam padi dengan menggunakan metode hidrotermal dengan variasi waktu dan suhu hidrotermal, kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan ditentukan nilai KTK.

**2. Metodologi**

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi alat hidrotermal, X-Ray Diffractometer (XRD) Shimadzu X-2000 dan bahan yang digunakan adalah Natrium hidroksida (Merck), sekam padi, Al(OH)<sub>3</sub> (Merck), aquades, aquabides,

Natrium silikat yang diperoleh dari abu sekam padi dicampur dengan Natrium aluminat yang dibuat dari NaOH dan Al(OH)<sub>3</sub> kemudian diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer selama 2 jam, selanjutnya dimasukkan ke dalam botol teflon kemudian di tempatkan pada alat hidrotermal dan dipanaskan selama waktu (3, 4, 5, 6, dan 7 jam) dengan kode sampel Z1, Z2, Z3, Z4, dan Z5, variasi temperatur (50, 100, dan 150°C) dengan kode sampel Z50, Z100, Z150. Padatan yang terbentuk disaring kemudian dicuci dengan akuabides hingga pH filtrat 10-11, kemudian dikeringkan, dikarakterisasi dengan XRD dan ditentukan nilai tukar kation (KTK)

**3. Hasil Dan Pembahasan**

**Karakterisasi dengan XRD**

Hasil difraktogram XRD dapat dilihat pada gambar 1 dan sudut 2θ dari masing-masing zeolit sintesis serta perbandingan referensi dirangkum pada tabel 1 sampai 5.

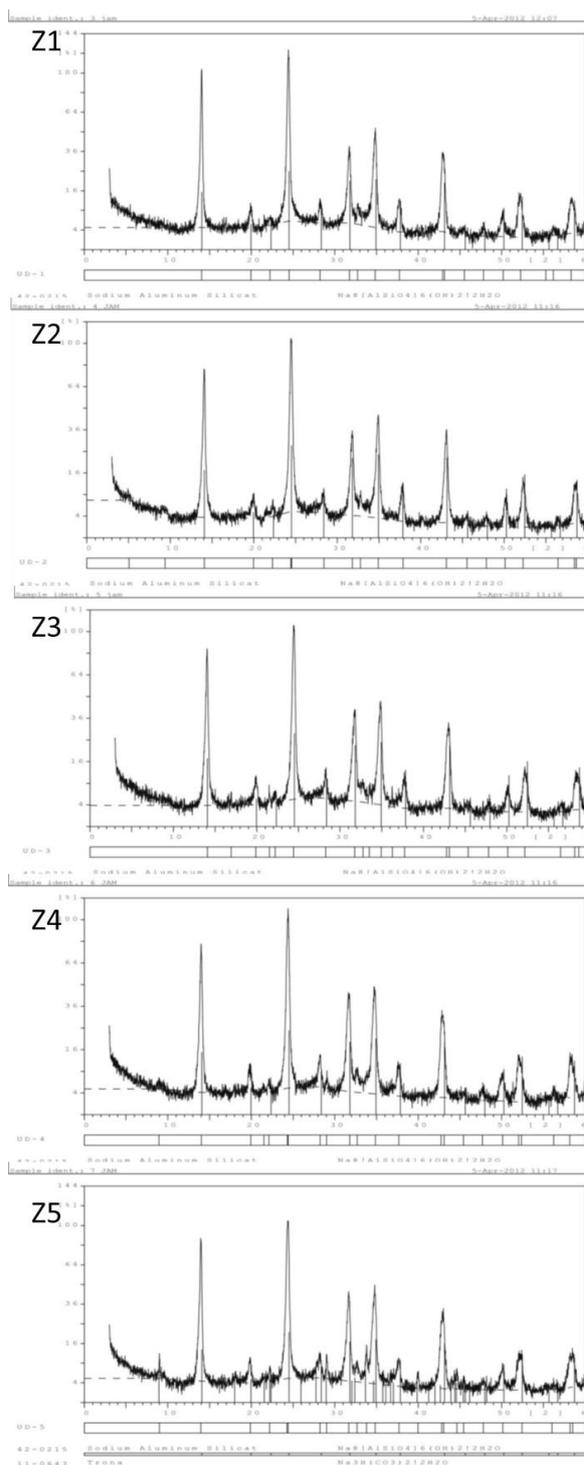
Berdasarkan data JCPDS nomor 11-0401 (Sodalite), nomor 47-0162 (zeolit A/ Na<sub>12</sub>Al<sub>12</sub>Si<sub>12</sub>O<sub>48</sub>.27H<sub>2</sub>O), dan nomor 38-0241 (zeolit Na-A/ Na<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>1.85</sub>O<sub>7.7</sub> 5.1H<sub>2</sub>O) menunjukkan bahwa hasil dari difraktogram zeolit sintesis pada kelima variasi waktu hidrotermal adalah sodalite dan zeolit Na-A, berikut adalah tabel perbandingan puncak tertinggi difraktogram dari zeolit sintesis dengan referensi.

Tabel 1. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 3 jam (Z1) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z1	2θ (°) Referensi		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
14,039	14,091	-	-
24,420	24,502	-	-
31,73	31,819	-	-
42,972	-	-	42,759
52,520	-	-	52,454
58,559	-	-	58,477

Tabel 2. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 4 jam (Z2) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z2	2θ (°) Referensi		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
14,054	14,091	-	-
24,470	24,502	-	-
31,776	31,819	-	-
47,514	-	-	42,759
52,440	-	-	52,454
58,661	-	-	58,477



Gambar 1. Difraktogram zeolit sintesis

Tabel 3. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 5 jam (Z3) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z3	2θ (°) Referensi		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
14,022	14,091	-	-
24,470	24,502	-	-
31,776	31,819	-	-
42,964	-	-	42,759
52,196	-	-	52,454
58,260	-	-	58,477

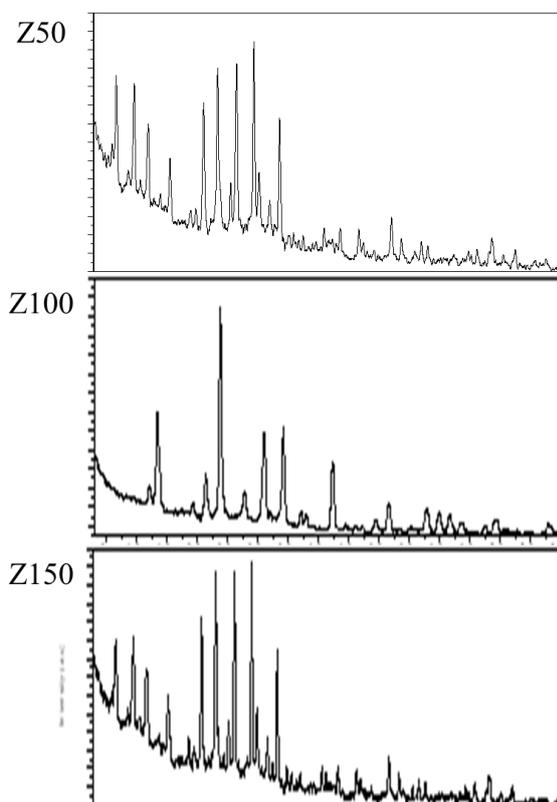
Tabel 4. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 6 jam (Z4) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z4	2θ (°) REFERENSI		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
24,379	24,502	-	-
28,218	28,493	-	-
31,659	31,819	-	-
42,903	-	-	42,759
52,052	-	-	52,454
58,424	-	-	58,477

Tabel 5. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 7 jam (Z5) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z5	2θ (°) Referensi		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
24,361	24,502	-	-
31,652	31,819	-	-
42,906	-	-	42,759
50,076	50,255	-	-
52,109	-	-	52,454
58,463	-	-	58,477

Kelima zeolit sintesis menunjukkan terbentuknya sodalit dan zeolit Na-A namun tidak menunjukkan adanya zeolit-A hal ini disebabkan suhu hidrotermal yang tidak konstan dan tekanan gas dalam alat hidrotermal tidak cukup untuk penataan ulang Si-Al dalam kerangka zeolit. Sintesis zeolit selanjutnya dilakukan pada suhu hidrotermal yang dapat diatur dan lebih konstan. Hasil difraktogram sebagai berikut.



Gambar 2. Difraktogram zeolit sintesis, variasi suhu hidrotermal

Tabel 6. Nilai 2θ Puncak Difraktogram tertinggi zeolit dengan variasi suhu hidrotermal

Z50	Z100	Z150
23,3381	23,2618	13,4527
26,4383	26,3687	23,7785
29,3033	29,2187	30,9885

Sesuai dengan database JCPDS nomor 39-0222 ( $\text{Na}_9\text{Al}_9\text{Si}_9\text{O}_{384}\cdot 216\text{H}_2\text{O}$ ) dan JCPDS nomor 38-0241 ( $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_{1.85}\text{O}_{7.7}\cdot 5.1\text{H}_2\text{O}$ ), sehingga dapat disimpulkan bahwa zeolit tersebut berupa zeolit Na A dengan struktur kristal yang berbentuk kubus, Z100 sesuai dengan database JCPDS nomor 39-0222 ( $\text{Na}_9\text{Al}_9\text{Si}_9\text{O}_{384}\cdot 216\text{H}_2\text{O}$ ) dan JCPDS nomor 38-0241 ( $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_{1.85}\text{O}_{7.7}\cdot 5.1\text{H}_2\text{O}$ ), dapat disimpulkan bahwa zeolit tersebut berupa zeolit Na A dengan struktur kristal berbentuk kubus dan Z150 sesuai dengan database JCPDS nomor 43-0168 ( $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_{4.5}\text{O}_{13}\cdot x\text{H}_2\text{O}$ ), dapat disimpulkan bahwa zeolit tersebut memiliki pola difraktogram yang mirip dengan zeolit Na Y dengan struktur kristal berbentuk kubus. Sintesis zeolit yang dilakukan pada suhu hidrotermal 150°C memberikan hasil berupa difraktogram yang berbeda daripada difraktogram zeolit yang disintesis pada suhu hidrotermal 50°C dan 100°C. Hal ini dikarenakan pada suhu 150 °C, tekanan gas semakin meningkat sehingga mempengaruhi penataan ulang ikatan antara Si-Al, mengakibatkan terjadinya perubahan struktur kerangka zeolit sintetik.

Nilai Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Tabel 7. Hasil Kapasitas Tukar Kation Zeolit hasil sintesis (Variasi waktu hidrotermal)

Zeolit	KTK (meq/100 g)
Z1	47,00
Z2	39,26
Z3	39,04
Z4	50,36
Z5	53,23

Pada tabel 7 dapat dilihat kecenderungan nilai KTK, semakin meningkat waktu hidrotermal semakin meningkat pula nilai KTK zeolit sintesis dan tertinggi pada waktu hidrotermal 7 Jam (Z5). Nilai KTK zeolit yang disintesis dengan variasi suhu hidrotermal dapat dilihat pada tabel 8. Pada variasi suhu hidrotermal yang memberikan nilai KTK tertinggi yaitu hidrotermal 100°C. Hal ini menunjukkan bahwa zeolit sintesis ini mengandung Al yang lebih banyak, muatan negatif pada zeolit terdistribusi pada Al sehingga perlu dinetralkan dengan kation (Na) dan kation ini dapat dipertukarkan dengan kation lain.

Tabel 8. Hasil Kapasitas Tukar Kation Zeolit hasil sintesis (Variasi Suhu hidrotermal)

Zeolit	KTK (meq/100 g)
Z50	80,80
Z100	132,80
Z150	50,80

#### 4. Kesimpulan

Zeolit sintesis dengan variasi waktu hidrotermal adalah termasuk zeolit-Na dengan nilai Kapasitas Tukar Kation 53,23 dan variasi suhu hidrotermal adalah zeolit-Na dan Zeolit-Y dengan nilai Kapasitas Tukar Kation 132,80.

#### 5. Referensi

- [1] Takeshi Kadono, Takeshi Kubota, Hironori Chatani, Takao Kawabata, Yasuaki Okamoto, Structure Control of Molybdenum Sulfide Clusters Encaged in Zeolite Prepared by a CVD Technique, in: E.M. Gaigneaux, M. Devillers, D.E. De Vos, S. Hermans, P.A. Jacobs, J.A. Martens, P. Ruiz (Eds.) *Studies in Surface Science and Catalysis*, Elsevier, 2006, pp. 849–856.
- [2] Claudia Belviso, Francesco Cavalcante, Antonio Lettino, Saverio Fiore, Zeolite synthesised from fused coal fly ash at low temperature using seawater for crystallization, *Coal Combustion and Gasification Products*, 1, 1, (2009) 8–1
- [3] J. S. Udhoji, Amit Kumar Bansiwala, S. U. Meshram, S. S. Rayalu, Improvement in optical brightness of fly ash based zeolite-A for use as detergent builder, *Journal of Scientific and Industrial Research*, 64, (2005) 367–371
- [4] Anonim, Zeolites for Detergents as nature intended, in, Zeodet, Association of Detergent Zeolite Producers, 2011.
- [5] Hiroaki Katsuki, Sridhar Komarneni, Synthesis of Na-A and/or Na-X zeolite/porous carbon composites from carbonized rice husk, *Journal of Solid State Chemistry*, 182, 7, (2009) 1749–1753 <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2009.04.022>
- [6] K. S. Hui, C. Y. H. Chao, Pure, single phase, high crystalline, chamfered-edge zeolite 4A synthesized from coal fly ash for use as a builder in detergents, *Journal of Hazardous Materials*, 137, 1, (2006) 401–409 <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.02.014>
- [7] Jinlong Jiang, Liangdong Feng, Xu Gu, Yunhua Qian, Yaxin Gu, Chuansong Duanmu, Synthesis of zeolite A from palygorskite via acid activation, *Applied Clay Science*, 55, Supplement C, (2012) 108–113 <https://doi.org/10.1016/j.clay.2011.10.014>



## Fabrikasi *Dye-Sensitized Solar Cell* Menggunakan Fotosensitizer Ekstrak Bunga Rosela (*Hibiscus sabdariffa L*) dan Elektrolit Padat Berbasis PEG (Polyethylene Glycol))

Mustaqim<sup>a\*</sup>, Abdul Haris<sup>a\*</sup>, Gunawan<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Analytical Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [a.haris@live.undip.ac.id](mailto:a.haris@live.undip.ac.id)

### Article Info

#### Keywords:

Dye-Sensitized Solar Cell, Rosela flower (*Hibiscus sabdariffa L*), Solid electrolyte

#### Kata kunci:

Dye-Sensitized Solar Cell, Bunga Rosela (*Hibiscus sabdariffa L*), Elektrolit Padat

### Abstract

Dye sensitized solar cell (DSSC) was fabricated using natural dye of rosella extract and PEG (polyethylene glycol) based solid electrolyte containing a redox couple of  $I^-/I_3^-$ . Dye-sensitized solar cell was constructed as a sandwich structure with a photoelectrode of  $TiO_2$  deposited on transparent conductive oxide (TCO) and graphite as a counter electrode. Rosella extract, maserated in a mixture of methanol, acetic acid and water for 24 hours, was used for immersion of photoelectrode  $TiO_2$  for 1 hour and 24 hours. Dye was characterized using FT-IR and UV-Vis spectrophotometers, while  $TiO_2$  was characterized using XRD and SEM. The performance of the dye sensitized solar cell was examined under natural sunlight irradiation for 1 hour on 00:15–01:15 pm at atmosphere temperature of 39°C. Characterization results showed that  $TiO_2$  thin layer had anatase phases and porous surfaces with a crystal size ca. 41.56 nm. UV-Vis spectra showed that the dye had a maximum absorption at 530 nm, while FT-IR spectra assigned the presence of carbonyl and hydroxyl groups of the dye. The fabricated solar cell had VOC (open circuit potential) of 0.124 and 0.127 V,  $I_{sc}$  (short cut current) of 0.084 and 1.275 mA, and also efficiency of 0.00098 % and 0.01883 % for  $TiO_2$  electrode immersion for 1 hour and 24 hours, respectively.

### Abstrak

Telah dibuat *Dye-Sensitized Solar Cell* (DSSC) menggunakan dye alami ekstrak bunga Rosela dan elektrolit padat berbasis PEG yang mengandung pasangan redoks  $I^-/I_3^-$ . *Dye-Sensitized Solar Cell* dikonstruksi dengan struktur sandwich menggunakan fotoelektrode  $TiO_2$  yang dideposisi pada kaca *Transparent Conductive Oxide* (TCO) dengan elektrode lawan grafit. Dye ekstrak bunga rosela dimaserasi dalam campuran metanol, asam asetat dan air selama 24 jam dan digunakan untuk perendaman fotoelektroda  $TiO_2$  selama 1 jam dan 24 jam. Dye dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan UV-Vis dan  $TiO_2$  menggunakan X-RD dan SEM. Kinerja sel surya diuji di bawah sinar matahari selama 1 jam pada jam 12:15–13:15 dengan suhu atmosfer 39°C. Spektra UV-Vis dan FT-IR larutan dye menunjukkan adanya kandungan antosianin pada panjang gelombang maksimum 530 nm dan diperkuat dengan munculnya gugus hidroksil, benzena dan karbonil pada serapan inframerah. Hasil karakterisasi XRD dan SEM menunjukkan  $TiO_2$  memiliki fase kristalin anatase dengan ukuran kristal sebesar 41,56 nm dan morfologi permukaan dengan ukuran rongga sekitar 94,11nm dan ketebalan penampang lintang sekitar 39,05. *Dye-Sensitized Solar Cell* yang dibuat menghasilkan potensial rangkaian terbuka (VOC) sebesar 0,124 V dan 0,127 V, arus rangkaian pendek (ISC) 0,084 mA dan 1,275 mA, serta

efisiensi 0,00098 % dan 0,01883 % masing-masing untuk perendaman fotoelektroda TiO<sub>2</sub> 1 jam dan 24 jam.

## 1. Pendahuluan

Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) merupakan salah satu piranti fotovoltase yang menarik perhatian para peneliti beberapa tahun ini karena komponennya tidak memerlukan biaya mahal. Komponen tersebut antara lain logam oksida nanokristal, molekul zat warna (dye), dan elektrolit yang mengandung pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup>. Ketiga komponen ini memiliki peranan penting dalam menghasilkan efisiensi konversi energi sistem DSSC [1]. Oksida logam nanokristal yang banyak digunakan sebagai semikonduktor pada pembuatan elektroda kerja DSSC yaitu TiO<sub>2</sub>. Oksida logam ini selain relatif murah, juga lebih stabil (tahan terhadap korosi) dibanding oksida logam lain yang juga bisa digunakan seperti ZnO dan WO<sub>3</sub> [2]. Struktur dan ketebalan lapisan TiO<sub>2</sub> dalam pembuatan elektroda kerja juga memberikan pengaruh pada efisiensi konversi energi. Hal ini berkaitan dengan jumlah molekul dye yang teradsorpsi ke dalam lapisan TiO<sub>2</sub> [3, 4].

Pada awalnya, molekul dye yang digunakan sebagai sensitizer dalam sistem DSSC adalah zat warna sintetik seperti kompleks ruthenium. Penelitian yang menggunakan turunan kompleks ruthenium diantaranya *cis*-di(thiocyanato)-*N,N*-bis(2,2'-bipyridil-4,4'-dicarboxylic acid) ruthenium (II) [5]. Penggunaan kompleks ruthenium RuL<sub>3</sub> (L:2,2'-bipyridyl-4,4'-dicarboxylate) menghasilkan efisiensi sebesar 10,6% [6], tetapi selain harganya mahal juga dapat mencemari lingkungan. Oleh karena itu, penelitian DSSC dialihkan menggunakan zat warna dalam ekstrak tanaman, seperti senyawa antosianin dari kol merah [7], buah delima [8] dan penelitian menggunakan ekstrak bunga rosela dalam pembuatan sel surya menghasilkan efisiensi sebesar 0,05% [9]. Komponen ketiga yang berperan dalam menentukan efisiensi DSSC yaitu elektrolit. Elektrolit ini mengandung pasangan redoks yang dapat mereduksi dye teroksidasi dan berfungsi sebagai pembawa elektron antar elektroda dalam DSSC. Dengan demikian, suatu elektrolit mengandung pasangan redoks yang sesuai berperan penting dalam penentuan efisiensi DSSC. Pasangan I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup> sejauh ini merupakan pasangan redoks terbaik untuk mereduksi dye secara efektif [10]. Pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup> umumnya dilarutkan dalam pelarut organik yang juga berperan sebagai medium elektrolit. Dalam hal ini, digunakan pelarut organik seperti asetonitril sebagai pelarut pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup>. Namun demikian, penggunaan elektrolit cair mempunyai kelemahan yaitu kebocoran serta penguapan pelarut sehingga stabilitas dan daya tahan DSSC menjadi rendah serta menurunkan nilai efisiensi. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian untuk memperbaiki fungsi elektrolit yang merupakan salah satu faktor penentu nilai efisiensi konversi energi sistem DSSC.

Beberapa tahun ini telah banyak dikembangkan DSSC menggunakan elektrolit padat atau gel berbasis matriks polimer untuk menggantikan elektrolit cair. dengan menggabungkan penggunaan elektrolit padat berbasis gel polimer polyethylene glycol (PEG) dengan dye alami ekstrak kol merah menghasilkan efisiensi 0,023 % dan 0,055 % masing-masing untuk waktu perendaman 1 jam dan 24 jam [7]. Selain itu juga, efisiensi konversi energi DSSC padat yang cukup besar (3,64 %) telah dicapai menggunakan PEG dengan bobot molekul rendah (1000 g/mol) menghasilkan penetrasi elektrolit yang lebih efektif ke lapisan nanopori TiO<sub>2</sub> sehingga kontak antarmuka yang dihasilkan lebih baik [11], dan menggunakan PEG, polymethyl metacrylate (PMMA), dan polyacrylonitrile (PAN) masing-masing menghasilkan efisiensi 0,195%, 0,132%, 0,196% [5].

Dalam penelitian ini digunakan elektrolit padat berbasis polimer PEG dengan dye bunga rosela dan ditentukan efisiensi konversi energi DSSC yang telah dihasilkan.

## 2. Metode Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi Kaca Transparent Conductive Oxide (TCO) (Sigma Aldrich), serbuk TiO<sub>2</sub>(Merck), metanol, asam asetat, polyvinyl alcohol, potasium iodida, Iod (I<sub>2</sub>) asetonitril, kloroform, polyethylene glycol BM-4000, Bunga Rosela, serbuk grafit.

Peralatan yang digunakan antara lain multimeter, potensiometer, Magnetic Stirrer Hotplate, Furnace, peralatan gelas, mortar porselin, Scotch tape, Spektrofotometri UV-Vis PG Instruments Limited Model T60U, XRD Shimadzu 7000, SEM jeol jsm-6360 LA, dan FTIR Thermo Nicolet Avatar 360.

### Pembuatan Pasta TiO<sub>2</sub>

Polivinilalkohol (PVA) sebanyak 0,5 gram ditambahkan ke dalam 4,5 mL air, kemudian diaduk pada temperatur 80°C. Suspensi ini berfungsi sebagai pengikat dalam pembuatan pasta. Langkah selanjutnya, penambahan suspensi tersebut pada bubuk TiO<sub>2</sub> sebanyak kurang lebih 4,5 gam. Kemudian digerus dengan mortar sampai terbentuk pasta yang baik untuk dilapiskan. Derajat kekentalan pasta yang optimal didapatkan dengan mengatur banyaknya pengikat dan bila diperlukan dapat ditambah air pada campuran pengikat dan bubuk TiO<sub>2</sub>.

### Ekstraksi Dye Ekstrak Bunga Rosela

Sebanyak 1,5 gram bunga rosela direndam ke dalam metanol:asam asetat:air (25:4:21 perbandingan volume) sebanyak 10 mL. Kemudian dimaserasi selama 24 jam [12].

### Pembuatan Elektrolit-Polimer

Sebanyak 0,8 gram potassium iodida (KI) dilarutkan ke dalam 10 mL asetonitril kemudian diaduk, ditambahkan 0,127 gram iod ( $I_2$ ) ke dalam larutan tersebut kemudian diaduk. Sebanyak 7 gram PEG dilarutkan dengan 25 mL kloroform hingga membentuk gel, kemudian dimasukkan 5 tetes larutan yang telah dibuat sebelumnya.

### Pembuatan Counter electrode

Sebagai sumber karbon digunakan grafit. Grafit dilapiskan pada bagian penghantar kaca TCO. Kemudian dipanaskan pada temperatur  $450^\circ\text{C}$  selama 10 menit, setelah dingin digunakan sebagai counter electrode.

### Pembuatan dan Karakterisasi Sel Surya

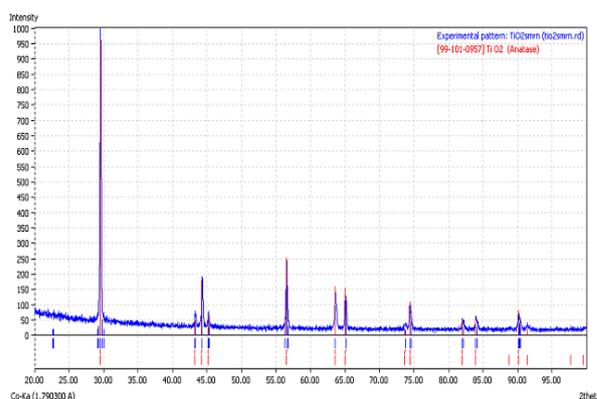
Elektroda  $\text{TiO}_2$  dibuat dengan melapiskan pasta  $\text{TiO}_2$  pada kaca TCO dengan ukuran luasan  $2 \times 1,5 \text{ cm}^2$ , kemudian dua buah elektroda ini direndam dalam larutan dye masing-masing selama 1 jam dan 24 jam. Kemudian elektrolit polimer dilapiskan pada elektroda  $\text{TiO}_2$  yang telah disensitisasi dengan dye dan ditutup dengan counter electrode menjadi struktur sandwich. Sel surya tersebut kemudian diukur arus dan tegangannya dengan multimeter dalam keadaan disinari cahaya matahari. Karakterisasi komponen pembuatan sel surya meliputi analisis menggunakan Spektrofotometri UV-Vis dan FTIR pada larutan dye ekstrak bunga rosela untuk mengetahui panjang gelombang maksimum dan serapan gugus fungsional yang ada. Analisis SEM dan XRD pada lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan untuk mengetahui morfologi serta fase kristal  $\text{TiO}_2$ .

## 3. Hasil dan Pembahasan

### Karakterisasi Lapis Tipis $\text{TiO}_2$ dengan Metode XRD dan SEM

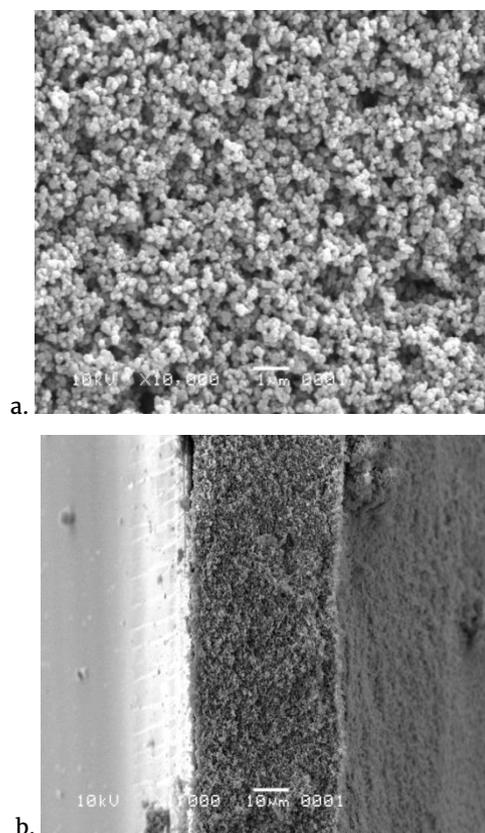
Analisis dengan metode difraksi sinar-X dilakukan untuk menentukan fase dan ukuran kristal lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan pada photoelectrode. Pola difraksi sinar-X lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  ditunjukkan pada gambar 1. Pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan derajat kristalisasi  $\text{TiO}_2$  yang cukup tinggi dengan adanya puncak tajam dan intensitas yang besar. Data difraktogram lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  menunjukkan adanya tiga puncak pada  $2\theta$  yaitu  $29,57$ ;  $44,26$ ; dan  $56,55$  serta jarak antarbidang ( $d$ ) sebesar  $3,5074 \text{ \AA}$ ;  $2,3763 \text{ \AA}$ ;  $1,8897 \text{ \AA}$ . Hasil analisis ini menunjukkan bahwa fase kristal lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan adalah anatase. Hasil ini sesuai dengan data JCPDS anatase 12-1272 puncak kristalisasi dihasilkan pada jarak antarbidang  $3,52 \text{ \AA}$ ;  $2,38 \text{ \AA}$ ;  $1,89 \text{ \AA}$ . Fase kristal  $\text{TiO}_2$  yang efektif digunakan sebagai photoelectrode pada sel surya adalah anatase. Hal ini disebabkan oleh transport elektron dalam kristal anatase relatif lebih cepat karena kristal anatase mempunyai derajat kristalinitas yang baik. Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Scherrer diperoleh ukuran kristal anatase lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  sebesar  $41,56 \text{ nm}$ . Selain itu, luas permukaan kristal anatase yang cukup luas juga menyebabkan jumlah molekul dye yang teradsorpsi lebih banyak. Semakin banyak molekul

dye yang teradsorpsi, semakin banyak pula elektron yang tereksitasi dan terinjeksi pada substrat kaca TCO.



Gambar 1. Difraktogram Lapis Tipis  $\text{TiO}_2$  pada Substrat Kaca

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui karakteristik morfologi dan penampang lintang lapisan tipis  $\text{TiO}_2$ . Hasil scanning lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  disajikan pada gambar 2. Berdasarkan hasil scanning dapat diketahui bahwa morfologi permukaan lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  berongga-rongga dengan ukuran rongga  $94,11 \text{ nm}$ . Rongga pada permukaan lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  berperan untuk mengadsorpsi molekul-molekul dye antosianin. Jumlah dan luas rongga ini mempengaruhi efektivitas adsorpsi molekul-molekul dye antosianin ke dalam lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  [13].

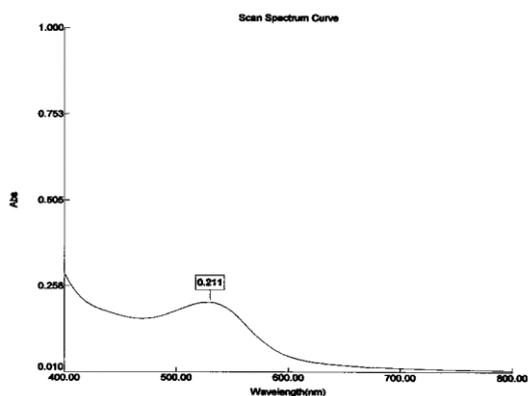


Gambar 2. a. Morfologi permukaan lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  perbesaran 10.000 kali. b. Penampang lintang lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  perbesaran 10.000 kali

Penampang lintang lapis tipis TiO<sub>2</sub> hasil scanning SEM mempunyai ketebalan sebesar 39,05 μm. Ketebalan lapis tipis TiO<sub>2</sub> mempengaruhi aliran elektron karena elektron yang terinjeksi ke dalam lapis tipis TiO<sub>2</sub> melewati sejumlah besar partikel koloid. Semakin besar ketebalan lapis tipis TiO<sub>2</sub> akan memperbesar kemungkinan rekombinasi elektron dan dapat menurunkan efisiensi sel surya [3].

**Analisis Larutan Zat Warna Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis dan FTIR**

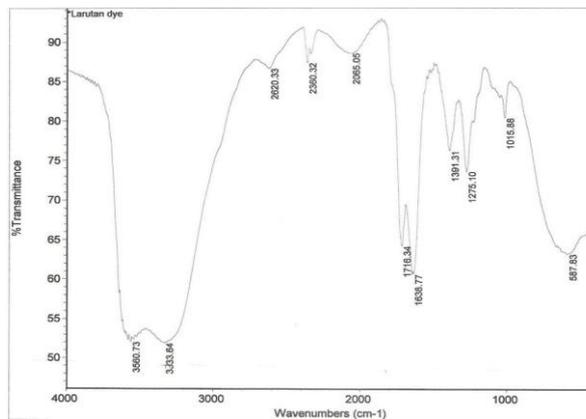
Ekstrak bunga rosela yang diperoleh dianalisis dengan Spektrofotometri UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang maksimum larutan dye tersebut. Spektra UV-Vis ekstrak rosela hasil analisis disajikan pada gambar 3. Spektra UV-Vis larutan dye menunjukkan bahwa ekstrak bunga rosela menyerap foton pada panjang gelombang maksimum 530 nm.



Gambar 3. Hasil UV-Vis ekstrak rosela

Hasil ini menunjukkan bahwa pigmen antosianin ekstrak bunga rosela menyerap cahaya pada daerah panjang gelombang sinar tampak dan dapat digunakan sebagai dye dalam sistem DSSC. Analisis dengan spektroskopi inframerah dilakukan untuk mengetahui gugus-gugus fungsional yang ada pada zat warna ekstrak bunga rosela sehingga dapat diperkirakan interaksi antara zat warna dengan lapis tipis TiO<sub>2</sub>. Zat warna yang dapat digunakan sebagai sensitizier adalah zat warna yang dapat teradsorpsi dan memiliki gugus fungsional yang dapat berikatan dengan permukaan TiO<sub>2</sub> [14].

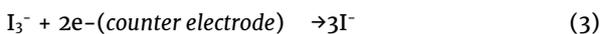
Spektra serapan inframerah zat warna ekstrak bunga rosela pada gambar 4 menunjukkan adanya pita tajam pada daerah 3560,73 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya gugus hidroksi (OH) yang dapat membentuk suatu ikatan hidrogen. Pita tajam yang lain ditunjukkan pada daerah 1718,34 cm<sup>-1</sup> yang menandakan bahwa dalam ekstrak bunga rosela mengandung gugus karbonil. Pita serapan gugus karbonil ini muncul karena adanya kesetimbangan senyawa antosianin yang berada dalam bentuk sianidin quinoidal. Serapan pada daerah 1015,88 cm<sup>-1</sup> diidentifikasi sebagai gugus C-O. Serapan pada daerah 1638,77 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus C=C, sedangkan serapan tajam pada daerah 587,83 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus benzena.



Gambar 4. Spektra serapan inframerah zat warna

**Elektrolit-Polimer Polyethylene Glycol (PEG)**

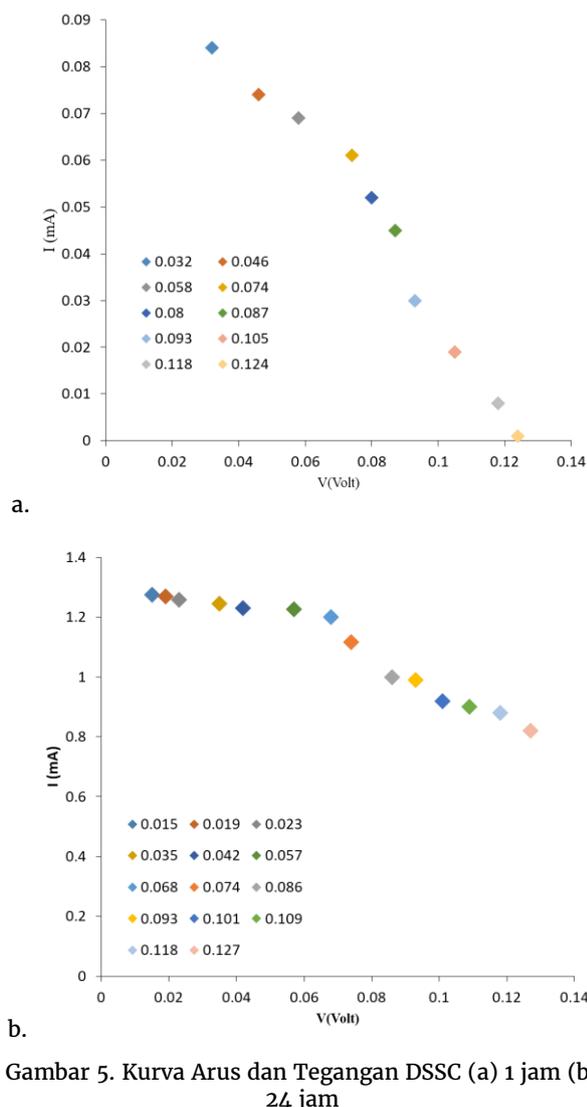
Elektrolit padat berbasis PEG (polyethylene glycol) mengandung pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup> yang telah dibuat berwarna kuning kecoklatan menunjukkan iodine larut sempurna dalam PEG. Dalam elektrolit padat ini, PEG berperan sebagai medium pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup> karena PEG mampu menjerat anion I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup>. Spesies I<sub>3</sub><sup>-</sup> terbentuk melalui reaksi antara I<sup>-</sup> dan I<sub>2</sub> sebagai berikut:



Pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup> berperan sebagai carrier dan transport muatan sehingga memungkinkan siklus elektron dan regenerasi molekul dye dalam DSSC yang ditunjukkan oleh reaksi di atas. Penggunaan PEG dalam penelitian ini sebagai medium pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup> telah berhasil meningkatkan efisiensi DSSC hasil penelitian sebelumnya yang menggunakan elektrolit cair untuk dye yang sama. Hal ini dapat terjadi karena elektrolit-polimer PEG mempunyai fase padat sehingga mampu mencegah penguapan pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup> dan siklus elektron serta regenerasi molekul dye berlangsung dengan baik.

**Karakteristik Arus-Tegangan DSSC**

Pengukuran arus dan tegangan pada sel surya yang menggunakan elektrolit-polimer dan ekstrak bunga rosela sebagai zat warna dengan waktu perendaman photoelectrode TiO<sub>2</sub> dalam zat warna selama 1 jam dan 24 jam. Arus dan tegangan yang diperoleh untuk waktu perendaman selama 24 jam lebih besar daripada perendaman selama 1 jam. Hal ini disebabkan oleh semakin lama waktu perendaman menyebabkan semakin banyak jumlah molekul antosianin yang teradsorpsi pada permukaan lapis tipis TiO<sub>2</sub> sehingga penyerapan foton juga lebih besar. Semakin banyak foton yang diserap menyebabkan jumlah molekul dye tereksitasi juga semakin banyak dan jumlah elektron yang terinjeksi ke dalam lapis tipis TiO<sub>2</sub> pun semakin banyak. Kurva arus-tegangan dengan variasi waktu perendaman 1 jam dan 24 jam disajikan dalam gambar 5.



Gambar 5. Kurva Arus dan Tegangan DSSC (a) 1 jam (b) 24 jam

Berdasarkan hasil pengukuran nilai arus dan tegangan yang telah dibuat dalam bentuk kurva I-V, diperoleh parameter-parameter keluaran sel surya seperti dirangkum dalam tabel 1. Tegangan rangkaian terbuka (VOC) yang dihasilkan sebesar 0,124 V dan 0,127V, masing-masing untuk waktu perendaman 1 jam dan 24 jam. Sedangkan, arus rangkaian pendek (ISC) yang dihasilkan sebesar 0,084 mA dan 1,275 mA. Arus yang dihasilkan ini relatif kecil disebabkan oleh besarnya nilai hambatan lapis tipis TiO<sub>2</sub> besar yang mencapai orde kiloOhm (kΩ) [7]. Selain itu juga, terjadinya rekombinasi elektron yang tidak diinginkan antara elektron yang telah terinjeksi dengan zat warna teroksidasi elektrolit redoks teroksidasi (I<sub>3</sub><sup>-</sup>) menyebabkan arus keluaran sel surya yang kecil.

Reaksi rekombinasi elektron yang terjadi yaitu:



Tabel 1: Parameter keluaran sel surya

Karakterisasi I-V	Perendaman 24 jam	Perendaman 1 jam
VOC (V)	0,127	0,124
ISC (A)	1,275 x 10 <sup>-3</sup>	0,084 x 10 <sup>-3</sup>
VMPP (V)	0,046	0,071
IMPP (A)	1,275 x 10 <sup>-3</sup>	0,059 x 10 <sup>-3</sup>
FF	0,349	0,402
PMAX (W)	5,65 x 10 <sup>-5</sup>	2,94 x 10 <sup>-6</sup>
η (%)	0,01883 %	0,00098 %

Efisiensi yang dihasilkan sel surya menggunakan elektrolit-polimer PEG sebesar 0,00098 % dan 0,01883 %, masing-masing untuk waktu perendaman 1 jam dan 24 jam. Elektrolit polimer mempunyai kestabilan yang lebih baik dibanding elektrolit cair karena elektrolit cair yang mudah sekali menguap. Padahal, dalam sistem DSSC elektrolit yang mengandung pasangan redoks I<sup>-</sup>/I<sub>3</sub><sup>-</sup> berperan penting dalam regenerasi electron yang disumbangkan kepada molekul dye teroksidasi untuk kembali ke keadaan ground state. Semakin stabil elektrolit yang digunakan, regenerasi elektron juga berlangsung dengan baik yang secara keseluruhan menentukan efisiensi yang dihasilkan sel surya.

#### 4. Kesimpulan

Prototype DSSC dapat dibuat dengan ekstrak bunga rosela sebagai zat warna peka cahaya (sensitizer) yang dikombinasikan dengan elektrolit padat berbasis PEG. Penggunaan elektrolit polimer menghasilkan efisiensi sebesar 0,00098 % dan 0,01883 %, masing-masing untuk waktu perendaman dye 1 jam dan 24 jam.

#### 5. Daftar Pustaka

- [1] M. Grätzel, A. J. McEvoy, Principles and applications of dye sensitized nanocrystalline solar cells (DSC), *Asian Journal on Energy and Environment*, 5, 3, (2004) 197-210
- [2] Jarnuzi Gunlazuardi, Fotokatalisis pada Permukaan TiO<sub>2</sub>: Aspek Fundamental dan Aplikasinya, Seminar Nasional Kimia Fisika II, (2001).
- [3] K. Kalyanasundaram, M. Grätzel, Applications of functionalized transition metal complexes in photonic and optoelectronic devices, *Coordination Chemistry Reviews*, 177, 1, (1998) 347-414 [https://doi.org/10.1016/S0010-8545\(98\)00189-1](https://doi.org/10.1016/S0010-8545(98)00189-1)
- [4] Miao Wang, Xurui Xiao, Xiaowen Zhou, Xueping Li, Yuan Lin, Investigation of PEO-imidazole ionic liquid oligomer electrolytes for dye-sensitized solar cells, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 91, 9, (2007) 785-790 <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2007.01.009>
- [5] Mi-Ra Kim, Sung-Ho Jin, Sung-Hae Park, Hyun-Jeong Lee, Eun-Hee Kang, Jin-Kook Lee, Photovoltaic Properties and Preparations of Dye-Sensitized Solar Cells Using Solid-State Polymer Electrolytes, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 444, 1, (2006) 233-239 <http://dx.doi.org/10.1080/15421400500365037>

- [6] Michael Grätzel, Conversion of sunlight to electric power by nanocrystalline dye-sensitized solar cells, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 164, 1, (2004) 3-14  
<https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2004.02.023>
- [7] Akhiruddin Maddu, Mahfuddin Zuhri, Irmansyah Irmansyah, Penggunaan Ekstrak Antosianin Kol Merah Sebagai Fotosensitizer pada Sel Surya TiO<sub>2</sub> Nanokristal Tersensitisasi Dye, *Makara*, 11, 2, (2009) 78-84
- [8] P. M. Sirimanne, M. K. I. Senevirathna, E. V. A. Premalal, P. K. D. D. P. Pitigala, V. Sivakumar, K. Tennakone, Utilization of natural pigment extracted from pomegranate fruits as sensitizer in solid-state solar cells, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 177, 2, (2006) 324-327  
<https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2005.07.003>
- [9] Khwanchit Wongcharee, Vissanu Meeyoo, Sumaeth Chavadej, Dye-sensitized solar cell using natural dyes extracted from rosella and blue pea flowers, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 91, 7, (2007) 566-571  
<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2006.11.005>
- [10] Brian A. Gregg, Excitonic Solar Cells, *The Journal of Physical Chemistry B*, 107, 20, (2003) 4688-4698  
10.1021/jp022507x
- [11] Moon-Sung Kang, Jong Hak Kim, Jongok Won, Yong Soo Kang, Dye-sensitized solar cells based on crosslinked poly(ethylene glycol) electrolytes, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 183, 1, (2006) 15-21  
<https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2006.02.013>
- [12] Wilman Septina, D Fajarisandi, M Aditia, Pembuatan Prototipe Solar Cell Murah dengan Bahan Organik-Inorganik (Dye-sensitized Solar Cell), in: Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi, Penghargaan PT. Rekayasa Industri, 2007.
- [13] Jae-Wook Lee, Kyung-June Hwang, Wang-Geun Shim, Kyung-Hee Park, Hal-Bon Gu, Kyu-Hyuk Kwun, Energetic surface heterogeneity of nanocrystalline TiO<sub>2</sub> films for dye-sensitized solar cells, *Korean Journal of Chemical Engineering*, 24, 5, (2007) 847-850  
10.1007/s11814-007-0052-4
- [14] Greg P. Smestad, Michael Gratzel, Demonstrating Electron Transfer and Nanotechnology: A Natural Dye-Sensitized Nanocrystalline Energy Converter, *Journal of Chemical Education*, 75, 6, (1998) 752  
10.1021/ed075p752



## Pemisahan Ion Logam Timbal(II) Menggunakan Resin Terimpregnasi (SIR) dengan D2EHPA

Ika Yunita<sup>a</sup>, Muhammad Cholid Djunaidi<sup>a\*</sup>, Abdul Haris<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Analytical Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [choliddjunaidi@live.undip.ac.id](mailto:choliddjunaidi@live.undip.ac.id)

### Article Info

**Keywords:**  
SIR Pb, D2EHPA,  
impregnated Resin

**Kata kunci:**  
SIR Pb, D2EHPA,  
Resin  
Terimpregnasi

### Abstract

Lead(II) separation using D2EHPA impregnated Resin (SIR) was conducted. The separation of lead (II) ions from the solution was carried out by a strong base anion resin ( $\text{NO}_3^-$  ion counter) and D2EHPA (Acid 2-ethylhexylphosphate). This research was conducted to determine the optimum condition of manufacture and use of impregnated resin (SIR) with D2EHPA for separation of lead(II) ions from solution. This research used batch and column technique. The batch technique was performed to determine the effect of D2EHPA concentration on the adsorption percentage, the best contact time on the impregnated resin, the resin capacity, the effect of pH of the solution on the adsorption percentage, and the effect of backwash pH on the percent recovery of lead ions (II). The column technique was performed for separation of lead ions(II) in the sample solution. The flow rate of the column was set at 2 mL/min. The lead ion (II) which was not adsorbed by the impregnated resin was analyzed quantitatively by atomic absorption spectroscopy at a wavelength of 283 nm. The results showed that the best D2EHPA concentration at  $1 \times 10^{-3}$  M for every 50 grams of strong base anion resin. Contact time on the 30<sup>th</sup> minute had shown a good enough result and optimal at minute 75 from 0–180 minute contact time variation. The impregnated resin capacity was 0.4817 mg  $\text{Pb}^{2+}$ /g resin. The best pH area of lead ion sample (II) solution at lead ion separation (II) was obtained at pH 5 with 99.52% adsorption percentage. Percentage recovery of lead (II) ions is 64.10% at backwash pH 3. By column technique, the longer the flow time the more lead (II) metal ions are not adsorbed by the column.

### Abstrak

Telah dilakukan penelitian Pemisahan Ion Timbal (II) Menggunakan Resin terimpregnasi (SIR) dengan D2EHPA. Pemisahan ion timbal(II) dari larutan dilakukan dengan menggunakan resin anion basa kuat (counter ion  $\text{NO}_3^-$ ) dan D2EHPA (Asam di-2-etilheksilfosfat). Penelitian ini dilakukan untuk menentukan kondisi optimum pembuatan dan penggunaan resin terimpregnasi (SIR) dengan D2EHPA pada pemisahan ion timbal(II) dari larutan. Penelitian ini menggunakan teknik batch dan teknik kolom. Teknik batch dilakukan untuk menentukan pengaruh konsentrasi D2EHPA terhadap persentase adsorpsi, waktu kontak terbaik pada resin terimpregnasi, kapasitas resin, pengaruh pH larutan terhadap persentase adsorpsi, serta pengaruh pH backwash terhadap persentase recovery ion timbal(II). Teknik kolom dilakukan untuk pemisahan ion timbal(II) pada larutan sampel. Kecepatan alir kolom diatur konstan pada 2 mL/menit. Ion timbal(II) yang tidak teradsorpsi oleh resin terimpregnasi dianalisis secara kuantitatif dengan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 283 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi D2EHPA terbaik pada  $1 \times 10^{-3}$  M untuk setiap 50 gram resin anion basa kuat. Waktu kontak pada menit ke 30 sudah

menunjukkan hasil yang cukup baik dan optimal pada menit ke 75 dari variasi waktu kontak 0-180 menit. Kapasitas resin terimpregnasi diperoleh 0,4817 mg Pb<sup>2+</sup>/g resin. Daerah pH terbaik larutan sampel ion timbal(II) pada pemisahan ion timbal(II) diperoleh pada pH 5 dengan persentase adsorpsi 99,52%. Persentase recovery ion timbal(II) yaitu 64,10% pada pH backwash 3. Dengan teknik kolom, semakin lama waktu alir semakin banyak ion logam timbal(II) yang tidak teradsorpsi oleh kolom.

## 1. Pendahuluan

Keselektifan pemisahan ion logam dengan kromatografi pertukaran ion dapat ditingkatkan dengan resin yang terimpregnasi. Resin terimpregnasi (SIR, Solvent-Impregnated resin) terbukti efektif dalam pemisahan terhadap ion logam dalam suatu larutan. Metode ini memiliki rasio distribusi yang tinggi dan selektif [1]. Seperti halnya penelitian yang dilakukan Moldovan dan Neagu [2], resin anion basa kuat yang dikhelat dengan ferron (asam 7-iodo-8-hidroksiquinolin-5-sulfonat) diperoleh persentase recovery ion logam Fe<sup>3+</sup> sebesar 97%.

SIR yang mengandung gugus asam organofosfor, seperti D2EHPA telah mendapatkan hasil yang cukup memuaskan pada pemisahan logam divalen Cu(II) dengan Zn(II). D2EHPA mempunyai gaya gabung yang tinggi dengan senyawa polimer seperti resin [1]. Bakti [3] dan Rahmawati [4] juga menggunakan senyawa D2EHPA dengan teknik SLM yang berhasil mendapatkan persentase transport untuk ion logam timbal(II) sekitar 90%. Djunaidi dan Haris [5] menggunakan D2EHPA dalam campuran carrier sinergi untuk metranspor dan memisahkan Cr(VI) dan Cr(III), mentranspor campuran ion logam (Zn, Cu, Ni) [6].

Singh dan Dhadke [7] menyebutkan bahwa D2EHPA merupakan senyawa yang selektif untuk timbal. Diharapkan *counter ion* NO<sub>3</sub><sup>-</sup> pada resin anion basa kuat dapat ditukarkan dengan anion D2EHPA sehingga menghasilkan resin anion dengan *counter ion* D2EHPA<sup>-</sup> yang mampu mengadsorpsi ion logam timbal(II).

Metode kromatografi pertukaran ion pada resin anion basa kuat (SIR) dengan D2EHPA ini diharapkan dapat memisahkan logam berat timbal dari larutannya. Sehingga dapat dimanfaatkan kembali sebagai bahan dasar atau penunjang di bidang industri.

## 2. Metode Penelitian

Metode kromatografi pertukaran ion (SIR) dengan D2EHPA. Resin terimpregnasi yang digunakan adalah resin penukar anion yang terimpregnasi oleh D2EHPA.

Penelitian dilakukan dengan menggunakan teknik *batch* untuk menentukan konsentrasi D2EHPA terhadap persentase adsorpsi, konsentrasi ion timbal(II) terhadap persentase adsorpsi, waktu kontak resin terimpregnasi dengan ion timbal(II), pengaruh pH larutan sampel timbal(II) terhadap persentase adsorpsi, serta pengaruh pH *backwash* terhadap persentase *recovery* ion timbal(II). Dan teknik kolom untuk aplikasi pada pemisahan logam timbal(II) dari larutannya.

Ion logam timbal(II) yang tidak teradsorpsi oleh resin terimpregnasi dianalisis secara kuantitatif dengan Spektroskopi Serapan Atom pada panjang gelombang 283 nm. Lokasi penelitian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Diponegoro.

Bahan yang digunakan meliputi : Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> pa (Merck), HNO<sub>3</sub> pa (Merck), D2EHPA pa (SIGMA), resin penukar anion *Lewatit M500* (Bayer), kerosen, akuades, dan *glasswool*. Alat yang digunakan meliputi : peralatan gelas laboratorium, neraca analitis (Mettler-200), magnetik stirer dan motor, kolom kromatografi (d=2 cm, p=50cm), statip, vial, kertas saring, dan Spektroskopi Serapan Atom (*Perkin Elmer 3110*).

### Uji pengaruh konsentrasi D2EHPA terhadap persentase adsorpsi

Sebanyak 50 gram resin anion basa kuat (bentuk NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) *Lewatit M500* ditambah 100 mL D2EHPA dengan variasi konsentrasi 0, 1x10<sup>-1</sup>, 1x10<sup>-2</sup>, 1x10<sup>-3</sup>, dan 1x10<sup>-4</sup> M. Selanjutnya, diaduk dengan *stirer* selama 30 menit. Setelah itu, disaring dan resin terimpregnasi dipisahkan dari larutannya. Resin terimpregnasi dicuci dengan 50 mL akuades lalu dikeringkan pada suhu kamar selama 5 hari. Resin terimpregnasi (SIR) siap pakai disimpan dalam kemasan kering dan tertutup.

Resin terimpregnasi (SIR) siap pakai ditambah dengan 30 mL larutan ion timbal(II) 100 ppm dan diaduk selama 30 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 283 nm. Pengaruh konsentrasi D2EHPA terhadap persentase adsorpsi ditentukan oleh grafik persentase adsorpsi versus konsentrasi D2EHPA.

### Uji Pengaruh Konsentrasi Larutan Ion Timbal(II) Terhadap Persentase Adsorpsi

Sebanyak 2 gram resin terimpregnasi (SIR) siap pakai ditambah 10 mL larutan ion timbal(II) dengan variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80, 100 ppm dan diaduk dengan *stirer* selama 30 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang

283 nm. Pengaruh konsentrasi larutan ion timbal(II) terhadap persentase adsorpsi ditentukan oleh grafik persentase adsorpsi versus konsentrasi larutan ion timbal(II).

### Uji Penentuan Waktu Kontak Resin Terimpregnasi (SIR) dengan Larutan Ion Timbal(II)

Sebanyak 2 gram resin terimpregnasi (SIR) siap pakai ditambah 10 mL larutan ion timbal(II) dengan

variasi konsentrasi 100 ppm dan diaduk selama 15, 30, 45, 60, 75, 120, dan 180 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 283 nm. Pengaruh waktu kontak resin terimpregnasi (SIR) dengan larutan ion timbal(II) ditentukan oleh grafik persentase adsorpsi versus waktu kontak resin terimpregnasi (SIR) dengan larutan ion timbal(II).

#### Uji Pengaruh pH Larutan Sampel Timbal(II) terhadap Persentase Adsorpsi

Sebanyak 2 gram resin terimpregnasi (SIR) siap pakai ditambah 10 mL larutan ion timbal(II) 100 ppm dengan variasi pH 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 diaduk dengan *stirer* selama 30 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 283 nm. Pengaruh pH larutan sampel ion timbal(II) terhadap persentase adsorpsi ditentukan oleh grafik persentase adsorpsi versus pH larutan sampel ion timbal(II).

#### Uji Pengaruh pH *Backwash* terhadap Persentase *Recovery* Ion Timbal(II)

Sebanyak 2 gram resin terimpregnasi (SIR) siap pakai ditambah 10 mL larutan ion timbal(II) 100 ppm pada pH terbaik pemisahan ion timbal(II) dan diaduk dengan *stirer* selama 30 menit. Selanjutnya, disaring dan resin dipisahkan dari larutannya.

Resin ditambah 10 mL larutan asam HNO<sub>3</sub> dengan pH 1, 2, 3, 4, dan 5 dan diaduk dengan *stirer* selama 5 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 283 nm. Pengaruh pH *backwash* terhadap persentase *recovery* ion timbal(II) ditentukan oleh grafik persentase *recovery* ion timbal(II) versus pH *backwash*.

#### Aplikasi Teknik Kolom pada Pemisahan Ion Timbal(II)

Sebanyak 5 gram resin terimpregnasi (SIR) siap pakai dibuat *slurry* dalam 50 mL akuades lalu dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam kolom kromatografi (d = 2 cm dan p = 50 cm), yang telah diisi sedikit *glasswool* di dasarnya. Akuades dialirkan ke dalam kolom untuk memadatkan fasa diam. Akuades selalu dijaga minimum pada tinggi 5 mm dari atas permukaan fasa diam dalam kolom.

Kolom pertukaran ion diatur kecepatan alirnya pada 2 mL/menit dengan akuades. Selanjutnya disiapkan larutan sampel ion timbal(II) 100 ppm. Sebanyak 300 mL larutan sampel ion timbal(II) 100 ppm yang telah diatur pada pH terbaik pemisahan ion timbal(II) dimasukkan sedikit demi sedikit pada tinggi larutan sekitar 15 cm.

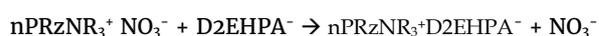
Tetes larutan yang telah melewati kolom ditampung dalam tabung reaksi sebanyak 2 mL setiap menit selanjutnya dianalisis dengan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 283 nm. Proses pemisahan ion timbal (II) dengan teknik kolom dijelaskan dengan grafik pengaruh konsentrasi ion

timbal(II) yang tak teradsorpsi versus waktu alir larutan yang telah melewati kolom pada kecepatan alir konstan.

### 3. Hasil dan Pembahasan

Pembuatan resin terimpregnasi (SIR) dengan D2EHPA yang dihasilkan dari resin anion basa kuat (*counter ion* NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) yang terimpregnasi oleh D2EHPA (asam di-2-etilheksilfosfat) didasarkan pada prinsip kromatografi pertukaran ion yang dapat digunakan untuk pemisahan timbal(II) dari suatu larutan.

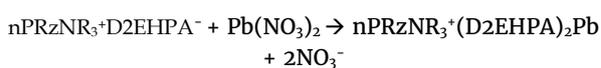
Pertukaran ion berlangsung antara anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> sebagai *counter ion* pada resin anion basa kuat dan anion D2EHPA<sup>-</sup>. Berdasarkan acuan dari persamaan (6), persamaan reaksi pertukaran anion adalah sebagai berikut:



dengan P menunjukkan matriks polimer resin anion basa kuat, R menunjukkan gugus metil pada gugus amonium kuarternar dan Rz menunjukkan gugus metil yang terikat pada matriks polimer resin anion basa kuat.

Anion D2EHPA<sup>-</sup> menggantikan anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> yang bergerak ke dalam larutan. Reaksi keseimbangan pertukaran ion dapat bergeser ke kiri atau ke kanan dengan cara meningkatkan konsentrasi salah satu reaktannya yaitu *counter ion* dalam resin atau anion lain dalam larutan [8]. Sehingga keberadaan D2EHPA yang melimpah akan menggeser kesetimbangan pertukaran ion ke arah kanan maka lebih banyak produk resin terimpregnasi (SIR) D2EHPA yang dihasilkan.

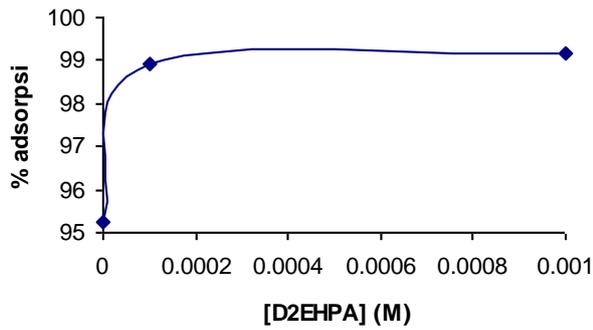
Resin terimpregnasi (SIR) D2EHPA dapat digunakan untuk pemisahan ion timbal(II) karena memiliki D2EHPA yang merupakan senyawa selektif untuk ion timbal(II) [1]. Pemisahan ion timbal(II) menggunakan resin terimpregnasi didasarkan pada pembentukan senyawa kompleks bis timbal(II) D2EHPA. Persamaan reaksinya adalah sebagai berikut:



Terjadi pembentukan senyawa kompleks bis timbal(II) D2EHPA pada pemisahan ion timbal(II), karena *fixed ion* pada resin anion basa kuat yang bermuatan positif telah berikatan dengan *counter ion* D2EHPA<sup>-</sup> yang dapat mengambil ion logam timbal(II) dan anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> dari Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> menuju ke fase larutan.

#### Uji Pengaruh Konsentrasi D2EHPA terhadap Persentase Adsorpsi

Pada tahap awal dilakukan uji pendahuluan penentuan konsentrasi D2EHPA yang dipakai untuk penelitian ini. Langkah ini penting karena konsentrasi D2EHPA sangat menentukan efektifitas metode SIR (Solvent -Impregnated resin)[1]. Pembuatan resin terimpregnasi D2EHPA yang digunakan untuk uji selanjutnya dilakukan setelah penentuan konsentrasi D2EHPA yang terbaik terhadap persentase adsorpsi. Penentuan konsentrasi D2EHPA terbaik dilakukan pada variasi 0, 1x10<sup>-1</sup>, 1x10<sup>-2</sup>, 1x10<sup>-3</sup>, dan 1x10<sup>-4</sup> M untuk setiap 50 gram resin anion basa kuat.

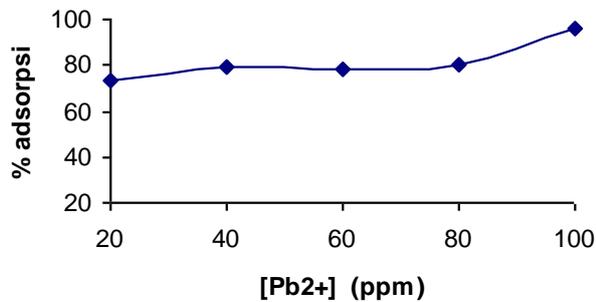


Gambar 1. Grafik pengaruh konsentrasi D2EHPA terhadap persentase adsorpsi

Dari gambar 1 diketahui bahwa larutan D2EHPA yang cukup encer ( $1 \times 10^{-3}$  M) yang diimpregnasikan dalam resin mampu mengadsorpsi timbal(II) dari larutan sebanyak 99,24%. Sehingga larutan D2EHPA  $1 \times 10^{-3}$  M digunakan untuk penelitian selanjutnya.

**Uji Pengaruh Konsentrasi Timbal(II) terhadap Persentase Adsorpsi**

Nilai terbaik kapasitas resin (mg  $Pb^{2+}$ /g resin) ditentukan dengan uji pengaruh konsentrasi ion timbal(II) terhadap persentase adsorpsi pada variasi konsentrasi ion timbal(II) 20–100 ppm untuk setiap 2 gram resin terimpregnasi D2EHPA. Gambar 2 menunjukkan bahwa persentase adsorpsi pada pemisahan ion timbal(II) dipengaruhi oleh konsentrasi ion timbal(II) dalam larutan. Pada variasi konsentrasi ion timbal(II) 20–100 ppm terjadi kenaikan yang signifikan. Kenaikan konsentrasi ion timbal(II) diikuti oleh kenaikan nilai persentase adsorpsi pada pemisahan ion timbal(II).



Gambar 2 Grafik pengaruh konsentrasi ion timbal(II) terhadap persentase adsorpsi

Nilai kapasitas resin yang maksimum terjadi pada pemisahan ion timbal(II) yang hampir terambil semua pada konsentrasi ion timbal(II) 100 ppm dengan persentase adsorpsi sebesar 96,34%. Nilai kapasitas maksimum resin yaitu kemampuan resin terimpregnasi untuk memisahkan ion timbal(II) per gram resin yaitu sekitar 0,4817 mg  $Pb^{2+}$ /g resin. Hasil tersebut diperoleh dari perhitungan sebagai berikut:

$$\frac{[Pb^{2+}]_{\text{teradsorpsi}}}{\text{gram resin}} \times \text{volume } Pb^{2+}$$

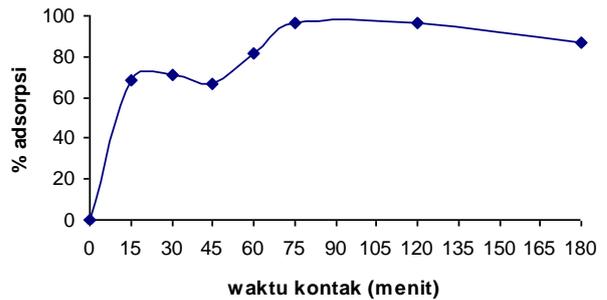
$$\left(\frac{96,34 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 10 \text{ mL}\right) : 2 \text{ gram} = 0,4817 \text{ mg}$$

$Pb^{2+}$ /g resin, di mana :

$$96,34 \text{ ppm} = \frac{96,34 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}, 2 \text{ gram resin terimpregnasi, } V_{Pb^{2+}} = 10 \text{ ml}$$

**Uji Penentuan Waktu Kontak Resin Terimpregnasi dengan Ion Timbal(II)**

Penentuan waktu kontak terbaik dilakukan melalui uji persentase adsorpsi pada variasi waktu kontak 15, 30, 45, 60, 75, 120, dan 180 menit untuk setiap 2 gram resin terimpregnasi (SIR) D2EHPA. Gambar 4.3 menunjukkan bahwa kenaikan waktu kontak resin terimpregnasi dengan ion timbal(II) diikuti oleh kenaikan nilai persentase adsorpsi pada pemisahan ion timbal(II) pada variasi waktu kontak 0–75 menit.



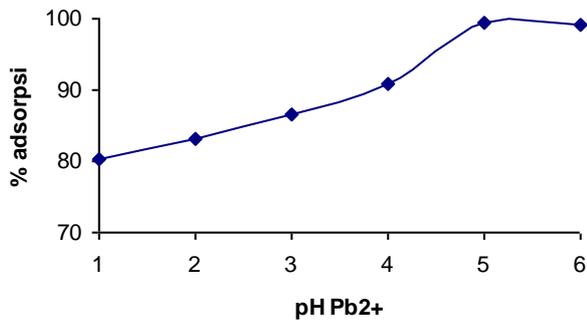
Gambar 3 Grafik pengaruh waktu kontak resin terimpregnasi dengan ion timbal(II) terhadap persentase adsorpsi

Titik jenuh dicapai pada variasi waktu kontak 75 menit ketika kenaikan waktu kontak menyebabkan kenaikan persentase adsorpsi yang mulai relatif konstan (Gambar 3). Keadaan jenuh dicapai ketika titik jenuh telah dilewati dan nilai persentase adsorpsi pada pemisahan ion timbal(II) relatif konstan seiring dengan kenaikan waktu kontak. Keadaan jenuh dicapai pada variasi waktu kontak 75–180 menit. Pada keadaan jenuh, D2EHPA telah maksimal mengadsorpsi ion timbal(II) sebesar 96,42%, sehingga nilai persentase adsorpsi yang terukur pada pemisahan ion timbal(II) mendekati konstan. Waktu kontak terbaik dipilih pada waktu kontak 30 menit untuk 2 gram resin terimpregnasi, di mana waktu ini telah cukup baik untuk digunakan dengan persentase adsorpsi sebesar 70,98%.

**Uji Pengaruh pH pada Pemisahan Timbal(II) terhadap Persentase Adsorpsi**

Uji pengaruh pH pada pemisahan ion timbal(II) terhadap persentase adsorpsi dilakukan pada range pH larutan sampel ion timbal(II) 1–6 untuk setiap 2 gram resin terimpregnasi (SIR) D2EHPA.

Gambar 4 menunjukkan bahwa persentase adsorpsi pada pemisahan ion timbal(II) dipengaruhi oleh pH larutan sampel ion timbal(II). Pada range pH 1–5 terjadi kenaikan diikuti dengan kenaikan persentase adsorpsi. Pada pH 6 terjadi penurunan persentase adsorpsi.



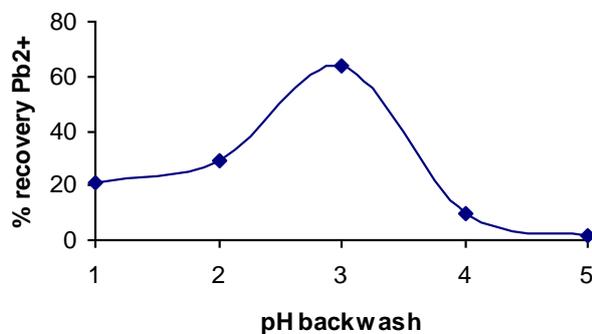
Gambar 4. Grafik pengaruh pH pada pemisahan ion timbal(II) terhadap persentase adsorpsi

Pengaruh pembentukan endapan senyawa kompleks timbal(II) hidroksida dapat mempengaruhi penentuan persentase adsorpsi pada pemisahan ion timbal(II) pada pH 6. Pada pH 6 untuk larutan sampel ion timbal(II), nilai konstanta hasil kali kelarutan endapan senyawa kompleks timbal(II) hidroksida hampir terlampaui sehingga larutan ion timbal(II) akan tepat jenuh untuk pembentukan senyawa kompleks timbal(II) hidroksida [9].

Persentase adsorpsi mencapai nilai tertinggi pada pH 5. Berdasarkan hasil percobaan ini, pemisahan ion timbal(II) diatur pada pH larutan sampel ion timbal(II) yaitu 5 untuk mengurangi pengaruh pembentukan endapan senyawa kompleks timbal(II) hidroksida terhadap penentuan persentase adsorpsi yang sebenarnya pada pemisahan ion timbal(II). Hal ini mirip dengan penelitian Mekawati [10], di mana pada pH 5 ion timbal(II) teradsorpsi optimal dengan menggunakan chitosan.

**Uji Pengaruh pH Backwash terhadap Persentase Recovery Ion Timbal(II)**

Proses backwash dilakukan untuk memisahkan kembali (recovery) ion timbal(II) yang telah dipisahkan oleh resin terimpregnasi. Uji pengaruh pH backwash terhadap persentase recovery ion timbal(II) dilakukan pada variasi pH backwash 1-5 untuk setiap 2 gram resin terimpregnasi (SIR) D2EHPA yang telah digunakan pada pemisahan ion timbal(II) dari larutan sampel yang telah diatur pada pH 5.

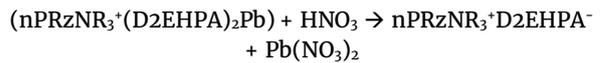


Gambar 5. Grafik pengaruh pH backwash terhadap persentase recovery ion timbal(II)

Gambar 5 menunjukkan bahwa pada pH 1-3 terjadi kenaikan persentase recovery ion timbal(II). Seiring dengan penurunan pH maka anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> akan

menggantikan D2EHPA sebagai counter ion sehingga dapat mempengaruhi penentuan persentase recovery ion timbal(II). Namun, persentase recovery ion timbal(II) menurun seiring dengan kenaikan pH backwash dari range pH 3-5. Pengaruh dari atom H yang dimiliki HNO<sub>3</sub> semakin rendah maka ion logam timbal(II) tidak dapat terikat oleh anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, sehingga akan mempengaruhi pembentukan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. Berdasarkan hasil percobaan tersebut, recovery ion timbal(II) tertinggi diperoleh pada pH backwash 3.

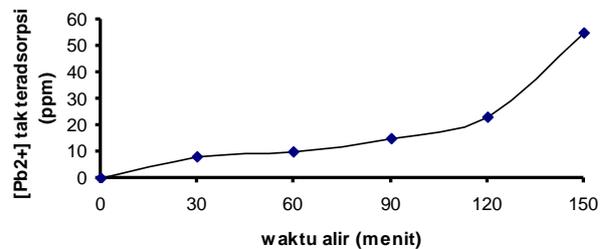
Persamaan reaksinya adalah sebagai berikut:



Terjadi pembentukan resin terimpregnasi (SIR) dengan D2EHPA sebagai counter ion kembali pada proses backwash ini, karena ion logam timbal(II) akan lepas dari resin terimpregnasi kemudian terikat dengan anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> dari HNO<sub>3</sub> sehingga membentuk Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.

**Aplikasi Teknik Kolom pada Pemisahan Ion Timbal(II) dari Larutan**

Aplikasi teknik kolom pada pemisahan ion timbal(II) dari larutan dilakukan dengan menggunakan kolom dengan panjang 50 cm dan diameter 2 cm yang berisi 5 gram resin terimpregnasi (SIR) D2EHPA, diameter manik resin 0,61 ± 0,05 mm dan diatur pada kecepatan alir konstan 2 mL/menit. Volume sampel larutan ion timbal(II) 100 ppm yang telah diatur pada pH 5 digunakan sebanyak 300 mL. Proses pemisahan ion timbal(II) dengan teknik kolom dijelaskan dengan grafik pengaruh konsentrasi ion timbal(II) yang tidak teradsorpsi versus waktu alir larutan yang telah melewati kolom pada kecepatan alir konstan [11].



Gambar 6. Grafik pengaruh waktu alir terhadap konsentrasi ion timbal(II) yang tidak teradsorpsi

Gambar 6 menunjukkan bahwa konsentrasi ion timbal(II) yang tidak dapat teradsorpsi oleh kolom resin terimpregnasi bertambah banyak ketika semakin lama waktu alir. Pada waktu alir 30-150 menit resin terimpregnasi yang semakin jenuh menyebabkan semakin banyak konsentrasi ion timbal(II) yang tidak teradsorpsi resin terimpregnasi pada kolom.

**4. Kesimpulan**

Pemisahan ion timbal(II) dapat dilakukan dengan menggunakan resin anion basa kuat (counter ion NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) yang diimpregnasi dengan D2EHPA. Resin terimpregnasi (SIR) D2EHPA yang dihasilkan memiliki kapasitas resin sekitar 0,4817 mg Pb<sup>2+</sup>/g resin. Pemisahan timbal(II) dari larutan optimal pada

konsentrasi D2EHPA  $1 \times 10^{-3}$  M, konsentrasi timbal(II) 100 ppm, dan pH 5 dengan menggunakan resin terimpregnasi (SIR) D2EHPA. Pemisahan kembali (*recovery*) ion logam timbal(II) yang telah terpisah pada fase resin optimal pada pH *backwash* 3 dengan persentase *recovery* sebesar 64,10 %.

## 5. Daftar Pustaka

- [1] Ruey-Shin Juang, Preparation, properties and sorption behavior of impregnated resins containing acidic organophosphorus extractants, Proceedings of the National Science Council, Republic of China - Part A: Physical Science and Engineering, (1999).
- [2] Zenovia Moldovan, Eleonora-Ana Neagu, Spectrophotometric determination of trace iron (III) in natural water after its preconcentration with a chelating resin, *Journal of the Serbian Chemical Society*, 67, 10, (2002) 669-676
- [3] Danang Kuncoro Bakti, Pemisahan logam timbal dalam limbah cair simulasi menggunakan membran cair dengan senyawa pembawa D2EHPA, Jurusan Kimia, Universitas Diponegoro, Semarang
- [4] Ayati Rahmawati, Pemisahan Selektif Logam Perak Menggunakan Membran Cair Emulsi (ELRA) Dengan Pembawa Sinergi, Jurusan Kimia, Universitas Diponegoro, Semarang
- [5] Muhammad Cholid Djunaidi, Abdul Haris, Ekstraksi Campuran Logam Berat dan Pemisahan Cr(VI) Dari Cr(III) Menggunakan Teknik Membran Cair Berpendukung (SLM), *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 5, 3, (2002)
- [6] Muhammad Cholid Djunaidi, Mudji Triatmo, Gunawan, Pemulihan (*Recovery*) dan Pemisahan Selektif Logam Berat (Zn, Cu Dan Ni) dengan Pengemban Sinergi Menggunakan Teknik SLM, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 6, 3, (2003)
- [7] Rajeev K. Singh, Purshottam M. Dhadke, Extraction and separation studies of zinc(II) and copper(II) with D2EHPA and PC-88A from perchlorate media, *Journal of Serbian Chemical Society*, 67, 1, (2002) 41-51
- [8] Gary D. Christian, *Analytical Chemistry*, 5 ed., Wiley, 1994.
- [9] G Svehla, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, PT, Kalman Media Pustaka, Jakarta, 1990.
- [10] Mekawati, Aplikasi Kitosan hasil transformasi Kitin dari limbah Udang (*Panaeus merguienenseis*) untuk Adsorpsi Ion logam Timbal, Jurusan Kimia, Universitas Diponegoro, Semarang
- [11] Konrad Dorfner Dorfner, Walter de Gruyter, *Ion Exchangers*, Berlin, 1991.



## Pengaruh Konsentrasi Substrat Maltosa terhadap Potensial Listrik Baterai *Lactobacillus bulgaricus* (MFC)

Farida Zulfah Fitriani<sup>a</sup>, Linda Suyati<sup>a\*</sup>, W. H. Rahmanto<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Physical Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [linda\\_suyati@live.undip.ac.id](mailto:linda_suyati@live.undip.ac.id)

### Article Info

**Keywords:**  
maltose, battery of MFC, *Lactobacillus bulgaricus*, substrate concentration

**Kata kunci:**  
maltosa, baterai MFC, *Lactobacillus bulgaricus*, konsentrasi substrat

### Abstract

Battery of MFC is a fuel cell that producing electrical potential from oxidation of organic substrate with microbial aid. One of the factors that play role in determining large–small electricity production in the battery of MFC is substrate concentration. Battery of MFC development associated with substrates which are accessible, for example maltose. This study purpose to determining effect of concentration substrate maltose in MFC batteries, determining electrical potential maximum with various concentration of substrate maltose using *Lactobacillus bulgaricus*, and determining standard potential of maltose ( $E^{\circ}_{\text{maltose}}$ ) based on Nernst equation. Electrical potential measurement performed at various maltose concentrations 3–7%. *Lactobacillus bulgaricus* can grow in the substrate maltose and increased a number of colonies per mL chopped along with bacterial activity towards substrate and the toxicity of bacteria caused decreasing electrical potential. The results of electrical potential measurement at various concentrations 3–7% of substrate maltose, respectively 0.57 V; 0.51 V; 0.48 V; 0.46 V; 0.39 V. In the theory using Nernst equation obtained  $E^{\circ}_{\text{maltose}}$  equals to + 0.5637 Volt. The results showed that the concentration of substrate maltose affecting battery of MFC system.

### Abstrak

Baterai MFC merupakan bahan bakar penghasil potensial listrik dari oksidasi substrat organik dengan bantuan mikrobial. Salah satu faktor yang berperan dalam menentukan besar–kecilnya produksi listrik pada baterai MFC adalah konsentrasi substrat. Pengembangan baterai MFC berhubungan dengan substrat yang mudah dijangkau, contohnya adalah maltosa. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pengaruh konsentrasi substrat maltosa dalam baterai MFC, menentukan potensial listrik maksimum dengan variasi konsentrasi substrat maltosa menggunakan *Lactobacillus bulgaricus*, dan menentukan potensial standar maltosa ( $E^{\circ}_{\text{maltosa}}$ ) berdasarkan persamaan Nernst. Pengukuran potensial listrik dilakukan pada variasi konsentrasi substrat maltosa 3–7%. Bakteri *Lactobacillus bulgaricus* dapat tumbuh dalam substrat maltosa dan mengalami peningkatan jumlah seiring dengan peningkatan konsentrasi substrat. Potensial listrik yang dihasilkan berhubungan dengan aktivitas bakteri terhadap substrat dan toksisitas pada bakteri mengakibatkan penurunan potensial listrik. Hasil pengukuran potensial dan arus listrik pada variasi konsentrasi 3–7% berturut–turut, 0,57 V; 0,51 V; 0,48 V; 0,46 V; 0,39 V. Secara teori menggunakan persamaan Nernst diperoleh  $E^{\circ}_{\text{maltosa}}$  sebesar +0,5637 Volt. Hasil tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi substrat berpengaruh dalam sistem baterai MFC.

## 1. Pendahuluan

Teknologi baterai bahan bakar mikrobial (*Microbial Fuel Cell*, MFC) merupakan pendekatan yang menjanjikan untuk menghasilkan bioelektrisitas dari biomassa menggunakan mikroba [1]. Energi listrik dapat digenerasi melalui proses degenerasi senyawa organik oleh mikroorganisme dan menarik perhatian kalangan saintis dari pertengahan tahun 80-an sampai awal tahun 90-an [2]. Baterai MFC memiliki berbagai kelebihan dibandingkan dengan energi listrik alternatif lainnya, diantaranya memiliki tingkat efisiensi yang tinggi dan dapat diaplikasikan pada berbagai tempat yang memiliki infrastruktur listrik yang kurang [3].

Sistem dalam baterai MFC ini dapat mengkonversikan energi kimia melalui aktivitas mikroorganisme untuk mengoksidasi substrat organik sehingga menghasilkan energi dalam bentuk potensial listrik [4]. Potensial listrik berupa elektron dialirkan dari anoda ke katoda melewati sirkuit eksternal dan proton dialirkan melalui membran internal yang memisahkan kompartemen anoda dan katoda [5].

Mikroorganisme yang telah digunakan dalam sistem MFC salah satunya adalah *Lactobacillus bulgaricus*. Beberapa peneliti memanfaatkan bakteri *Lactobacillus bulgaricus* sebagai penghasil listrik dengan faktor operasi sistem MFC yang berbeda, yaitu variasi kekeruhan (*Optical Density*, OD) dihasilkan arus listrik dan voltase optimum pada nilai OD 0,5 berturut-turut sebesar 0,287 mA dan 200,7 mV [6], variasi rangkaian listrik paralel dihasilkan voltase rangkaian tunggal, paralel 1, dan paralel 2 masing-masing adalah 38,2 mV; 42,2 mV; dan 46,6 mV [7], variasi rangkaian listrik seri dihasilkan beda potensial rangkaian tunggal, seri 1, dan seri 2 masing-masing sebesar 45 mV, 57 mV, dan 58 mV [8], variasi substrat yaitu whey tahu, glukosa, dan laktosa berturut-turut menghasilkan beda potensial sebesar 25,5 mV; 24,5 mV; 27,7 mV [9]. Beberapa penelitian tersebut menunjukkan bahwa jenis bakteri *Lactobacillus bulgaricus* memiliki potensi untuk aplikasi MFC

Substrat merupakan faktor yang sangat berperan dalam besar-kecilnya produksi listrik pada sistem MFC [9]. Substrat digunakan pula untuk menjadi sumber nutrisi mikroba dalam melakukan metabolisme sel [10]. Beberapa spesies bakteri tidak dapat menggunakan glukosa, melainkan menggunakan karbohidrat yang kompleks seperti disakarida, yaitu sukrosa, laktosa, amilum, dll [10]. Penelitian menggunakan maltosa sebagai sumber karbon yang dimanfaatkan dalam sistem baterai MFC masih sangat minim sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengkaji potensi maltosa dalam baterai MFC.

Pada penelitian Rohan dkk. [10] mengacu pada uji *Minimal Inhibitory Concentration* (MIC), pertumbuhan mikroorganisme yang baik adalah pada kisaran konsentrasi substrat glukosa 4-6% dan limbah bir sebagai substrat diperoleh potensial listrik yang lebih besar dari substrat glukosa, yaitu 534 mV. Penelitian tersebut juga menjelaskan dimungkinkan limbah bir

mengandung banyak komponen organik sebagai sumber substrat pertumbuhan mikroba, sehingga dapat disimpulkan bahwa gula lain seperti sukrosa, maltosa, dll dapat digunakan juga untuk mengkaji peranannya dalam sel bahan bakar.

Hubungan potensial sel dan potensial sel standar pada baterai MFC dapat dinyatakan dalam persamaan *Nernst* di mana potensial sel standar dipengaruhi oleh nilai potensial standar anoda ( $E^{\circ}_{\text{anoda}}$ ) dan potensial standar katoda ( $E^{\circ}_{\text{katoda}}$ ). Kecenderungan reaksi berjalan spontan dapat ditentukan dengan nilai potensial standar sel ( $E^{\circ}_{\text{sel}}$ ).

Berdasarkan uraian di atas, maka penulis mencoba untuk mengkaji dari konsentrasi substrat maltosa 3-7% dengan bakteri *Lactobacillus bulgaricus* pada baterai MFC untuk menghasilkan potensial listrik. Selain itu substrat maltosa pada baterai MFC belum mempunyai nilai potensial standar ( $E^{\circ}_{\text{anoda}}$ ), maka perlu ditentukan nilainya dengan panduan persamaan *Nernst*.

## 2. Metodologi

**Bahan:** Kultur mikroba *Lactobacillus bulgaricus*, MRS broth, maltosa 3-7%, agar 5 g, nutrient agar, batang rafit, akuades, NaOH 1M, HCl 1M, KCl 1M,  $\text{KMnO}_4$  0,2M, alkohol 70%, buffer fosfat pH 7.

**Alat:** Sel MFC, multimeter digital, inkubator, kabel dan penjepit buaya, timbangan digital, autoklaf, pipet mikro, jarum ose, gelas beker, gelas ukur, pipet tetes, plastic wrap, kapas, botol kaca, aluminium foil, thermometer.

### Preparasi Mikroorganisme *Lactobacillus bulgaricus*

Preparasi mikroorganisme dilakukan dengan menginokulasi bibit *Lactobacillus bulgaricus* murni dalam media MRS broth yang telah disterilisasi, diinkubasi selama 48 jam pada suhu 37°C. Bakteri dalam MRS broth digunakan sebagai starter untuk adaptasi bakteri *Lactobacillus bulgaricus* dalam substrat maltosa yang sudah disterilisasi dan diinkubasi selama 48 jam pada suhu 37°C. Adaptasi dilakukan sebanyak 3 kali. Bakteri setiap hasil adaptasi digunakan sebagai sampel untuk uji *Total Plate Count* (TPC). Bakteri hasil dari adaptasi ketiga dalam substrat maltosa digunakan dalam kompartemen anoda pada sistem baterai MFC.

### Uji Karbohidrat pada Substrat

Maltosa konsentrasi 3-7% diuji menggunakan pereaksi benedict. Lima tabung reaksi masing-masing berisi 5 mL sampel maltosa konsentrasi 3-7%, ditambahkan 5 mL pereaksi benedict. Larutan dipanaskan selama 4-5 menit. Pengujian larutan hasil uji benedict dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri visibel sehingga didapatkan nilai absorbansinya dan dapat diidentifikasi konsentrasi substrat maltosa dalam sistem baterai MFC.

### Preparasi Elektrolit $\text{KMnO}_4$ 0,2 M

Larutan  $\text{KMnO}_4$  0,2 M dengan penambahan buffer fosfat pH 7 diisi ke dalam kompartemen katoda dan dijaga agar tidak terkena cahaya matahari dengan

menutup larutan menggunakan aluminium foil karena larutan mudah mengalami fotodekomposisi.

**Konstruksi MFC**

Kompartemen MFC yang digunakan dalam penelitian ini adalah dua kompartemen yang terdiri dari anoda dan katoda dengan volume masing-masing 100 mL. Kedua kompartemen ini dihubungkan dengan jembatan garam. Pembuatan jembatan garam dilakukan dengan menambahkan 5% agar (w/v) ke dalam larutan KCl 1M, kemudian dipanaskan dan dimasukkan ke dalam pipa U. Penggunaan batang grafit dibersihkan dan diaktifkan terlebih dahulu. Elektroda direndam dalam larutan HCl 1M selama 1 hari kemudian dibilas dengan akuades. Selanjutnya elektroda direndam dalam larutan NaOH 1M selama 1 hari dan dibilas dengan akuades. Elektroda direndam dalam larutan akuades hingga saat digunakan.

**Perhitungan Populasi Bakteri**

Sterilisasi tabung reaksi dan akuades menggunakan autoklaf, kemudian pengambilan 1 mL sampel kultur bakteri *Lactobacillus bulgaricus* ke dalam 9 mL akuades steril untuk memperoleh pengenceran  $10^{-1}$  hingga  $10^{-5}$ . Pengambilan 1 mL pada setiap pengenceran menggunakan mikropipet ke dalam cawan petri steril, kemudian penuangan nutrient agar steril ke dalam cawan petri tersebut, putar perlahan untuk mengaduk campuran. Setelah memadat, cawan diletakkan dalam posisi terbalik dan diinkubasi selama 48 jam pada suhu 37°C. Perhitungan populasi dilakukan dengan metode hitung cawan total (*Total Plate Count*, TPC) dan menggunakan persamaan:

$$\text{Koloni per mL (cfu/mL)} = \text{Jumlah koloni per cawan} \times \frac{1}{\text{Faktor pengenceran}} \quad (1)$$

**Pengukuran Potensial dan Arus Listrik pada Variasi Konsentrasi Substrat.**

Substrat yang digunakan adalah maltosa dengan konsentrasi 3-7%. Substrat ditempatkan dalam kompartemen anoda dan ditambahkan inokulum *Lactobacillus bulgaricus*. Pada kompartemen katoda berisi larutan  $\text{KMnO}_4$  0,2 M yang ditambah dengan buffer fosfat pH 7. Kompartemen anoda dan katoda diisi dengan elektroda grafit, kemudian elektroda grafit dihubungkan dengan rangkaian kabel pada multimeter digital. Langkah selanjutnya pengamatan potensial dan arus listrik selama 10 hari.

**Penentuan  $E^{\circ}_{\text{maltosa}}$**

Penentuan nilai  $E^{\circ}_{\text{maltosa}}$  dapat dihitung secara grafis dengan panduan persamaan Nernst:

$$E = E^{\circ} - \frac{RT}{nF} \ln Q \quad (2)$$

**3. Hasil dan Pembahasan**

**Populasi Mikroorganisme *Lactobacillus bulgaricus* dalam Variasi Konsentrasi Substrat Maltosa**

Hasil perhitungan cacah bakteri *Lactobacillus bulgaricus* per mL dalam setiap konsentrasi substrat maltosa 3-7% dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Hubungan konsentrasi maltosa dan jumlah koloni bakteri

Konsentrasi Maltosa	Jumlah Bakteri (Koloni/mL)
3%	$131 \times 10^5$
4%	$146 \times 10^5$
5%	$162 \times 10^5$
6%	$175 \times 10^5$
7%	$185 \times 10^5$

Berdasarkan tabel tersebut terlihat bahwa jumlah cacah koloni bakteri mengalami peningkatan pada setiap konsentrasi maltosa. Peningkatan tersebut menunjukkan bahwa bakteri *Lactobacillus bulgaricus* dapat tumbuh dengan baik di dalam substrat maltosa.

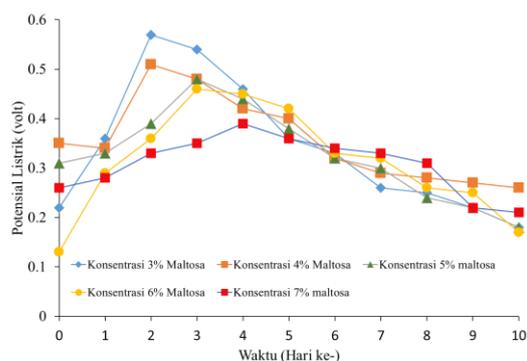
**Potensial dan Arus Listrik pada Variasi Konsentrasi Substrat**

Konsentrasi substrat merupakan faktor penentu besar-kecilnya produksi listrik baterai MFC, sehingga dapat dituliskan bahwa konsentrasi substrat merupakan fungsi dari potensial listrik baterai MFC. Secara matematika dapat dituliskan dengan persamaan:

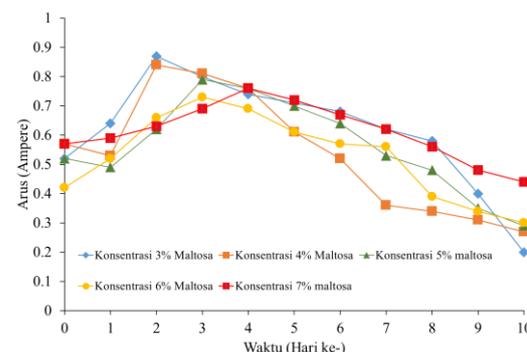
$$E_{\text{MFC}} = f(C_{\text{substrat}})_{T, C_{\text{elektrolit}}, pH, R_{\text{bridge}}} \quad (2)$$

Fungsi lainnya seperti temperatur, konsentrasi elektrolit, pH, dan  $R_{\text{bridge}}$  dikondisikan konstan agar tidak mengganggu produksi listrik terhadap fungsi konsentrasi substrat.

Hasil pengukuran potensial dan arus listrik dengan variasi konsentrasi maltosa ditunjukkan pada gambar 1 dan 2.



Gambar 1. Potensial listrik yang dihasilkan pada variasi konsentrasi substrat maltosa



Gambar 2. Arus listrik yang dihasilkan pada variasi konsentrasi substrat maltosa

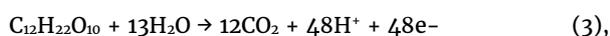
Data pada gambar 1 dan 2 menunjukkan bahwa konsentrasi maltosa 3-7% mampu menghasilkan potensial dan arus listrik. Potensial listrik maksimum untuk konsentrasi 3% dan 4% muncul pada hari ke 2, yaitu 0,57 Volt dan 0,51 Volt, konsentrasi 5% dan 6% pada hari ke 3 dengan potensial 0,48 Volt dan 0,46 Volt, sedangkan konsentrasi 7% pada hari ke 4 dengan potensial listrik sebesar 0,39 Volt.

Perbedaan waktu dari kelima variasi konsentrasi substrat untuk mencapai potensial maksimum dipengaruhi oleh jumlah populasi bakteri. Jumlah bakteri yang meningkat menyebabkan kerapatan bakteri dalam kompartemen anoda jg meningkat. Kerapatan bakteri yang tinggi akan menghambat elektron dari hasil metabolisme bakteri untuk mendekati elektroda dan menyebabkan waktu kontak antara elektroda dan bakteri cukup lama, sehingga proses transfer elektron juga membutuhkan waktu yang lama. Konsentrasi substrat maltosa 3% menunjukkan jumlah populasi bakteri yang lebih rendah dimungkinkan kerapatan bakteri berkurang dan waktu tercapainya potensial dan arus listrik maksimum lebih cepat dibandingkan dengan konsentrasi substrat maltosa 4-7%. Kerapatan bakteri pada konsentrasi substrat maltosa 3% yang dimungkinkan kecil maka elektron hasil metabolisme bakteri dapat dengan mudah mendekati elektroda dan menghasilkan potensial dan arus listrik yang lebih besar pula.

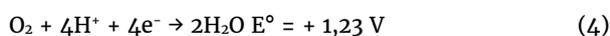
Pada gambar 1 dan 2 juga menunjukkan adanya penurunan nilai potensial listrik. Hal tersebut dimungkinkan karena selama proses MFC berlangsung terjadi pengurangan nutrisi makanan bakteri serta peningkatan produk samping berupa CO<sub>2</sub> yang menyebabkan efek toksisitas sehingga pH menurun dan juga mengakibatkan penurunan metabolisme bakteri.

**Penentuan E<sup>o</sup><sub>maltosa</sub>**

Hubungan potensial sel yang dihasilkan dan konsentrasi substrat pada sistem baterai MFC menggunakan persamaan Nernst (2) mengacu reaksi pada anoda:



sedangkan pada katoda:



sehingga didapatkan reaksi total:



Berdasarkan reaksi total (5) maka persamaan Nernst yang didapatkan adalah sebagai berikut:

$$E = E^o - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[f_{CO_2}]^{12} [a_{H_2O}]^{11}}{[a_{C_{12}H_{22}O_{11}}]^{11} [f_{O_2}]^{12}} \quad (6)$$

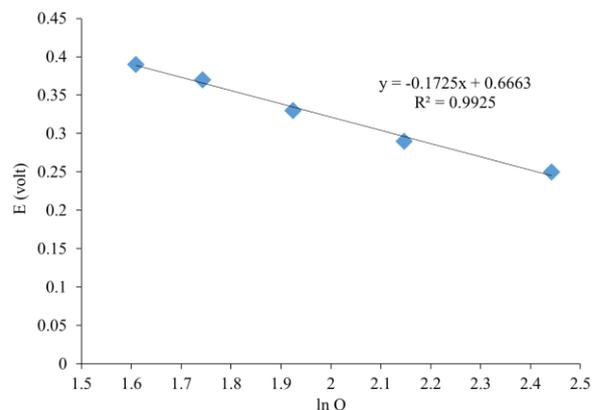
di mana  $\alpha$  merupakan aktivitas, aktivitas CO<sub>2</sub> dan O<sub>2</sub> dinilai dari fugasitasnya (f), fugasitas CO<sub>2</sub> dan O<sub>2</sub> sama dengan satu. Aktivitas H<sub>2</sub>O sama dengan satu sedangkan  $\gamma$  merupakan koefisien aktivitas. Maltosa dalam larutan memiliki nilai koefisien aktivitas sama dengan satu, sehingga:

$$E = E^o - \frac{RT}{48F} \ln \frac{1}{[C_{12}H_{22}O_{11}]} \quad (7)$$

Jika, E<sup>o</sup><sub>sel</sub> = E<sup>o</sup> katoda – E<sup>o</sup> anoda, maka

$$E^o_{sel} = E^o_{O_2|H_2O} - E^o_{C_{12}H_{22}O_{11}|CO_2} \quad (8)$$

Berdasarkan persamaan Nernst (2) nilai E<sup>o</sup><sub>sel</sub> ditentukan secara grafis sehingga didapatkan nilai E<sup>o</sup><sub>maltosa</sub>.



Gambar 3. Grafik hubungan E dan ln Q

Hasil perhitungan menggunakan persamaan (8) diperoleh nilai E<sup>o</sup><sub>maltosa</sub> sebesar + 0,5637 Volt. Nilai E<sup>o</sup><sub>maltosa</sub> yang didapat bernilai positif, hal tersebut menunjukkan bahwa reaksi pada penelitian baterai MFC ini berlangsung secara spontan.

**4. Kesimpulan**

Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi substrat maltosa mempengaruhi potensial listrik yang dihasilkan pada sistem baterai MFC. Konsentrasi maltosa 3% merupakan konsentrasi yang berpotensi untuk pertumbuhan bakteri *Lactobacillus bulgaricus* dalam menghasilkan potensial listrik sistem baterai MFC. Potensial standar maltosa dalam sistem baterai sebesar + 0,5637 Volt.

**5. Daftar Pustaka**

- [1] Bruce E. Logan, Bert Hamelers, René Rozendal, Uwe Schröder, Jürg Keller, Stefano Freguia, Peter Aelterman, Willy Verstraete, Korneel Rabaey, *Microbial Fuel Cells: Methodology and Technology, Environmental Science & Technology*, 40, 17, (2006) 5181-5192 <http://dx.doi.org/10.1021/es0605016>
- [2] F. J. Hernández-Fernández, A. Pérez de los Ríos, M. J. Salar-García, V. M. Ortiz-Martínez, L. J. Lozano-Blanco, C. Godínez, F. Tomás-Alonso, J. Quesada-Medina, Recent progress and perspectives in microbial fuel cells for bioenergy generation and wastewater treatment, *Fuel Processing Technology*, 138, Supplement C, (2015) 284-297 <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2015.05.022>
- [3] Korneel Rabaey, Willy Verstraete, *Microbial fuel cells: novel biotechnology for energy generation, Trends in Biotechnology*, 23, 6, (2005) 291-298 <http://dx.doi.org/10.1016/j.tibtech.2005.04.008>
- [4] Sonal G. Chonde Chonde, *Microbial Fuel cell: A New Approach of Wastewater Treatment with Power Generation, International Journal of Chemical*,

- Environmental and Pharmaceutical Research (ijCEPr)*, 5, 1, (2014) 8-12
- [5] Manaswini Behera, Partha S. Jana, Tanaji T. More, M. M. Ghangrekar, Rice mill wastewater treatment in microbial fuel cells fabricated using proton exchange membrane and earthen pot at different pH, *Bioelectrochemistry*, 79, 2, (2010) 228-233 <https://doi.org/10.1016/j.bioelechem.2010.06.002>
- [6] Rita Arbianti, Tania Utami, Heri Hermansyah, Deni Novitasari, Ester Kristin, Ira Trisnawati, Performance Optimization of Microbial Fuel Cell (MFC) Using *Lactobacillus bulgaricus*, *Makara Journal of Technology*, 17, 1, (2001) 32-38 <http://dx.doi.org/10.7454/mst.v17i1.1925>
- [7] Adi Putra, Rahmad Nuryanto, Linda Suyati, Lactose Bioelectricity on A Microbial Fuel Cell System Parallel Circuit Using *Lactobacillus Bulgaricus*, *Jurnal Sains dan Matematika*, 22, 4, (2014) 107-111
- [8] Dini Noor Hayati, Rahmad Nuryanto, Linda Suyati, Effect of Series Circuit on The Lactose Bioelectricity of A Microbial Fuel Cell System Using *Lactobacillus Bulgaricus*, *Jurnal Sains dan Matematika*, 23, 3, (2015) 84-89
- [9] Nor Sri Inayati, Agustina L. N. Aminin, Linda Suyati, The Bioelectricity of Tofu Whey in Microbial Fuel Cell System with *Lactobacillus Bulgaricus*, 23, 1, 32-38, (2015)
- [10] D. Rohan, Deepa Verma, Rohan Gavankar, Satish Bhalerao, Bioelectricity production from microbial fuel using *Escherichia coli* (glucose and brewery waste), *International Research Journal of Biological Sciences*, 2, 7, (2013) 50-54



## Pengaruh Variasi Waktu Hidrotermal terhadap Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal Zeolit A dari Abu Sekam Padi

Pungki Hanipa<sup>a</sup>, Pardoyo<sup>a\*</sup>, Taslimah<sup>a</sup>, Arnelli<sup>a</sup>, dan Y. Astuti<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [pardoyoku@live.undip.ac.id](mailto:pardoyoku@live.undip.ac.id)

Article Info	Abstract
<p>Keywords: Rice husk, zeolite-A</p>	<p>Rice husk is one of the by-products of rice mill. The amorphous silica extracted from rice husks can be utilized for the synthesis of zeolites. This study aimed to obtain nanocrystalline zeolite-A from rice husk ash and determine the character of the synthesized nanocrystalline zeolite-A product. The result of this research, it was obtained a white zeolite using hydrothermal method with hydrothermal time variation for 1, 2, and 3 days. The analysis using XRD showed that the three synthesized zeolites were zeolite A with the size of the crystal grain decreasing with increasing hydrothermal time which the size were 34,321; 34.21; and 34.144nm and the main peaks were at 2θ of 21°, 23°, 27°, 29° and 34°. Analysis of surface morphology of synthetic zeolite showed that three synthesis zeolites had surface morphology in the form of cubes.</p>
<p>Kata kunci: Sekam padi, zeolite-A</p>	<p><b>Abstrak</b></p> <p>Sekam padi merupakan salah satu produk samping dari penggilingan padi. Silika amorf hasil ekstraksi dari sekam padi dapat di manfaatkan untuk pembuatan zeolit. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh nanokristal zeolit A dari abu sekam padi dan menentukan karakter dari produk nanokristal zeolit A hasil sintesis. Hasil dari penelitian ini adalah diperoleh zeolit berupa serbuk putih menggunakan metode hidrotermal dengan variasi waktu hidrotermal selama 1, 2, dan 3 hari. Analisis menggunakan XRD menunjukkan bahwa ketiga zeolit hasil sintesis merupakan zeolit A dengan ukuran bulir kristal semakin menurun dengan bertambahnya waktu hidrotermal di mana masing-masing ukurannya adalah 34,321; 34,21; dan 34,144nm dan puncak utama berada pada 2θ 21°, 23°, 27°, 29° dan 34°. Analisis morfologi permukaan zeolit sintesis menunjukkan ketiga zeolit sintesis memiliki morfologi permukaan berupa kubus.</p>

### 1. Pendahuluan

Sekam padi merupakan salah satu produk samping dari proses penggilingan padi. Namun pemanfaatan limbah sekam padi masih sangat terbatas, dan belum di manfaatkan secara optimal. Silika dapat diperoleh dari sekam padi karena pada proses pengabuan sekam padi di udara akan menghasilkan abu sekam padi yang bersifat amorf dan mengandung silika sebesar 87,9% [1]. Silika hasil ekstraksi dari sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika alternatif yang murah untuk bahan baku pembuatan zeolit.

Zeolit merupakan aluminosilikat kristalin mikroporous dari aluminosilikat alkali yang memiliki struktur kerangka tiga dimensi terbuka yang dibangun oleh tetrahedral-tetrahedral  $\text{SiO}_4^{4-}$  dan  $\text{AlO}_4^{5-}$  dengan atom O sebagai penghubung antara atom Si dan Al dan bermuatan negatif, sehingga memerlukan kation untuk menjadi netral [2]. Jumlah ion penyeimbang yang banyak pada zeolit A disebabkan oleh kadar silika dengan perbandingan Si dengan Al sama dengan satu [3].

Nanoteknologi merupakan salah satu teknologi yang perlu dieksplorasi karena berpotensi memberikan

keuntungan dalam berbagai bidang, terutama di bidang akademik, penelitian dan pengembangan. Salah satu bidang spesifik dalam nanoteknologi adalah pengembangan bahan nanopartikel seperti nanozeolit [4]. Berbagai jenis zeolit berukuran nanometer, seperti NaA, faujasit-X, ZSM-5, dan silikalit-1 yang telah di sintesis dengan metode hidrotermal menggunakan larutan aluminosilikat dengan adanya template organik [5].

Penelitian sebelumnya nanozeolit telah berhasil disintesis dengan abu sekam padi sebagai sumber silika. Nawog *dkk.* [4] melaporkan, telah mensintesis nanozeolit dari sekam padi tanpa template organik. Ghasemi dan Younesi [5] menambahkan, nanokristal NaA dengan ukuran bulir kristal 50-120 nanometer dapat disintesis pada suhu kamar dengan proses ageing selama tiga hari. Lamanya waktu dalam pembentukan zeolit sangat berpengaruh karena secara alamiah pembentukan zeolit terjadi selama bertahun-tahun, sehingga perlu adanya variasi waktu sintesis untuk mendapatkan nanokristal zeolit A secara optimum.

Berdasarkan hasil studi literatur diatas, maka dilakukan penelitian sintesis nanokristal zeolit A dari abu sekam padi sebagai sumber silika dengan variasi waktu hidrotermal untuk mengetahui karakter dari nanokristal zeolit A yang dihasilkan.

## 2. Metodologi

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Silika hasil ekstraksi, Alumunium Hidroksida, HCl 37%, NaOH, aquades. Alat yang digunakan berupa neraca analitik, magnetic stirrer, *Handmade Autoclave Hydrothermal*. Instrumen yang digunakan meliputi spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM-EDX.

### Ekstraksi Silika.

Sekam padi dilakukan pencucian dengan akuades. Sekam padi dikeringkan di udara terbuka. Sekam padi hasil pengeringan direndam dengan HCl 1M selama 8 jam. Kemudian sekam padi disaring dan di cuci dengan akuades hingga netral. Selanjutnya dilakukan pemanasan dengan *furnace* pada suhu 700°C selama 6 jam dengan laju kenaikan suhu 5°C/menit. Sepuluh gram abu sekam padi yang diperoleh dilarutkan dalam NaOH 2M, kemudian di refluks selama 6 jam. Larutan yang diperoleh ditambahkan dengan HCl pekat. Suspensi disaring dan residu padatannya dicuci dengan air destilasi hingga netral, kemudian dikeringkan pada suhu 80°C selama 6 jam.

### Sintesis Nanokristal Zeolit A dengan Variasi Waktu Hidrotermal.

Nanokristal zeolit dihasilkan dengan metode hidrotermal menggunakan variasi waktu hidrotermal. Abu sekam padi hasil ekstraksi digunakan sebagai sumber silika dan alumunium hidroksida sebagai sumber alumina. Serbuk silika hasil ekstraksi sebanyak 1,44 gram dimasukkan kedalam larutan natrium hidroksida 2,59M dengan pemanasan pada suhu 80°C selama 2 jam. Alumunium hidroksida sebanyak 2,04 gram ditambah kedalam akuades panas diaduk dengan

*magnetic stirrer*, kemudian ditambahkan 5,6 gram natrium hidroksida dengan pemanasan pada suhu 80°C selama 2 jam. Larutan natrium silikat sedikit demi sedikit ditambahkan kedalam larutan natrium aluminat disertai pengadukan pada suhu 80°C selama 2 jam. Campuran dipindahkan ke dalam autoclaf dan dipanaskan pada temperatur 80°C menggunakan hidrotermal dengan variasi waktu hidrotermal selama satu, dua dan tiga hari. Kode untuk zeolit sintesis berturut-turut adalah Z-1, Z-2 dan Z-3 hari. Suspensi yang diperoleh di saring dan residu padatannya di cuci dengan akuades hingga pH 8. Hasil yang diperoleh dikeringkan pada suhu 110°C selama 6 jam.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### Ekstraksi Silika dari Sekam Padi.

Abu sekam padi diperoleh dengan pemanasan dengan *furnace* pada suhu 700°C selama 6 jam dengan laju kenaikan suhu 5°C per menit untuk memperoleh abu sekam padi berwarna putih. Silika dari abu sekam padi diekstraksi melalui proses refluks dengan NaOH 2M selama 6 jam pada suhu 80°C. Menurut Sugiyarto [6], fungsi larutan NaOH adalah untuk melarutkan atau mereaksikan SiO<sub>2</sub> yang terdapat dalam abu sekam padi karena SiO<sub>2</sub> hanya larut dalam alkali hidroksida dan leburan-leburan karbonat. Ekstraksi silika dari abu sekam padi dengan larutan NaOH akan menghasilkan natrium silikat. Filtrat yang diperoleh selanjutnya ditambahkan HCl pekat untuk mengalami proses pengendapan lebih sempurna hingga mencapai pH 7. Pemilihan nilai pH 7 didasarkan pada sifat silika yang tidak mudah larut dengan suasana netral, sehingga pengendapan pada kondisi tersebut diharapkan akan berlangsung secara optimal [7]. Peran dari larutan HCl adalah sebagai asam kuat yang menetralkan larutan filtrat silika agar terbentuk endapan silika. Endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades sampai sisa ion klorida hilang. Silika yang terbentuk kemudian dikeringkan pada suhu 80°C sampai kering, sehingga kandungan air dalam silika hilang.

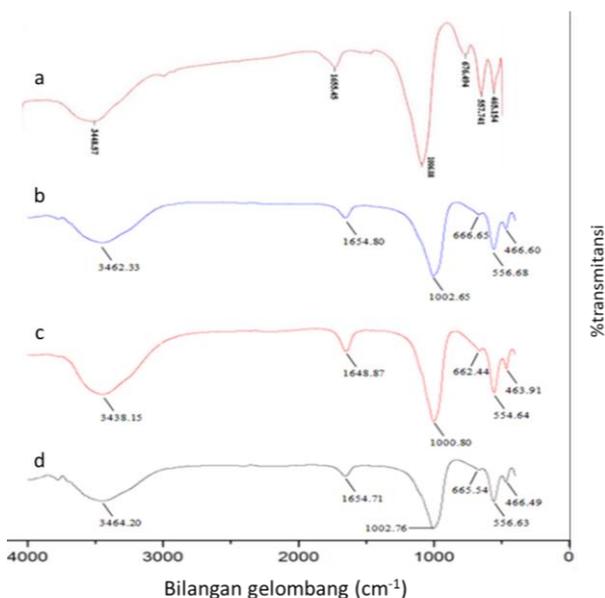
### Sintesis Nanokristal Zeolit A

Dalam penelitian ini, nanokristal zeolit A dibentuk dari pencampuran natrium silikat dan natrium aluminat. Natrium aluminat dicampurkan kedalam natrium silikat dengan pemanasan pada suhu 80°C dan disertai pengadukan 250 rpm selama dua jam, hal ini bertujuan supaya terbentuk larutan putih yang homogen. Hasil dari pencampuran tersebut adalah sampel yang berupa larutan putih seperti koloid, di mana pada proses tersebut telah terbentuk zeolit metastabil yang berfasa amorf dan terjadi interaksi antara natrium silikat dan natrium aluminat dalam sampel. Menurut West [8], reaksi antara natrium aluminat dengan natrium silikat yang dilanjutkan dengan proses hidrotermal akan membentuk kristal zeolit fasa stabil. Hasil yang diperoleh dengan variasi waktu hidrotermal 1 hari, 2 hari, dan 3 hari pada suhu 80°C menunjukkan hasil yang sama yaitu terbentuk dua fasa larutan, di mana fasa satu (bawah) merupakan zeolit, sedangkan fasa dua (atas) merupakan larutan.

Produk zeolit yang dihasilkan berdasarkan variasi waktu hidrotermal diperoleh zeolit berupa serbuk halus berwarna putih.

**Menentukan Gugus Fungsi dari Produk Sintesis.**

Karakterisasi produk menggunakan FTIR bertujuan untuk melihat keberhasilan sintesis melalui analisis gugus-gugus fungsi yang terdapat pada produk. Transmisi spektrum FTIR zeolit A berkisar pada 400–4000  $\text{cm}^{-1}$ . Pola spectra FTIR pada produk dengan variasi waktu hidrotermal yaitu 1 hari, 2 hari, dan 3 hari disajikan pada gambar 1. Berdasarkan spektra FTIR pada gambar 1, produk hasil sintesis dengan variasi waktu hidrotermal satu, dua dan tiga hari menunjukkan pola spektra yang sesuai dengan zeolit A. Dari gambar 1 dapat disajikan tabel 1 tentang interpretasi gugus fungsional yang terdapat dalam seluruh produk.



**Gambar 1.** Pola Spektra IR pada Zeolit A (a), produk Z-1 hari (b), Z-2 hari (c), dan Z-3 hari (d)

**Tabel 1.** Interpretasi Spektra IR

Range	Panjang Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )				Interpretasi
	Referensi	Z-1 hari	Z-2 hari	Z-3 hari	
3600 - 3200	3448,57	3462,33	3438,15	3464,20	Ikatan ulur O-H
1655 - 1645	1655,45	1654,80	1648,87	1654,71	Vibrasi tekuk Si-OH / Al-OH
1250 - 950	1006,08	1002,65	1000,80	1002,76	Vibrasi ulur asimetris Si-O-Si atau Al-O-Al
820 - 650	676,49	666,65	662,44	665,54	Vibrasi ulur simetris O-Si-O atau O-Al-O
650 - 500	557,74	556,68	554,64	556,63	Double ring
500 - 420	465,15	466,60	463,91	466,63	Vibrasi tekuk Si-O-Si / Al-O-Al

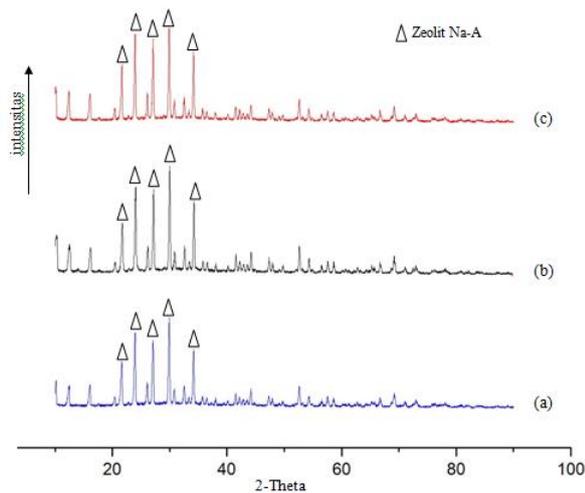
Berdasarkan tabel 1 produk sintesis memiliki bilangan gelombang yang tidak berbeda secara

signifikan dengan referensi zeolit A. Perbedaan terjadi pada bilangan gelombang sekitar 3400-an, di mana pada produk hasil sintesis mengalami pergeseran bilangan gelombang ke sebelah kiri, sedangkan pergeseran dari bilangan gelombang 420-1655  $\text{cm}^{-1}$  cenderung bergeser ke sebelah kanan. Namun pergeseran tersebut hanya sedikit ( $<15 \text{ cm}^{-1}$ ) dan masih berada dalam range bilangan gelombang untuk zeolit A, sehingga produk hasil sintesis bisa disimpulkan menghasilkan produk dengan gugus fungsi untuk zeolit. Pada struktur zeolit terdapat jalinan internal dan jalinan eksternal. Jalinan internal zeolit produk muncul pada daerah serapan sekitar 1250-950  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetris Si-O dan Al-O dari kerangka alumino silikat. Serapan pada daerah ini ditunjukkan oleh semua zeolit hasil sintesis. *Double ring* merupakan karakter spesifik zeolit yang ditunjukkan dengan munculnya serapan pada daerah 650-500  $\text{cm}^{-1}$ . *Double ring* merupakan jalinan eksternal antara lapisan zeolit satu dengan yang lainnya, serapan pada daerah ini ditunjukkan oleh semua zeolit sintesis.

**Menentukan Kristalinitas dari Produk Sintesis**

Karakterisasi produk dengan sinar-X bertujuan untuk menentukan jenis mineral dan kristalinitasnya. *Diffractogram* dari produk di sajikan pada gambar 2. Pola *diffractogram* dari gambar 2 tidak banyak perbedaan yang signifikan dilihat dari nilai 2 theta nya. Hasil dicocokkan dengan JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standar*) yang menunjukkan bahwa ketiga data difraktogram tersebut memberikan pola difraktogram yang tidak terlalu berbeda dengan *database* zeolit A, karena ketiga difraktogram tersebut memiliki puncak sudut 2 $\theta$  yang berdekatan dengan puncak 2 $\theta$  untuk zeolit A sesuai dengan *database* JCPDS no 39-0222 dengan selisih pergeseran 2 $\theta$  sebesar  $< 0,05$ , diduga bahwa zeolit sintesis merupakan zeolit A dengan struktur kristal berbentuk kubus. Difraktogram produk menunjukkan bahwa puncak utama berada pada 2theta 21°, 23°, 27°, 29° dan 34°. Pada hasil analisis produk dengan menggunakan XRD menunjukkan bahwa ketiga produk hasil sintesis memiliki kristalinitas tinggi. Hal ini ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak tinggi di daerah pergeseran dua theta sekitar 21°-34°, pada pergeseran tersebut terdapat puncak yang lancip dengan intensitas yang tinggi.

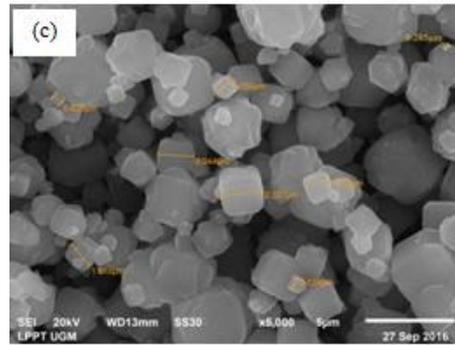
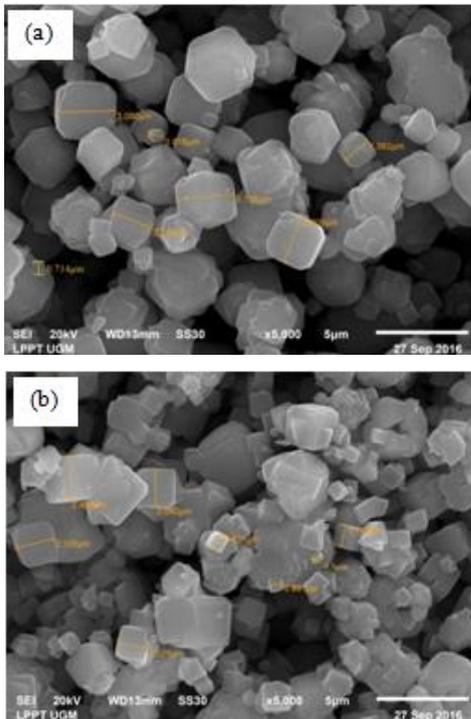
Data hasil analisis produk sintesis dengan XRD dapat digunakan untuk menentukan ukuran bulir kristal. Bulir kristal dapat di tentukan melalui persamaan scherrer. Ukuran bulir kristal untuk masing-masing produk Z-1, Z-2 dan Z-3 hari adalah 34,321; 34,211; dan 34,144 nm. Secara umum, semakin lama waktu kristalisasi maka akan menurunkan laju pertumbuhan kristal dan laju nukleasi sehingga menghasilkan ukuran bulir kristal yang kecil. Pada penelitian ini, nanokristal zeolit berhasil di sintesis dengan variasi waktu hidrotermal satu, dua dan tiga hari.



Gambar 2. Pola Diffractogram pada produk Z-1 hari(a), Z-2 hari(b), dan Z-3 hari(c)

**Menentukan Ukuran Morfologi Permukaan Produk Sintesis**

Analisis SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi yang ada pada suatu sampel. Hasil karakterisasi SEM produk sintesis pada perbesaran 5000x memperlihatkan morfologi permukaan yang berbentuk kubus. Hasil analisis ditunjukkan pada gambar 3. Ukuran morfologi permukaan zeolit dapat ditentukan dengan mengukur ukuran panjang kubus. Ukuran morfologi permukaan zeolit dengan variasi waktu hidrotermal 1, 2 dan 3 hari masing-masing adalah 714-3126, 500-2400 dan 285-2387 nm.



Gambar 3. SEM dari sampel Z-1 hari(a), Z-2 hari(b), dan Z-3 hari(c)

Berdasarkan gambar 3 menunjukkan bahwa semakin lama waktu hidrotermal maka ukuran morfologi permukaannya akan semakin kecil. Sintesis zeolit pada penelitian ini menghasilkan ukuran morfologi permukaan yang masih cukup besar dan belum berukuran nano karena belum pada range 1-100 nm. Hal ini terjadi karena dimungkinkan temperatur pembentukan kristal zeolit dengan metode hidrotermal pada penelitian ini cukup tinggi yaitu 80°C. Merujuk Zhan *dkk.* [9], memaparkan bahwa dalam sintesis nanokristal NaA pembentukan inti kristal lebih disukai pada temperatur kamar (35-45°C).

Produk hasil sintesis kemudian dianalisis menggunakan EDX untuk menentukan komposisi unsur yang ada pada produk. Data EDX dari produk sintesis disajikan dalam tabel 2.

Tabel 2. Data EDX

Unsur	Massa (%)		
	Z-1 Hari	Z-2 Hari	Z-3 Hari
Na	14,46	13,03	13,64
Al	16,12	13,62	14,05
Si	16,12	13,21	13,11
O	51,90	51,91	50,93

Berdasarkan tabel 2 rasio Si/Al adalah 1:1, hal ini menunjukkan bahwa zeolit hasil sintesis tiap variasi waktu hidrotermal telah terbentuk zeolit tipe A dengan rumus empiris  $Na_x(AlO_2)_x(SiO_2)_y \cdot mH_2O$  untuk  $x=y$ .

**4. Kesimpulan**

Nanokristal zeolit A telah berhasil disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan variasi waktu hidrotermal pada 1, 2 dan 3 hari dengan hasil masing-masing berupa serbuk berwarna putih. Hasil analisis dengan menggunakan XRD menunjukkan difraktogram yang sesuai dengan zeolit A dan melalui perhitungan scherrer semakin lama waktu hidrotermal maka bulir kristal yang terbentuk semakin kecil, ukuran bulir kristal yang diperoleh untuk z-1, z-2 dan z-3 hari adalah 34,321; 34,211 dan 34,144 nm. Hasil analisis menggunakan SEM menunjukkan morfologi permukaan zeolit A berbentuk kubus.

## 5. Daftar Pustaka

- [1] Yue Cheng, Mang Lu, Jiansheng Li, Xiaoyuan Su, Shunlong Pan, Chuang Jiao, Maohua Feng, Synthesis of MCM-22 zeolite using rice husk as a silica source under varying-temperature conditions, *Journal of Colloid and Interface Science*, 369, 1, (2012) 388-394 <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2011.12.024>
- [2] Halimatun Hamdan, Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification, Universiti Teknologi Malaysia, Kuala Lumpur, 1992.
- [3] Lesley Smart, Elaine Moore, Solid State Chemistry: An Introduction, Springer US, 2013.
- [4] Methodius Anak Nawog, Mohd Nazlan Mohd Muhid, Nik Ahmad Nizam Nik Malek, Halimatun Hamdan, Eco-Friendly Synthesis of Nanozeolite NaA from Rice Husk Ash and its Efficiency in Removing Ammonium Ions, *Key Engineering Materials*, 594-595, (2013) 168-172 <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.594-595.168>
- [5] Zahra Ghasemi, Habibollah Younesi, Preparation and Characterization of Nanozeolite NaA from Rice Husk at Room Temperature without Organic Additives, *Journal of Nanomaterials*, 2011, (2011) 8 10.1155/2011/858961
- [6] Kristian Handoyo Sugiyarto, Kimia Anorganik II, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.
- [7] Irwan Ginting Suka, Wasinton Simanjuntak, Simon Sembiring, Evi Trisnawati, Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh Dengan Metode Ekstraksi, *MIPA dan Pembelajarannya*, 37, 1, (2008) 47-52
- [8] Anthony R. West, Solid State Chemistry and Its Applications, Wiley India Pvt. Limited, 2007.
- [9] Bi-Zeng Zhan, Mary Anne White, Michael Lumsden, Jason Mueller-Neuhaus, Katherine N. Robertson, T. Stanley Cameron, Michael Gharghour, Control of Particle Size and Surface Properties of Crystals of NaX Zeolite, *Chemistry of Materials*, 14, 9, (2002) 3636-3642 <http://dx.doi.org/10.1021/cm011635f>



## Isolasi Bakteri Termofilik Sumber Air Panas Gedongsongo dengan Media Pengaya MB (*Minimal Broth*) dan TS (Taoge Sukrosa) serta Identifikasi Fenotip dan Genotip

Dewi Nuritasari<sup>a</sup>, Purbowatiningrum Ria Sarjono<sup>a\*</sup>, Agustina L.N. Aminin<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Biochemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [purbowatining@live.undip.ac.id](mailto:purbowatining@live.undip.ac.id)

### Article Info

Keywords:  
thermophilic  
bacteria, Gedong  
songo hot springs,  
16S rRNA,  
extracellular  
enzymes

Kata kunci:  
bakteri termofilik,  
sumber air panas  
Gedongsongo, 16S  
rRNA,enzim  
ekstraseluler

### Abstract

Thermophilic bacteria is a bacteria that can survive at high temperatures where one of the habitat is the source of hot water. Indonesia has many potential hot water as a habitat for thermophilic bacteria. In this research, thermophilic bacteria was isolated from Gedongsongo hot springs using minimal approach MB media (*Minimal Broth*) and TS (Taoge Sukosa) and of phenotypes identification with microbiology test including gram staining and morphology and genotypic identification using gene nucleotide sequence of 16S rRNA and phylogenetic tree construction using Phylip 3.68 ed program Distance matrix method (Neighbor joining). A qualitative extracellular enzyme identification was performed using selective media including cellulase test,  $\alpha$ -amylase test, protease test and P-galactosidase test. From the research, it was obtained two isolates of thermophilic bacteria, namely GS\_MBan isolate and GS\_TSan isolate. The GS\_MBan isolate had a resemblance to the bacterial group of *Anoxybacillus sp.* up to 94-99%, rod in shaped, gram-positive bacteria, have extracellular enzyme  $\alpha$ -amylase, protease and P-galactosidase and do not show the potential of extracellular cellulase enzyme. The GS\_TSan isolate resembled the bacterial group *Thermoanaerobacterium sp.* of 78-86%, rod-shaped, gram-negative bacteria, have extracellular  $\alpha$ -amylase and protease enzymes and did not show potential extracellular enzyme P-galactosidase and cellulase. The GS\_TSan isolate resembled the bacterial group *Thermoanaerobacterium sp.* of 78-86%, rod-shaped, gram-negative bacteria, had an extracellular  $\alpha$ -amylase and protease enzymes and do not show potential extracellular enzyme P-galactosidase and cellulase.

### Abstrak

Bakteri termofilik merupakan bakteri yang mampu bertahan hidup pada suhu tinggi di mana salah satu habitatnya adalah sumber air panas. Indonesia memiliki banyak sumber air panas yang potensial sebagai habitat bakteri termofilik. Dalam penelitian ini dilakukan isolasi bakteri termofilik sumber air panas gedongsongo dengan menggunakan pendekatan minimal media MB (*Minimal Broth*) dan TS (Taoge Sukosa) serta identifikasi fenotip dengan uji mikrobiologi yang meliputi pewarnaan gram dan morfologi dan identifikasi genotip dengan menggunakan urutan nukleotida gen 16S rRNA dan konstruksi pohon filogenetik dengan menggunakan program Phylip 3.68 ed. metode *Distance matrix (Neighbour joining)*. Identifikasi enzim ekstraseluler secara kualitatif dilakukan dengan menggunakan media selektif yang meliputi uji selulase, uji  $\alpha$ -amilase, uji protease dan uji P-galaktosidase. Dari penelitian diperoleh dua isolat tunggal bakteri termofilik yaitu isolat GS\_MBan dan isolat GS\_TSan. Isolat GS\_MBan

memiliki kemiripan dengan bakteri kelompok *Anoxybacillus sp.* sebesar 94-99%, berbentuk batang, bakteri gram positif, memiliki enzim ekstraseluler  $\alpha$ -amilase, protease dan P-galaktosidase serta tidak menunjukkan potensi adanya enzim ekstraseluler selulase. Isolat GS\_TSan memiliki kemiripan dengan bakteri kelompok *Thermoanaerobacterium sp.* sebesar 78-86%, berbentuk batang, bakteri gram negatif, memiliki enzim ekstraseluler  $\alpha$ -amilase dan protease serta tidak menunjukkan potensi adanya enzim ekstraseluler P-galaktosidase dan selulase.

## 1. Pendahuluan

Bakteri ekstermofil merupakan mikroorganisme yang tumbuh dengan subur pada lingkungan ekstrem. Salah satu jenis bakteri ekstremofil adalah bakteri termofilik yang dapat didefinisikan sebagai organisme yang dapat hidup pada suhu tinggi [1]. Bakteri termofilik memiliki habitat yang bermacam-macam seperti di letupan hidrothermal [2, 3], sumber air panas [4, 5], tumpukan kompos [6], atau pemanas air [7]. Bakteri jenis termofilik tersebut sering diteliti untuk mengetahui protein termostabilnya.

Identifikasi jenis-jenis bakteri secara mikrobiologi konvensional dapat dilakukan dengan menggunakan media selektif yang mampu membedakan antara jenis bakteri satu dengan yang lain. Selain itu, identifikasi jenis-jenis bakteri juga dapat dilakukan dengan metode fenotip, yaitu melalui uji morfologi dan biokimia [8]. Akan tetapi cara identifikasi ini memiliki beberapa kekurangan dengan adanya keterbatasan media pengkulturan [9]. Oleh karena itu ilmuwan mengembangkan identifikasi secara genotip untuk mengganti metode konvensional tersebut. Uji genotip memiliki banyak keuntungan diantaranya lebih mudah, lebih valid dan lebih cepat. Uji genotip dilakukan berdasarkan urutan nukleotida gen 16S rRNA karena memiliki sifat lestari dan diturunkan dari generasi ke generasi dengan urutan yang tetap [10], 1994). Selain itu, identifikasi urutan nukleotida gen 16S rRNA ternyata dapat digunakan untuk menentukan hubungan kekerabatan bakteri berdasarkan konstruksi pohon filogenetiknya dan untuk mengidentifikasi bakteri yang belum diketahui jenisnya.

Berdasarkan penelitian Aminin *dkk.* [11] diperoleh beberapa bakteri unik khas Gedongsongo dari kelompok *Thermus* dan *Beta-proteobacteria* yang ditumbuhkan pada minimal media MB (*Minimal Broth*) dan TS (Taoge Sukrosa) dalam kondisi anaerob yang terdeteksi sebagai kultur campuran. Berdasarkan penelitian tersebut, maka pada penelitian ini dilakukan isolasi bakteri sumber air panas Gedongsongo dengan pendekatan minimal media MB dan TS untuk mendapatkan isolat tunggal dan dilakukan karakterisasi berdasarkan uji fenotip dan genotip. Uji fenotip meliputi uji morfologi dan identifikasi kualitatif enzim ekstraseluler yaitu uji selulase, uji P-galaktosidase, uji  $\alpha$ -amilase dan uji protease. Uji genotip dilakukan berdasarkan identifikasi urutan nukleotida gen 16S rRNA dan pembuatan pohon filogenetik.

## 2. Metodologi

### Sampling

Sampel air diambil dari sumber air panas Gedongsongo, daerah gunung Ungaran, Jawa Tengah, Indonesia (110°22'23.4"E; 07°12'08.5"S; dan ketinggian 1400 m dpl) dan dimasukkan ke dalam tabung bertutup berisi media. Dua media sederhana telah dipilih sebagai sumber karbon dan mengandung vitamin dan mineral yang dibutuhkan untuk pertumbuhan bakteri, yaitu TS (0,02% (v/v) filtrat taoge dan 0,04% (w/v) sukrosa dan MB (0,02% (w/v) *beef extract*, 0,02% (w/v) pepton, dan 0,01% (w/v) NaCl [12].

### Pembiakan dalam media MB dan TS

Hasil sampling kemudian diinkubasi pada suhu 55°C. Inkubasi dilakukan pada kondisi anaerob dengan meletakkan tabung-tabung yang berisi biakan ke dalam toples dengan nyala lilin untuk mengurangi ketersediaan oksigen. Inkubasi dihentikan dan sel dipanen setelah adanya kekeruhan pada media. Bakteri yang telah tumbuh kemudian ditumbuhkan kembali pada media padat dengan menggunakan metode tuang untuk mendapatkan koloni tunggalnya.

### Uji pewarnaan gram

Pewarnaan gram dilakukan dengan menambahkan pewarna gram secara bertahap. Kaca preparat yang digunakan dibersihkan dengan alkohol kemudian dipanaskan di dekat nyala api. Isolat bakteri kemudian diambil dengan menggunakan jarum ose dan diratakan pada kaca preparat, lalu dipanaskan di dekat api sambil digoyang-goyangkan hingga isolat kering. Saat pemanasan diusahakan agar api tidak terkena langsung. Isolat bakteri ditetesi dengan kristal ungu, didiamkan selama 1 menit, dicuci dengan akuades dan dikeringkan dengan cara dianginkan. Hasil pewarnaan kristal ungu ditetesi iodine, didiamkan selama 1 menit, dicuci dengan akuades dan dikeringkan. Hasil pewarnaan iodine ditetesi dengan alkohol absolut, didiamkan selama 30 detik, dicuci dengan akuades dan dikeringkan. Langkah terakhir, hasil yang diperoleh dari pewarnaan dengan alkohol absolut ditetesi dengan safranin kemudian dicuci dengan akuades. Hasil pewarnaan safranin kemudian dikeringkan dan hasilnya diamati dengan mikroskop [13].

### Isolasi DNA kromosom

#### Metode Zhou modifikasi

Kultur bakteri dimasukkan ke dalam mikrotub 1,5 mL, kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 5 menit untuk memperoleh pelet sel. Pelet

sel dicampur dengan 300 pL buffer ekstraksi DNA (100mM Tris-HCl [pH 8,0], 100mM Na-EDTA [pH 8,0], 100 mM sodium fosfat [pH 8,0] dan 1,5 M NaCl). Larutan ditambah dengan 10 pL proteinase K (20mg/mL) dan 0,2 g pasir laut steril dalam 1,5 mL mikrotub dengan penggojogan selama 10 menit. Setelah digojog, ditambahkan 30 pL 20% SDS (Sodium Dodesil Sulfonat) dan sampel diinkubasi pada suhu 60°C selama 1 jam dan digojog setiap 15-20 menit. Supernatan dikumpulkan menjadi satu setelah disentrifugasi pada 5.000 rpm selama 10 menit pada suhu ruang dan dipindahkan ke dalam mikrotub. Supernatan ditambah dengan kloroform-isoamil alkohol (24:1, v/v) pada volume yang sama. Fase cair didapatkan kembali dengan sentrifugasi dan pengendapan dengan 1 volume isopropanol pada suhu ruang selama 15 menit. Pelet kasar asam nukleat didapat dengan sentrifugasi pada 12.000 rpm selama 10 menit pada suhu ruang, lalu dicuci dengan etanol 70% dingin, dan dilarutkan kembali dalam dd H<sub>2</sub>O steril sampai memberi volume akhir 50 pL [12].

#### Metode freeze thawing modifikasi

Kultur bakteri dimasukkan ke dalam mikrotub 1.5 mL, kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 5 menit untuk memperoleh pelet sel. Pelet sel disuspensikan ke dalam 100pL ddH<sub>2</sub>O steril kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 10 menit sebanyak tiga kali. Pelet sel yang diperoleh kemudian disuspensikan kembali ke dalam 100 pL ddH<sub>2</sub>O steril. Suspensi sel kemudian dipanaskan di dalam air mendidih selama 20 menit dan dilanjutkan dengan pendinginan dengan temperatur -20°C selama 10 menit. Setelah pendinginan, suspensi sel disentrifugasi dengan kecepatan 12000 rpm selama 10 menit pada suhu ruang.

#### Amplifikasi gen 16S rRNA

Sampel DNA kromosom yang diperoleh selanjutnya diamplifikasi secara *in vitro* dengan metode PCR. Bagian gen 16S rRNA diamplifikasi menggunakan satu set primer universal 27F- 1492R, pasangan primer 27F: 5'AGA GTT TGA TCC TGG CTC AG 3' (posisi 8-27, penomoran urutan basa *E.coli*) dan 1492R: 5'GGT TAC CTT GTT ACG ACT T 3' (posisi 1492-1510, penomoran urutan basa *E.coli*) [14]. Sebanyak 5 pL templat DNA hasil lisis dimasukkan ke dalam mikrotub, kemudian ditambah 43 pL *Mega Mix Blue PCR kit*, 1 pL primer 27F dan 1 pL 1492R. Tiap sampel kemudian dimasukkan ke alat PCR dan dikerjakan sebanyak 30 siklus [15]. Tahap denaturasi dilakukan pada suhu 94°C selama 1 menit, tahap *annealing* dilakukan pada suhu 54°C selama 45 menit, dan tahap *extension* dilakukan pada suhu 72°C selama 2 menit tahap. Pada siklus ke 30, tahap *extension* dilakukan selama 10 menit dan dilanjutkan dengan penurunan suhu sampai 4°C.

#### Elektroforesis fragmen gen 16S rRNA

Sebanyak 0,2 gram agarosa dilarutkan ke dalam 20 mL TBE (Tris Borat EDTA) 1X kemudian dipanaskan hingga mendidih. Hasil pemanasan kemudian ditambahkan dengan 4pL etidium bromida dan diaduk

agar tercampur sempurna lalu dituang ke dalam cetakan yang telah dipasang sisir untuk membuat sumur-sumur (*well*) dan didiamkan hingga padat. Setelah gel memadat, sisir kemudian dilepas. Proses selanjutnya sebanyak 3 pL hasil PCR dimasukkan ke dalam sumur (*well*) gel kemudian dimasukkan ke dalam alat elektroforesis hingga terendam oleh larutan TBE 1X dan dilakukan pengelektroforesisan terhadap sampel dengan arus 400 mA dan tegangan 100 V. Elektroforesis dihentikan apabila pergerakan sampel telah sampai pada ujung gel. Gel kemudian diamati di bawah sinar ultraviolet menggunakan lampu UV Transiluminator untuk mengetahui pola pita-pita DNA [15].

#### Analisis sekuensing

Hasil PCR yang sudah terbukti mengandung fragmen gen 16S rRNA disekuensing di Korea oleh *Macrogen Sequencing Service*. Hasil yang diperoleh berupa urutan DNA *forward* dan *reverse* kemudian diedit dengan menggunakan program DNASTAR (EditSeq dan SeqMan) untuk menggabungkan dua sekuen DNA. Program EditSeq dipilih lalu data sekuen DNA dimasukkan dan dihasilkan *output*. Hasil (*output*) dari program EditSeq kemudian digunakan sebagai *input* pada program SeqMan. Hasil (*output*) dari program Seqman berupa urutan DNA utuh selanjutnya dibandingkan dengan data *GenBank* dan dilakukan studi filogeni.

#### Studi filogeni

Hasil sekuensing isolat GS\_MBan dan isolat GS\_TSan dibandingkan dengan data *GenBank* menggunakan program BLASTN (*Basic Local Alignment Search Tool Nucleotide*) yang terdapat pada NCBI (*National Centre of Biotechnological Information*) ([www.ncbi.nlm.nih.gov](http://www.ncbi.nlm.nih.gov)). Hasil berupa data urutan nukleotida DNA kromosom bakteri-bakteri terdekat kemudian dilakukan studi filogeni dengan penjajaran menggunakan program Clustal W, konstruksi pohon filogenetik dengan program PHYLIP 3.68 (seqboot, DNAdist, neighbor dan consense) dan Phylogendron (*online*). Hasil BLASTN *diedit* dengan menghapus bagian *subject* hingga menyisakan bagian *query* pada data penjajaran nukleotida untuk masing-masing spesies bakteri dan meng-copy dalam bentuk notepad. Selanjutnya dilakukan penjajaran urutan nukleotida gen 16S rRNA dari isolat GS\_MBan dan isolat GS\_TSan dan bakteri lainnya dalam program Clustal W sehingga dihasilkan 4 data *output* dengan format '.aln', '.msf', '.dnd', dan '.phy'. *Output* dalam format '.phy' digunakan dalam tahap selanjutnya.

Konstruksi pohon filogenetik terhadap isolat GS\_MBan dan isolat GS\_TSan dilakukan dengan menggunakan program Phylip (*Phylogeny Inference Package*) 3.68 ed. dan dipilih program seqboot, DNAdist, neighbor dan consense. Hasil penjajaran dengan program Clustal W dalam format '.phy' digunakan sebagai data *input* pada program seqboot dan diperoleh *output* yang kemudian digunakan sebagai *input* pada program DNAdist. *Output* dari program DNAdist kemudian digunakan sebagai *input* pada program neighbor dan *output* dari neighbor dijadikan sebagai *input* pada program consense. Selanjutnya, *output* dari

consense dalam bentuk data *newick* dimasukkan pada program PhyloDendron dengan mengakses (<http://iubio.bio.indiana.edu/treeapp/treeprint-form.html>) secara *online* sehingga diperoleh gambar pohon filogenetiknya.

**Identifikasi enzim fi-galaktosidase**

Sebanyak 25 pL nutrien dan 25 mL air sumber yang telah diberi 0,25 g laktosa sebagai induser dimasukkan ke dalam tabung lalu diautoklaf. Sebanyak 10 pL kultur bakteri diinokulasikan ke dalam media yang telah diautoklaf lalu diinkubasi sampai timbul kekeruhan. Sebanyak 0,1 mL ONPG ditambahkan pada kultur tersebut kemudian sampel diinkubasi selama 5 jam. Aktivitas enzim p- galaktosidase ditunjukkan dengan timbulnya warna kuning pada kultur [16].

**Identifikasi enzim α-amilase**

Sebanyak 30 mL air sumber ditambah dengan 30 pL nutrien, 0,45 g bacto agar dan 0,3 g pati diautoklaf kemudian dituang ke dalam cawan petri. Setelah media memadat, sebanyak 0,5 pL kultur bakteri diinokulasikan ke media kemudian diinkubasi sampai koloni bakteri tumbuh. Dilakukan penggenangan terhadap hasil inkubasi dengan larutan iod untuk mengetahui aktivitas enzim a-amilase yang ditunjukkan dengan terbentuknya zona bening di sekitar bakteri [17].

**Identifikasi enzim protease**

Sebanyak 10 mL air sumber dimasukkan ke dalam tabung reaksi kemudian ditambah dengan 10 pL nutrien dan diautoklaf. Sebanyak 0,3 g gelatin ditambahkan ke dalam media dan 20 pL kultur bakteri diinokulasikan lalu diinkubasi sampai timbul kekeruhan pada larutan. Tabung tersebut kemudian dimasukkan ke dalam lemari es selama 24 jam. Aktivitas enzim protease ditunjukkan dengan tetap mencairnya larutan setelah didinginkan [18].

**Identifikasi enzim selulase**

Sebanyak 30 mL air sumber ditambah dengan 30 pL nutrien, 0,45 g bacto agar dan 0,15 g CMC diautoklaf kemudian dituang ke dalam cawan petri. Setelah media memadat, sebanyak 0,5 pL kultur bakteri diinokulasikan ke media kemudian diinkubasi sampai bakteri tumbuh. Dilakukan penggenangan terhadap hasil inkubasi dengan larutan congo red 1% selama 20 menit lalu dilakukan pencucian dengan larutan NaCl 1M. Aktivitas enzim selulase ditunjukkan dengan terbentuknya zona bening di sekitar bakteri [19].

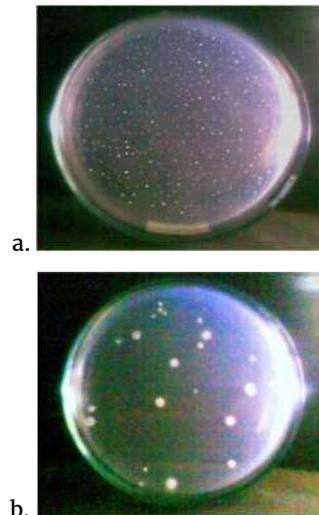
**3. Hasil dan Pembahasan**

**Pembiakan Kultur Bakteri**

Sampel air diambil dari sumber air panas Gedongsongo yang mempunyai pH 6 dan suhu 68°C kemudian dikulturkan pada media MB (*Minimal Broth*) dan TS (Taoge-Sukrosa) dengan kondisi minimal sebagai media pertumbuhan bakteri mengacu pada penelitian sebelumnya [11]. Media MB terdiri dari pepton sebagai sumber nitrogen organik, *beef extract* sebagai sumber karbon dan pelengkap fungsi nutrisi dari pepton

dengan menyumbang mineral-mineral dan NaCl yang berfungsi sebagai sumber mineral.

Media TS terdiri dari ekstrak taoge dan sukrosa sebagai sumber makronutrien dan mikronutrien yang dibutuhkan bagi pertumbuhan bakteri [20]. Penumbuhan bakteri dilakukan pada suhu 55°C mengacu pada penelitian sebelumnya dengan teknik *candle jar* (nyala lilin dalam toples) untuk mengurangi ketersediaan oksigen di lingkungan. Bakteri yang telah tumbuh di media cair kemudian ditumbuhkan kembali dalam media padat untuk mendapatkan *single colony* nya seperti pada gambar 1.



Gambar 1. Pertumbuhan bakteri pada media padat (a) Pertumbuhan bakteri pada media MB (b) Pertumbuhan bakteri pada media TS

Dari hasil pewarnaan gram (gambar 2) diketahui bahwa bakteri isolat GS\_MBan merupakan bakteri gram positif berbentuk batang dan bakteri isolat GS\_TSan merupakan bakteri gram negatif berbentuk batang.

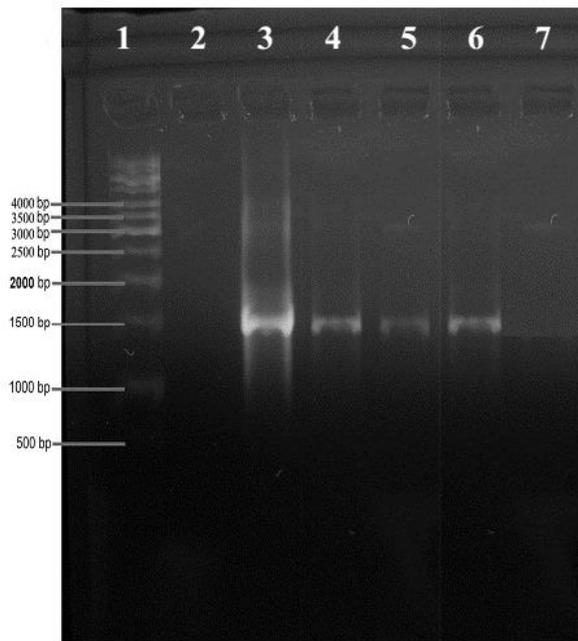


Gambar 2. Hasil pewarnaan gram terhadap bakteri isolat GS\_MBan dan isolate GS\_TSan (a) Bakteri isolat GS\_MBan (b) Bakteri isolat GS\_TSan

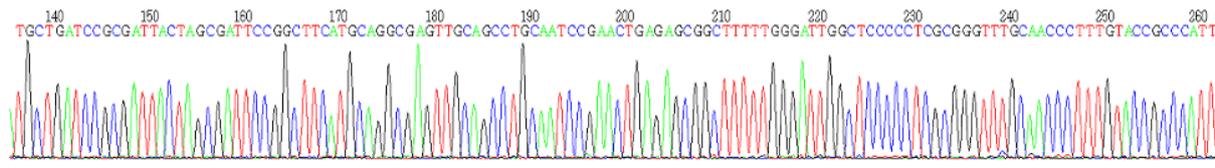
**Amplifikasi Gen 16S rRNA Secara *In Vitro***

Identifikasi secara genotipik terhadap bakteri yang telah diisolasi memerlukan templat DNA kromosom untuk proses PCR. Langkah awal untuk identifikasi genotipik adalah isolasi DNA kromosom yang dilakukan dengan menggunakan dua metode yaitu metode Zhou dan *freeze thawing* (beku leleh). Perusakan dinding sel pada metode Zhou dilakukan secara fisik menggunakan pasir laut steril dan secara kimiawi menggunakan SDS, sedangkan metode *freeze thawing* menggunakan prinsip perubahan temperatur ekstrim untuk perusakan dinding sel.

DNA kromosom hasil isolasi baik dengan metode Zhou maupun *freeze-thawing* kemudian digunakan sebagai templat amplifikasi fragmen gen 16S rRNA dengan metode PCR. Amplifikasi gen 16S rRNA dilakukan dengan dua primer uji (27F dan 1492R) yang akan membatasi amplifikasi bagian depan (*forward*) pada urutan 8 - 27 dan bagian belakang (*reverse*) pada urutan 1492 - 1510 berdasarkan penomoran urutan basa *E. coli*. Hasil PCR dianalisis dengan menggunakan elektroforesis gel agarosa dan divisualisasi dengan bantuan lampu UV [15] seperti pada gambar 3.



Gambar 3. Elektrofogram fragmen gen 16S rRNA hasil PCR



Gambar 4. Sebagian elektroforegram hasil sekuensing (Adenin (A)= hijau; Guanin (G)= hitam; Sitosin (C)=biru; dan Timin (T)= merah)

Keterangan : Sumur 1 = Marker; Sumur 2 = kontrol negatif; Sumur 3 = pita DNA *E. coli*; Sumur 4 = pita DNA isolat GS\_MBan metode *freeze-thawing*; Sumur 5 = pita DNA isolat GS\_TSan metode *freeze-thawing*; Sumur 6 = pita DNA isolat GS\_MBan metode Zhou; Sumur 7 = pita DNA isolat GS\_TSan metode Zhou. Dari elektroforegram yang tampak pada gambar 3, menunjukkan bahwa amplifikasi gen 16S rRNA baik dengan metode Zhou maupun metode *freeze-thawing* telah berhasil dilakukan dengan baik. Hal ini terbukti dengan adanya pita-pita tunggal pada daerah sumur gel masing-masing ampikon yang sejajar dengan marker 1500bp yang merupakan ukuran fragmen gen 16S rRNA. Namun pada sumur gel yang berisi hasil amplifikasi (ampikon) DNA isolat GS\_TSan (sumur 7) tidak terdapat jejak pita.

**Analisis Hasil Sekuensing**

Hasil sekuensing berupa data elektroforegram seperti tampak pada gambar 4. Diperoleh urutan basa nukleotida isolat GS\_MBan dan isolat GS\_TSan yang kemudian urutan nukleotida tersebut digunakan sebagai dasar konstruksi pohon filogenetik untuk mengetahui hubungan kekerabatannya.

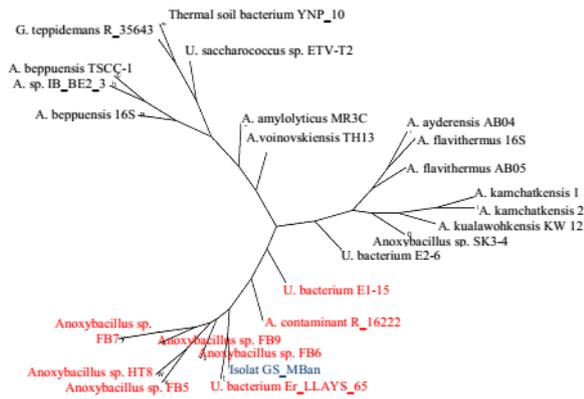
**Studi Filogeni**

Urutan nukleotida yang diperoleh dari sekuensing kemudian dibandingkan dengan data pada *Genebank* menggunakan program BLASTN pada *website* National Center of Biotechnology Information (NCBI). Hasil perbandingan urutan nukleotida gen 16S rRNA isolat GS\_MBan dan isolat GS\_TSan dengan data dari BLASTN pada gambar 5 menunjukkan bahwa isolat GS\_MBan mempunyai kemiripan dengan 99 bakteri termofilik yang lain dengan tingkat homologi sebesar 94,99% sedangkan isolat GS\_TSan menunjukkan kemiripan dengan 95 bakteri termofilik yang lain dengan tingkat homologi sebesar 78-86% di mana dari kelompok ini masih banyak bakteri yang belum terkulturkan (*uncultured*).

Konstruksi pohon filogenetik dilakukan dengan menggunakan program Phylip 3.68 ed, metode *distance matriks*. Data Newick yang merupakan hasil dari *running* program Phylip 6.38 dimasukkan dalam program *Phylo dendron-Phylogenetic tree printer* (<http://Ziubio.bio.indiana.edu>) untuk mendapatkan pohon filogenetiknya. Hasil konstruksi pohon filogenetik seperti tampak pada gambar 5 dan gambar 6.

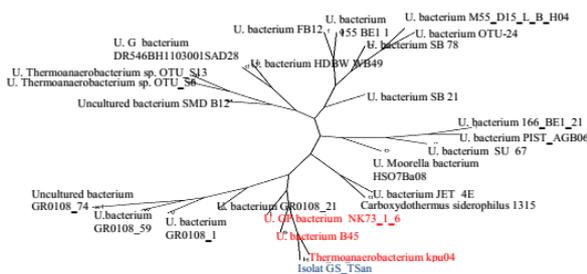
Tabel 1. Perbandingan bakteri hasil isolasi

Isolat	Bakteri terdekat	Kemiripan urutan nukleotida	Karakter		Ref.
			Isolat bakteri	Bakteri terdekat	
Isolat GS_MBan	Anoxybacillus contaminant strain 16222	98%	Anaerob, batang, suhu tumbuh 55oC, potensi a-amilase, protease, P-galaktosidase	Anaerob fakultatif; batang; suhu max. 60°C; suhu opt. 40- 50°C; pH opt. 7; potensi a-amilase, protease, katalase, pereduksi nitrat	[21]
Isolat GS_TSan	Thermoanaerobacterium sp. kpu04	86%	Anaerob, batang, suhu tumbuh 55oC, potensi a-amilase, protease	Bakteri termofilik, anaerob, digunakan dalam produksi etanol	[22]



Gambar 5. Hasil konstruksi pohon filogenetik isolat GS\_MBan dengan program Phylip 3.68 ed. metode Distance Matriks menggunakan model Tree diag (Keterangan: A= Anoxybacillus; G= Geobacillus; U= Uncultured)

Ket: Warna biru= isolat GS\_MBan; Warna merah= spesies lain yang mempunyai hubungan kekerabatan terdekat dengan isolat GS\_MBan; Warna hitam= spesies lain yang dibandingkan



Gambar 6. Hasil konstruksi pohon filogenetik isolat GS\_TSan dengan program Phylip 3.68 ed. metode Distance Matriks menggunakan model Tree diag (keterangan: U= Uncultured)

Ket: Warna biru= isolat GS\_TSan; Warna merah= spesies lain yang mempunyai hubungan kekerabatan terdekat dengan isolat GS\_TSan; Warna hitam= spesies lain yang dibandingkan

Tabel 1 menyajikan perbandingan bakteri hasil isolasi dengan bakteri yang memiliki hubungan kekerabatan terdekat berdasarkan fragmen gen 16S rRNA.

Uji enzim ekstraseluler termostabil

Enzim a-amilase adalah enzim yang menghidrolisis ikatan a-1,4 glikosida secara acak di bagian dalam molekul baik pada amilosa maupun amilopektin dan menghasilkan glukosa sebagai produk akhirnya. Uji positif terhadap uji enzim a-amilase adalah terbentuknya zona bening di sekitar koloni bakteri. Zona bening ini diakibatkan adanya aktivitas amilolitik enzim a-amilase yang dihasilkan oleh bakteri. Zona bening terjadi karena amilum telah terhidrolisis menjadi glukosa (Melliawati, dkk., 2006) sehingga iodium tidak terjerap pada aliran spiral amilum (amilosa), sedangkan warna biru terjadi karena adanya molekul iodium yang masuk dalam aliran spiral amilum (amilosa).

Enzim protease merupakan enzim yang mampu menghidrolisis protein menjadi asam- asam amino penyusunnya. Gelatin sebagai salah satu senyawa protein yang mempunyai struktur Ala-Gly-Pro-Arg-Gly-Glu-4Hyp-Gly-Pro- dan dengan adanya enzim protease (gelatinase) akan terurai menjadi asam-asam aminonya. Gelatin merupakan senyawa protein kompleks yang memadat pada proses pendinginan. Dengan keberadaan protease, ikatan peptida pada gelatin terputus yang menyebabkan gelatin terdegradasi. Efek dari degradasi gelatin adalah gelatin tidak memadat pada proses pendinginan [23].

Enzim P-galaktosidase dapat menghidrolisis laktosa menjadi glukosa dan galaktosa. Dalam uji enzim ini laktosa berfungsi sebagai induser dan ONPG sebagai substrat. ONPG yang berwarna kuning pucat akan dihidrolisis oleh enzim P-galaktosidase menjadi galaktosa dan ONP yang berwarna kuning.

Selulosa mampu dihidrolisis oleh enzim selulase dengan menghidrolisis ikatan P-1,4- glikosidik dalam polimer dan melepaskan glukosa [24]. Untuk mendeteksi adanya enzim selulase maka digunakan CMC sebagai substrat. Dalam reaksi ini, CMC (carboxymethyl cellulose) akan dihidrolisis menjadi glukosa oleh selulase. Uji positif terhidrolisisnya CMC ditandai dengan terbentuknya zona bening di sekitar koloni bakteri saat penggenangan dengan congo red sedangkan daerah yang tidak ditumbuhi bakteri akan berwarna merah. Congo red akan membentuk ikatan hidrogen dengan polisakarida sehingga menghasilkan warna merah.

Dari hasil uji enzim ekstraseluler secara kualitatif diketahui bahwa isolat GS\_MBan memiliki potensi enzim ekstraseluler a-amilase, protease dan P-

galaktosidase sedangkan isolat GS\_TSan memiliki potensi enzim ekstraseluler  $\alpha$ -amilase dan protease.

#### 4. Kesimpulan

Bakteri termofilik sumber air panas Gedongsongo dapat diisolasi dengan menggunakan pendekatan minimal media dalam kondisi anaerob dan diperoleh dua isolat tunggal yaitu isolat GS\_MBan dan isolat GS\_TSan. Isolat GS\_MBan memiliki kemiripan dengan bakteri kelompok *Anoxybacillus sp.* sebesar 94–99%; merupakan bakteri anaerob, berbentuk batang, gram positif, memiliki enzim ekstraseluler  $\alpha$ -amilase, protease dan P-galaktosidase. Isolat GS\_TSan memiliki kemiripan dengan bakteri kelompok *Thermoanaerobacterium sp.* sebesar 78–86%; merupakan bakteri anaerob, berbentuk batang, gram negatif, memiliki enzim ekstraseluler  $\alpha$ -amilase dan protease.

#### 5. Daftar Pustaka

- [1] Z. Elnasser, A. Maraqa, W. Owais, A. Khraisat, Isolation and Characterization of New Thermophilic Bacteria in Jordan, *The Internet Journal of Microbiology*, 3, 2, (2006)
- [2] Alexander Slobodkin, Barbara Campbell, S. Craig Cary, Elizaveta Bonch-Osmolovskaya, Christian Jeanthon, Evidence for the presence of thermophilic Fe(III)-reducing microorganisms in deep-sea hydrothermal vents at 13°N (East Pacific Rise), *FEMS Microbiology Ecology*, 36, 2–3, (2001) 235–243 [10.1111/j.1574-6941.2001.tb00844.x](https://doi.org/10.1111/j.1574-6941.2001.tb00844.x)
- [3] Yoshihiko Sako, Satoshi Nakagawa, Ken Takai, Koki Horikoshi, *Marinithermus hydrothermalis* gen. nov., sp. nov., a strictly aerobic, thermophilic bacterium from a deep-sea hydrothermal vent chimney, *International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology*, 53, 1, (2003) 59–65 [doi:10.1099/ijs.0.02364-0](https://doi.org/10.1099/ijs.0.02364-0)
- [4] Thomas D. Brock, Katherine M. Brock, Robert T. Belly, Richard L. Weiss, *Sulfolobus*: A new genus of sulfur-oxidizing bacteria living at low pH and high temperature, *Archiv für Mikrobiologie*, 84, 1, (1972) 54–68 [10.1007/BF00408082](https://doi.org/10.1007/BF00408082)
- [5] Sudhir Kumar, Koichiro Tamura, Masatoshi Nei, MEGA3: Integrated software for Molecular Evolutionary Genetics Analysis and sequence alignment, *Briefings in bioinformatics*, 5, 2, (2004) 150–163 <http://dx.doi.org/10.1093/bib/5.2.150>
- [6] Jin-Woo Bae, Sung-Keun Rhee, Ja Ryeong Park, Byung-Chun Kim, Yong-Ha Park, Isolation of uncultivated anaerobic thermophiles from compost by supplementing cell extract of *Geobacillus toebii* in enrichment culture medium, *Extremophiles*, 9, 6, (2005) 477–485 <http://dx.doi.org/10.1007/s00792-005-0467-y>
- [7] Thomas D. Brock, Kathryn L. Boylen, Presence of Thermophilic Bacteria in Laundry and Domestic Hot-Water Heaters, *Applied Microbiology*, 25, 1, (1973) 72–76
- [8] Kellie Matzinger, The Importance of 16S rRNA Bacterial Spore Identification, in: *Spore News*, Mesa Labs, 2004.
- [9] Mark G. Wise, J. Vaun McArthur, Lawrence J. Shimkets, Bacterial diversity of a Carolina bay as determined by 16S rRNA gene analysis: confirmation of novel taxa, *Applied and Environmental Microbiology*, 63, 4, (1997) 1505–1514
- [10] C. Allmang, M. Mougel, E. Westhof, B. Ehresmann, C. Ehresmann, Role of conserved nucleotides in building the 16S rRNA binding site of *E. coli* ribosomal protein S8, *Nucleic Acids Research*, 22, 18, (1994) 3708–3714
- [11] Agustina L. N. Aminin, Fida Madayanti Warganegara, Pingkan Aditiawati, Simple enrichment and independent cultures to expand bacterial community analysis from gedongsongo hot spring, *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 106, 2, (2008) 211–214
- [12] Agustina L. N. Aminin, Fida Madayanti Warganegara, Pingkan Aditiawati, Akhmaloka, Culture-Independent and culture-dependent approaches on microbial community analysis at Gedongsongo (GS-2) hot spring, *International Journal of Integrative Biology*, 2, 3, (2008) 145–152
- [13] R. McClelland, Gram's stain: the key to microbiology, *Medical Laboratory Observer*, 33, 4, (2001) 20–22, 25–28; quiz 30–21
- [14] Y. K. Lee, H. J. Jung, H. K. Lee, Marine bacteria associated with the Korean brown alga, *Undaria pinnatifida*, *Journal of Microbiology*, 44, 6, (2006) 694–698
- [15] Joseph Sambrook, David William Russell, *Molecular Cloning: A Laboratory Manual*, Cold Spring Harbor Laboratory Press, 2001.
- [16] Ekaterina V. Pestova, Donald A. Morrison, Isolation and Characterization of Three *Streptococcus pneumoniae* Transformation-Specific Loci by Use of a lacZ Reporter Insertion Vector, *Journal of Bacteriology*, 180, 10, (1998) 2701–2710
- [17] Artini Pangastuti, Dinamella Wahjuningrum, Antonius Suwanto, Isolasi, Karakterisasi, dan Kloning Gen Penyandi  $\alpha$ -Amilase Bakteri Halofil Moderat asal Bledug Kuwu, *Hayati*, 9, 1, (2002) 10–14
- [18] M. Castañeda-Agulló, Studies on The Biosynthesis of Extracellular Proteases By Bacteria : I. *Serratia Marcescens*. Synthetic and Gelatin Media, *The Journal of General Physiology*, 39, 3, (1956) 369–375
- [19] Hidayah Ariffin, Mohd Ali Hassan, Umi Kalsom Md Shah, Norhafizah Abdullah, Farinazleen Mohd Ghazali, Yoshihito Shirai, Production of bacterial endoglucanase from pretreated oil palm empty fruit bunch by *Bacillus pumilus* EB3, *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 106, 3, (2008) 231–236 <https://doi.org/10.1263/jbb.106.231>
- [20] Nining Betawati Prihantini, Dini Damayanti, Ratna Yuniati, Pengaruh konsentrasi medium ekstrak tauge (MET) terhadap pertumbuhan *Scenedesmus* isolat Subang, *Makara Journal of Science*, 11, 1, (2007) 1–9 <http://dx.doi.org/10.7454/mss.v11i1.213>
- [21] Elke De Clerck, Marina Rodríguez-Díaz, Tom Vanhoutte, Jeroen Heyrman, Niall A. Logan, Paul De Vos, *Anoxybacillus contaminans* sp. nov. and *Bacillus gelatini* sp. nov., isolated from contaminated gelatin batches, *International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology*, 54, 3, (2004) 941–946 <http://dx.doi.org/10.1099/ijs.0.02960-0>

- [22] Kohji Miyazaki, Chagan Irbis, Junya Takada, Aya Matsuura, An ability of isolated strains to efficiently cooperate in ethanolic fermentation of agricultural plant refuse under initially aerobic thermophilic conditions: Oxygen deletion process appended to consolidated bioprocessing (CBP), *Bioresource Technology*, 99, 6, (2008) 1768-1775 <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.03.045>
- [23] Frank B. Armstrong Amstrong, Buku Ajar Biokimia, EGC, 1995.
- [24] Yukiko Nishida, Ken-ichi Suzuki, Yuya Kumagai, Hiroyuki Tanaka, Akira Inoue, Takao Ojima, Isolation and primary structure of a cellulase from the Japanese sea urchin *Strongylocentrotus nudus*, *Biochimie*, 89, 8, (2007) 1002-1011 <https://doi.org/10.1016/j.biochi.2007.03.015>



## Pengaruh Agen Pencangkok Heparin terhadap Kemampuan Transpor Kreatinin dan Urea Membran Turunan Kitosan

FathurAl Baani<sup>a\*</sup>, Retno Ariadi Lusiana<sup>a</sup>, Muhammad Cholid Djunaidi<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Analytical Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [falbaani@gmail.com](mailto:falbaani@gmail.com)

Article Info	Abstract
<p><b>Keywords:</b> immerse, heparin, transport percentage</p> <p><b>Kata kunci:</b> immerse, heparin, persentase transpor</p>	<p>Immersion of heparin was performed on the chitosan membrane to add the membrane active side, to the urea transport process. From the analytical data, there was an increase of urea transport percentage from 17.57% to 27.09% with the addition of heparin.</p> <p><b>Abstrak</b></p> <p>Immersi heparin dilakukan pada membran kitosan untuk menambah sisi aktif membran, pada proses transpor urea. Dari data analisis didapatkan terjadi peningkatan persentase transpor urea dari 17,57 % menjadi 27,09 % dengan adanya penambahan heparin.</p>

### 1. Pendahuluan

Biomaterial banyak diaplikasikan dalam bidang biologi, kimia dan kesehatan, diantaranya sebagai sistem penghantar obat, adsorben, membran hemodialisis dan sebagainya [1, 2]. Salah satu biomaterial yang sering digunakan dalam pembuatan membran adalah kitosan. Namun, membran kitosan mempunyai beberapa kelemahan, diantaranya: kurangnya sisi aktif, kekuatan mekanik yang rendah dan muatan positif pada permukaan membran. Penelitian sebelumnya [3, 4] telah berhasil mendapatkan membran turunan kitosan melalui proses taut silang dengan gugus karboksilat yang digunakan pada proses transpor. Dikemukakan bahwa turunan kitosan tersebut meningkatkan kemampuan transport dibanding dengan membran kitosan murni, karena gugus karboksilat berfungsi menjadi sisi aktif membran dalam proses penangkapan permeat. Kemampuan ini diyakini dari proses pembentukan ikatan hidrogen antara sisi aktif dengan permeat.

Untuk mengurangi muatan positif di permukaan membran kitosan [3, 5], melakukan immerse heparin pada membran kitosan. Dari data didapatkan bahwa heparin dapat meningkatkan biokompatibilitas dan kekuatan transpor membran kitosan, Heparin

merupakan biomaterial yang mempunyai banyak gugus bermuatan negatif, diantaranya:  $\text{NHSO}_3^-$ ,  $\text{CH}_2\text{OSO}_3^-$ ,  $\text{OSO}_3^-$ . Gugus tersebut dimungkinkan dapat mengurangi sisi positif membran dan berfungsi sebagai sisi aktif membran. Dengan mempelajari hal-hal diatas, maka pada penelitian ini dilakukan uji pengaruh heparin terhadap membran paduan kitosan taut silang asam sitrat/polivinil alkohol. Penambahan heparin diharapkan dapat meningkatkan sisi aktif membran, sehingga dapat meningkatkan nilai transpor terhadap urea.

### 2. Metode Penelitian

#### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat gelas kimia, magnetik stirrer, spatula, pengaduk, timbangan analitik, oven, *thicknes meter* (*Mitutoya*), spektrofotometer UV-Vis (*Shimadzu*) dan FTIR. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kitosan (*Biochem*, Cirebon, BM.  $400.000 \text{ gmol}^{-1}$ , DD 87%), asam sitrat, polivinil alkohol, heparin, asam asetat analisis, etanol, 4-dimetilaminbenzaldehyd (*DAB*), HCl buffer fosfat, asam pikrat, NaOH dan urea, yang semua dibeli dari Merck, dan akuades (*Teknik Kimia UNDIP*).

**Pembuatan Membran Turunan Kitosan (CS.CA/PVA)**

Sebanyak 1,5 gram kitosan, 1,7898 gram asam sitrat dan 2 gram PVA dilarutkan dalam 100 mL asam asetat glasial 2 % (v/v), kemudian distirer selama 24 jam pada suhu 70–80°C. Larutan hasil dituangkan dalam cawan petri dan dikeringkan di dalam oven dengan temperatur 50°C selama 20 jam. Setelah kering ditambahkan larutan basa, selanjutnya membran dicuci dengan akuades dan disimpan dalam wadah kedap udara.

**Pembuatan Membran Tercangkok Heparin**

Sebanyak 10 mL larutan heparin 100 iu dan 5 mL asam asetat pH 5 dihomogenkan selama 1 jam menggunakan stirrer. Kemudian dilakukan perendaman selama 2 jam pada membran CS.CA/PVA.

**Pembuatan Kreatinin 15 ppm**

Serbuk kreatinin sebanyak 0,0015 g dilarutkan dalam 100 mL buffer fosfat. Penggojogan larutan hingga homogen dan diperoleh larutan kreatinin 15 ppm.

**Pembuatan Urea 500 ppm**

Sebanyak 0,06 gram urea dilarutkan ke dalam 100 mL buffer fosfat. Penggojogan dilakukan sampai larutan terlihat homogen dan didapatkan larutan urea 600 ppm.

**Pembuatan Pengompleks Kreatinin**

Sebanyak 0,202 g asam pikrat dilarutkan ke dalam 100 mL akuades dan diaduk. Kemudian tambah dengan larutan NaOH 0,4 M dengan perbandingan 1:1 dan dilakukan pengadukan selama 15 menit agar campuran homogen.

**Pembuatan Pengompleks Urea**

Sebanyak 1 gram 4-dimetilaminbenzaldehyd (4-DAB) dilarutkan ke dalam 50 mL etanol dan dilakukan penggojogan sampai homogen. Penambahan 5 mL HCl pekat ke dalam larutan tersebut dan diaduk hingga homogen.

**Uji Serapan Air (Swelling)**

Uji serapan air dilakukan dengan cara merendam membran yang telah diketahui massanya dalam 10 mL larutan aquades selama 6 jam, dan pada setiap jam diukur massanya.

$$\text{Swelling} = \frac{\text{Berat}_{\text{basah}} - \text{Berat}_{\text{kering}}}{\text{Berat}_{\text{kering}}} \times 100\%$$

**Karakterisasi Membran**

Membran dikarakterisasi dengan menggunakan Spektroskopi UV-Vis (Shimadzu) untuk mengetahui gugus fungsi dalam membran. Selain itu, digunakan juga *thicknessmeter* Mitutoya untuk mengetahui ketebalan membran.

**Studi transpor**

Uji transpor kreatinin dan urea dilakukan dengan menggunakan sebuah alat transpor yang ditengahnya terdapat sebuah membran. Fasa sumber berisi 50 mL larutan standar kratinin 15 ppm atau urea 500 ppm dan

fasa akseptor berisi 50 mL larutan buffer fosfat. Transpor dilakukan selama 6 jam, setiap jam diambil 2 mL sampel dari fasa akseptor yang kemudian ditambahkan dengan larutan pengompleks kreatinin (asam pikrat) sebanyak 1:1 dan larutan pengompleks urea (4-DAB)1:1 kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 483 nm untuk kreatinin dan 430 nm untuk urea.

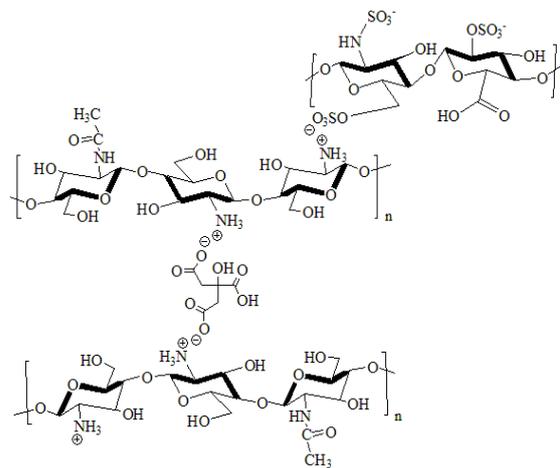
**3. Hasil dan Pembahasan**

**Membran Tercangkok Heparin**

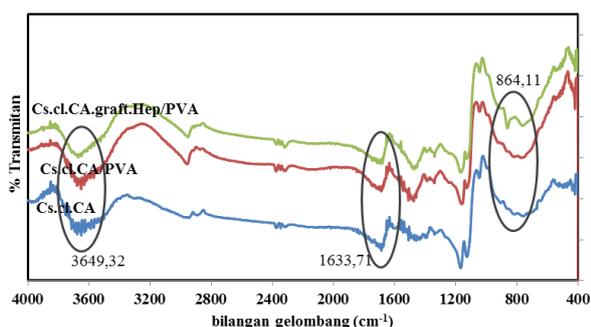
Skema reaksi antara heparin dengan gugus aktif pada membran turunan kitosan dapat diilustrasikan pada Gambar 1. Keberhasilan immerse heparin pada membran kitosan, dibuktikan dengan uji FTIR pada Gambar 2. Data FTIR menunjukkan munculnya serapan pada daerah 870 cm<sup>-1</sup> yang merupakan serapan gugus -SO<sub>3</sub> dari heparin, sesuai dengan hasil [3].

**Uji Serapan Air (Swelling)**

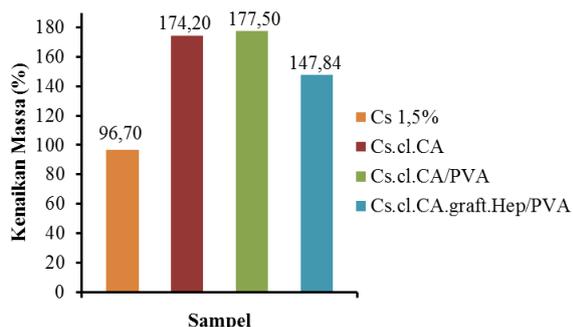
Uji *swelling* bertujuan untuk mengetahui kemampuan membran dalam menyerap air. Uji serapan ini penting dilakukan terhadap membran turunan kitosan, karena membran akan digunakan dalam proses transpor dalam lingkungan air. Hasil data serapan air ditunjukkan pada Gambar 3. Terjadi kenaikan derajat swelling pada membran turunan kitosan sebesar 150% disbanding dengan membran kitosan murni. Ini menunjukkan terjadinya kenaikan sifat hidrofil. Hidrofilisitas membran dibutuhkan dalam proses transpor dengan lingkungan air, karena proses transpor urea dan kreatinin akan dapat terlaksana apabila membran berkemampuan menyerap air sebagai media pelarut permeal (Yu dkk., 2011, [6, 7])



Gambar 1. Skema reaksi kitosan-heparin



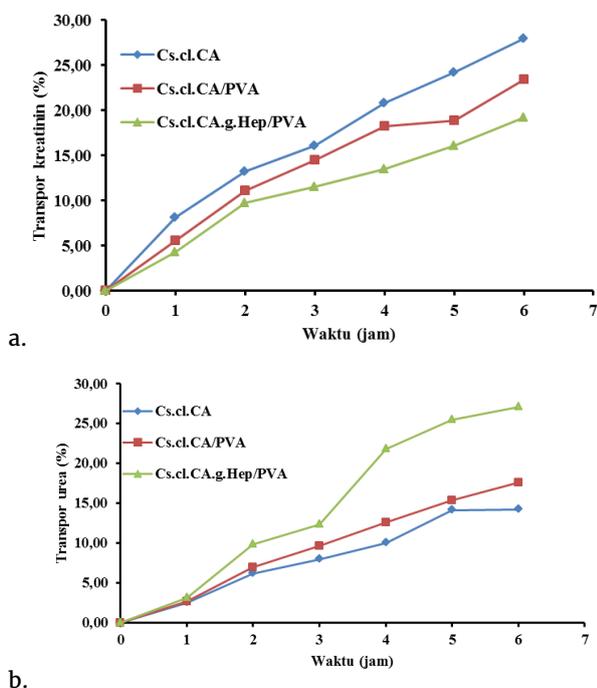
Gambar 2. Spektra FTIR membran



Gambar 3. Nilai serapan air membran

Studi Transpor

Hasil transpor kreatinin pada Gambar 4 menunjukkan pada jam ke-6 didapatkan persentase transpor sebesar 28,01 % pada membran CS.CA, 23,45% untuk CS.CA/PVA, dan 19,22% untuk membran terimmersi heparin.



Gambar 4. Persentase transport kreatinin (a) dan (b) urea.

Heparin mempengaruhi jarak antar sisi aktif pada membran CS.CA, dengan berat molekul yang tinggi,

12000-15000 gmol<sup>-1</sup> menjadi lebih rapat, sehingga kreatinin sulit untuk bisa melewatinya. Sedangkan pada transpor urea pada Gambar 4b, didapatkan persentase transpor membran CS.CA sebesar 14,21%, membran CS.CA/PVA sebesar 17,57%, dan membran CS.CA.g.Hep/PVA sebesar 27,09%. Hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa membran CS.CA-Hep/PVA mempunyai persentase transpor paling tinggi. Hasil yang didapat sesuai dengan hasil yang didapatkan [3]. Hal ini dimungkinkan karena immerse heparin menambah sisi aktif pada membran

4. Kesimpulan

Heparin dapat merubah struktur dan meningkatkan jumlah sisi aktif membran sehingga berkorelasi dengan meningkatnya persenstase transpor oleh membran.

5. Daftar Pustaka

- [1] J. Berger, M. Reist, J. M. Mayer, O. Felt, N. A. Peppas, R. Gurny, Structure and interactions in covalently and ionically crosslinked chitosan hydrogels for biomedical applications, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 57, 1, (2004) 19-34 [https://doi.org/10.1016/S0939-6411\(03\)00161-9](https://doi.org/10.1016/S0939-6411(03)00161-9)
- [2] Siti Chadijah, Yekti Wirawanni, Perbedaan Status Gizi, Ureum dan Kreatinin pada Pasien Gagal Ginjal Kronik dengan Diabetes Melitus dan Non Diabetes Melitus di RSUD dr. Zainoel Abidin Banda Aceh, *Journal of Nutrition and Health*, 1, 1, (2013)
- [3] Lang Ma, Baihai Su, Chong Cheng, Zehua Yin, Hui Qin, Jiaming Zhao, Shudong Sun, Changsheng Zhao, Toward highly blood compatible hemodialysis membranes via blending with heparin-mimicking polyurethane: Study in vitro and in vivo, *Journal of Membrane Science*, 470, Supplement C, (2014) 90-101 <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2014.07.030>
- [4] Retno Ariadi Lusiana, Dwi Siswanta, Mudasar, Preparation of Citric Acid Crosslinked Chitosan/Poly(Vinyl Alcohol) Blend Membranes for Creatinine Transport, *Indonesian Journal of Chemistry*, 16, 2, (2016) 144-150
- [5] Ailin Gao, Fu Liu, Lixin Xue, Preparation and evaluation of heparin-immobilized poly (lactic acid) (PLA) membrane for hemodialysis, *Journal of Membrane Science*, 452, Supplement C, (2014) 390-399 <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2013.10.016>
- [6] Retno Ariadi Lusiana, Dwi Siswanta, Mudasar, Takashi Hayashita, The Influence of Pva.Cl.Citric Acid/Chitosan Membrane Hydrophilicity on The Transport of Creatinine and Urea, *Indonesian Journal of Chemistry*, 13, 3, (2013) 262-270
- [7] Autchara Pangon, Somsak Saesoo, Nattika Saengkrit, Uracha Ruktanonchai, Varol Intasanta, Multicarboxylic acids as environment-friendly solvents and in situ crosslinkers for chitosan/PVA nanofibers with tunable physicochemical properties and biocompatibility, *Carbohydrate Polymers*, 138, Supplement C, (2016) 156-165 <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.11.039>



## Pengaruh CoO dan TiO<sub>2</sub> terhadap Warna Glasir Porselen ZnO

Vega Norma Rafika Putri<sup>a\*</sup>, Nurul Latifah<sup>a</sup>, Yayuk Astuti<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Physical Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

\* Corresponding author: [veganormarafika@gmail.com](mailto:veganormarafika@gmail.com)

Article Info	Abstract
<p>Keywords: glaze, metal oxide, ZnO, CoO, TiO<sub>2</sub></p>	<p>A study of the effect of cobalt and titanium oxide addition on ZnO porcelain glaze to determine the effect of type and concentration of metal oxide on porcelain ceramic glazes with the principle of atomic substitution on the side of the crystal to produce color was conducted. The method used in this experiment was the combustion and spray. The samples tested were cobalt oxide glaze and titanium dioxide. Based on the experiment, it was known that different metal oxide produced different color glaze. The greater the metal oxide concentration added, the darker the color of the obtained glaze</p>
<p>Kata kunci: glasir, oksida logam, ZnO, CoO, TiO<sub>2</sub></p>	<p>Abstrak</p> <p>Telah dilakukan kajian pengaruh penambahan kobalt dan titanium oksida terhadap warna glasir porselen ZnO yang bertujuan untuk menentukan pengaruh jenis dan konsentrasi oksida logam terhadap warna glasir keramik porselen dengan prinsip pergantian atom pada sisi kristal sehingga menghasilkan warna. Metode yang digunakan dalam percobaan ini adalah pembakaran dan spray. Sampel yang diuji adalah glasir kobalt oksida dan titanium dioksida. Berdasarkan percobaan diketahui bahwa oksida logam yang berbeda akan menghasilkan warna glasir yang berbeda pula. Semakin besar konsentrasi oksida logam yang ditambahkan maka warna glasir yang diperoleh juga semakin gelap atau jelas.</p>

### 1. Pendahuluan

Keramik merupakan suatu materi atau zat yang dibuat dari senyawa-senyawa non metal anorganik dengan cara pemanasan dan pendinginan. Materi keramik memiliki materi yang berbentuk kristalin atau setidaknya sebagian berbentuk kristalin. Porselen adalah bahan isolasi kelompok keramik yang sangat penting dan luas penggunaannya. Istilah bahan-bahan keramik digunakan untuk semua bahan anorganik yang dibakar pada pembakaran dengan suhu tinggi dan bahan asli berubah substansinya. Porselen terbuat dari tanah liat china (*China clay*) yang terdapat di alam dalam bentuk aluminium silikat, bahan tersebut dicampur kaolin, feldspar, dan kuarsa [1]

Proses pembuatan keramik porselen terdiri dari beberapa tahap, yaitu pemilihan bahan baku, pencampuran, pembentukan, pengeringan,

pembakaran, dan pengglasiran [2]. Salah satu tahap yang mempengaruhi produk akhir keramik porselen adalah pengglasiran. Pengglasiran merupakan tahap yang dilakukan sebelum dilakukan pembakaran glasir. Fungsi glasir pada porselen adalah untuk menambah keindahan, supaya lebih kedap air, dan menambahkan efek-efek tertentu sesuai keinginan [3].

Glasir merupakan material yang terdiri dari beberapa bahan tanah atau batuan silikat di mana bahan-bahan tersebut selama proses pembakaran akan melebur dan membentuk lapisan tipis seperti gelas yang melekat menjadi satu pada permukaan badan keramik [4]. Salah satu elemen penting dalam glasir porselen adalah unsur transisi [5]. Karakteristik penyerapan panjang gelombang oleh unsur-unsur terlarut dalam glasir atau partikel inert yang ditambahkan dalam glasir akan menghasilkan warna [6, 7]. Beberapa elemen, seperti Pb dan Zn, apabila berdiri sendiri tidak berkontribusi warna

apapun, tetapi memiliki pengaruh yang cukup besar pada warna yang dihasilkan oleh ion lain. Hal ini dikarenakan Pb dan Zn dapat menyebabkan terjadinya pergantian atom pada kristal atau terjadi cacat kristal yang terdapat dalam gelasir sehingga dapat memberikan warna [8]. Beberapa oksida logam dalam gelasir yang dapat menghasilkan warna antara lain CuO, CoO, MnO<sub>2</sub>, dan TiO<sub>2</sub> [9]. Penambahan oksida logam tersebut kemudian disesuaikan dengan jumlah zat (konsentrasi) yang ditambahkan dan pemanasan yang dapat menghasilkan perbedaan warna dan struktur pada gelasir [1, 10].

Proses pengglasiran dalam pembuatan porselen merupakan tahap yang penting. Oleh karena itu, studi ini akan membahas mengenai pengaruh dari penambahan agen pewarna yang berupa oksida logam pada gelasir porselen agar didapatkan produk yang berkualitas tinggi.

## 2. Metode Penelitian

**Bahan:** Bahan yang digunakan dalam percobaan ini adalah bahan gelasir. Bahan gelasir yang digunakan adalah feldspar jelek, kuarsa, kalsit, kaolin, titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>), zinc oksida (ZnO), dan kobalt oksida (CoO).

**Alat:** Alat yang digunakan dalam percobaan ini adalah *mold* (cetakan gibs), *kiln* pembakaran (*furnace*), *sprayer*, *ball mill*, neraca digital, dan kompresor.

### Preparasi Formula Gelasir

Preparasi diawali dengan penimbangan komponen dasar formula gelasir yang meliputi feldspar jelek sebanyak 39.4 gram; kuarsa 13.8 gram; kalsit 15.8 gram; kaolin 4.9 gram; titanium dioksida 3.8 gram; dan zinc oksida 21.3 gram. Kemudian komponen dasar formula gelasir ditambahkan oksida logam dengan beberapa variasi konsentrasi, yaitu kobalt oksida masing-masing sebanyak 0.2 gram; 0.5 gram; dan 1 gram, serta titanium dioksida masing-masing sebanyak 3 gram; 6 gram; dan 9 gram. Setelah itu formula gelasir ditambahkan 120 mL air dan digiling selama 5 menit dalam *ball mill*.

### Pengaruh CoO dan TiO<sub>2</sub> terhadap Warna Gelasir Porselen

Sampel porselen dispray dengan formula gelasir (kobalt oksida dan titanium dioksida) secara merata dengan menggunakan alat *spray*. Sampel porselen kemudian dibakar dalam *kiln* selama satu hari pada suhu 1180°C. Keluarkan sampel porselen dari dalam *kiln* dan amati perubahan warna yang terjadi.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### Pengaruh CoO dan TiO<sub>2</sub> terhadap Warna Gelasir Porselen

Percobaan ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan oksida-oksida logam terhadap warna gelasir porselen ZnO. Prinsip dari percobaan ini adalah pergantian atom pada sisi kristal sehingga menghasilkan warna. Metode yang digunakan dalam

percobaan ini adalah metode *spray* dan pembakaran. Oksida logam yang digunakan adalah kobalt oksida (CoO) dan titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>).

Percobaan ini diawali dengan melakukan penimbangan formula gelasir. Formula gelasir yang digunakan adalah feldspar jelek, kaolin, kalsit, kuarsa, titanium dioksida, zinc oksida, dan oksida logam. Komposisi dasar formula gelasir yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Formula Dasar Gelasir

No.	Bahan Baku	Massa (gram)
1.	Feldspar jelek	39.4
2.	Kuarsa/sand	13.8
3.	Kalsit	15.8
4.	Kaolin	4.9
5.	Titanium dioksida	3.8
6.	Zinc oksida	21.3

Pada percobaan ini dilakukan variasi oksida logam dan variasi konsentrasi oksida logam yang ditambahkan. Variasi ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh oksida logam beserta konsentrasinya terhadap warna gelasir porselen. Berikut variasi konsentrasi oksida logam yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Konsentrasi Oksida Logam

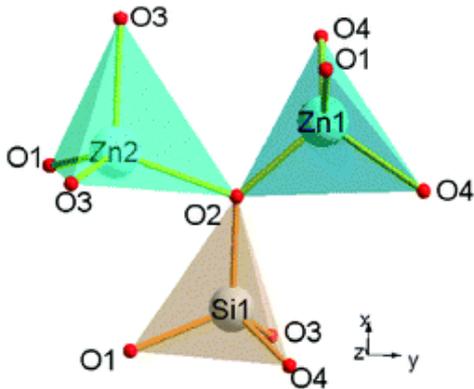
No.	Oksida Logam	I (gram)	II (gram)	III (gram)
1.	CoO	0.2	0.5	1
2.	TiO <sub>2</sub>	3	6	9

Masing-masing formula di atas digiling dalam *ball mill* dan disemprotkan (*spray*) pada sampel keramik porselen yang telah dibuat. Kemudian dibakar dalam *kiln* pada suhu 1180°C selama 24 jam.

Oksida logam yang ditambahkan dalam formula di atas berfungsi sebagai bahan pewarna gelasir. Ada empat faktor utama yang dapat mempengaruhi warna gelasir ini, yaitu tanah liat, suasana *kiln*, suhu pembakaran, komposisi gelasir, dan bahan pewarna.

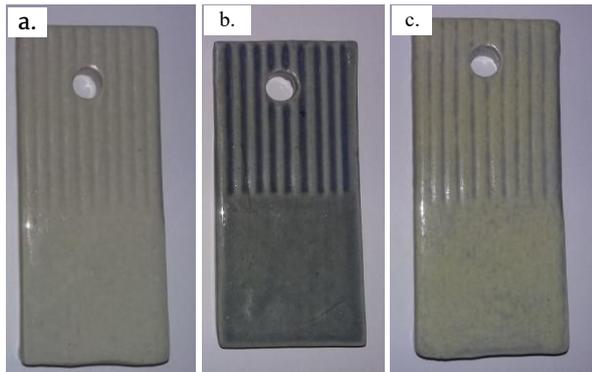
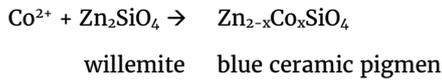
Hasil yang diperoleh adalah gelasir porselen yang ditambahkan dengan CoO berwarna biru dengan intensitas warna yang berbeda untuk setiap konsentrasi CoO yang ditambahkan. Warna biru yang dihasilkan pada gelasir porselen dengan penambahan CoO disebabkan oleh adanya pergantian atom pada sisi kristal *willemite* (Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>). Pada percobaan ini digunakan formula dasar gelasir ZnO di mana pada formula gelasir ZnO ini terdapat kristal *willemite* (Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) (Gambar 1). Ketika oksida logam CoO ditambahkan pada formula gelasir ZnO, salah satu ion Zn<sup>2+</sup> pada struktur kristal *willemite* akan digantikan oleh ion Co<sup>2+</sup> [6]. Pergantian atom pada struktur kristal *willemite* ini merupakan salah satu cacat kristal jenis cacat titik (*point defect*), yaitu *impurity* (ketidakh murnian) di mana adanya atom “asing” yang menggantikan tempat yang seharusnya diisi oleh atom. Impuritas adalah atom asing yang hadir

pada material. Pada pergantian atom ini terjadi transisi elektron pada panjang gelombang 460-700 nm di mana panjang gelombang tersebut merupakan daerah panjang gelombang munculnya warna biru [8].



Gambar 1 Struktur molekul willemite (Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>)

Reaksi yang terjadi pada glasir porselen ZnO dengan penambahan CoO sebagai berikut [8]:

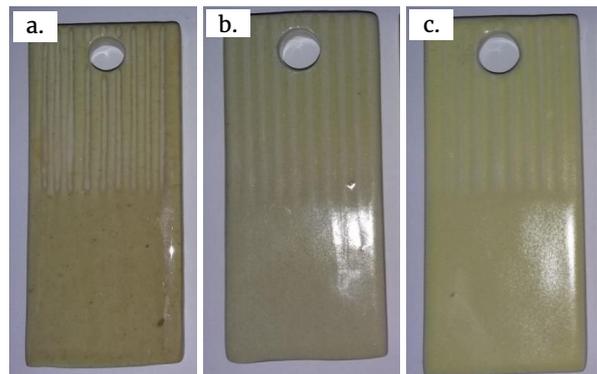
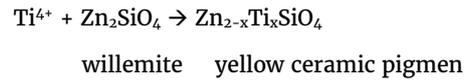


Gambar 2 Glasir porselen CoO: a. CoO 0.2 gram; b. CoO 0.5 gram; c. CoO 1 gram

Gambar 2 menunjukkan bahwa pada penambahan CoO 0.2 gram intensitas warna biru yang dihasilkan sangat kecil, warna biru yang dihasilkan hampir tidak tampak (Gambar 2 a), pada penambahan CoO 0.5 gram warna biru pada glasir mulai terlihat tapi masih kurang jelas (Gambar 2 b), sedangkan pada penambahan CoO 1 gram intensitas warna biru yang dihasilkan relatif tinggi, warna biru terlihat lebih jelas dibandingkan dengan yang lain (Gambar 2 c). Jadi, dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi kobalt yang ditambahkan, maka warna glasir porselen yang diperoleh semakin tua atau jelas.

Glasir porselen yang ditambahkan TiO<sub>2</sub> memberikan warna kuning dengan intensitas yang berbeda untuk setiap konsentrasi TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan. Warna kuning yang dihasilkan pada glasir porselen ZnO dengan penambahan TiO<sub>2</sub> juga disebabkan oleh adanya pergantian atom pada sisi kristal willemite (Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>). Pada percobaan ini digunakan formula dasar glasir ZnO di mana pada glasir ZnO ini terdapat kristal

willemite (Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>). Ketika oksida logam TiO<sub>2</sub> ditambahkan pada formula glasir ZnO, salah satu ion Zn<sup>2+</sup> pada struktur kristal willemite akan digantikan oleh ion Ti<sup>4+</sup> [11]. Pergantian atom pada struktur kristal willemite ini menyebabkan glasir ZnO yang ditambahkan TiO<sub>2</sub> menjadi berwarna kuning [1]. Pada pergantian atom ini terjadi transisi elektron pada panjang gelombang 420-500 nm di mana panjang gelombang tersebut merupakan daerah panjang gelombang munculnya warna kuning [12]. Reaksi yang terjadi pada glasir porselen ZnO dengan penambahan TiO<sub>2</sub> sebagai berikut [1]:



Gambar 3. Glasir Porselen TiO<sub>2</sub>: a. TiO<sub>2</sub> 3 gram; b. TiO<sub>2</sub> 6 gram; c. TiO<sub>2</sub> 9 gram

Gambar 3 menunjukkan bahwa pada penambahan TiO<sub>2</sub> 3 gram menghasilkan warna kuning kecoklatan (Gambar 3 a), hal ini mungkin disebabkan oleh adanya pengotor sehingga terdapat warna coklat, pada penambahan TiO<sub>2</sub> 6 gram warna kuning pada glasir terlihat jelas, tapi tipis (Gambar 3 b). Hal ini mungkin disebabkan ketika pengglasiran glasir yang disemprotkan kurang rata, sedangkan pada penambahan TiO<sub>2</sub> 9 gram intensitas warna kuning yang dihasilkan relatif tinggi, warna kuning terlihat lebih jelas dibandingkan dengan yang lain (Gambar 3 c). Jadi, dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi titanium yang ditambahkan, maka warna glasir porselen yang diperoleh semakin tua atau jelas.

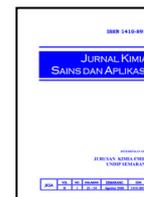
Oksida logam CoO dan TiO<sub>2</sub> memberikan warna yang berbeda terhadap warna glasir porselen ZnO sehingga dapat disimpulkan bahwa oksida logam yang berbeda akan menghasilkan warna glasir porselen yang berbeda pula. Selain itu konsentrasi oksida logam yang berbeda juga menghasilkan warna yang berbeda di mana semakin besar konsentrasi oksida logam yang digunakan maka semakin tua atau jelas warna glasir yang dihasilkan.

#### 4. Kesimpulan

Oksida logam yang berbeda akan menghasilkan warna glasir yang berbeda pula dan semakin besar konsentrasi logam oksida yang ditambahkan maka warna glasir yang diperoleh juga semakin tua atau jelas.

## 5. Daftar Pustaka

- [1] Bekir Karasu, Servet Turan, Effects of cobalt, copper, manganese and titanium oxide additions on the microstructures of zinc containing soft porcelain glazes, *Journal of the European Ceramic Society*, 22, 9, (2002) 1447-1455  
[https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(01\)00456-3](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(01)00456-3)
- [2] European Commission, Reference Document on Best Available Techniques in the Ceramic Manufacturing Industry, August 2007, 2007.
- [3] R. Casasola, J. Ma Rincón, M. Romero, Glass-ceramic glazes for ceramic tiles: a review, *Journal of Materials Science*, 47, 2, (2012) 553-582  
<http://dx.doi.org/10.1007/s10853-011-5981-y>
- [4] Kavanová Mária, Kloužková Alexandra, Kloužek Jaroslav, Characterization of The Interaction Between Glazes and Ceramic Bodies, *Ceramics-Silikáty*, 61, 3, (2017) 267-275  
<http://dx.doi.org/10.13168/cs.2017.0025>
- [5] T. S. Snehesh, Effect of some transition metal oxide additives on the fired properties of tri- axial ceramics, Department of Ceramic Engineering, National Institute of Technology, Rourkela
- [6] Emel Ozel, Hilmi Yurdakul, Servet Turan, Matteo Ardit, Giuseppe Cruciani, Michele Dondi, Co-doped willemite ceramic pigments: Technological behaviour, crystal structure and optical properties, *Journal of the European Ceramic Society*, 30, 16, (2010) 3319-3329  
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2010.08.013>
- [7] Hilmi Yurdakul, Servet Turan, Emel Ozel, The mechanism for the colour change of iron chromium black pigments in glazes through transmission electron microscopy techniques, *Dyes and Pigments*, 91, 2, (2011) 126-133  
<https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2011.03.014>
- [8] G. T. Chandrappa, S. Ghosh, K. C. Patil, Synthesis and Properties of Willemite,  $Zn_2SiO_4$ , and  $M_{2+}:Zn_2SiO_4$  (M = Co and Ni), *Journal of Materials Synthesis and Processing*, 7, 5, (1999) 273-279  
<http://dx.doi.org/10.1023/A:1021816803246>
- [9] Araceli E. Lavat, Griselda X. Gayo, In situ formation of coloured M(II)-doped  $Zn_2SiO_4$ -willemite in ceramic glazes (M=Mn, Co, Ni, Cu), *Ceramics International*, 40, 8, Part A, (2014) 11947-11955  
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.04.031>
- [10] F. P. Hall, The Influence of Chemical Composition on The Physical Properties Of Glazes\*, *Journal of the American Ceramic Society*, 13, 3, (1930) 182-199  
<http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1930.tb16561.x>
- [11] P. Tabrizian, B. Eftekhari Yekta, M. Kord, Crystallization Behaviour of Willemite Crystalline Glazes in Presence of NiO, TiO<sub>2</sub> and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Transactions of the Indian Ceramic Society*, 73, 1, (2014) 43-47  
<http://dx.doi.org/10.1080/0371750X.2013.868324>
- [12] Ralph J. Fessenden, Joan S. Fessenden, *Kimia Organik A.H. Pudjaatmaka*, Erlangga, Jakarta, 1994.



## Pengelolaan Alat Bahan dan Laboratorium Kimia

Raharjo

a Pranata Laboratorium Pendidikan Kimia, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

### Article Info

Keywords:  
Laboratory of  
Chemistry,  
Educational  
Laboratory Institute

Kata kunci:  
Laboratorium  
Kimia, Pranata  
Laboratorium  
Pendidikan

### Abstract

Understanding of laboratory management is very important to be owned by parties related to the laboratory, either directly or indirectly. The laboratory should be managed and utilized well, because the laboratory of chemistry is one of the laboratory that is considered quite dangerous in the implementation of education, research, and / or community service. Realizing the task, authority and function of Laboratory Institute will get maximum work efficiency. Manage the Laboratory well, is the main goal, so that all the work done can run smoothly. Besides that, there should be good cooperation between the Laboratory Pranata and always communicate with other laboratory institutions, so that any difficulties can be solved / resolved together. Laboratory institutions with good skills and skills must be improved in quality, can be obtained through additional education as a special skills education, upgrading (workshop) and internships and so on. Sehingga expected all Laboratory Pranata can play an active and responsible for all operational activities in laboratory.

### Abstrak

Pemahaman tentang pengelolaan laboratorium sangat penting untuk dimiliki oleh pihak-pihak yang terkait dengan laboratorium, baik secara langsung maupun tidak. Laboratorium harus dikelola dan di manfaatkan dengan baik, karena Laboratorium kimia merupakan salah satu jenis laboratorium yang dianggap cukup berbahaya dalam rangka pelaksanaan pendidikan, penelitian, dan/atau pengabdian kepada masyarakat. Menyadari tugas, wewenang dan fungsinya Pranata Laboratorium akan mendapatkan efisiensi kerja yang maksimal. Mengelola Laboratorium dengan baik, adalah menjadi tujuan utama, sehingga semua pekerjaan yang dilakukan dapat berjalan dengan lancar. Selain itu sesama Pranata Laboratorium harus ada kerjasama yang baik, dan selalu berkomunikasi dengan Pranata Laboratorium yang lain, sehingga setiap kesulitan dapat dipecahkan/diselesaikan bersama. Pranata laboratorium yang memiliki kemampuan dan keterampilan yang baik harus dapat ditingkatkan kualitasnya, dapat diperoleh melalui pendidikan tambahan sebagai pendidikan keterampilan khusus, penataran (workshop) maupun magang dan sebagainya. Sehingga diharapkan semua Pranata Laboratorium dapat berperan secara aktif dan bertanggung jawab atas semua kegiatan operasional di laboratoriumnya.

### 1. Pendahuluan

Laboratorium pendidikan yang selanjutnya disebut laboratorium adalah unit penunjang akademik pada lembaga pendidikan, berupa ruangan tertutup atau terbuka, bersifat permanen atau bergerak, dikelola secara sistematis untuk kegiatan pengujian, kalibrasi, dan/atau produksi dalam skala terbatas, dengan menggunakan peralatan dan bahan berdasarkan metode

keilmuan tertentu, dalam rangka pelaksanaan pendidikan, penelitian, dan/atau pengabdian kepada masyarakat. (Permenpan RB No. 03, 2010), sehingga dimana Laboratorium ini dikelola oleh Teknisi / Laboran yang sekarang dikenal sebagai Pranata Laboratorium Pendidikan (PLP).

Pranata Laboratorium Pendidikan yang selanjutnya disingkat PLP, adalah jabatan yang mempunyai ruang

lingkup, tugas, tanggung jawab, dan wewenang untuk melakukan pengelolaan laboratorium pendidikan yang diduduki oleh Pegawai Negeri Sipil dengan hak dan kewajiban yang diberikan secara penuh oleh pejabat yang berwenang, (Permenpan RB No. 03, 2010).

## 2. Tipe Laboratorium

Laboratorium Pendidikan dibagi menjadi 4 tipe:

1. Laboratorium Tipe I adalah laboratorium ilmu dasar yang terdapat di sekolah pada jenjang pendidikan menengah, atau unit pelaksana teknis yang menyelenggarakan pendidikan dan/atau pelatihan dengan fasilitas penunjang peralatan kategori I dan II, dan bahan yang dikelola adalah bahan kategori umum untuk melayani kegiatan pendidikan siswa.
2. Laboratorium Tipe II adalah laboratorium ilmu dasar yang terdapat di perguruan tinggi tingkat persiapan (semester I, II), atau unit pelaksana teknis yang menyelenggarakan pendidikan dan/atau pelatihan dengan fasilitas penunjang peralatan kategori I dan II, dan bahan yang dikelola adalah bahan kategori umum untuk melayani kegiatan pendidikan mahasiswa.
3. Laboratorium Tipe III adalah laboratorium bidang keilmuan terdapat di jurusan atau program studi, atau unit pelaksana teknis yang menyelenggarakan pendidikan dan/atau pelatihan dengan fasilitas penunjang peralatan kategori I, II, dan III, dan bahan yang dikelola adalah bahan kategori umum dan khusus untuk melayani kegiatan pendidikan, dan penelitian mahasiswa dan dosen.
4. Laboratorium Tipe IV adalah laboratorium terpadu yang terdapat di pusat studi fakultas atau universitas, atau unit pelaksana teknis yang menyelenggarakan pendidikan dan/atau pelatihan dengan fasilitas penunjang peralatan kategori I, II, dan III, dan bahan yang dikelola adalah bahan kategori umum dan khusus untuk melayani kegiatan penelitian, dan pengabdian kepada masyarakat, mahasiswa dan dosen, (Permenpan RB No. 03, 2010).

Tabel 1 Klasifikasi Laboratorium

Indikator	Tipe Laboratorium			
	I	II	III	IV
Nama dan kedudukan	Lab. Ilmu Dasar Ada di sekolah	Lab. Ilmu Dasar Ada di PT. Tingkat I	Lab. Bidang Keilmuan Ada di Jurusan	Lab. Terpenuhi Ada di Fakultas / Univ.
Fungsi Utama	Praktikum Siswa	Praktikum Mahasiswa	Praktikum Penelitian (mhs, dosen)	Praktikum Penilaian (mhs, dosen) PPM
Peralatan		Kategori I	Kategori I	Kategori I
		Kategori II	Kategori II	Kategori II
			Kategori III	Kategori III
Bahan	Bahan Umum	Bahan Umum	Bahan Umum Bahan Khusus	Bahan Umum Bahan Khusus

## 3. Peraturan Dasar Laboratorium

Di laboratorium diperlukan pula adanya peraturan dan tata tertib yang harus dijalankan oleh setiap pengguna laboratorium.

Secara umum tata tertib penggunaan laboratorium tersebut antara lain adalah:

1. Tidak diperkenankan mengambil alat dan bahan lain yang tidak ada hubungannya dengan kegiatan yang dilakukan.
2. Pemakai laboratorium harus mendapat persetujuan Ketua Laboratorium.
3. Pemakai laboratorium tidak diperkenankan memasuki atau bekerja tanpa izin petugas laboratorium.
4. Jangan bekerja sendirian di laboratorium.
5. Pemakai laboratorium harus datang tepat pada waktunya.
6. Sebelum bekerja, pemakai laboratorium harus mengisi agenda penggunaan laboratorium.
7. Sebelum bekerja pemakai laboratorium harus mengisi daftar penggunaan alat dan bahan yang akan dipakai.
8. Pemakai laboratorium harus menempati tempat yang disediakan.
9. Pemakai laboratorium harus memperhatikan kelengkapan alat dan bahan yang telah disediakan petugas laboratorium di meja praktikum.
10. Alat dan bahan yang belum lengkap harus dilaporkan ke petugas laboratorium.
11. Penggunaan alat dan bahan sesuai dengan prosedur yang ditetapkan.
12. Periksa baik tidaknya alat yang dipinjam, karena kerusakan menjadi tanggungan pemakai.
13. Penggunaan alat dan bahan harus dilakukan dengan hati-hati.
14. Alat-alat laboratorium yang rusak selama praktikum harus dilaporkan kepada petugas laboratorium dan jangan mencoba memperbaiki sendiri.
15. Alat, bahan, air, dan listrik hendaknya digunakan seefisien mungkin.
16. Bahan kimia bekas praktikum yang bisa dipakai lagi harus ditampung pada tempat khusus dan diberi label.
17. Harus selalu menulis label yang lengkap, terutama terhadap pemakaian bahan-bahan kimia.
18. Setelah selesai bekerja, alat-alat dan meja praktikum harus dalam keadaan bersih.

Selain Tata Tertib tersebut perlu adanya peraturan untuk menjaga keamanan dan keselamatan kerja di Laboratorium yang diantaranya:

1. Dilarang makan, minum dan merokok didalam laboratorium.
2. Dilarang meludah, akan menyebabkan terjadinya kontaminasi.
3. Dilarang berlari, terutama bila ada bahaya kebakaran, gempa, dan sebagainya. Jadi harus tetap berjalan saja.
4. Jangan bermain dengan alat lab yang belum tahu cara penggunaannya.

5. Dilarang mengisap/menyedot dengan mulut. Semua alat pipet harus menggunakan bola karet pengisap (pipet-pump).
6. Pemakai laboratorium hendaknya mengetahui sumber listrik, gas, dan air yang terdapat di laboratorium serta mempelajari cara membuka dan menutupnya.
7. Pemakai laboratorium hendaknya mengetahui lokasi pemadam api, penyembur air (*shower*), pemadam api dengan pengaliran air (*firehydrant*), unit pencuci mata (*eyewash station*), dan kotak PPPK (Pertolongan Pertama Pada Kecelakaan) yang ada di laboratorium serta mempelajari dan berlatih cara menggunakannya.
8. Pakai baju lab, dan juga pakai sarung tangan, dan sepatu hak pendek dan tertutup serta goggles, terutama sewaktu menuang bahan-bahan kimia yang berbahaya (mis. Asam keras).
9. Jika bahan kimia terkena kulit atau mata, cucilah dengan air yang banyak dan konsultasikan dengan Pembimbing praktikum.
10. Potonglah kuku tangan sewaktu akan bekerja di laboratorium.
11. Persepsikan bahwa semua bahan kimia di laboratorium adalah berbahaya, sehingga harus diperlakukan dengan tepat.
12. Gunakan lemari asap sewaktu mereaksikan bahan kimia yang menghasilkan gas.
13. Dilarang membuang bahan kimia sisa percobaan atau bahan lain yang memungkinkan merusak dan tersumbatnya saluran pembuangan air.
14. Dilarang mengambil bahan kimia langsung dari botol induk atau mengembalikan bahan kimia layak pakai ke botol induk.
15. Bagi perempuan, ikatlah rambut jangan sampai terurai ketika bekerja di laboratorium.
16. Ketika memanaskan cairan dalam tabung reaksi, jangan menghadapkan mulut tabung tersebut ke arah orang lain yang berdekatan
17. Jangan mengerjakan percobaan di luar prosedur yang ditetapkan

**4. Penataan Alat dan Bahan**

Penataan alat dan bahan praktikum sangat bergantung kepada fasilitas yang ada di laboratorium dan kepentingan pemakai laboratorium. Fasilitas yang dimaksud dalam hal ini adalah adanya ruang penyimpanan khusus (gudang), ruang persiapan, dan tempat tempat penyimpanan seperti lemari, kabinet, dan rak-rak.

Peralatan laboratorium yang selanjutnya disebut peralatan adalah mesin, perkakas, perlengkapan, dan alat-alat kerja lain yang secara khusus dipergunakan untuk pengujian, kalibrasi, dan/atau produksi dalam skala terbatas.

Peralatan Laboratorium dibagi 3 kategori:

1. Peralatan kategori 3 adalah peralatan yang cara pengoperasian dan perawatannya sulit, risiko penggunaan tinggi, akurasi/kecermatan pengukurannya tinggi, serta system kerja rumit

- yang pengoperasiannya memerlukan pelatihan khusus/tertentu dan bersertifikat.
2. Peralatan kategori 2 adalah peralatan yang cara pengoperasian dan perawatannya sedang, risiko penggunaan sedang, akurasi/kecermatan pengukurannya sedang, serta sistem kerja yang tidak begitu rumit yang pengoperasiannya memerlukan pelatihan khusus/tertentu.
3. Peralatan kategori 1 adalah peralatan yang cara pengoperasian dan perawatannya mudah, risiko penggunaan rendah, akurasi/kecermatan pengukurannya rendah, serta sistem kerja sederhana yang pengoperasiannya cukup dengan menggunakan panduan, (Permenpan RB No. 03, 2010).

Tabel 2 Tingkat Kesulitan Pengelolaan Peralatan

Pengelolaan	Kriteria		
	Kategori 1	Kategori 2	Kategori 3
Pengoperasian	Mudah	Sedang	Sulit
Perawatan	Mudah	Sedang	Sulit
Resiko	Rendah	Sedang	Tinggi
Pengelolaan	Kecermatan / Akurasi Rendah	Kecermatan / Akurasi Sedang	Kecermatan / Akurasi Tinggi
Persyaratan Pengoperasian	Dengan panduan	Dengan pelatihan	Dengan pelatihan khusus
Status Kerja	Sederhana	Sedang	Rumit

Setiap alat yang akan dioperasikan harus dalam kondisi yang baik yaitu dengan syarat:

- a. Siap untuk dipakai (ready for use)
- b. Bersih
- c. Berfungsi dengan baik
- d. Terkalibrasi

Peralatan digunakan untuk melakukan suatu kegiatan pendidikan, penelitian, pelayanan masyarakat atau studi tertentu. Karenanya alat-alat ini harus selalu siap pakai, agar sewaktu-waktu dapat digunakan.

Peralatan laboratorium sebaiknya dikelompokkan berdasarkan penggunaannya. Perawatan alat secara rutin dapat dilakukan dengan:

- ✓ Sebelum alat digunakan hendaknya diperiksa dulu kelengkapannya.
- ✓ Harus dibersihkan terlebih dahulu sebelum digunakan.
- ✓ Setelah selesai dipergunakan semua alat harus dibersihkan kembali dan jangan disimpan dalam keadaan kotor.
- ✓ Kelengkapan alat tersebut harus dicek terlebih dahulu sebelum disimpan.
- ✓ Setiap alat yang agak rumit selalu mempunyai buku petunjuk atau keterangan penggunaan. Maka sebelum alat digunakan hendaknya kita membaca terlebih dahulu petunjuk penggunaan alat dan petunjuk pemeliharaan atau perawatannya.
- ✓ Setiap alat baru terlebih dahulu diperiksa atau dibaca buku petunjuk sebelum digunakan.

Dalam penyimpanan dan penataan alat yang perlu diperhatikan:

- Jenis bahan dasar penyusun alat tersebut. Dengan diketahuinya bahan dasar dari suatu alat kita dapat menentukan cara penyimpanannya.
- Alat yang terbuat dari logam tentunya harus dipisahkan dari alat yang terbuat dari gelas atau porselen.
- Dalam penyimpanan dan penataan alat aspek bobot benda perlu juga diperhatikan.
- Janganlah menyimpan alat-alat yang berat di tempat yang lebih tinggi, agar mudah diambil dan disimpan kembali.

Bahan laboratorium yang selanjutnya disebut bahan adalah segala sesuatu yang diolah/digunakan untuk pengujian, kalibrasi, dan/atau produksi dalam skala terbatas, yang dibagi menjadi dua kategori yaitu:

- Bahan khusus adalah bahan yang penanganannya memerlukan perlakuan persyaratan khusus.
- Bahan umum adalah bahan yang penanganannya tidak memerlukan perlakuan dan persyaratan khusus (Permenan RB No. 03, 2010).

Tabel 3. Tingkat Kesulitan Pengelolaan Bahan

Penanganan	Bahan	
	Umum (1)	Umum (2)
Penyimpanan	Tidak memerlukan persyaratan khusus	Memerlukan persyaratan khusus
Sifat Fisik	Tidak eksplosif, tidak korosif, tidak iritant, stabil	Eksplosif, Korosif, Iritant, Stabil
Sifat Kimia	Non Toksik, tidak berbahaya	Tidak berbahaya
Persyaratan Metode	Tidak memerlukan kemurnian tinggi	Memerlukan kemurnian tinggi

Dalam laboratorium kimia, penyimpanan zat dan bahan kimia merupakan strategi rencana yang dilakukan dalam melakukan penyimpanan bahan dan zat yang benar untuk mengurangi resiko kecelakaan di laboratorium. (Griffin 2005)

Setiap bahan kimia memiliki sifat fisik dan kimia yang berbeda-beda. Maka, hal-hal harus menjadi diperhatikan dalam penyimpanan dan penataan bahan kimia meliputi aspek pemisahan (segregation), tingkat resiko bahaya (multiple hazards), pelabelan (labeling), fasilitas penyimpanan (storage facilities), wadah sekunder (secondary containment), bahan kadaluarsa (outdate chemicals), inventarisasi (inventory), dan informasi resiko bahaya (hazard information). Prinsip yang perlu diperhatikan dalam penyimpanan bahan di laboratorium:

- Aman: bahan disimpan supaya aman dari pencuri.
- Mudah dicari: Untuk memudahkan mencari letak bahan, perlu diberi tanda yaitu dengan menggunakan label pada setiap tempat penyimpanan bahan (lemari, rak atau laci).

- Mudah diambil: Penyimpanan bahan diperlukan ruang penyimpanan dan perlengkapan, (Lindawati, 2010)

Pada bahan, pengurutan secara alfabetis akantepat jika dikelompokkan menurut sifat fisis dan sifat kimianya terutama tingkat kebayaannya untuk pengadministrasian.

Bahan kimia yang tidak boleh disimpan dengan bahan kimia lain, harus disimpan secara khusus dalam wadah sekunder yang terisofasi: Hal ini untuk mencegah pencampuran dengan sumber bahaya lain seperti api, gas beracun, ledakan atau degradasi kimia.

Wadah dan tempat penyimpanan harus diberi label yang mencantumkan informasi antara lain:

- ✓ Nama kimia dan rumusnya
- ✓ Konsentrasi
- ✓ Tanggal penerimaan
- ✓ Tanggal pembuatan
- ✓ Nama orang yang membuat reagen
- ✓ Tingkat bahaya
- ✓ Klasifikasi lokasi penyimpanan
- ✓ Nama dan alamat pabrik

Tempat Penyimpanan bahan kimia harus bersih, kering, jauh dari sumber panas atau sinar matahari langsung dan dilengkapi dengan ventilasi yang menuju ruang asap atau ke luar ruangan.

Dengan mempertimbangkan faktor-faktor di atas, beberapa syarat penyimpanan bahan secara singkat adalah sebagai berikut:

- Bahan beracun

Syarat penyimpanan:

- ✓ Ruang dingin dan berventilasi
- ✓ Jauh dari bahaya kebakaran
- ✓ Dipisahkan dari bahan-bahan yang mungkin bereaksi
- ✓ Kran dari saluran gas harus tetap dalam keadaan tertutup rapat jika tidak sedang dipergunakan
- ✓ Disediakan alat pelindung diri, pakaian kerja, masker, dan sarung tangan

- Bahan korosif

Syarat penyimpanan:

- ✓ Ruang dingin dan berventilasi
- ✓ Wadah tertutup dan beretiket
- ✓ Dipisahkan dari zat-zat beracun.

- Bahan mudah terbakar

Dibagi menjadi 3 golongan:

- Cairan yang terbakar di bawah temperatur  $-4^{\circ}\text{C}$ , misalnya karbon disulfida ( $\text{CS}_2$ ), eter ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$ ), benzena ( $\text{C}_6\text{H}_6$ ), aseton ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ).
- Cairan yang dapat terbakar pada temperatur antara  $-4^{\circ}\text{C}$ - $22^{\circ}\text{C}$ , misalnya etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), methanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ).

3. Cairan yang dapat terbakar pada temperatur  $21^{\circ}\text{C}$ – $93,5^{\circ}\text{C}$ , misalnya kerosin (minyak lampu), terpentin, naftalena, minyak baker.

Syarat penyimpanan:

- ✓ Temperatur dingin dan berventilasi
- ✓ Jauhkan dari sumber api atau panas, terutama loncatan api listrik dan bara rokok
- ✓ Tersedia alat pemadam kebakaran

- d. Bahan mudah meledak

Syarat penyimpanan:

- ✓ Ruang dingin dan berventilasi
- ✓ Jauhkan dari panas dan api
- ✓ Hindarkan dari gesekan atau tumbukan mekanis

- e. Bahan Oksidator

Syarat penyimpanan:

- ✓ Temperatur ruangan dingin dan berventilasi
- ✓ Jauhkan dari sumber api dan panas, termasuk loncatan api listrik dan bara rokok
- ✓ Jauhkan dari bahan-bahan cairan mudah terbakar atau reduktor

- f. Bahan reaktif terhadap Air Syarat penyimpanan:

- ✓ Temperatur ruangan dingin, kering, dan berventilasi
- ✓ Jauh dari sumber nyala api atau panas
- ✓ Bangunan kedap air
- ✓ Disediakan pemadam kebakaran tanpa air ( $\text{CO}_2$ , *dry powder*)

- g. Bahan reaktif terhadap Asam

Syarat penyimpanan:

- ✓ Ruang dingin dan berventilasi
- ✓ Jauhkan dari sumber api, panas, dan asam
- ✓ Ruang penyimpanan perlu didesain agar tidak memungkinkan terbentuk kantong-kantong hidrogen
- ✓ Disediakan alat pelindung diri seperti kaca mata, sarung tangan, pakaian kerja

- h. Gas bertekanan

Syarat penyimpanan:

- ✓ Disimpan dalam keadaan tegak berdiri dan terikat
- ✓ Ruang dingin dan tidak terkenalangsung sinar matahari
- ✓ Jauh dari api dan panas
- ✓ Jauh dari bahan korosif yang dapat merusak kran dan katub-katub

Faktor lain yang perlu dipertimbangkan dalam proses penyimpanan adalah lamanya waktu penyimpanan untuk zat-zat tertentu.

## 5. Administrasi Laboratorium

Administrasi laboratorium meliputi segala kegiatan yang ada di laboratorium antara lain terdiri atas:

1. Inventaris alat laboratorium
2. Daftar kebutuhan alat baru, alat tambahan, alat yang rusak, alat yang dipinjam
3. Surat masuk dan surat keluar
4. Daftar pemakai laboratorium, sesuai dengan jadwal kegiatan praktikum / penelitian
5. Daftar Inventaris bahan kimia dan non kimia, alat gelas dan sebagainya
6. Daftar Inventaris alat-alat meubelair (kursi, meja, bangku, lemari dan sebagainya)
7. Sistem evaluasi dan pelaporan

Untuk kelancaran administrasi seyogyanya tiap laboratorium memberikan pelaporan kepada atasannya (misal kepada Ketua Departemen, Wakil Dekan II, maupun Dekan). Evaluasi dan pelaporan kegiatan masing-masing laboratorium dapat dilakukan bersama sama dengan pimpinan Fakultas setiap semester atau sekali dalam setahun, tergantung pada kesiapan yang ada agar semua kegiatan laboratorium dapat dipantau dan sekaligus dapat digunakan. Untuk perencanaan laboratorium (misal penambahan alat baru, rencana pembiayaan/Dana laboratorium yang diperlukan perbaikan sarana dan prasarana yang ada).

Kegiatan administrasi ini adalah merupakan kegiatan rutin yang berkesinambungan, karena perlu dipersiapkan dan dilaksanakan secara berkala dengan baik dan teratur.

## 6. Kesimpulan

Pengelolaan Laboratorium adalah suatu proses pendayagunaan sumber daya secara efektif dan efisien. Untuk mencapai suatu sasaran yang diharapkan secara optimal dengan memperhatikan keberlanjutan fungsi sumber daya. Pengelolaan laboratorium berkaitan dengan pengelola dan pengguna fasilitas laboratorium (bangunan, peralatan laboratorium, bahan kimia) dan aktifitas yang dilaksanakan di laboratorium yang menjaga keberlanjutan fungsinya. Agar semua kegiatan yang dilakukan didalam laboratorium dapat berjalan dengan lancar, dibutuhkan sistem pengelolaan operasional laboratorium yang baik dan sesuai dengan situasi dan kondisi setempat. Untuk mencapai hal tersebut, beberapa hal yang telah dijelaskan diatas, perlu diperhatikan peran kepala laboratorium sangat penting dalam menerapkan proses manajemen laboratorium, termasuk dukungan keterampilan dari segala elemen yang ada didalamnya.

## 7. Daftar Pustaka

- Riandi, *Pengelolaan Laboratorium*
- Suryanta, (2010), *Manajemen Operasional Laboratorium*, Universitas Negeri Yogyakarta.
- Budimarwanti C., M.Si, *Pengelolaan Alat dan Bahan Di Laboratorium Kimia*, UNY
- Unit Keselamatan Kerja, (2011), *Panduan Keselamatan Kerja Laboratorium Institut Teknologi Bandung*, Bandung
- <http://simatupangnovachem.blogspot.com/2012/11/strategi-pengelolaan-laboratoriumkimia.html>

Lindawati., (2010), *Strategi Inventaris Alat dan Bahan*,  
http://: [blogspot.com/2010/04/strategi-  
inventarisasi-alat-dan-bahan. htm](http://blogspot.com/2010/04/strategi-inventarisasi-alat-dan-bahan.htm)

Peraturan Menteri Negara Pendayagunaan Aparatur  
Negara dan Reformasi Birokrasi, (Nomor 03, 2010),  
Tentang Jabatan Fungsional . Pranata Laboratorium  
Pendidikan Dan Angka Kreditnya