

**STUDI PENGARUH LAMA KRISTALISASI TERHADAP
KARAKTER ALUMINOSILIKAT MESOPORI HASIL
SINTESIS DAN KEMAMPUANNYA DALAM AMOBILISASI
LIPASE**

SKRIPSI

oleh :

IKE KRISMONO

0310923023-92

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008**

**STUDI PENGARUH LAMA KRISTALISASI TERHADAP
KARAKTER ALUMINOSILIKAT MESOPORI HASIL
SINTESIS DAN KEMAMPUANNYA DALAM AMOBILISASI
LIPASE**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh:
IKE KRISMONO
0310923023-92

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

STUDI PENGARUH LAMA KRISTALISASI TERHADAP KARAKTER ALUMINOSILIKAT MESOPORI HASIL SINTESIS DAN KEMAMPUANNYA DALAM AMOBILISASI LIPASE

oleh :
IKE KRISMONO
0310923023-92

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang ilmu kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Tutik Setianingsih, M.Si Dra. Anna Roosdiana, M.App. Sc
NIP. 132 085 943 NIP. 132 000 070

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

M. Farid Rahman, S.Si., M.Si
NIP. 132 159 726

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ike Krismono
NIM : 0310923023-92
Jurusan : Kimia
Penulisan tugas akhir berjudul :
Studi Pengaruh Lama Kristalisasi Terhadap Karakter
Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis Dan Kemampuannya
Dalam Amobilisasi Lipase

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama- nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.
Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Januari 2008
Yang menyatakan,

(Ike Krismono)
NIM. 0310923023-92

repository.ub.ac

**STUDI PENGARUH LAMA KRISTALISASI TERHADAP
KARAKTER ALUMINOSILIKAT MESOPORI HASIL
SINTESIS DAN KEMAMPUANNYA DALAM AMOBILISASI
LIPASE**

ABSTRAK

Aluminosilikat mesopori merupakan bahan aluminosilikat yang berdiameter antara 20 sampai 500 Angstrom, yang berpotensi untuk amobilisasi enzim. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sintesis aluminosilikat mesopori dan penggunaannya untuk amobilisasi lipase. Pada sintesis aluminosilikat mesopori diteliti pengaruh lama kristalisasi terhadap karakternya dan kemampuannya dalam mengadsorpsi lipase. Aluminosilikat mesopori disintesis dengan mereaksikan aluminium sulfat, silika gel, setiltrimetilamonium bromida (CTAB), tetrametilamonium hidroksida (TMAOH) dan mesitilen pada pH 11 dengan variasi lama kristalisasi 24, 48, 72 dan 96 jam pada suhu hidrotermal 96°C. Kristal mesofasa yang dihasilkan, dikalsinasi pada suhu 550°C selama 3 jam. Kristal hasil sintesis dikarakterisasi dengan *surface area analyzer* untuk menentukan luas permukaan spesifik, diameter dan volume pori, difraktometer sinar X untuk menentukan struktur kristal, dan spektrofotometer infra merah untuk menentukan gugus fungsi. Sedangkan adsorpsi enzim dilakukan pada variasi konsentrasi lipase yaitu 900,02; 1772,24; 2627,8 3500,02; 4361,13 ppm. Dari hasil penelitian diperoleh bahwa 48 jam merupakan lama kristalisasi optimum dengan diameter pori 93,930 Å, luas permukaan spesifik 16,403 m²/g, volume pori 0,039 cm³/g, dan mesoporositas 17 % dengan struktur kristal heksagonal dan mempunyai gugus fungsi permukaan Si-O, Al-O dan OH. Kemampuan aluminosilikat mesopori dalam mengadsorpsi enzim lipase pada konsentrasi 3,5 mg/mL adalah 123,89 mg/g.



STUDY OF THE INFLUENCE OF CRYSTALLIZATION PERIOD TOWARD CHARACTER OF SYNTHESIZED MESOPOROUS ALUMINOSILICATE AND ITS ABILITY TO LIPASE IMMOBILIZATION

ABSTRACT

Mesoporous aluminosilicate has 200-500 Angstrom pore inside, which is potential for enzyme immobilization. This research was carried out to synthesize mesoporous aluminosilicate in various crystallization periode, to determine its character and its ability to adsorp lipase. Synthesis was done by reacting aluminium sulphate, silica gel, *cetyltrimethylammonium bromide* surfactant (CTAB), *tetramethylammonium hydroxide* (TMAOH) and mesithylene on various crystalization periode i.e. 24, 48, 72 and 96 hours at 96°C. The mesophase crystals were calcinated at 550°C for 3 hours. Characterization of the products were performed with *surface area analyzer* to determine specific surface area, pore diameter and volume, X-ray diffractometer to determine crystal structure and infrared spectrophotometer to identify functional group. Enzyme adsorption was done at various concentrations of the enzyme solution (900.02; 1772.24; 2627.8 3500.02; 4361.13 ppm). The result showed that the optimum condition of aliminosilicate which was appropriate for enzyme adsorption, was found at 48 hours crystalization's periode, providing pore diameter 93.930 Å, specific surface area 16.403 m²/g, pore volume 0.039 cm³/g and mesoporosity 17 %. The crystal structure of mesoporous aluminosilicate was hexagonal, Its functional groups were Si-O, Al-O and OH, and its adsorption ability was 123,89 mg/g at lipase concentration of 3.5 mg/mL.



KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan YME sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul **“Studi Pengaruh Lama Kristalisasi Terhadap Karakter Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis Dan Kemampuannya Dalam Amobilisasi Lipase”**. Tugas akhir ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia, di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.

Penulisan tugas akhir ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan berbagai pihak. Oleh sebab itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada :

1. Dra. Tutik Setianingsih, M.Si dan Dra. Anna Roosdiana, M.App.Sc selaku dosen pembimbing I dan II, yang banyak memberikan bimbingan, arahan dan dukungan dalam penyelesaian tugas akhir ini.
2. Drs. Sutrisno, M.Si selaku dosen penasehat akademik
3. Ir. Adam Wiryawan, MS, selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
4. M. Farid Rahman, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia, Universitas Brawijaya.
5. Dr. Ir. Chasan Bisri, Drs. Sutrisno, M.Si, Masruri, S.Si, M.Si, Ir. Uswatun Hasanah, M.Si selaku dosen penguji atas saran-saran yang diberikan.
6. Keluarga yang selalu mendoakan dan memberikan dukungan pada saya dalam mengerjakan tugas akhir ini.
7. Teman-teman kimia angkatan 2003, para staf dan laboran kimia, serta semua pihak yang telah membantu saya hingga terselesaikannya tugas akhir ini.

Tugas akhir ini tentunya masih terdapat banyak kesalahan dan kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran demi penyempurnaan tugas akhir ini. Akhirnya, penulis berharap agar tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Januari 2008

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv

BAB I PENDAHULUAN

1.1	Latar Belakang	1
1.2	Perumusan Masalah.....	2
1.3	Batasan Masalah.....	2
1.4	Tujuan Penelitian.	3
1.5	Manfaat Penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1	Sintesis aluminosilikat mesopori	4
2.2	Surfaktan CTAB	6
2.3	Mesitilen	7
2.4	Pengaruh lama kristalisasi terhadap pembentukan bahan mesopori.....	8
2.5	Penentuan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran pori dengan metode BET.....	8
2.6	Penentuan distribusi ukuran pori dengan metode POD	10
2.7	Penentuan struktur kristal dengan menggunakan difraksi sinar-X.....	12
2.8	Penentuan gugus fungsional dengan menggunakan spektrofotometri inframerah.....	15
2.9	Adsorpsi.....	17
2.10	Enzim lipase	18
2.11	Amobilisasi enzim	19
2.12	Hipotesis	20

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Waktu dan tempat penelitian.....	21
3.2	Bahan dan alat penelitian.....	21
3.2.1	Bahan penelitian.....	21
3.2.2	Alat penelitian.....	21
3.3	Tahapan penelitian.....	21
3.4	Prosedur kerja.....	22
3.4.1	Sintesis aluminosilikat mesopori pada berbagai lama kristalisasi.....	22
3.4.2	Karakterisasi aluminosilikat mesopori.....	23
3.4.2.1	Penentuan volume pori, diameter rata-rata pori, dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan <i>surface area analyzer</i>	23
3.4.2.2	Karakterisasi aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum dengan difraktometer.....	23
3.4.2.3	Penentuan gugus fungsional aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum menggunakan spektrofotometer inframerah	24
3.4.2.4	Penentuan kemampuan adsorpsi enzim lipase terhadap aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum.....	24
3.4.2.5	Penentuan konsentrasi enzim lipase secara spektrofotometri dengan metode biuret	25
a.	Penentuan panjang gelombang maksimum.....	25
b.	Pembuatan kurva standar BSA	25
c.	Penentuan konsentrasi enzim sisa.....	25
3.5	Analisa Data.....	26

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Penentuan lama kristalisasi optimum	28
4.2	Penentuan struktur kristal hasil sintesis pada lama kristalisasi 48 jam dengan difraktometer.....	33
4.3	Penentuan gugus fungsional kristal hasil sintesis pada lama kristalisasi 48 jam menggunakan spektrofotometer infra merah.....	34
4.4.	Penentuan kemampuan adsorpsi enzim lipase terhadap aluminosilikat mesopori hasil sintesis.....	38

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan.....	41
5.2	Saran.....	41

DAFTAR PUSTAKA.....	42
---------------------	----

LAMPIRAN.....	48
---------------	----

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1	Polimer aluminosilikat mengikat Na^+	4
Gambar 2.2	Polimer aluminosilikat dengan situs asam Bronsted	4
Gambar 2.3	Mekanisme pembentukan MCM-41	5
Gambar 2.4	Perubahan bentuk misel sesuai perubahan konsentrasi surfaktan.....	6
Gambar 2.5	Struktur CTAB ($\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$).....	7
Gambar 2.6	Mesitilen	8
Gambar 2.8	Difraksi sinar-X	13
Gambar 2.9	Spektra aluminosilikat heksagonal mesopori	14
Gambar 2.10	Metode Base line untuk analisa kuantitatif Pada daerah spektrum inframerah	17
Gambar 2.11	Spektra inframerah zeolit	17
Gambar 2.12	Struktur sisi aktif lipase.....	19
Gambar 4.1	Pola distribusi ukuran pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis untuk daerah mesopori potensial enzim lipase pada berbagai lama kristalisasi	29
Gambar 4.2	Pengaruh lama kristalisasi terhadap volume pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial lipase	30
Gambar 4.3	Pengaruh lama kristalisasi terhadap luas permukaan aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial lipase	30
Gambar 4.4	Pengaruh lama kristalisasi terhadap diameter pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial lipase	31
Gambar 4.5	Pengaruh lama kristalisasi terhadap % mesoporositas aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial lipase	31
Gambar 4.6	Difraktogram sinar-X dari Aluminosilikat mesopori / hasil sintesis.....	34
Gambar 4.7	Spektra inframerah aluminosilikat mesopori	

	pada lama kristalisasi 48 jam sebelum amobilisasi.....	36
Gambar 4.8	Spektra inframerah aluminosilikat mesopori pada lama kristalisasi 48 jam setelah amobilisasi lipase	36
Gambar 4.9	Adsorpsi lipase pada aluminosilikat dengan berbagai konsentrasi lipase	40
Gambar L.7	Kurva penentuan panjang gelombang maksimum BSA	68
Gambar L.8	Kurva standar BSA.....	69
Gambar L.9	Adsorpsi lipase pada aluminosilikat dengan berbagai konsentrasi lipase.....	72

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Hubungan antara <i>d-spacing</i> , indeks Miller dan parameter sel..... 14
Tabel 4.1	Data karakter aluminosilikat mesopori hasil sintesis untuk daerah mesopori potensial enzim lipase pada berbagai lama kristalisasi..... 29
Tabel 4.2	Data bilangan gelombang spektra Infra merah dan intepretasinya..... 37
Tabel 3.1	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan lama kristalisasi 24 jam 53
Tabel 3.2	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan lama kristalisasi 48 jam 54
Tabel 3.3	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan lama kristalisasi 72 jam 55
Tabel 3.4	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan lama kristalisasi 96 jam 56
Tabel L.4	Data volume pori, luas permukaan spesifik, dan diameter pori rata-rata untuk daerah total pada sintesis dengan lama kristalisasi 24, 48, 72, 96 jam..... 59
Tabel L.9	Absorbansi larutan standar BSA 5000 ppm .. 68
Tabel L.10	Data absorbansi BSA λ 550 nm pada berbagai konsentrasi..... 69
Tabel L.11.1	Data pengukuran absorbansi enzim sebelum amobilisasi 70
Tabel L.11.2	Data pengukuran absorbansi enzim setelah amobilisasi 70
Tabel L.11.3	Data konsentrasi enzim sebelum amobilisasi 71
Tabel L.11.4	Data konsentrasi enzim setelah amobilisasi.. 71
Tabel L.11.5	Data konsentrasi enzim yang teradsorpsi 72
Tabel L.11.6	Data jumlah enzim yang teradsorpsi 72

Tabel L.7.1	Data konsentrasi enzim yang teradsorpsi (uji statistik)	74
Tabel L.12.2	Analisis ragam pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi lipase pada aluminosilikat	76
Tabel L.12.3	Selisih dua nilai rata-rata dari lima perlakuan Konsentrasi.....	76



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN 1	Diagram alir penelitian 47
LAMPIRAN 2	Pembuatan larutan..... 50
LAMPIRAN 3	Data adsorpsi gas N ₂ oleh aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan <i>surface area analyzer</i> 53
LAMPIRAN 4	Perhitungan luas permukaan spesifik, volume pori total dan diameter pori rata-rata dengan metode BET 57
LAMPIRAN 5	Penentuan distribusi ukuran pori dengan metode POD 59
LAMPIRAN 6	Data volume pori, luas permukaan spesifik, diameter pori dan % mesoporositas aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial untuk enzim lipase 66
LAMPIRAN 7	Difraktogram sinar-X aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum 67
LAMPIRAN 8	Spektra Infra merah dari aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum 67
LAMPIRAN 9	Penentuan panjang gelombang maksimum Bovin Serum Albumin (BSA) 68
LAMPIRAN 10	Penentuan kurva standar 69
LAMPIRAN 11	Penentuan kemampuan adsorpsi enzim lipase terhadap aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum 70
LAMPIRAN 13	Uji statistik pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi lipase pada aluminosilikat 74

BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Enzim ialah suatu kelompok protein yang berperan sangat penting dalam proses aktivitas biologis. Enzim mempunyai sifat khas, karena hanya bekerja pada substrat tertentu dan pada reaksi tertentu pula (Girindra, 1988). Enzim yang telah dipakai di dalam larutan tidak dapat atau sulit untuk dipisahkan dan dipergunakan lagi, padahal selama enzim belum mengalami kerusakan struktur, enzim masih dapat dipakai berulang-ulang. Menurut Wiseman (1985) amobilisasi enzim diketahui mempunyai beberapa keunggulan seperti stabilitas enzim maupun kemungkinan untuk digunakan berulang-ulang. Enzim lipase berukuran 48 Å (Fessner, 2000), sehingga untuk amobilisasi enzim dibutuhkan adsorben dengan ukuran pori lebih dari 48 Å. Pada penelitian ini akan disintesis aluminosilikat mesopori dengan sasaran karakter berdiameter pori > 48 Å sehingga dapat digunakan untuk amobilisasi enzim.

Bahan berpori umumnya digunakan sebagai adsorben dan katalis karena memiliki luas permukaan yang besar. Menurut IUPAC bahan berpori dibagi menjadi 3 berdasarkan ukuran porinya (Bandyopadhyay, 2004) yaitu mikropori dengan ukuran pori kurang dari 20 Å, mesopori dengan ukuran pori 20-500 Å, makropori dengan ukuran pori lebih dari 500 Å. Aluminosilikat mesopori merupakan bahan mesopori dengan ukuran pori antara 20 sampai 500 Å.

Keunggulan dari bahan mesopori ini dibandingkan zeolit yaitu diameter porinya dapat diatur menjadi lebih besar atau lebih kecil dengan jalan menggunakan surfaktan yang rantai hidrokarbonnya lebih panjang atau lebih pendek (Beck, dkk, 1992). Selain itu perbandingan Si/Al dalam produk dapat diatur tanpa mengubah struktur kristalnya (Luan, dkk, 1995a ; Luan, dkk, 1995b) seperti yang terjadi pada zeolit (Smart dan Moors, 1992).

Parameter penting dalam kajian sintesis bahan mesopori adalah lama kristalisasi. Secara umum padatan mesopori dibentuk secara hidrotermal, yaitu dalam larutan akuatik disekitar 100°C atau lebih, dengan lama kristalisasi tinggi. Kresge dkk (1992) menerapkan lama kristalisasi selama 48 jam dengan variasi surfaktan/Si menghasilkan

produk heksagonal, kubus, kubus oktaeder. Huo, dkk (1994) menerapkan lama kristalisasi 180 jam dengan variasi anion surfaktan/kation spesies anorganik menghasilkan produk heksagonal dan lamelar. Lama kristalisasi yang diterapkan berbeda-beda namun peneliti terdahulu belum mengkaji tentang pengaruh lama kristalisasi terhadap karakter aluminosilikat mesopori dan aplikasi dari produk yang dihasilkan. Sehingga pada penelitian ini akan dikaji pengaruh lama kristalisasi terhadap karakter aluminosilikat mesopori, terutama menyangkut ukuran pori, volume pori dan luas permukaan. Disamping itu juga perlu dilakukan karakterisasi struktur kristal agar diketahui apakah kristal hasil sintesis benar-benar kristal heksagonal mesopori. Gugus fungsi juga ditentukan untuk mengetahui ada tidaknya gugus fungsi yang terkait dengan aluminosilikat. Dan aplikasi aluminosilikat dalam amobilisasi lipase.

1.1. Perumusan Masalah

1. Berapa lama kristalisasi optimum aluminosilikat mesopori hasil sintesis?
2. Bagaimana karakter kristal hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum?
3. Bagaimana kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum dalam mengadsorpsi enzim lipase?

1.2. Batasan Masalah

1. Kondisi optimum didasarkan pada karakter aluminosilikat mesopori : diameter pori lebih besar 48 Å dengan luas permukaan paling besar.
2. Karakter hasil sintesis pada kondisi lama kristalisasi optimum meliputi : volume pori, luas permukaan, diameter pori, struktur kristal, gugus fungsi, dan kemampuan adsorpsi.
3. Senyawa Al yang digunakan untuk sintesis adalah aluminium sulfat, senyawa Si yang digunakan adalah silika gel, dan surfaktan yang digunakan adalah CTAB (cetiltrimetilamonium bromide), kondisi sintesis berlangsung pada pH 11, dengan lama kristalisasi 24, 48, 72, dan 96 jam pada temperatur 96° C.
4. Enzim yang digunakan adalah enzim lipase hasil isolasi dari mikroba *Mucor miehei* oleh Anugrawati (2007).

1.3. Tujuan Penelitian

1. Mengetahui lama kristalisasi optimum aluminosilikat mesopori hasil sintesis.
2. Mengetahui karakter kristal hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum
3. Mengetahui kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum dalam mengadsorpsi enzim lipase.

1.4. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini bermanfaat sebagai rujukan sintesis alumina mesopori, terutama terkait dengan lama kristalisasi. Selain itu dapat menjadi acuan tentang potensi aluminosilikat mesopori untuk imobilisasi enzim.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

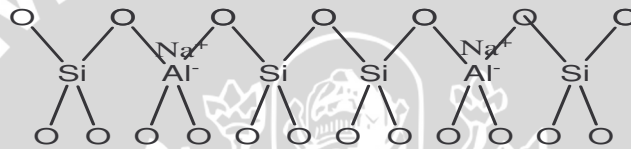


BAB II TINJAUAN PUSTAKA

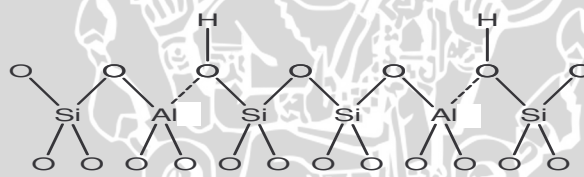
2.1. Sintesis Aluminosilikat Mesopori

Beck (1992) telah melakukan sintesis aluminosilikat menggunakan bahan-bahan yang meliputi : CTAB 29%, aluminium sulfat, mesitilen (MES), silika, TMAOH 25%, pada kondisi hidrotermal menggunakan otoklaf selama 48 jam pada pH 10. Sedangkan Kawi dan Lai (1998) telah melakukan sintesis aluminosilikat dengan cara yang lebih sederhana menggunakan botol polipropilen sebagai pengganti otoklaf dengan suhu hidrotermal 96 °C.

Aluminosilikat merupakan polimer anorganik yang tersusun atas jaringan tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 (Hamdan, 1992). Muatan negatif pada O-Al-O di dalam polimer tersebut dapat mengikat kation-kation seperti Na^+ , K^+ , dan lain-lain (Smart dan Moors, 1992). Gambaran dari polimer aluminosilikat yang mengikat kation logam dan H^+ disajikan dalam gambar berikut:



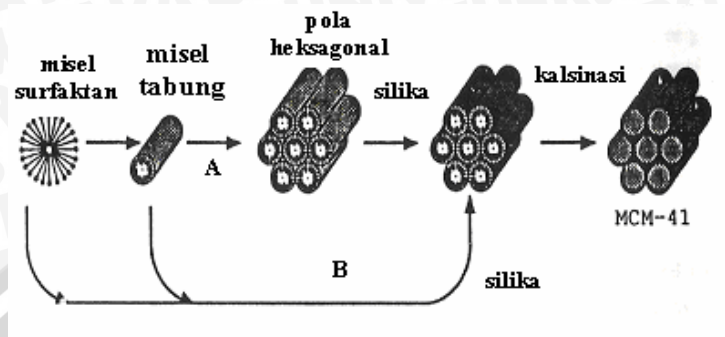
Gambar 2.1. Polimer aluminosilikat mengikat Na^+



Gambar 2.2. Polimer aluminosilikat dengan situs asam Bronsted

Situs asam Bronsted biasanya diperoleh dari hasil pemanasan aluminosilikat yang mengikat amonium atau alkil amonium seperti N^+HR_3 , $\text{N}^+\text{H}_2\text{R}_2$, $\text{N}^+\text{H}_3\text{R}$, N^+R_4 .

Mekanisme pembentukan bahan mesopori yang diajukan oleh Beck dkk (1992) dan Kresge dkk (1992; 1996) yang disebut dengan mekanisme pembentukan cetakan kristal cair (*Liquid Crystal templating Mechanism*) terdiri atas dua jalur. Berikut merupakan gambar tahap pembentukan MCM-41 {*mobil corporation material (mesoporous silicates)*} (Bandyopadhyay, 2004):



Gambar 2.3. Mekanisme pembentukan MCM-41 (Bandyopadhyay, 2004)

Pada jalur (A), surfaktan mula-mula membentuk misel silinder yang bergabung membentuk pola heksagonal. Kemudian polimer anorganik terikat pada lapisan luar misel silinder tersebut tanpa mengubah penataan heksagonal lagi. Sedangkan pada jalur (B), polimer anorganik mulai terikat pada misel silinder sebelum terbentuk penataan heksagonal. Sehingga polimer anorganik ikut menentukan pola penataan yang terbentuk selanjutnya (Kresge, dkk, 1996).

Dalam sintesis aluminosilikat mesopori mula-mula, reaktan bereaksi membentuk gel. Gel dibentuk karena adanya reaksi polikondensasi tak beraturan antara silikat-silikat dan silikat-aluminat (Guth, 1992). Gel tersebut akan larut kembali sebagian karena bereaksi dengan ion OH^- membentuk monomer-monomer silikat dan aluminat (Jansen, 1992). Pelarutan gel menyebabkan terbentuknya larutan lewat jenuh sehingga terjadi nukleasi dan pertumbuhan kristal (Guth, 1992), terbentuk sistem heterogen yang tersusun atas gel, larutan lewat jenuh dan kristal (Hamdan, 1992).

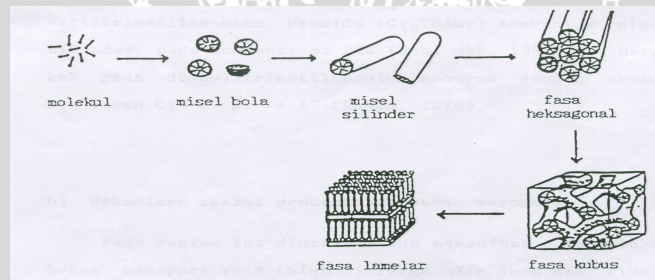
Dari penelitian Kresge, dkk (1996) diperoleh empat struktur kristal yaitu struktur heksagonal (MCM-41), kubus (MCM-48),

kubus oktaer dan lamelar (MCM-50). Dari keempatnya, yang tidak mengalami perubahan struktur selama kalsinasi adalah struktur heksagonal dan kubus, sedangkan oktaer dan lamelar mengalami perubahan struktur menjadi amorf. Kalsinasi merupakan proses pemanasan suatu padatan sampai temperatur di bawah titik lelehnya sehingga terjadi dekomposisi termal dari padatan tersebut (Sax dan Lewis, 1987). Proses kalsinasi menghasilkan CO_2 , menghilangkan air yang terikat serta menghilangkan senyawa-senyawa organik yang ada pada pori sehingga pori menjadi terbuka dan meningkatkan luas permukaan (McIntosh, 1999).

2.2. Surfaktan CTAB (setiltrimetilamonium bromida)

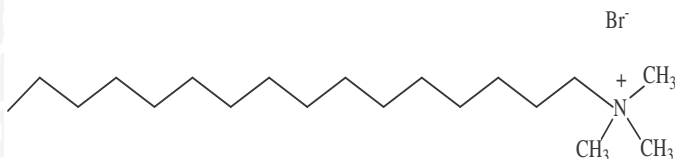
Surfaktan merupakan zat aktif permukaan yang bersifat amfifilik, artinya mempunyai bagian yang bersifat hidrofobik (rantai karbon) dan bagian hidrofilik (gugus polar atau ion). Surfaktan mempunyai sifat dapat membentuk misel, yaitu kluster berukuran koloid di dalam larutan. Di dalam air, misel dibentuk dengan gugus hidrofobik yang terkumpul di pusat, sedangkan gugus hidrofilik terlokasi di permukaan misel dan berkontak dengan air (Rosen, 1978)

Bentuk misel di dalam larutan dipengaruhi oleh konsentrasi surfaktan (Gambar 2.4). Bentuk paling sederhana adalah bentuk bola dan konsentrasi terendah di mana bentuk misel diperoleh disebut konsentrasi misel kritis (kmc). Pada surfaktan ionik, bentuk misel berubah-ubah dengan urutan bola, silinder, heksagonal, kubus dan lamelar sesuai dengan kenaikan konsentrasinya (Lawrance, 1994 ; Zhao, dkk, 1996). Sedangkan pada surfaktan non ionik, bentuk misel berubah dari bola langsung ke lamelar (Moroi, 1992).



Gambar 2.4 Perubahan Bentuk Misel Sesuai Dengan Perubahan Konsentrasi Surfaktan (Lawrance, 1994; Zhao, dkk, 1996)

CTAB merupakan surfaktan kationik yang mempunyai rantai panjang dan bersifat nonpolar. CTAB mempunyai konsentrasi misel kritis yang rendah ($9,2 \cdot 10^{-4}$ M) karena mempunyai rantai panjang. Formula molekuler CTAB adalah $(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br})$, dengan struktur pada Gambar 2.6 (Chao, 2001):

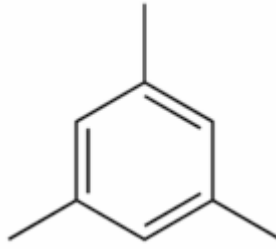


Gambar 2.5. Struktur CTAB

CTAB membentuk misel bola pada konsentrasi 0,83M – 11%(b/b), silinder pada 11-20,5%, dan heksagonal pada 26-65% (Zhao, dkk, 1996). Bentuk lamelar dicapai pada konsentrasi > 70% (Monier, dkk, 1993). Suatu model mekanisme interaksi antara spesies anorganik dan surfaktan telah disusun oleh Firouzi, dkk (1995) yang telah diterapkan pada pembentukan kristal mesofasa dalam suasana basa. Pada mekanisme tersebut, mula-mula surfaktan membentuk bentuk misel tertentu di dalam larutan sesuai dengan konsentrasinya. Setelah silikat ditambahkan ke dalam larutan tersebut, maka terjadi pertukaran antara ion lawan pada gugus kepala surfaktan dengan silikat. Ikatan antara surfaktan dengan anion silikat dapat menyebabkan perubahan bentuk misel dari bentuknya yang semula.

2.3. Mesitilen

Mesitilen atau 1, 3, 5-trimetilbenzen (C_9H_{12}) merupakan hidrokarbon aromatik dengan tiga gugus cabang metil yang bersifat nonpolar yang terikat pada cincin benzen. Gugus nonpolar pada metil inilah yang akan berinteraksi dengan ekor surfaktan yang juga bersifat nonpolar pada sintesis aluminosilikat mesopori sehingga akan berfungsi memperbesar ukuran pori. Secara umum mesitilen berfungsi sebagai katalis homogen dan *dehydrating agent*. Mesitilen memiliki titik didih $164,7^\circ\text{C}$ dan berat molekul 120,19 dengan struktur pada Gambar 2.7 (Wikipedia, 2007) :



Gambar 2.6. Struktur Mesitilen

2.4. Pengaruh Lama Kristalisasi Terhadap Pembentukan Bahan Mesopori

Parameter yang penting dalam sintesis bahan mesopori adalah lama kristalisasi. Secara umum padatan mesopori dibentuk secara hidrotermal dengan lama kristalisasi tinggi. Fase kristal dalam kristalisasi disiapkan pada temperatur rendah, antara 25 – 100°C. Pada sintesis zeolit, larutan anion silikat dan aluminat dicampurkan dengan alkali. Kemudian fase gel terbentuk dari proses kopolimerisasi dari anion silikat dan aluminat akibat dari perlakuan hidrotermal sehingga kristal zeolit dapat terbentuk (West, 1984).

Pada temperatur kamar, kondensasi silikat sukar terjadi. Namun dengan pertambahan waktu dan kenaikan temperatur maka reaksi polikondensasi silikat akan semakin meningkat dan reaksi polimerisasi yang terjadi semakin sempurna (Firouzi, dkk, 1995)

2.5. Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori dan Ukuran Pori dengan Metode BET (Lowell dan Shields, 1984)

Metode BET merupakan salah satu metode adsorpsi isoteremis yang ditemukan oleh Brenauer, Emmet dan Teller sebagai metode yang dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran porinya. Luas permukaan padatan per satu gram sampel padatan tersebut.

2.5.1. Perhitungan Luas Permukaan Adsorben

Untuk menghitung luas permukaan adsorben digunakan Teori BET dengan persamaan sebagai berikut :

$$\frac{1}{W_{ads} (P_o / P - 1)} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C-1}{W_m C} \left[\frac{P}{P_o} \right] \quad (2.1)$$

Dimana : P/P_o = Tekanan gas yang digunakan
 P_o = Tekanan uap jenuh adsorbat (N_2)
 W_{ads} = Berat adsorbat pada P/P_o
 W_m = Berat gas teradsorpsi pada monolayer jenuh
 C = Konstanta BET
 P = Tekanan gas saat pengukuran

Berat adsorbat (W) diperoleh sebagai berikut :

$$W = V_{ads} \times W_s \times \rho_{N_2} \quad (2.2)$$

Dimana : ρ_{N_2} = 1,2506 g L⁻¹
 V_{ads} = Volume gas N_2 yang teradsorpsi pada P/P_o
 W_s = Berat sampel

Pada perhitungan luas permukaan padatan dengan metode BET data P/P_o yang digunakan adalah kisaran 0,05-0,35 karena pada daerah inilah yang memberikan kurva hubungan yang linier sehingga dengan $Y = \frac{1}{W (P_o / P - 1)}$ dan $X = P/P_o$ diketahui sebagai berikut :

$$\text{Slope } (s) = \frac{(C-1)}{W_m C}$$

$$\text{Intersep } (i) = \frac{1}{W_m C}$$

Dengan demikian diperoleh :

$$W_m = \frac{1}{(i + s)} \quad (2.3)$$

Luas permukaan padatan dapat dihitung dengan cara sebagai berikut:

$$S_t = \frac{W_m \times N \times A}{M} \quad (2.4)$$

Dimana : S_t = Luas permukaan total
 N = Bilangan Avogadro ($6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$)

A = Penampang lintang $N_2 = 16,2 \text{ \AA}$

M = Berat molekul $N_2 = 28 \text{ g mol}^{-1}$

Dengan demikian luas permukaan spesifik dapat dihitung sebagai berikut :

$$S_{BET} = \frac{S_t}{W_s} \quad (2.5)$$

Dimana : S_{BET} = Luas permukaan spesifik padatan
 W_s = Berat sampel

2.5.2. Penentuan Volume Pori Total

Volume pori-pori total dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$V_p = V_{liq} = \frac{P \times V_{ads} \times V_m}{R \times T} \quad (2.6)$$

Dimana : V_{liq} = Volume N_2 cair yang teradsorpsi

R = Konstanta untuk gas ($82,057 \text{ cm}^3 \cdot \text{atm} / \text{g} \cdot \text{mol} \cdot \text{K}$)

P = Tekanan uap N_2 cair = 1 atm

T = Temperatur N_2 cair yaitu 273 K

V_{ads} = Volume gas N_2 yang teradsorpsi

V_m = Volume N_2 cair yaitu $34,6 \text{ cm}^3 \text{ mol}^{-1}$

Sehingga dengan demikian diperoleh persamaan sebagai berikut :

$$V_p = V_{ads} \times 1,54 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3 / \text{g} \quad (2.7)$$

Dengan : V_{ads} = Jumlah gas N_2 yang diadsorpsi pada $P/P_0 \approx 1$

2.5.3. Penentuan Jari-jari Pori Rata-rata

Dengan asumsi geometri pori-pori adalah silinder, sehingga diperoleh perumusan sebagai berikut :

$$r = \frac{2V_p}{S_{BET}} \quad (2.8)$$

Dimana : r = Jari-jari pori

V_p = Volume pori

2.6. Penentuan Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD (Lowell and Shields, 1984)

Metode POD digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori, yang ditemukan oleh Pierce dan dimodifikasi oleh Orr dan Dalla Valle. Metode ini didasarkan pada persamaan Kelvin yang ditulis sebagai berikut :

$$r_k = \frac{4.15}{\log(P_0/P)} (\text{\AA}) \dots \dots \dots (2.9)$$

r_k disebut jari-jari Kelvin atau jari-jari kritis. Jika tebal lapisan adsorpsi pada kondensasi atau evaporasi disebut t , maka jari-jari pori nyata r_p dinyatakan sebagai :

$$r_p = r_k + t \dots \dots \dots (2.10)$$

Dengan mengasumsikan bahwa tebal film teradsorpsi dalam pori adalah sama dengan pada bidang permukaannya pada berbagai nilai tekanan relatif, maka dapat ditulis :

$$t = \left(\frac{W_a}{W_m} \right) \tau \dots \dots \dots (2.11)$$

W_a adalah berat adsorben pada tekanan relatif tertentu, W_m adalah bobot yang terkait dengan monolayer BET, dan nilai τ adalah 3.54 $\text{\AA}$. Kurva yang umum digambarkan oleh persamaan Halsey, dimana untuk nitrogen ditulis sebagai berikut :

$$t = 3.54 \left(\frac{5}{2.303 \log P_0/P} \right)^{1/3} \dots \dots \dots (2.12)$$

ΔV_{liq} adalah volume cairan yang bersesuaian dengan ΔV_{gas} . Cara langsung untuk mengubah ΔV_{gas} menjadi ΔV_{liq} adalah dengan menghitung mol gas, dan dikalikan dengan volume molar cairan. Pada nitrogen pada temperatur dan tekanan standar dituliskan sebagai berikut :

$$\Delta V_{liq} = \frac{\Delta V_{gas}}{22.4 \times 10^{-3}} \times 34.6 = \Delta V_{gas} (1.54 \times 10^{-3}) \text{ cm}^3 \text{ n}^3 \dots \dots (2.13)$$

ΔV_{liq} dapat ditulis sebagai :

$$\Delta V_{liq} = \pi \bar{r}_k^2 l \dots \dots \dots (2.14)$$

dan jika :

$$V_p = \pi r_p^2 l \dots\dots\dots (2.15)$$

l adalah panjang pori, dengan menggabungkan kedua persamaan diperoleh :

$$V_p = \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^2 \Delta V_{kg} \text{ cm}^3 \dots\dots\dots (2.16)$$

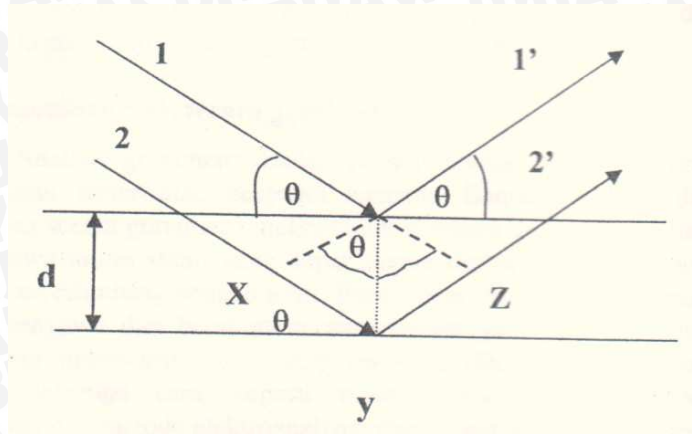
Luas permukaan dinding pori (S) dapat dihitung melalui :

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 \text{ (m}^2\text{)} \dots\dots\dots (2.17)$$

2.7. Penentuan struktur kristal dengan menggunakan Difraksi Sinar-X

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 0,5 – 2,5 Å, berarti jauh lebih pendek daripada sinar tampak dan ultraviolet (λ sinar tampak = ± 6000 Å), sehingga energinya jauh lebih besar, akibat hubungan $\lambda E = h\nu = hc/\lambda$. Sinar-X bergerak menurut garis lurus, tidak terdiri dari partikel yang bermuatan sehingga tidak dibelokkan oleh medan magnet (Klug and Alexander, 1962).

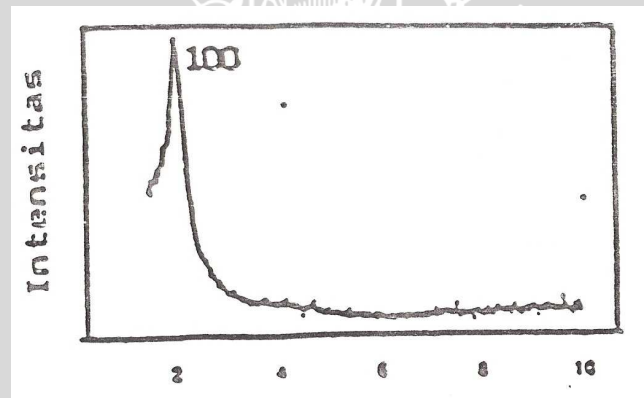
Atom-atom dalam kristal dapat dipandang sebagai unsur yang dapat membentuk susunan bidang datar yang masing-masing susunan mempunyai jarak karakteristik. Bidang tersebut disebut *bidang bragg*. Bila sinar-X jatuh pada kisi kristal maka atom-atom dalam kristal tersebut akan mendifraksikan sinar yang didifraksikan sinar yang datang. Jalannya sinar yang didifraksikan digambarkan sebagai berikut (Williard, *et al*, 1988)



Gambar 2.8. Sistem difraksi sinar-X

$$\begin{aligned} xy &= yz = d \sin \theta \\ xyz &= 2 d \sin \theta \\ xyz &= n \lambda \\ 2 d \sin \theta &= n \lambda \end{aligned}$$

Pola difraksi sinar-X dapat dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X penelitian sebelumnya, seperti ditunjukkan pada gambar pola difraksi dibawah ini :



Gambar 2.9. Spektra aluminosilikat heksagonal mesopori (Poppl, dkk, 1995)

Menurut Williard dkk (1988) untuk mengidentifikasi struktur kristal dengan difraksi sinar-X dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu : membandingkan data d -spacing sampel dengan data d -spacing standar (*Joint Committee for Powder Diffraction Standard*) minimal 3 puncak standar, yaitu 3 puncak yang memberikan intensitas tertinggi, mengindeks langsung (dilakukan jika tidak ada standar). Hubungan antara d -spacing, indeks Miller suatu bidang kisi dan parameter sel untuk masing-masing jenis kristal, yaitu (West, 1984):

Tabel 2.1. Hubungan antara d -spacing, indeks Miller dan parameter sel

No	Sistem kristal	Hubungan parameter d -spacing, indeks Miller dan parameter sel
1	Kubus	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$
2	Tetragonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
3	Heksagonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$
4	Ortorombik	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
5	Monoklinik	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$
6	Triklinik	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{v^2} \left(h^2 b^2 \sin^2 \alpha + k^2 a^2 c^2 \sin^2 \beta + l^2 a^2 b^2 \sin^2 \gamma + 2hlabc^2 \{ \cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma \} + 2hlab^2 c \{ \cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta \} \right)$

2.8. Penentuan Gugus Fungsional dengan Menggunakan Spektrofotometri Inframerah

Metode spektrofotometri inframerah merupakan metode yang dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsional, mengidentifikasi senyawa, dan menganalisa campuran pada daerah inframerah 2,5 μm dan 15 μm . Daerah 0,8 hingga 2,5 μm disebut inframerah dekat dan daerah 15 hingga 200 μm disebut inframerah jauh (Sastrohamidjojo, 1992).

Setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai sifat frekuensi vibrasi yang berbeda, dan karena tipe ikatan yang sama dalam 2 senyawa berbeda terletak dalam lingkungan yang sedikit berbeda, maka tidak ada 2 molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai spektra inframerah yang tepat sama, sehingga dengan membandingkan spektra inframerah dua senyawa yang diperkirakan identik, akan dapat dinyatakan apakah kedua senyawa tersebut identik atau tidak (Sastrohamidjojo, 1992).

Atom-atom di dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi (bergetar). Bila radiasi inframerah (IR) dilewatkan melalui suatu cuplikan maka molekul-molekulnya dapat mengabsorpsi (menyerap) energi dan terjadilah transisi di antara tingkat vibrasi dasar (ground state) dan tingkat vibrasi tereksitasi (excited state).

Perubahan energi vibrasi (ΔE) dapat dinyatakan sebagai $\Delta E = h\nu$ dengan h menyatakan tetapan Plunck ($6,6242 \times 10^{-27}$ ergdet) dan ν menyatakan frekuensi dalam Hertz (Hz). Hubungan antara frekuensi dengan panjang gelombang (λ) dinyatakan sebagai :

$$\nu = \frac{c}{\lambda} \quad (2.18)$$

Dimana, c = Kecepatan cahaya ($2,998 \times 10^{10}$ cm det^{-1})

λ = Panjang gelombang (cm)

Jumlah gelombang per cm dinyatakan dalam bilangan gelombang (ν), yaitu :

$$\nu = \frac{1}{\lambda} \quad (2.19)$$

Hukum hooke dapat membantu memperkirakan daerah dimana vibrasi dari dua atom dapat terjadi :

$$v = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{f(m_1 + m_2)}{m_1 m_2}} \quad (2.20)$$

Setelah dilakukan akar kuadrat, memberikan persamaan :

$$v = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{\mu}} \quad (2.21)$$

Dimana :

K = Pemindahan bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$) dari penyebutnya pada massa tereduksi (μ) yang dirumuskan :

$$\mu = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2} \quad (2.22)$$

Intensitas pita serapan dalam spektra inframerah tidak dapat dengan mudah diukur dengan ketepatan yang sama seperti dalam spektra ultraviolet. Absorbansi suatu cuplikan pada frekuensi tertentu didefinisikan sebagai (Sastrohamidjojo, 1992) :

$$A = -\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\log\left(\frac{P}{P_0}\right) = abc \quad (2.23)$$

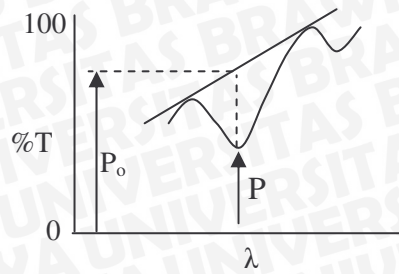
Dimana I_0 dan I masing-masing adalah intensitas cahaya sebelum dan sesudah mengadakan interaksi dengan cuplikan. Persamaan ini diperoleh dari hukum Beer. Sedangkan transmitansi cuplikan didefinisikan sebagai :

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (2.24)$$

Hubungan antara absorbansi dengan transmitansi dinyatakan dengan:

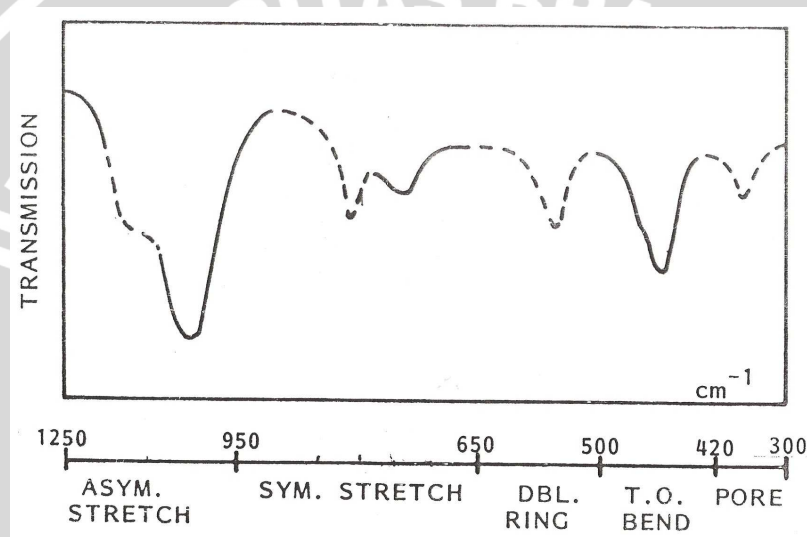
$$A = \log\left(\frac{1}{T}\right) \quad (2.25)$$

Dalam praktek, terdapat metode umum yang digunakan untuk menentukan secara kuantitatif yang melibatkan ketinggian puncak yaitu metode “base-line” dengan dilakukan pengukuran absorbansi puncak. Metode “base-line” meliputi garis sederhana yang dipilih sembarang untuk menyatakan “base-line” dari puncak serapan. Gambar 2.10 menunjukkan pemilihan tergantung pada serapan karakteristik dari komponen lain dalam campuran (Christian, 1986)



Gambar 2.10. Metode ‘Base-line’ untuk analisa kuantitatif pada daerah spektrum inframerah

Spektra IR aluminosilikat mirip dengan spektra IR pada zeolit, dimana pada 730 cm^{-1} muncul pita Al karena adanya vibrasi AlO_4 yang mana intensitasnya dipengaruhi jumlah Al yang terkandung (Deravane, 1992) :



Gambar 2.11. Spektra Infra Merah Zeolit (Deravane, 1992)

2.9. Adsorpsi

Adsorpsi adalah suatu proses dimana suatu komponen bergerak dari satu fasa ke fasa yang lain. Zat yang diserap fasa menuju permukaan disebut adsorbat sedangkan zat yang menyerap

disebut adsorben (Weber, 1972). Adapun syarat yang harus dipenuhi suatu adsorben adalah mempunyai luas permukaan yang besar, mempunyai pori atau merupakan butiran padatan yang sangat halus dan tidak bereaksi dengan adsorbat (Bernasconi, 1995).

Pada umumnya dikenal dua jenis adsorpsi, yaitu adsorpsi fisik atau adsorpsi Van der Waals dan adsorpsi kimia atau adsorpsi teraktivasi (Oscik, 1982). Adsorpsi fisik adalah adsorpsi yang disebabkan oleh interaksi antara adsorben dan adsorbat pada permukaan karena adanya gaya tarik Van der Waals atau ikatan hidrogen (Castellan, 1983), pada adsorpsi ini adsorbat tidak diikat dengan kuat pada permukaan adsorben sehingga mudah diganti oleh adsorbat yang lain. Adsorpsi fisik biasanya reversible (dapat balik) karena dapat dilepas kembali dengan adanya penurunan konsentrasi larutan. Menurut Larry, dkk (1992), adsorpsi fisik berlangsung cepat reversible dengan panas adsorpsi yang kecil, kira-kira 5,9 kkal/mol.

Adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang melibatkan ikatan valensi sebagai hasil pemakaian bersama elektron oleh adsorbat dan adsorben. Adsorpsi kimia berkaitan dengan pembentukan senyawa kimia yang melibatkan adsorben pada permukaan zat yang diserap (Oscik, 1982). Menurut Larry, dkk (1992), adsorpsi ini biasanya tidak reversible dengan panas adsorpsi lebih besar daripada adsorpsi fisika kira-kira 20-100 kkal/mol.

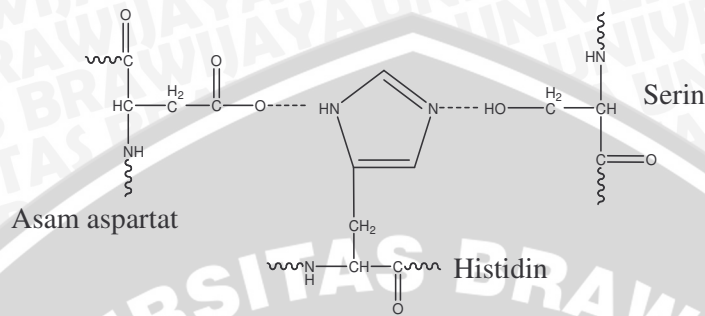
Faktor-faktor yang mempengaruhi adsorpsi adalah konsentrasi solut, jumlah adsorben, ukuran adsorben dan temperatur adsorpsi (Vaisya dan Gupta, 2002). Adsorpsi juga dapat dipengaruhi oleh pH, jenis adsorben, lama pengocokan, ukuran partikel adsorben (Ninova, dkk, 2002), ikatan yang ada dalam larutan (adsorbat) serta adanya ion lain (Lee, dkk., 2001).

2.10. Enzim Lipase

Lipase dapat mengkatalisis berbagai macam reaksi seperti esterifikasi, transesterifikasi dan hidrolisis. Lipase sebagai katalis untuk reaksi esterifikasi dapat diperoleh dari spesies mikroba dalam kemampuannya melakukan transesterifikasi trigliserida dengan alkohol rantai pendek menjadi alkil ester. Lipase *Mucor miehei* paling efisien mengubah trigliserida menjadi alkil ester dengan alkohol primer. *Mucor miehei* merupakan fungi yang berfilamen, penampakan fisiknya berwarna abu-abu, tidak memiliki rhizoid,

bersifat non patogenik dan non toksik pada manusia dan hewan (Jay, 1991)

Enzim lipase mengandung 3 asam amino utama yang sangat berperan dalam reaksi katalitiknya yaitu histidin, serin dan asam aspartat. Satu atom N pada cincin histidin berikatan hidrogen dengan atom H dari Serin, sedang N yang lain berikatan dengan atom O gugus karboksilat dari asam aspartat. Struktur lipase adalah sebagai berikut (Wong, 1995):



Gambar 2.12. Struktur sisi aktif lipase

2.11. Amobilisasi Enzim

Amobilisasi enzim adalah suatu keadaan dimana enzim yang secara fisik maupun kimia tidak bebas bergerak sehingga dapat dikendalikan atau diatur kapan enzim harus kontak dengan substrat (Fennema, 1996). Metode-metode amobilisasi enzim adalah (Belitz dan Grosch, 1987):

1. Metode *carier* (pengikatan enzim)
Pada metode ini, enzim terikat pada suatu matriks. Enzim terikat secara kovalen, dalam hal ini berarti enzim terikat secara kimia. Pada beberapa kasus, enzim dapat pula terikat secara fisik.
2. Metode penjebakan enzim
Enzim dijemak dalam kisi suatu polimer (metode kisi) atau di dalam membran semipermeabel (metode mikrokapsul).
3. Metode ikatan silang
Metode ini didasarkan pada pembentukan ikatan silang antara molekul-molekul enzim. Metode ini tidak menggunakan suatu matriks. Gugus fungsional dalam molekul enzim yang bisa digunakan untuk pembentukan

ikatan antar molekul seperti gugus amino dari lisin, gugus fenolik dari tirosin dan gugus imidazol dari histidin.

Metode *carier* merupakan metode yang pertama kali dipakai untuk amobilisasi enzim. Metode ini didasarkan atas pengikatan enzim secara langsung pada karier dan terdapat tiga macam cara pengikatan yaitu adsorpsi fisik, ikatan ionik dan ikatan kovalen (Belitz dan Grosch, 1987).

Pada umumnya enzim bebas, tidak stabil dan akan berkurang aktivitasnya pada penyimpanan yang lama. Untuk mempertahankan kemampuan melakukan reaksi biokatalitiknya maka dilakukan amobilisasi enzim. Proses amobilisasi enzim merupakan suatu usaha untuk menstabilkan enzim dan enzim dapat diikat agar dapat dipergunakan berulang kali (Wiseman, 1985). Menurut Suhartono (1989) metode ini berkembang karena dapat meningkatkan stabilitas enzim dan daya tahannya terhadap kondisi lingkungan ekstrim seperti pH dan suhu tinggi.

2.12 Hipotesis

1. Lama kristalisasi memberikan pengaruh terhadap karakter aluminosilikat mesopori
2. Aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum mampu mengadsorpsi enzim lipase

BAB III METODOLOGI

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Biokimia, Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang, selama kurang lebih dua bulan pada bulan Maret-April 2007. Karakterisasi gugus fungsi aluminosilikat hasil sintesis dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Malang, untuk penentuan struktur kristal dilakukan di BATAN, dan penentuan luas permukaan spesifik, ukuran pori dilakukan di Universitas Gajah Mada Yogyakarta.

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1. Bahan Kimia

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan p.a, yaitu setiltrimetilamonium bromida (CTAB), tetrametilamonium hidroksida (TMAOH), mesitilen (MES), aluminium sulfat ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), natrium hidroksida (NaOH), silika gel, asam klorida (HCl 37%(b/b), $\rho = 1,190 \text{ kg/L}$), $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, natrium kalium tartrat ($\text{NaKC}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), Na_2HPO_4 , asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$), akuades. Bahan lain yang digunakan adalah bahan *for biochemistry* yaitu Bovin Serum Albumin (BSA), sedangkan enzim lipase hasil isolasi *Mucor miehei* berupa ekstrak kasar yang dilakukan oleh Anugrawati (2007).

3.2.2. Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan adalah oven (Mettler U 30), tanur, desikator, cawan porselen, timbangan analitik, seperangkat alat gelas, botol polipropilen, botol sampel, saringan buchner, pompa vakum, kertas saring Whatman no.41, kertas pH universal, pengaduk magnetik, ayakan 250 dan 300 mesh, spektrofotometer inframerah (merk JASCO model FT/IR-410), *Surface Area Analyzer* (merk NOVA 1000) dan spektrometri-20.

3.3. Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam 3 tahap yaitu :

1. Sintesis Aluminosilikat Mesopori
2. Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori
 - a. Penentuan volume pori, diameter rata-rata pori, dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan *surface area analyzer*
 - b. Penentuan struktur kristal pada kondisi optimum dengan difraktometer
 - c. Penentuan gugus fungsional kristal pada kondisi optimum dengan spektrofotometer infra merah
 - d. Penentuan kemampuan adsorpsi enzim lipase terhadap aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum
3. Analisis Data

3.4. Prosedur Kerja

3.4.1. Sintesis Aluminosilikat Mesopori pada Berbagai Lama Kristalisasi

Penelitian ini mengacu pada metode Beck (1992) dan Kawi dan Lai (1998) kecuali dilakukannya variasi lama kristalisasi. Larutan yang mengandung TMAOH dan silika dengan pH 11 dalam wadah polipropilen (larutan 2) (Lampiran L.1.2.1) ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan campuran antara surfaktan CTAB dan aluminium sulfat dengan pH 11 (larutan 1) (Lampiran L.1.2.2) sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Kemudian ke dalam campuran tersebut ditambahkan sedikit demi sedikit mesitilen (MES) sebanyak 2,75 g sambil diaduk selama 1 jam. Selanjutnya wadah campuran ditutup dan campuran dipanaskan dalam oven pada temperatur 96°C dengan variasi lama kristalisasi 24, 48, 72 dan 96 jam. Campuran didinginkan dan dicuci dengan akuades sampai pH air pencucinya sama dengan akuades dan dikeringkan pada temperatur 110°C selama 1 jam. Kristal yang terbentuk dikalsinasi pada 550°C selama 3 jam. Kristal padatan mesopori yang dihasilkan (berbentuk serbuk) diayak dengan ayakan 250 dan 300 mesh. Sintesis dilakukan dua kali dan produk yang

diperoleh, dicampur dan dihomogenisasi. Kemudian dilakukan karakterisasi.

3.4.2. Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori

3.4.2.1. Penentuan Volume Pori, Diameter Rata-rata Pori, Dan Luas Permukaan Spesifik Padatan Menggunakan *Surface Area Analyzer*

Produk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan *Surface Area Analyzer* untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran pori.

Sebelum dikarakterisasi dengan menggunakan *Surface Area Analyzer* terlebih dahulu aluminosilikat mesopori hasil sintesis ditimbang, kemudian dipanaskan pada temperatur 110 °C dan selanjutnya ditempatkan dalam desikator sampai diperoleh berat konstan. Selanjutnya dilakukan *degassing* sampel dengan menggunakan gas N₂ pada kecepatan alir 40mBar/menit pada temperatur 150 °C selama 1 jam, selanjutnya dilakukan pengukuran dengan *Surface Area Analyzer*, sehingga diperoleh data volume gas N₂ yang teradsorpsi pada sampel. Data tersebut diolah dengan metode BET dan POD untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori-pori, dan jari-jari pori.

3.4.2.2. Karakterisasi Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis pada Lama Kristalisasi Optimum Dengan Difraktometer

Karakterisasi aluminosilikat hasil sintesis pada kondisi optimum, dilakukan dengan pengamatan pola difraktogram sinar-X yang bertujuan untuk mengetahui pola difraksi pada daerah sudut difraksi tertentu yang dapat memberikan informasi mengenai sistem kristal secara spesifik.

Sampel dimasukkan ke dalam tabung kapiler berdinding gelas tipis selanjutnya ditempatkan pada pusat silinder kamera sinar-X dan sehelai film ditempatkan pada pusat dinding sebelah dalam. Pada sampel dikenakan sinar-X sehingga terjadi difraksi. Identifikasi kristal hasil sintesis dilakukan dengan cara membandingkan nilai sudut difraksi dan nilai d dari kristal hasil sintesis dengan data peneliti terdahulu.

3.4.2.3. Penentuan Gugus Fungsional Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis pada Lama Kristalisasi Optimum Menggunakan Spektrofotometer Inframerah

Penentuan gugus fungsi aluminosilikat dengan spektrofotometri inframerah dilakukan dengan preparasi sampel, sampel diambil kira-kira 2 mg dimasukkan ke dalam mortal agate dan ditambahkan KBr kira-kira 1 gram. Semua bahan sebelumnya dikeringkan terlebih dahulu dalam oven pada suhu sekitar 100°C. Campuran sampel dan KBr digerus sehalus mungkin dan sehomogen mungkin. Kemudian disiapkan alat pencetak pellet, campuran sampel dan KBr dimasukkan ke dalam pencetak pellet hingga permukaannya rata dan diberi tekanan sekitar 8000 psi dengan pompa hidrolik selama 5 menit agar terbentuk lapisan tipis yang memiliki ketebalan kira-kira 0,01 mm. Kemudian dilakukan pengukuran spektra pada daerah bilangan gelombang antara 4000 – 400 cm⁻¹.

3.4.2.4. Penentuan Kemampuan Adsorpsi Enzim Lipase Terhadap Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis pada Lama Kristalisasi Optimum

Disiapkan 1, 2, 3, 4, 5 mL enzim lipase murni kemudian masing-masing diencerkan dengan buffer sitrat fosfat pH 5 hingga volume 5 mL. Larutan enzim dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berisi 0,1 gram aluminosilikat mesopori hasil sintesis. Campuran dikocok dengan pengocok elektrik selama 2 jam dengan kecepatan 100 rpm pada temperatur kamar agar enzim lipase teradsorpsi secara sempurna. Kemudian disentrifugase selama 20 menit dengan kecepatan 3000 rpm pada temperatur 4°C. Supernatan yang diperoleh, diukur kadar proteinnya dengan metode Biuret. 2 mL supernatan yang diperoleh, ditambah dengan 8 mL pereaksi Biuret dan 2 mL larutan BSA 5000 ppm. Selanjutnya dipanaskan pada 50°C selama 30 menit. Serapan larutan diukur pada $\lambda = 550$ nm. Perlakuan diulang tiga kali.

3.4.2.5. Penentuan Konsentrasi Enzim Lipase Secara Spektrofotometri Dengan Metode Biuret

a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (Mahardhika, 2007)

Dipipet sebanyak 2 mL larutan standar BSA 5000 ppm dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 8 mL reagen biuret dan 2 mL buffer sitrat fosfat pH 5 lalu dikocok dan diinkubasi pada temperatur 50°C selama 30 menit. Larutan diukur dengan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 460 – 590 nm. Perlakuan ini dilakukan duplo. Blanko yang digunakan adalah larutan campuran antara reagen biuret dan buffer sitrat fosfat pH 5.

b. Pembuatan Kurva Standar BSA (Mahardhika, 2007)

Sebanyak 2 mL larutan standar BSA (1000, 2000, 3000, 4000, 5000, 6000, 7000, 8000, 9000 ppm) dimasukkan pada tabung reaksi berbeda lalu ditambah 8 mL reagen biuret dan 2 mL buffer sitrat fosfat pH 5 lalu dikocok dan diinkubasi pada temperatur 50°C selama 30 menit. Larutan standar diukur absorbansinya pada panjang gelombang 550 nm. Hasil pengukuran absorbansi larutan standar pada berbagai konsentrasi digunakan untuk membuat grafik hubungan konsentrasi dan absorbansi guna penentuan persamaan regresi standar $y = ax$ dengan y = absorbansi dan x = konsentrasi.

c. Penentuan Konsentrasi Enzim Sisa

Sebanyak 2 mL supernatan dari prosedur 3.4.2.4 dimasukkan pada tabung reaksi lalu ditambah 8 mL reagen biuret dan 2 mL larutan standar BSA 5000 ppm. Campuran kemudian dikocok dan diinkubasi pada temperatur 50°C selama 30 menit, kemudian diukur absorbansi pada panjang gelombang 550 nm untuk menentukan konsentrasi enzim sisa secara spektrofotometri. Konsentrasi enzim sisa yang diperoleh digunakan untuk menentukan enzim yang teradsorpsi dalam aluminosilikat mesopori dengan rumus sebagai

berikut:

$$\text{volume X} \left(\frac{\text{kadar protein lipase awal} - \text{kadar protein lipase akhir}}{g \text{ alu min osilikat}} \right)$$

3.4.3. Analisis Data

Data yang diperoleh dari penelitian ini selanjutnya dianalisis dengan metode analisis deskriptif. Data karakter aluminosilikat mesopori hasil sintesis yang meliputi luas permukaan spesifik padatan, volume pori, dan diameter pori dianalisis dengan menggunakan metode BET dan POD. Data luas permukaan spesifik (S_{BET}), volume pori (V_p) dan diameter pori (D_p) yang diperoleh, digunakan untuk menyusun grafik hubungan antara lama kristalisasi dengan masing-masing data tersebut, sehingga dapat diketahui lama kristalisasi yang memberikan harga luas permukaan spesifik (S_{BET}) optimum serta harga volume pori (V_p) dan diameter pori (D_p) pada luas permukaan spesifik (S_{BET}) optimum tersebut. Data struktur kristal aluminosilikat mesopori diinterpretasikan dengan cara mencocokkan data *d-spacing* tiap-tiap puncak padatan hasil sintesis dengan data *d-spacing* difraktogram aluminosilikat mesopori pada penelitian sebelumnya sehingga dapat ditentukan jenis kristal yang terbentuk. Data gugus fungsional kristal dianalisis dengan menentukan ada tidaknya gugus fungsi yang terkait dengan Aluminosilikat mesopori.

Data kemampuan adsorpsi enzim lipase terhadap Aluminosilikat mesopori dianalisis secara statistik dengan menggunakan metode analisa rancangan acak lengkap (RAL). Data percobaan diuji dengan tingkat kepercayaan 95% atau beda nyata terkecil (BNT) 5%.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis aluminosilikat mesopori dengan menggunakan 4 variasi lama kristalisasi, yaitu 24, 48, 72, dan 96 jam untuk mengetahui lama kristalisasi mana yang memberikan karakter optimum untuk adsorpsi enzim lipase.

Sintesis aluminosilikat didasarkan pada metode Beck (1992) dan Kawi dan Lai (1998), yaitu diawali dengan pembuatan larutan 1 dan larutan 2 (Lampiran L.1.2) dengan tujuan untuk mencegah pembentukan gel antara surfaktan dan silika yang terlalu cepat sehingga pembentukan dinding pori menjadi tidak homogen. Larutan 1 mengandung surfaktan dan aluminium sulfat, sedangkan larutan 2 mengandung TMAOH dan silika gel. Kondisi sintesis dilakukan dalam suasana basa, karena dalam suasana basa Al dan Si membentuk spesies bermuatan negatif, yaitu membentuk $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ (Swaddle, 1994) dan oligomer silikat yang cenderung bermuatan negatif (Jansen, 1992) sehingga pembentukan polimer menjadi tidak terlalu cepat, dengan harapan pembentukan dinding pori lebih homogen.

Surfaktan CTAB dalam penelitian ini berfungsi sebagai cetakan pori. Surfaktan tersebut membentuk misel tabung dengan bagian hidrofobik (ekor surfaktan) berkumpul di bagian dalam tabung (karena media yang digunakan pada sintesis ini adalah media air), sedangkan bagian hidrofilik (kepala surfaktan) berada di luar dan berikatan dengan polimer aluminosilikat yang bermuatan negatif pada atom Al secara ionik. Ketebalan polimer aluminosilikat dapat bervariasi. Akibat ikatan antara polimer dan misel tabung yang terjadi, maka terjadilah penggabungan tabung-tabung tersebut membentuk padatan mesofasa yang terdiri atas cetakan pori yang dibentuk oleh surfaktan dengan dinding pori yang dibentuk oleh polimer aluminosilikat, sebagaimana digambarkan dalam Gambar 2.3.

Tujuan penambahan TMAOH adalah untuk membuat jarak Al yang satu dengan yang lain menjadi berjauhan, agar polimer aluminosilikat lebih stabil. Hal ini mengingat Al-O lebih polar dari pada Si-O sehingga lebih rentan kerusakannya akibat serangan OH^- . Sesuai dengan penjelasan Barrer (1982) bahwa sintesis yang

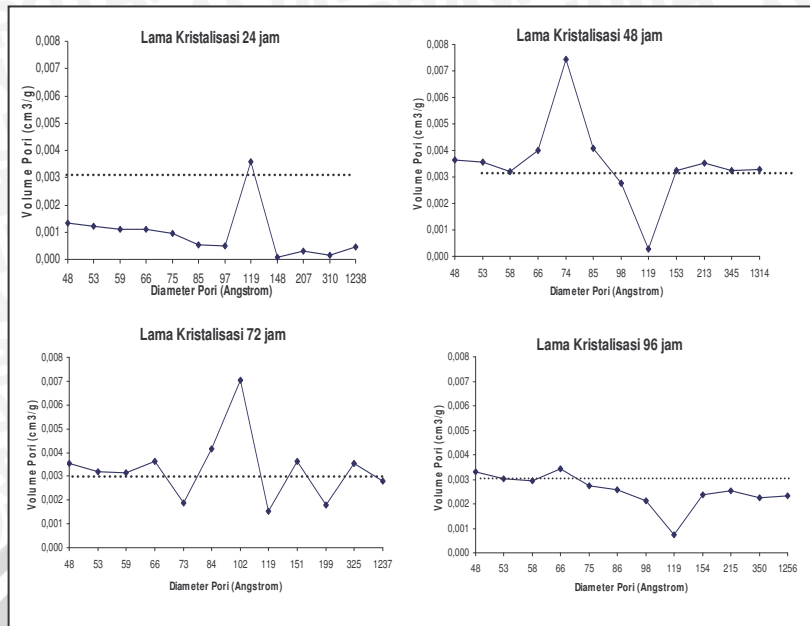
melibatkan TMA^+ mengandung lebih kaya Si dibandingkan dengan tanpa TMA^+ .

Penambahan larutan 2 ke dalam larutan 1 dilakukan sedikit demi sedikit. Hal ini dimaksudkan agar pembentukan dinding polimer aluminosilikat merata dan menghambat polimerisasi lokal. Ke dalam campuran ini ditambahkan mesitilen (MES) untuk memperlebar pori misel, sehingga cetakan yang terbentuk menjadi lebih lebar dan diharapkan ukuran pori kristal yang terbentuk juga besar. MES merupakan senyawa nonpolar sehingga mudah terjebak di dalam misel yang juga bersifat nonpolar. Hal ini mendesak surfaktan membentuk misel menjadi lebih lebar.

Pemanasan campuran pada temperatur 96°C bertujuan untuk mengoptimalkan pembentukan kristal mesofasa. Sebelum dipanaskan, reaksi terjadi secara mendadak. Namun setelah dilakukan pemanasan, memungkinkan terjadinya penataan ulang. Dimana kristal mesofasa yang telah terbentuk akan melarut kembali, selanjutnya reaksi akan terjadi kembali secara perlahan. Sedangkan kalsinasi kristal mesofasa pada temperatur 550°C selama 3 jam ditujukan untuk menghilangkan surfaktan, mesitilen dan TMAOH pada kristal mesofasa, sehingga pori menjadi terbuka dan dihasilkan mesopori. Untuk menyamakan ukuran partikel aluminosilikat mesopori yang terbentuk, dilakukan pengayakan dengan ayakan 250-300 mesh. Ukuran partikel akan berpengaruh terhadap luas permukaan padatan pada saat karakterisasi dengan adsorpsi gas N_2 .

4.1. Penentuan Lama Kristalisasi Optimum

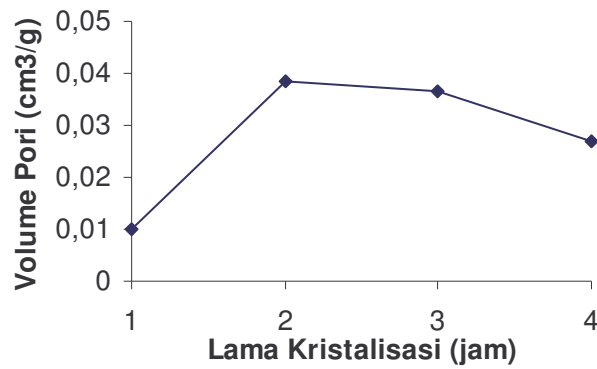
Sintesis aluminosilikat mesopori pada penelitian ini melibatkan kristalisasi secara hidrotermal, yaitu melibatkan pemanasan larutan dengan pelarut air sehingga terbentuk kristal. Selama proses hidrotermal, oligomer silikat membentuk monomer yang diikuti terjadinya polimerisasi ulang. Pada penelitian ini dilakukan variasi lama kristalisasi 24, 48, 72, dan 96 jam. Untuk menentukan lama kristalisasi optimum dilakukan pengukuran adsorpsi gas N_2 . Data adsorpsi yang diperoleh kemudian diolah dengan menggunakan metode BET (Lampiran 4) dan dengan metode POD (Lampiran 5) sehingga diperoleh data volume pori, luas permukaan, diameter pori mesoporositas dan pola distribusi ukuran pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada berbagai lama kristalisasi.



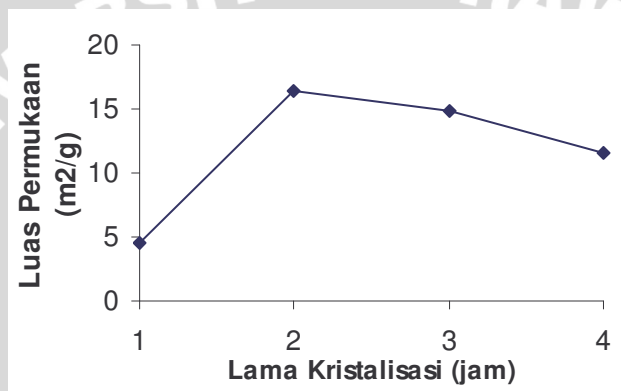
Gambar 4.1. Pola distribusi ukuran pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis untuk daerah mesopori potensial enzim lipase pada berbagai lama kristalisasi.

Tabel 4.1. Data karakter aluminosilikat mesopori hasil sintesis untuk daerah mesopori potensial enzim lipase pada berbagai lama kristalisasi

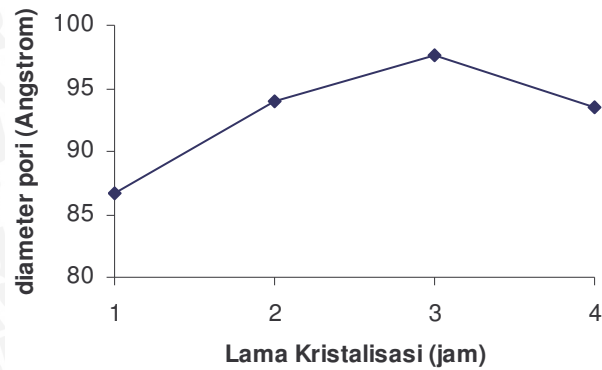
Lama Kristalisasi (jam)	Volume mesopori pot.lipase(cm ³ /g)	Luas Permukaan Mesopori.Pot.Lipase (m ² /g)	Diameter mesopori pot. lipase (Angstrom)	Mesoporositas Mesopori pot.Lipase(%)
24	0,009	4,591	86,628	5,11
48	0,039	16,403	93,930	16,97
72	0,036	14,895	97,666	13,31
96	0,027	11,559	93,431	11,00



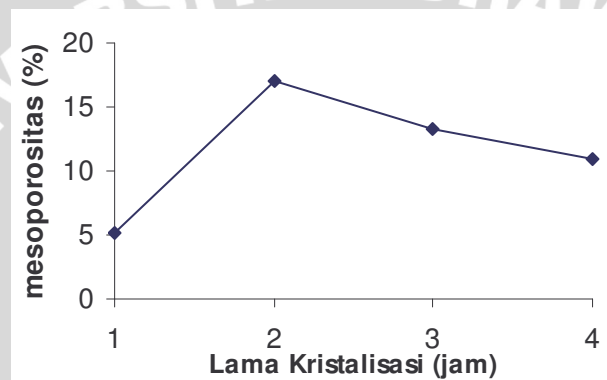
Gambar 4.2. Pengaruh lama kristalisasi terhadap volume pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial lipase



Gambar 4.3. Pengaruh lama kristalisasi terhadap luas permukaan aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial lipase



Gambar 4.4. Pengaruh lama kristalisasi terhadap diameter pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial lipase



Gambar 4.5. Pengaruh lama kristalisasi terhadap % mesoporositas aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial lipase

Ditinjau dari pola distribusi ukuran pori (Gambar 4.1) dapat dilihat bahwa lama kristalisasi berpengaruh terhadap sebaran ukuran pori. Dari lama kristalisasi 24 jam ke 48 jam terjadi kenaikan kurva yang menjelaskan bahwa terjadi peningkatan jumlah pori pada diameter pori secara keseluruhan yang berakibat pada peningkatan volume pori (Gambar 4.2). Hal ini juga berpengaruh pada

peningkatan luas permukaan seperti ditunjukkan oleh Gambar 4.3. Kemungkinan hal ini disebabkan karena dengan penambahan lama kristalisasi, kristal mesofasa akan mengalami penataan ulang. Akibatnya polimerisasi akan semakin sempurna (Huo, 1994), sehingga pembentukan kristal mesofasa semakin rigid dan menghasilkan padatan mesopori yang stabil selama kalsinasi berlangsung. Diameter pori juga mengalami kenaikan (Gambar 4.4), hal ini diperkirakan karena dengan penambahan lama kristalisasi proses pembentukan cetakan pori semakin baik. Pendistribusian mesitilen ke pusat cetakan pori semakin merata dengan jumlah yang banyak, dimana fungsi dari mesitilen adalah memperlebar cetakan pori.

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa dari lama kristalisasi 24 jam ke 48 jam terjadi peningkatan mesoporositas pada daerah mesopori potensial untuk lipase. Hal ini kemungkinan disebabkan karena baik luas permukaan mesopori potensial lipase maupun luas permukaan daerah total sama-sama mengalami kenaikan, namun kenaikan luas permukaan daerah mesopori potensial lipase lebih tinggi.

Dari lama kristalisasi 48 jam ke 72 jam, kurva pola distribusi pori (Gambar 4.1) pada diameter pori secara rata-rata mengalami penurunan terutama pada diameter 73, 119, 199, 1237 Angstrom. Begitu juga dari lama kristalisasi 72 jam ke 96 jam. Hal ini menunjukkan terjadinya penurunan jumlah pori, sehingga volume pori (Gambar 4.2) juga semakin kecil. Akibatnya luas permukaan juga menurun (Gambar 4.3). Hal ini kemungkinan disebabkan oleh terlalu lama lama kristalisasi yang diterapkan, kristal mesofasa yang telah terbentuk mengalami kerusakan. Kondisi sintesis yang digunakan adalah suasana basa, sedangkan polimer aluminosilikat mudah bereaksi dengan OH^- sehingga mengakibatkan pembentukan dinding pori semakin tidak optimal.

Diameter pori yang dihasilkan dari lama kristalisasi 48 jam ke 72 jam mengalami kenaikan. Diameter mesopori potensial merupakan rata-rata dari semua diameter pori pada daerah mesopori potensial. Pada lama kristalisasi 48 jam kurva mengalami kenaikan pada diameter 74 Angstrom, sedangkan pada lama kristalisasi 96 jam kenaikan terjadi pada diameter pori 102 Angstrom. Untuk diameter pori dari lama kristalisasi 72 jam ke 96 jam mengalami penurunan (Gambar 4.4), kemungkinan hal ini akibat dari terlalu banyak lama kristalisasi yang diterapkan, akan memicu terjadinya penataan ulang

kristal mesofasa, dan pendistribusian jumlah mesitilen cenderung tidak merata kembali.

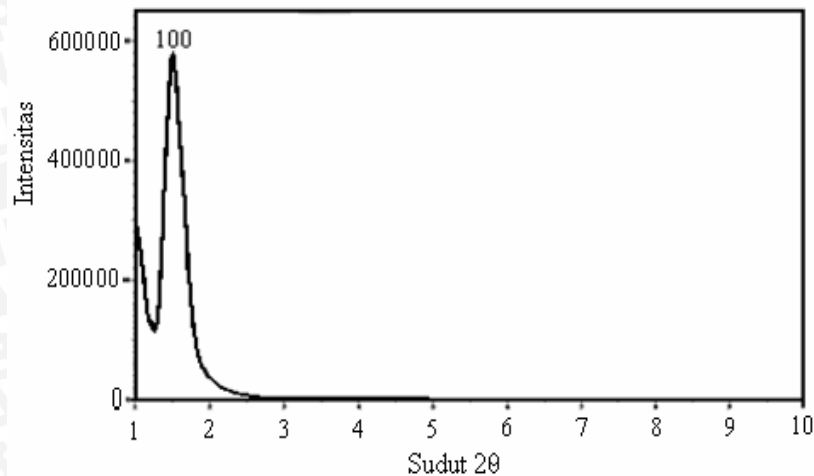
Dilihat dari Gambar 4.5, mesoporositas dari lama kristalisasi 48 jam hingga 96 jam mengalami penurunan. Hal ini diperkirakan akibat dari penurunan luas permukaan daerah total lebih besar dari pada penurunan luas permukaan daerah mesopori potensial lipase.

Dilihat dari data pola distribusi pori, volume pori, luas permukaan, dan diameter pori yang potensial untuk dimasuki enzim, dapat diketahui bahwa bahan mesopori yang optimum sebagai matriks enzim lipase adalah pada lama kristalisasi 48 jam.

4.2. Penentuan Struktur Kristal Hasil Sintesis pada Lama Kristalisasi 48 jam (lama kristalisasi optimum) dengan Difraktometer

Aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X untuk menentukan jenis kristal yang terbentuk apakah benar-benar heksagonal seperti yang dihasilkan dari sintesis Beck, dkk., (1992). Padatan mesopori berbeda dengan padatan mikropori, padatan mesopori selalu memberikan puncak utama di daerah sudut difraksi kecil ($2\theta < 5^\circ$) karena mempunyai jarak bidang difraksi yang besar.

Pola difraksi sinar-X aluminosilikat pada lama kristalisasi optimum ditunjukkan pada gambar 4.6, dengan membandingkan pola difraktogram pada sintesis aluminosilikat heksagonal yang dilakukan oleh Poppl (1995) pada Gambar 2.9, dapat diperkirakan bahwa produk yang terbentuk merupakan kristal heksagonal mesopori. Adanya perbedaan letak 2θ antara puncak difraktogram hasil sintesis dan pembanding disebabkan karena adanya perbedaan diameter pori produk. Hal ini didukung oleh Beck, dkk., (1992) yang menunjukkan bahwa semakin besar diameter pori bahan tersebut semakin besar harga d_{100} , sehingga semakin kecil posisi 2θ puncak difraktogram.



Gambar 4.6 Difraktogram sinar-X dari aluminosilikat mesopori hasil sintesis

4.3. Penentuan Gugus Fungsional Kristal Hasil Sintesis pada Lama Kristalisasi 48 jam (lama kristalisasi optimum) menggunakan Spektrofotometer Infra merah

Karakterisasi dengan spektrofotometer infra merah dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsional. Pada penelitian ini telah dilakukan karakterisasi produk dengan spektrofotometer infra merah agar diketahui ada tidaknya gugus fungsi yang terkait dengan aluminosilikat, sifat kepolaran permukaan ditinjau dari ada atau tidaknya gugus OH. Spektrofotometri infra merah dapat digunakan untuk mengkaji polimer anorganik silika maupun aluminosilikat. Hal ini karena vibrasi pada ikatan T-O ($T = \text{Si, Al}$) di dalam polimer tersebut memberikan spektra yang khas pada daerah infra merah tengah, yaitu pada $1250\text{--}300\text{ cm}^{-1}$. Pola spektra aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum ditunjukkan pada Gambar 4.7 dan Gambar 4.8, sedangkan data spektra infra merah terdapat dalam Tabel 4.2.

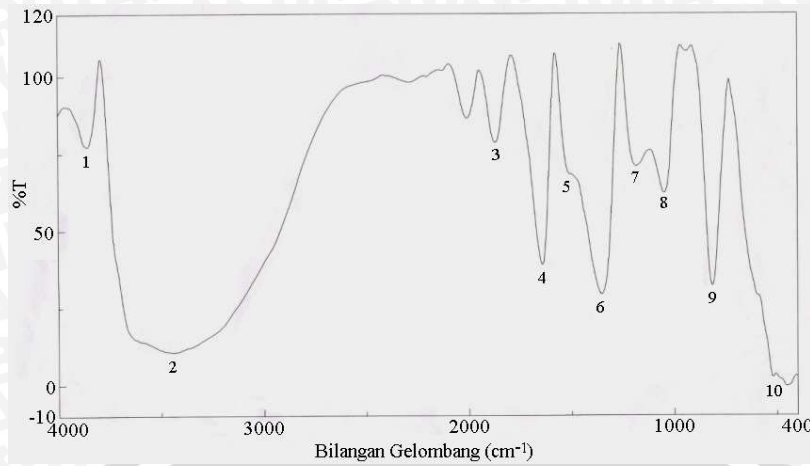
Dari data pada Tabel 4.2 diketahui bahwa pita 7, 8, 9, 10, 11 merupakan pita yang menjadi ciri khas senyawa aluminosilikat. Pita tersebut merupakan serapan TO_4 dari silika dan alumina dalam polimer aluminosilikat.

Aluminosilikat mempunyai gugus-gugus OH yang berasal dari gugus silanol terkait pita 1. Gugus-gugus OH tersebut menyebabkan aluminosilikat bersifat cukup polar sehingga mudah menyerap air kembali. Hal ini menyebabkan aluminosilikat hasil sintesis masih mengandung molekul air ditinjau dari keberadaan pita 2, meskipun telah dilakukan pemanasan yang cukup tinggi saat kalsinasi pada proses sintesis aluminosilikat.

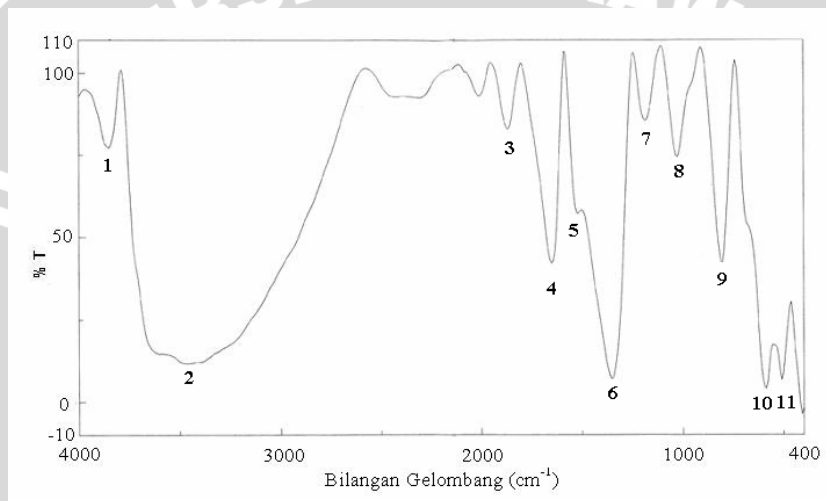
Pita 3, 4, 5 dan 6 menunjukkan bahwa aluminosilikat mengandung senyawa aromatik. Hal ini dimungkinkan berasal dari sisa mesitilen yang belum terdekomposisi secara sempurna saat kalsinasi.

Adanya enzim teramobil dalam aluminosilikat dapat dibuktikan bahwa pita 6 pada spektra (aluminosilikat + enzim) intensitasnya meningkat, yang diakibatkan tumpang tindih dengan rentangan COO^- milik enzim. Pita 7 pada spektra (aluminosilikat+enzim) juga lebih tajam dibanding dengan pita 7 pada spektra aluminosilikat. Hal ini disebabkan enzim yang terikat pada situs negatif polimer, sehingga intensitas TO eksternal menjadi lebih kuat. Pita 11 yang menunjukkan pori aluminosilikat menjadi lebih besar intensitasnya dengan adanya enzim teradsorpsi.





Gambar 4.7. Spektra inframerah aluminosilikat mesopori pada lama kristalisasi 48 jam sebelum amobilisasi



Gambar 4.8. Spektra inframerah aluminosilikat mesopori pada lama kristalisasi 48 jam setelah amobilisasi lipase

Tabel 4.2. Data bilangan gelombang spektra infra merah dan interpretasinya

No	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Interpretasi	Data dari referensi (cm ⁻¹)
	Alumino Silikat (a)	Lipase amobil (b)		
1	3759,275	3743,75	Vibrasi OH pada silanol	3750-3650 (Hay dan Hema, 1998)
2	3440,39	3463,53	Vibrasi OH pada H ₂ O	3500-3400 (Hay dan Hema, 1998)
3	1866,76	1865	fenil	1660-2000 (Sastroamidjojo, 1992)
4	1643,05	1650,77	tekuk OH	1500-1650 (Sastroamidjojo, 1992)
5	1525	1513	C=C aromatik	1450-1600 (Sastroamidjojo, 1992)
6	1357,64	1349,63	CH ₃ bending Rentangan COO	1350-1360 Dekat 1400 (Silverstein, 2005)
7	1179	1167,94	TO asimetri eksternal	± 1200 (Hay dan Hema, 1998)
8	1049,09	1025,94	TO asimetri internal	950-1100 (Hay dan Hema, 1998)
9	817,67	809,96	TO simetri eksternal	800-900 (Hay dan Hema, 1998)
10	593	586,25	Tekuk T-O	458-565 (Gritco, dkk., 2005)
11	450	420	Pori	500-420 (Kurniawati, 2004)

Keterangan : T : Si , Al

4.4. Penentuan Kemampuan Adsorpsi Enzim Lipase Terhadap Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis

Uji kemampuan adsorpsi dilakukan untuk mengetahui kemampuan adsorpsi aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi optimum yaitu 48 jam pada lipase dengan variasi konsentrasi lipase. Lipase berukuran 48 Å (Fessner, 2000), sementara dari data karakterisasi aluminosilikat mesopori mempunyai diameter pori 93,930, sehingga lipase dapat diadsorpsi oleh aluminosilikat mesopori.

Pengikatan lipase dengan aluminosilikat mesopori diperkirakan terjadi secara adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia. Secara adsorpsi fisik lipase dapat masuk ke dalam pori melalui interaksi dengan gaya Van der Waals antara rantai polimer Si-O-Si yang tidak bermuatan dengan protein enzim yang polar dan bermuatan. Sedangkan secara adsorpsi kimia didasarkan pada interaksi elektrostatik melalui reaksi tukar menukar kation sebagai berikut:



Keterangan :

M = aluminosilikat mesopori

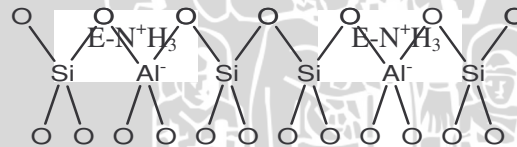
H = atom H

E-N⁺H₃ = enzim lipase

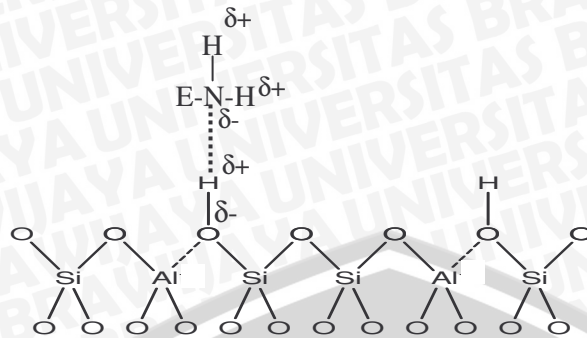
Aluminosilikat membentuk asam Bronsted dimana polimer tersebut mengikat H⁺ yang terikat pada atom oksigen (Gambar 2.2). H⁺ tersebut digantikan oleh E-N⁺H₃ (enzim lipase).

Interaksi yang mungkin terjadi pada enzim terhadap aluminosilikat :

1. interaksi ionik : terjadi pada muatan (+) pada E-N⁺H₃ dan muatan (-) pada polimer aluminosilikat



2. ikatan hidrogen

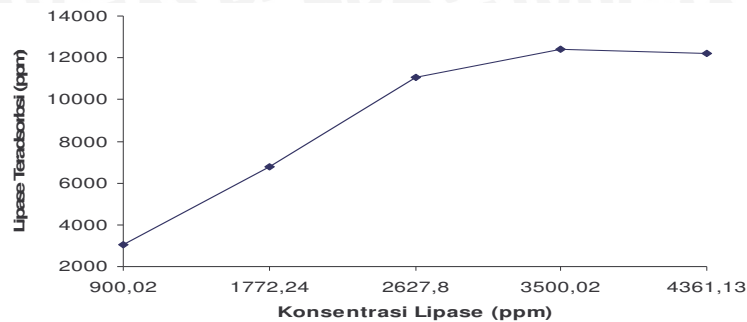


3. gaya van der waals

- ion dengan dipol
antar ion COO^- pada enzim lipase dengan OH pada silanol
- non dipol – non dipol
antara rantai hidrokarbon pada enzim dengan rantai Si-O-Si pada aluminosilikat
- dipol – dipol
antara atom N pada enzim lipase dan atom OH pada silanol

Menurut Anugrawati (2007) pH 5 merupakan pH optimum untuk lipase pada saat bereaksi dengan substrat. Lipase mempunyai pH isoelektrik 6,5 (Shimada, dkk, 1993), sehingga pada pH 5 lipase akan bermuatan positif. Ukuran E-NH_3^+ yang lebih besar dari kation H^+ menyebabkan E-NH_3^+ mampu mendorong H^+ lepas dari ikatannya dengan polimer aluminosilikat.

Kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis dalam mengadsorpsi lipase ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9. Adsorpsi lipase pada aluminosilikat dengan berbagai konsentrasi lipase

Dari Gambar 4.8 ditunjukkan adanya lipase yang teradsorpsi oleh aluminosilikat mesopori hasil sintesis. Hal ini ditunjukkan oleh kenaikan grafik, yaitu mulai konsentrasi lipase 900,02 ppm hingga 3500,02 ppm, dimana adsorpsi lipase dalam aluminosilikat meningkat tajam. Kenaikan adsorpsi ini disebabkan adanya perbedaan muatan yang besar antara fasa ruah dan permukaan aluminosilikat, sehingga lipase dapat berdifusi menuju aluminosilikat, selain itu hal ini juga dipengaruhi oleh adanya ruang yang cukup besar untuk enzim. Pada konsentrasi 3500,02 ppm sampai 4361,13 ppm adsorpsi relatif konstan, hal ini kemungkinan karena sudah tidak tersedia ruang pori yang dapat ditempati enzim atau kemungkinan juga muatan (-) pada aluminosilikat sudah mengikat $E-NH_3^+$ semuanya.

Hasil tersebut didukung oleh uji statistik berdasarkan analisis ragam (Lampiran 12) didapatkan $F_{hitung} > F_{tabel 0,05}$ sehingga dapat dinyatakan bahwa terdapat perbedaan perlakuan konsentrasi terhadap adsorpsi lipase pada aluminosilikat yang ditunjukkan oleh jumlah lipase yang teradsorpsi. Untuk mengetahui perbedaan perlakuan masing-masing maka dilakukan uji $BNT_{0,05}$ (Tabel L.12.3) sehingga diketahui perlakuan pada masing-masing konsentrasi (900,02; 1772,24; 2627,8 3500,02) ppm terdapat perbedaan yang nyata satu sama lain. Sedangkan pada konsentrasi 3500,02 dan 4361,13 ppm tidak berbeda nyata karena selisih rata-rata lebih kecil dari nilai BNT, hal ini ditunjukkan pada grafik yang relatif konstan pada konsentrasi 3500,02 sampai 4361,13 ppm.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

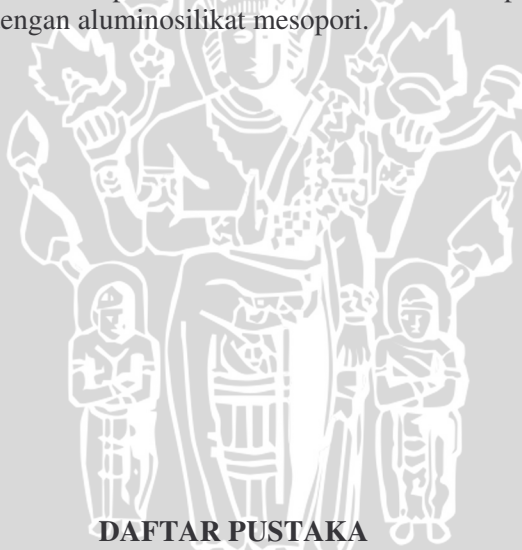
5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Lama kristalisasi 48 jam merupakan kondisi sintesis yang memberikan karakter aluminosilikat optimum.
2. Aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum pada daerah mesopori potensial untuk enzim lipase mempunyai karakter : diameter pori 93,930 Å, luas permukaan spesifik 16,403 m²/g, volume pori 0,039 cm³/g, dan mesoporositas 16,97 % dengan struktur kristal heksagonal dan mempunyai gugus fungsi permukaan Si-O, Al-O dan OH.
3. Aluminosilikat mesopori pada lama kristalisasi 48 jam mampu mengadsorpsi enzim lipase secara maksimal pada konsentrasi 3,5 mg/mL dengan jumlah lipase yang teradsorpsi 123,89 mg/g.

5.2. Saran

Dalam penelitian ini baru dikaji tentang kemampuan adsorpsi aluminosilikat mesopori terhadap enzim lipase, tetapi belum menyentuh potensi aluminosilikat mesopori sebagai matriks enzim lipase dalam kaitannya dengan reaksi enzimatis lipase. Oleh karena itu perlu dilakukan penentuan aktivitas enzim lipase yang diamobilisasi dengan aluminosilikat mesopori.



DAFTAR PUSTAKA

Anugrawati, R., 2007, **Penentuan Kondisi Optimum Aktivitas Lipase Hasil Isolasi Dari *Rhizopus Oryzae* pada Esterifikasi Laktosa**, *Skripsi*, Universitas Brawijaya, Malang

Bandyopadhyay, M., 2004, **Synthesis of Mesoporous MCM-48 with Nanodispersed Metal and Metal Oxide Particles inside the Pore System**, *Dissertation*, Bochum University, German

Beck., J. S., Vartulli, J. C., Roth, W. J., 1992, **A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Cristal Template**, *J. Am. Chem. Soc.*, 114, 1083-10843

Belitz, H.D., dan W Grosch, 1987, **Food Chemistry**, Springer-Verlag, Berlin, pp 118-120

Bernasconi, G., 1995, **Teknologi Kimia**, Bagian 2, Cetakan 1, Alih Bahasa oleh Lienda Handojo, Penerbit PT. Pradya Paramita, Jakarta

Castellan, G.M., 1983, **Physical Chemistry**, 6th Ed, Addison Wisley Publishing Co., London, pp 407-410

Chao, K., Jonathan, D., dan Mark, J., 2001, **Interval Physics : Contact Angel of Surfactan Solution on a Rain-X Coated Substrate**, *J. PGSS*, 1-13

Deravane, 1992, **Zeolite Microporous Solids : Synthesis, Structure, and Reactivity**, 193-223, Kluwer Academic Publisher, Netherland

Fennema, O.R., 1996, **Food Chemistry**, 3rd ed., Marcell Dekker, Inc., New York, pp 455, 504

Fessner, W.D., 2000, **Biocatalysis from Discovery to Application**, Springer-Verlag, Germany, pp 96, 106

Firouzi, D., Kumar, D., and Bull, K. M., 1995, **Cooperative Organization Of Inorganic-Surfactant And Biomimetics Assemblies**, *Science*, 267, 1138-1143

Girindra, A., 1988, **Biokimia**, Gramedia, Jakarta.

Gritco, Moldovan, and Simon, V., 2005, **Thermal dan Infrared Analyses of Aluminosilicate Glass**, *Journal of Optoelectronics dan Advanced Materials* Vol. 7, No. 6, December 2005, pp 2845 – 2847, Diakses tanggal 10 September 2006

Guth, J. L., 1992, **Conventional Crystalline Microporous Solid, Zeolith Microporous solid : Synthesis, Structure, and Reactivity**, Kluwer Academic Publishers, Netherland, p70

Hamdan, H., 1992, **Introduction to Zeolites : Synthesis, Characterization, and Modification**, University Technology Malaysia, Malaysia, pp10-14

Hay, J.N., and H.M Raval, 1998, **Solvent-Free Synthesis Of Binary Inorganic Oxides**, *Journal Mater. Chem.*, pp 1233–1239, Diakses tanggal 10 September 2006

Huo, Q., Margolese, David, I. M., Ulrike, C., Dirk, G. D., Pingyun, F., Thurman, E. G., Peter, S., Ali, F., Bradley, F. C., Ferdi, S., and Galen, D. s., 1994, **Generalized Synthesis of Periodic Surfactant /Inorganic Composite Materials**, *Nature*, 336, 317-323

<http://en.wikipedia.org/wiki/Mesitylene.png> diakses tanggal 27 Maret 2007-03-28

Jansen, K., 1992, **Zeolite Crystal Growth and The Structure on an Atomic Scale**, 46, 49-50, Chapman & Hall, Den Haag

Jay, J.M., 1991, **Modern Food Biotechnology**, fourth ed, Van Nostrand Reinhold, New York

Klug, H. P. dan Alexander, L. E., 1962, **X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Material**, 3rd edition, John Wiley and Sons, New York, pp. 319-349

Kawi, S and Lai, M.W., 1998, **More Economical Synthesis of Mesoporous MCM-41**, *Enabling science* 1407

Kresge, C.T., Leonowics, M. E., Roth, W. J., 1992, **Ordered Mesoporous Molecular sieves Synthesized by A Liquid-Crystal Template Mechanism**, *Nature*, 359, 710-712

Kresge, Roth, W., Vartuli, 1996., **M41S : A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystalline Template**, *Science and Technology in catalyst*, 11-19

Kurniawati, R., 2004, **Studi Awal Amobilisasi Enzim Linamarase menggunakan Zeolit Alam yang Difosfatasi**, Skripsi, Universitas Brawijaya, Malang

Larry, D.B., J.F. Judkins, dan B.L. Weand, 1992, **Process Chemistry for Water and Wastewater Treatment**, Prentice-Hall, Inc., New York, 202-206

Lawrance, M. J., 1994, **Surfactant System : Their Use in Drug Delivery**, *Chem. Soc. Rev.*, 417-424

Lee, O. J., Chao, J. W dan Kang, H. C, 2001, **Adsorption of lead and Nickel Ions by a Ca-Bentonite**, www.mrs.org/publication/epubs/proceeding/fall_2001/jj

Luan, Z., Cheng, C. F., Zhou, W., dan Klinowski, J., 1995, **Mesopore Molecular Sieve MCM-41 Containing Framework Aluminium**, *J. phys. Chem.*, 99, 1018-1024(a)

Luan, Z., Cheng, C., He, H., dan Klinowski, J., 1995, **Thermal Stability of Structural Aluminium in the Mesoporous Molecular Sieve MCM-41**, *J. Phys. Chem.*, 99, 10590-10593(b)

Lowell dan Shields, 1984, **Powder Surface Area and Porosity**, 2nd ed., Chapman and Hall, inc., London

Mahardhika, 2007, **Amobilisasi Enzim Lipase Dari *Mucor Miehei* Dalam Aluminosilikat Mesopori Untuk Esterifikasi**, *Skripsi*, Universitas Brawijaya, Malang

McIntosh, D. J., 1999, **Synthesis and Characterization of Mesoporous Sulfated Zirconia and its use as a Solid Acid Catalyst**, *Thesis*, The University of Calgary, Canada

Monnier, A., Schuth, F., dan Firouzi, A., 1993, **Cooperative Formation of Inorganic- Organic Interfaces in the Synthesis of Silicate Mesostructures** *Science*, 261, 1299-1303

Moroi, A., Schuth, F., and firouzi, A., 1992, **Cooperative Formation Of Inorganic – Organic Interfaces In The Synthesis Of Silicate Mesostructures** *Science*. 261, 1299 – 1303

Ninova, K. V., Nonokova, N. dan Morinov, M., 2002, **Investigation the Adsorption Properties of the Natural Adsorbents Zeolite and Bentonite towards Copper Ions, mining and mineral processing**, Vol. 44-45, Part II, Sofia, PP. 93-97

Oscik, J., 1982, **Adsorption**, John Wiley and Sons Ltd., New York, pp109-111

Poppl, A., Hartmann, M., and Xevan, L., 1995, **Electron Spin Resonance and Electron Spin Echo Modulation Studies of Cu (II) Ion Coordinat and Adsorbate Interaction in Ion-Exchanged Al MCM-41 Mesoporous Materials**, *J. Phys. Chem.*, 99, 17251-17258

Rosen, J. Miller, 1992, **Surfactans and Interfacial Phenomena**, John Willey and sons, USA

- Sastrohamidjojo, H., 2001, **Dasar-dasar Spektroskopi**, Cetakan kedua, Liberty, Jogjakarta
- Sax, N. I., and Lewis, R. J., 1987, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, 11th Ed., Van Ostrand Reinhold Co., New York, p.200.
- Shimada, Y., Iwai, M., Tsujisaka, Y., **Reversibility of The Modification of Rhizopus Delemar Lipases by Phosphatidylcholine**, 1993, <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/entrez.fcgi>, Diakses tanggal 30 November 2006
- Silverstein, R., Francis, W., and David, K., 2005, **Spectrometric Identification Organic Compounds**, seventh edition, John Wiley and Sons, Inc., New York, pp 72-103
- Smart, L. dan Moore, E., 1992, **Solid State Chemistry**, 1st Edition, Chapman and Hall, London, pp.183, 184, 194, 199-200
- Suhartono, T. M., 1989, **Enzim dan Bioteknologi**, DEPDIKBUD Dirjen Pendidikan Tinggi Pusat antar Universitas Bioteknologi IPB, Bogor, hal 147-150
- Swaddle, T. W., 1994, **Aqueous Aluminat, Silicates and Aluminosilicate**, *Chem. Soc. Rev.*, 23, 5, 319-325
- Vaisya, C.R dan Gupta, K. S., 2002, **Modelling Arsenic (Iii) Adsorption from Water by Sulfate – Modified Iron-Coated Sand (Smiocs)**, *Journal Of Chemical Technology and Biotecnology*, 78, 73-80
- Weber, Jr. W. J, 1972, **Physical Chemical Processes for Water Quality Control**, John Wiley Interscience, New York, p205
- West, A. R., 1984, **Solid State Chemistry and Its Application**, Jhon Willey and Sons, New York, pp. 18-19, 163

Williard, H. H., 1988, **Instrumental Method for Analysis**, 7th ed.,
Wards Warth, Inc., New York, 253

Winarno, F.G., 1983, **Enzim Pangan**, Gramedia Pustaka Utama,
Jakarta, hal 66-71

Wiseman, A., 1985, **Enzyme Biotechnology**, 2nd ed., John Wiley
and Sons, New York, pp.123-125

Wong, D. W, 1995, **Food Enzymes**, Chapman and Hall, New York,
pp 61-64, 171-179

Zhao, X. S., Lu., g. q., and Millar, G. J., 1996, **Advances In
Mesoporous Molecular Sieve MCM-41**, *J. Ind. Eng. Chem.
Res.*, 35, 2075-2090

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

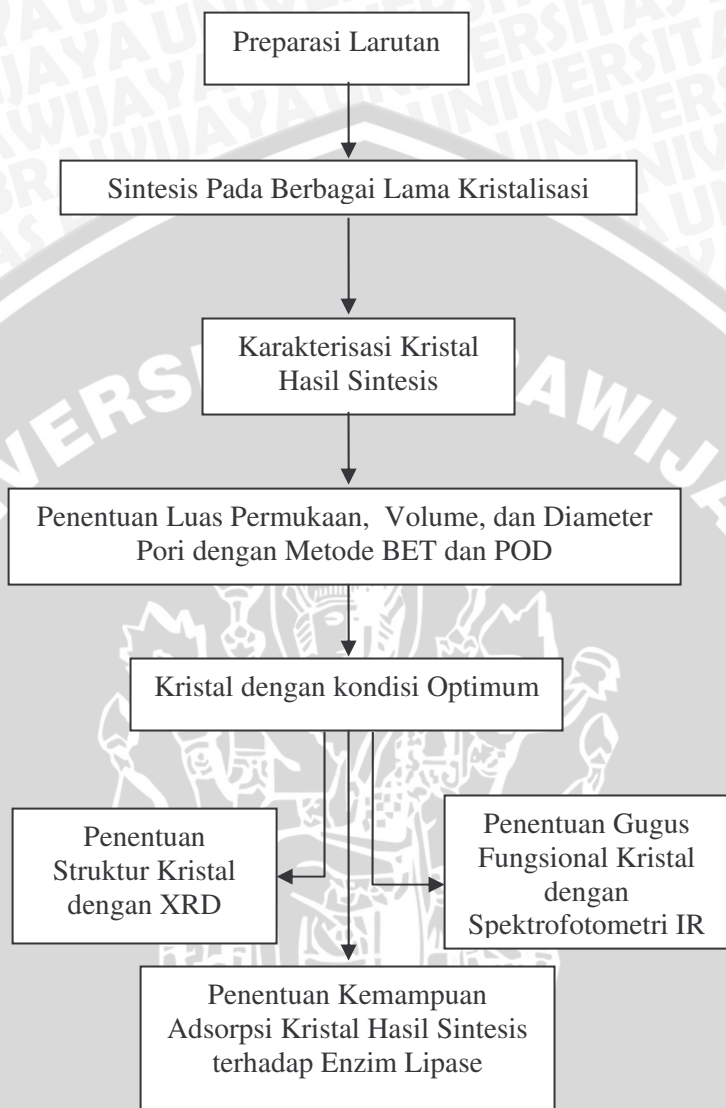


LAMPIRAN

Lampiran 1

Diagram Alir Penelitian

L.1.1. Tahapan Penelitian



L.1.2. Preparasi Larutan

L.1.2.1. Pembuatan Larutan I

10 g larutan surfaktan 29%

- dimasukkan dalam botol polipropilen
- ditambahkan sedikit demi sedikit 0,2 g aluminium sulfat sambil diaduk hingga larut
- ditambahkan NaOH 0,5 M hingga didapatkan pH 11

Larutan I

L.1.2.2. Pembuatan larutan II

2.5 g larutan TMAOH 0,1 M

- dimasukkan dalam botol polipropilen
- ditambahkan sedikit demi sedikit 1,375 g silika sambil diaduk hingga larut
- ditambahkan NaOH 0,5 M hingga didapatkan pH 11

Larutan II

L.1.3. Sintesis aluminosilikat mesopori

Larutan I

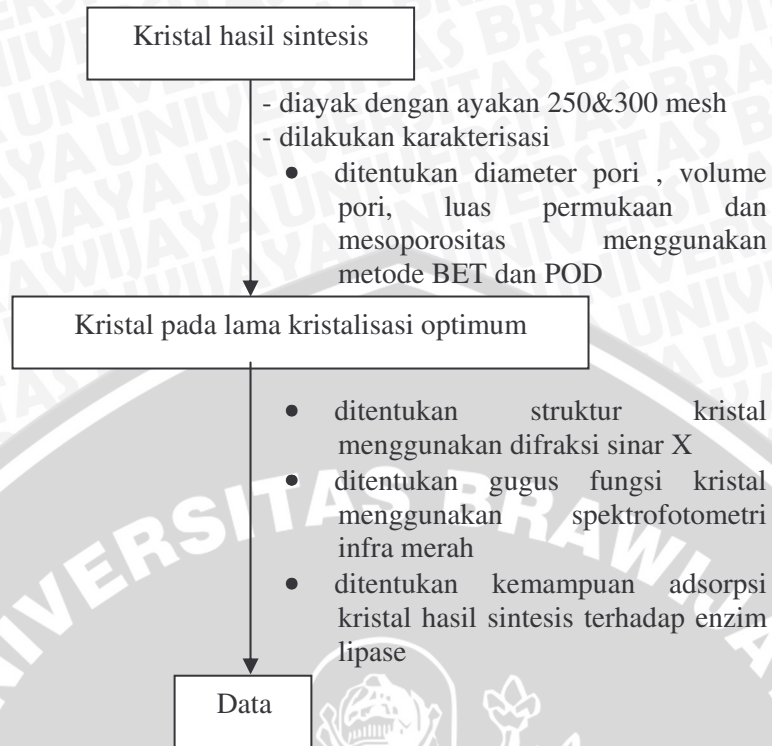
- ditambahkan sedikit-demi sedikit larutan II sambil diaduk menggunakan magnetik stirer
- ditambahkan 2,75 g MES sedikit demi sedikit sambil diaduk menggunakan magnetik stirer selama 1 jam

Larutan campuran

- dipanaskan selama 48 jam pada temperatur 96°C
- didinginkan, dicuci dengan akuades sampai pencucinya netral
- disaring
- dikeringkan pada temperatur 110°C selama 1 jam
- dikalsinasi selama 3 jam pada temperatur 550°C
- didinginkan

Kristal hasil sintesis

L.1.4. Karakterisasi kristal hasil sintesis



Lampiran 2

Pembuatan Larutan

L.2.1. Pembuatan Larutan surfaktan 29%

Ditimbang beaker glass kemudian dilarutkan 2,9 gram surfaktan dengan akuades secukupnya dalam beaker glass tersebut, Ditimbang kembali, dan ditambahkan akuades sampai didapatkan 10 gram larutan.

Konsentrasi = 29% (b/b)

Larutan = 2,9 g zat terlarut dalam 10g larutan

Pelarut = 10 g – 2,9 g
= 7,1 g

Jadi 2,9 g CTAB dilarutkan dalam 7,1 g air

L.2.2. Pembuatan Larutan TMAOH 0,1 M dalam 50 mL

Ditimbang 0,455 gram TMAOH kemudian dilarutkan dengan akuades secukupnya dalam beaker glass. Larutan diencerkan dalam labu ukur 50 mL.

$$M = 0,1 \text{ M}$$

$$V = 50 \text{ mL}$$

$$\text{BM TMAOH} = 91 \text{ g/mol}$$

$$n = M \times V$$

$$= 0,1 \text{ M} \times 50 \text{ mL}$$

$$= 5 \text{ mmol}$$

$$\text{Massa TMAOH} = n \times \text{BM}$$

$$= 5 \text{ mmol} \times 91 \text{ g/mol}$$

$$= 455 \text{ mg}$$

$$= 0,455 \text{ g}$$

L.2.3. Pembuatan Larutan NaOH 0,5 M dalam 100 mL

Ditimbang 2 g NaOH padat, dilarutkan dalam beaker glass, kemudian diencerkan dalam gelas ukur plastik 100 mL.

$$\text{mol NaOH} = [\text{NaOH}] \times \text{volum NaOH}$$

$$= 0,5 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} = 0,05 \text{ mol}$$

$$\text{Massa NaOH} = \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH}$$

$$= 0,05 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} = 2 \text{ g}$$

Jadi, massa NaOH yang ditimbang adalah 2 g.

L.2.4. Pembuatan Larutan stok Bovin Serum Albumin (BSA) 10000 ppm

Ditimbang sebanyak 0,5 g BSA, dilarutkan dalam 50 mL akuades dalam gelas kimia lalu dipindah ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas.

$$10.000 \text{ ppm BSA} = 10.000 \text{ mg/L}$$

$$= 10 \text{ mg/1000 mL}$$

$$= 10 \text{ mg/mL}$$

$$= 0,01 \text{ g/mL} = 0,1 \text{ g/10 mL}$$

L.2.5. Pembuatan Larutan BSA 1000, 2000, 3000, 4000, 5000, 6000, 7000, 8000, 9000 ppm

Disiapkan labu ukur 10 mL, masing masing diisi dengan larutan stok BSA 10000 ppm sebanyak 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 mL, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

L.2.6. Pembuatan Larutan Buffer Sitrat Fosfat pH 5

Sebanyak 100 mL larutan Na_2HPO_4 0,2 M dimasukkan dalam gelas kimia, lalu ke dalamnya dimasukkan pengaduk magnetik. Elektroda dipasang dan dicelupkan pada larutan. Dilakukan penambahan asam sitrat sedikit demi sedikit ke dalam larutan hingga mencapai pH 5.

L.2.7. Pembuatan Reagen Biuret

Ditimbang 0,375 gram $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan 1,8 gram Natrium Kalium Tartrat ($\text{NaKC}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dan dilarutkan dengan 100 mL akuades lalu dipindah ke dalam labu ukur 250 mL. Setelah itu, ditambahkan 75 mL larutan NaOH 10 % sambil dikocok dan diencerkan sampai tanda batas.



Lampiran 3

Data Adsorpsi Gas N₂ Oleh Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis Dengan *Surface Area Analyzer*

Tabel 3.1. Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan lama kristalisasi 24 jam

p/po	v (mL/g)
0,0522	20,3126
0,0685	21,4692
0,1417	24,4165
0,1978	25,8729
0,2493	26,9460
0,2889	27,6045
0,3263	28,2076
0,3634	28,7572
0,3999	29,2247
0,4374	29,7561
0,4745	30,2062
0,4999	30,5218
0,5472	31,0922
0,5848	31,5152
0,6224	31,9175
0,6584	32,2997
0,6995	32,6966
0,7363	33,0630
0,7639	33,2699
0,7963	33,4707
0,8432	31,8924
0,8707	31,9293
0,9189	32,0849
0,9446	32,1697
0,9907	32,4455

Tabel 3.2.

Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan lama kristalisasi 48 jam

p/po	v (mL/g)
0,0533	20,0070
0,0689	21,1027
0,1526	25,1108
0,1991	26,8665
0,2485	28,5863
0,2877	29,8604
0,3257	31,0718
0,3620	32,2515
0,3992	33,4373
0,4361	34,5544
0,4729	35,6693
0,5099	36,7707
0,5475	37,9563
0,5837	39,1037
0,6203	40,2736
0,6553	41,3771
0,6972	42,8265
0,7299	45,6541
0,7691	47,2815
0,7973	48,4310
0,8422	48,3077
0,8802	49,8342
0,9188	51,5924
0,9538	53,3322
0,9911	55,3237

Tabel 3.3.

Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan lama kristalisasi 72 jam

p/po	v (mL/g)
0,0426	22,6064
0,0763	25,1348
0,1435	28,6820
0,1969	31,2361
0,2487	33,2054
0,2889	34,5745
0,3262	35,8152
0,3637	37,0298
0,4010	38,2112
0,4380	39,2515
0,4747	39,5666
0,5102	40,4428
0,5477	41,4338
0,5861	42,5476
0,6226	43,6118
0,6579	44,7098
0,6988	46,0321
0,7218	46,7421
0,7700	48,3901
0,8103	51,3647
0,8343	52,0492
0,8810	53,7583
0,9074	54,6353
0,9527	56,5446
0,9904	58,2205

Tabel 3.4.

Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan lama kristalisasi 96 jam

p/po	v (mL/g)
0,0466	21,4457
0,0761	23,9583
0,1417	27,2739
0,1965	29,4032
0,2476	31,1151
0,2880	32,3377
0,3255	33,4232
0,3631	34,4574
0,3989	35,4356
0,4364	36,4877
0,4728	37,4533
0,5108	38,5355
0,5471	39,5632
0,5847	40,6091
0,6203	41,6142
0,6562	42,6270
0,6980	43,8698
0,7339	44,9167
0,7695	45,9419
0,7975	46,8215
0,8421	46,4945
0,8804	47,6117
0,9195	48,8856
0,9545	50,0948
0,9905	51,4954

Lampiran 4

Perhitungan Luas Permukaan Spesifik, Volume Pori Total dan Diameter Pori Rata-Rata Dengan Metode BET

L.4. Contoh perhitungan untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada lama kristalisasi 48 jam

a. Perhitungan luas permukaan spesifik

Pada metode BET digunakan persamaan sebagai berikut :

$$\frac{1}{W_{ads}[(P_0/P)-1]} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C-1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0} \right)$$

P/P ₀ (X)	Volume	Po/P	W=W _s XVXB _j	Y=1/(W(Po/P-1))
0,0533	20,0070	18,7617	0,0017	34,1098
0,0689	21,1027	14,5138	0,0017	42,5041
0,1526	25,1108	6,5531	0,0021	86,9264
0,1991	26,8665	5,0226	0,0022	112,1574
0,2485	28,5863	4,0241	0,0024	140,2121

P₀ : 747,88 mmHg

W_{sampel} : 0,0660 g

b_{j nitrogen} : 1,25 x 10⁻³

P/P₀ : tekanan relatif

V_{gas} : volume gas N₂ yang teradsorpsi

W_{gas} : berat gas N₂ yang teradsorpsi (V gas x η N₂)

Jika $Y = \frac{1}{W_{ads}[(P_0/P)-1]}$ dan $X = P/P_0$

Maka diperoleh persamaan garis lurus sebagai berikut :

$$Y = 541,09X + 5,0045$$

Sehingga diketahui :

Slope, s = 541,09

Intersep, i = 5,0045

$$R^2 = 0,9998$$

Dengan demikian diperoleh :

$$W_m = \frac{1}{s+i} = \frac{1}{541,09 + 5,0045i} = 0,0018 \text{ g}$$

Luas permukaan total padatan dihitung dengan cara :

$$S_t = \frac{W_m \times N \times A}{M}$$

Keterangan

N : bilangan Avogadro = $6,23 \cdot 10^{23}$

A : luas permukaan nitrogen cair = $16,2 \text{ \AA}^2$

M : berat molekul N_2 = 28 g/mol

$$\begin{aligned} S_t &= \frac{0,0018 \text{ g} \times 6,23 \cdot 10^{23} / \text{mol} \times 16,2 \text{ \AA}^2 \times 10^{-20} \text{ m}^2 / \text{ \AA}^2}{28 \text{ g} / \text{mol}} \\ &= 6,3801 \text{ m}^2 \end{aligned}$$

Dengan demikian luas permukaan spesifik (S) diperoleh :

$$S = \frac{S_t}{W_s} = \frac{6,3801 \text{ m}^2}{0,0660 \text{ g}} = 96,6687 \text{ m}^2/\text{g}$$

b. Perhitungan volume pori

Diketahui $V_{\text{gas}} (P/P_0 = 0,9911) = 55,3237 \text{ cm}^3/\text{g}$

Sehingga $V_{\text{liq}} = 55,3237 \text{ cm}^3/\text{g} \times 1,54 \times 10^{-3}$
 $= 0,0852 \text{ cm}^3/\text{g}$

Volume pori = $V_{\text{liq}} = 0,0852 \text{ cm}^3/\text{g}$

c. Perhitungan jari pori rata-rata

$$\begin{aligned} r_p &= \frac{2V_p}{S} = \frac{2 \times 0,0852 \text{ cm}^3 / \text{g} \times 10^{-6} \text{ m}^3 / \text{cm}^3}{96,6687 \text{ m}^2 / \text{g}} \\ &= 1,76269 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3/\text{m}^2 \end{aligned}$$

$$= 17,6269 \text{ \AA}$$

$$D_p = 2 \times 17,6269 \text{ \AA} = 35,2538 \text{ \AA}$$

Keterangan :

Dengan cara yang sama diperoleh data volume pori, luas permukaan spesifik, dan diameter pori rata-rata untuk daerah total pada sintesis dengan lama kristalisasi 24 jam, 48 jam, 72 jam, 96 jam.

Tabel L.4. Data Volume pori, luas permukaan spesifik, dan diameter pori rata-rata untuk daerah total pada sintesis dengan lama kristalisasi 24, 48, 72, 96.

Lama kristalisasi	V _{pori} (cm ³ /g)	S _{BET} (m ² /g)	D _{pori} rata-rata (Å)
24	0,0499	89,7925	22,2584
48	0,0852	96,6687	35,2538
72	0,0897	111,9492	32,0358
96	0,0793	105,1274	30,1740

Lampiran 5

Penentuan Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD

L.5.1. Contoh Perhitungan untuk P/Po 0,0533 pada lama kristalisasi 48 jam

a. Perhitungan jari-jari kritis (r_k)

Pada metode POD digunakan persamaan Kelvin :

$$r_k = \frac{4.15}{\log(P_0/P)} (\text{\AA})$$

$$P/P_0 = 0,0533$$

$$P_0/P = 18,7617$$

$$V = 20,0070 \text{ mL/g}$$

$$\log(P_0/P) = 1,2733$$

$$r_k = \frac{4,15}{1,2733} \text{ \AA}$$

$$r_k = 3,2593 \text{ \AA}$$

b. Perhitungan jari-jari pori nyata (r_p)

Perhitungan tebal lapisan adsorpsi (t) digunakan persamaan Hasley :

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \log p_o / p} \right)^{1/3}$$

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \times 1,2733} \right)^{1/3}$$

$$t = 4,2256 \text{ \AA}$$

sehingga jari-jari pori nyata (r_p) dapat dihitung sesuai dengan persamaan :

$$r_p = r_k + t$$

$$r_p = 3,2593 + 4,2256$$

$$r_p = 7,4849 \text{ \AA}$$

c. Perhitungan Volume pori (V_p)

Dengan mengetahui $\Delta V_{\text{gas}} = 1,0957 \text{ cm}^3$, maka dapat dihitung

$$\Delta V_{\text{liq}} = \frac{\Delta V_{\text{gas}}}{22,4 \times 10^3} \times 34,6 = \Delta V_{\text{gas}} (1,54 \times 10^{-3}) \text{ cm}^3$$

$$\Delta V_{\text{liq}} = 1,0957 \times 1,54 \times 10^{-3} \text{ cm}^3$$

$$\Delta V_{\text{liq}} = 0,0017 \text{ cm}^3$$

Dengan mengetahui :

$$r_{p \text{ rata}} = 7,7073 \text{ \AA}$$

$$r_{k \text{ rata}} = 3,4160 \text{ \AA}$$

dapat dihitung Volume pori dengan menggunakan persamaan :

$$V_p = \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^3 \Delta V_{\text{liq}} \text{ cm}^3$$

$$V_p = \left(\frac{7,7073}{3,4160} \right)^3 \times 0,0017$$

$$V_p = 0,0086 \text{ cm}^3/\text{g}$$

d. **Perhitungan Luas permukaan pori (S)**

Luas permukaan dinding pori (S) dapat dihitung melalui :

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 (m^2)$$

$$S = 2 \times \frac{0,0086}{7,7073} \times 10^4 (m^2)$$

$$S = 22,2900 \text{ m}^2/\text{g}$$

e. **Perhitungan Diameter rata-rata (D_{rata})**

Diameter rata-rata (D_{rata}) merupakan $2 \times r_{p,rata} = 2 \times 7,7073 \text{ \AA}$

$$D_{rata} = 15,4146 \text{ \AA}$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Tabel L.5.2 Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD
Tabel L.5.2.1. Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD
Untuk waktu kristalisasi 24 jam

p/po	po/p	v (mL/g)	logpo/p	rk	(log po/p)1/3	t	ΔV gas	ΔV liq	rp	rp rata	rk rata	Vp	S	D rata
0,1417	7,0571	24,4165	0,8486	4,8903	0,9468	4,8376	1,4563	0,0022	9,7278	10,3869	5,3936	0,0083	16,0155	21
0,1978	5,0553	25,8729	0,7037	5,8970	0,8895	5,1490	1,0731	0,0017	11,0460	11,6730	6,3883	0,0055	9,4537	23
0,2493	4,0109	26,9460	0,6032	6,8795	0,8449	5,4205	0,6586	0,0010	12,3000	12,8118	7,2880	0,0031	4,8926	26
0,2889	3,4610	27,6045	0,5392	7,6965	0,8139	5,6270	0,6030	0,0009	13,3236	13,8400	8,1146	0,0027	3,9039	28
0,3263	3,0646	28,2076	0,4864	8,5326	0,7864	5,8238	0,5496	0,0008	14,3565	14,9100	8,9864	0,0023	3,1255	30
0,3634	2,7518	28,7572	0,4396	9,4402	0,7604	6,0234	0,4675	0,0007	15,4636	16,0582	9,9334	0,0019	2,3435	32
0,3999	2,5005	29,2247	0,3980	10,4266	0,7356	6,2263	0,5314	0,0008	16,6529	17,3270	10,9920	0,0020	2,3473	35
0,4374	2,2860	29,7561	0,3591	11,5574	0,7108	6,4437	0,4501	0,0007	18,0011	18,7445	12,1877	0,0016	1,7493	37
0,4745	2,1075	30,2062	0,3238	12,8181	0,6867	6,6700	0,3156	0,0005	19,4880	20,0514	13,2999	0,0011	1,1019	40
0,4999	2,0004	30,5218	0,3011	13,7817	0,6703	6,8331	0,5704	0,0009	20,6148	21,8103	14,8144	0,0019	1,7459	44
0,5472	1,8276	31,0922	0,2619	15,8471	0,6398	7,1587	0,4230	0,0007	23,0058	24,1309	16,8299	0,0013	1,1099	48
0,5848	1,7099	31,5152	0,2330	17,8128	0,6153	7,4432	0,4023	0,0006	25,2560	26,5830	18,9834	0,0012	0,9140	53
0,6224	1,6066	31,9175	0,2059	20,1541	0,5905	7,7560	0,3822	0,0006	27,9101	29,4330	21,5103	0,0011	0,7489	59
0,6584	1,5188	32,2997	0,1815	22,8665	0,5662	8,0894	0,3970	0,0006	30,9559	33,1058	24,8002	0,0011	0,6581	66
0,6995	1,4297	32,6966	0,1552	26,7338	0,5374	8,5219	0,3664	0,0006	35,2557	37,7238	28,9759	0,0010	0,5070	75
0,7363	1,3581	33,0630	0,1329	31,2179	0,5104	8,9740	0,2068	0,0003	40,1919	42,5208	33,3511	0,0005	0,2435	85
0,7639	1,3090	33,2699	0,1170	35,4843	0,4890	9,3654	0,2009	0,0003	44,8497	48,3556	38,7211	0,0005	0,1995	97
0,7963	1,2558	33,4707	0,0989	41,9579	0,4625	9,9035	1,5784	0,0024	51,8614	59,3937	48,9893	0,0036	1,2031	119
0,8432	1,1860	31,8924	0,0741	56,0207	0,4200	10,9052	0,0369	0,0001	66,9259	73,8174	62,5195	0,0001	0,0215	148
0,8707	1,1485	31,9293	0,0601	69,0183	0,3918	11,6906	0,1557	0,0002	80,7089	103,7356	91,0013	0,0003	0,0601	207
0,9189	1,0883	32,0849	0,0367	112,9842	0,3324	13,7781	0,0848	0,0001	126,7623	155,0928	140,3453	0,0002	0,0206	310
0,9446	1,0586	32,1697	0,0247	167,7064	0,2914	15,7169	0,2757	0,0004	183,4233	619,0471	596,8164	0,0005	0,0148	1238
0,9907	1,0094	32,4455	0,0040	1025,9264	0,1593	28,7445			1054,6709			0,0418	52,3800	

**Tabel L.5.2.2. Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD
Untuk waktu kristalisasi 48 jam**

p/po	po/p	v (mL/g)	logpo/p	rk	(log po/p)1/3	t	ΔV gas	ΔV liq	rp	rp rata	rk rata	Vp	S	D rata
0,1417	7,0571	24,4165	0,8486	4,8903	0,9468	4,8376	1,4563	0,0022	9,7278	10,3869	5,3936	0,0083	16,0155	21
0,1978	5,0553	25,8729	0,7037	5,8970	0,8895	5,1490	1,0731	0,0017	11,0460	11,6730	6,3883	0,0055	9,4537	23
0,2493	4,0109	26,9460	0,6032	6,8795	0,8449	5,4205	0,6586	0,0010	12,3000	12,8118	7,2880	0,0031	4,8926	26
0,2889	3,4610	27,6045	0,5392	7,6965	0,8139	5,6270	0,6030	0,0009	13,3236	13,8400	8,1146	0,0027	3,9039	28
0,3263	3,0646	28,2076	0,4864	8,5326	0,7864	5,8238	0,5496	0,0008	14,3565	14,9100	8,9864	0,0023	3,1255	30
0,3634	2,7518	28,7572	0,4396	9,4402	0,7604	6,0234	0,4675	0,0007	15,4636	16,0582	9,9334	0,0019	2,3435	32
0,3999	2,5005	29,2247	0,3980	10,4266	0,7356	6,2263	0,5314	0,0008	16,6529	17,3270	10,9920	0,0020	2,3473	35
0,4374	2,2860	29,7561	0,3591	11,5574	0,7108	6,4437	0,4501	0,0007	18,0011	18,7445	12,1877	0,0016	1,7493	37
0,4745	2,1075	30,2062	0,3238	12,8181	0,6867	6,6700	0,3156	0,0005	19,4880	20,0514	13,2999	0,0011	1,1019	40
0,4999	2,0004	30,5218	0,3011	13,7817	0,6703	6,8331	0,5704	0,0009	20,6148	21,8103	14,8144	0,0019	1,7459	44
0,5472	1,8276	31,0922	0,2619	15,8471	0,6398	7,1587	0,4230	0,0007	23,0058	24,1309	16,8299	0,0013	1,1099	48
0,5848	1,7099	31,5152	0,2330	17,8128	0,6153	7,4432	0,4023	0,0006	25,2560	26,5830	18,9834	0,0012	0,9140	53
0,6224	1,6066	31,9175	0,2059	20,1541	0,5905	7,7560	0,3822	0,0006	27,9101	29,4330	21,5103	0,0011	0,7489	59
0,6584	1,5188	32,2997	0,1815	22,8665	0,5662	8,0894	0,3970	0,0006	30,9559	33,1058	24,8002	0,0011	0,6581	66
0,6995	1,4297	32,6966	0,1552	26,7338	0,5374	8,5219	0,3664	0,0006	35,2557	37,7238	28,9759	0,0010	0,5070	75
0,7363	1,3581	33,0630	0,1329	31,2179	0,5104	8,9740	0,2068	0,0003	40,1919	42,5208	33,3511	0,0005	0,2435	85
0,7639	1,3090	33,2699	0,1170	35,4843	0,4890	9,3654	0,2009	0,0003	44,8497	48,3556	38,7211	0,0005	0,1995	97
0,7963	1,2558	33,4707	0,0989	41,9579	0,4625	9,9035	1,5784	0,0024	51,8614	59,3937	48,9893	0,0036	1,2031	119
0,8432	1,1860	31,8924	0,0741	56,0207	0,4200	10,9052	0,0369	0,0001	66,9259	73,8174	62,5195	0,0001	0,0215	148
0,8707	1,1485	31,9293	0,0601	69,0183	0,3918	11,6906	0,1557	0,0002	80,7089	103,7356	91,0013	0,0003	0,0601	207
0,9189	1,0883	32,0849	0,0367	112,9842	0,3324	13,7781	0,0848	0,0001	126,7623	155,0928	140,3453	0,0002	0,0206	310
0,9446	1,0586	32,1697	0,0247	167,7064	0,2914	15,7169	0,2757	0,0004	183,4233	619,0471	596,8164	0,0005	0,0148	1238
0,9907	1,0094	32,4455	0,0040	1025,9264	0,1593	28,7445			1054,6709			0,0418	52,3800	

**Tabel L.5.2.3. Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD
Untuk waktu kristalisasi 72 jam**

p/po	po/p	v (mL/g)	logpo/p	rk	(log po/p)1/3	t	ΔV gas	ΔV liq	rp	rp rata	rk rata	Vp	S	D rata
0,1435	6,9701	28,6820	0,8432	4,9215	0,9447	4,8478	2,5540	0,0039	9,7693	10,3967	5,4007	0,0146	28,0393	21
0,1969	5,0791	31,2361	0,7058	5,8800	0,8903	5,1441	1,9693	0,0030	11,0241	11,6547	6,3739	0,0101	17,3999	23
0,2487	4,0204	33,2054	0,6043	6,8678	0,8454	5,4174	1,3691	0,0021	12,2852	12,8035	7,2815	0,0065	10,1832	26
0,2889	3,4618	34,5745	0,5393	7,6951	0,8140	5,6267	1,2407	0,0019	13,3218	13,8381	8,1130	0,0056	8,0342	28
0,3262	3,0653	35,8152	0,4865	8,5309	0,7865	5,8235	1,2146	0,0019	14,3544	14,9141	8,9897	0,0051	6,9039	30
0,3637	2,7493	37,0298	0,4392	9,4485	0,7601	6,0252	1,1814	0,0018	15,4737	16,0822	9,9533	0,0047	5,9069	32
0,4010	2,4936	38,2112	0,3968	10,4581	0,7348	6,2326	1,0403	0,0016	16,6907	17,3562	11,0165	0,0040	4,5820	35
0,4380	2,2832	39,2515	0,3585	11,5748	0,7104	6,4469	0,3151	0,0005	18,0218	18,7592	12,2001	0,0011	1,2233	38
0,4747	2,1066	39,5666	0,3236	12,8253	0,6865	6,6712	0,8762	0,0013	19,4965	20,2997	13,5132	0,0030	3,0000	41
0,5102	1,9599	40,4428	0,2922	14,2012	0,6636	6,9017	0,9910	0,0015	21,1029	22,0693	15,0372	0,0033	2,9791	44
0,5477	1,8258	41,4338	0,2614	15,8732	0,6394	7,1626	1,1138	0,0017	23,0357	24,1882	16,8801	0,0035	2,9122	48
0,5861	1,7061	42,5476	0,2320	17,8871	0,6145	7,4535	1,0641	0,0016	25,3407	26,6316	19,0261	0,0032	2,4113	53
0,6226	1,6062	43,6118	0,2058	20,1651	0,5904	7,7574	1,0981	0,0017	27,9226	29,4146	21,4938	0,0032	2,1534	59
0,6579	1,5200	44,7098	0,1818	22,8225	0,5665	8,0842	1,3222	0,0020	30,9067	33,0407	24,7416	0,0036	2,1981	66
0,6988	1,4311	46,0321	0,1557	26,6606	0,5379	8,5141	0,7100	0,0011	35,1748	36,6390	27,9880	0,0019	1,0228	73
0,7218	1,3854	46,7421	0,1416	29,3154	0,5212	8,7878	1,6480	0,0025	38,1032	42,0610	32,9375	0,0041	1,9679	84
0,7700	1,2987	48,3901	0,1135	36,5596	0,4842	9,4591	2,9746	0,0046	46,0187	50,8036	40,9897	0,0070	2,7703	102
0,8103	1,2342	51,3647	0,0914	45,4199	0,4504	10,1687	0,6846	0,0011	55,5886	59,5190	49,0900	0,0015	0,5208	119
0,8343	1,1986	52,0492	0,0787	52,7601	0,4285	10,6893	1,7091	0,0026	63,4494	75,4683	64,1023	0,0036	0,9668	151
0,8810	1,1350	53,7583	0,0550	75,4445	0,3803	12,0427	0,8770	0,0014	87,4872	99,4903	86,8914	0,0018	0,3559	199
0,9074	1,1020	54,6353	0,0422	98,3384	0,3482	13,1550	1,9093	0,0029	111,4934	162,6428	147,7708	0,0036	0,4380	325
0,9527	1,0496	56,5446	0,0210	197,2031	0,2761	16,5890	1,6759	0,0026	213,7922	618,2941	595,7764	0,0028	0,0899	1237
0,9904	1,0097	58,2205	0,0042	994,3496	0,1610	28,4465			1022,7961			0,0980	106,0591	

**Tabel L.5.2.4. Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD
Untuk waktu kristalisasi 96 jam**

p/po	po/p	v (mL/g)	logpo/p	rk	(log po/p)1/3	t	ΔV gas	ΔV liq	rp	rp rata	rk rata	Vp	S	D rata
0,1417	7,0594	27,2739	0,8488	4,8895	0,9468	4,8373	2,1293	0,0033	9,7268	10,3712	5,3814	0,0122	23,4860	21
0,1965	5,0883	29,4032	0,7066	5,8734	0,8907	5,1422	1,7119	0,0026	11,0156	11,6363	6,3595	0,0088	15,1706	23
0,2476	4,0386	31,1151	0,6062	6,8455	0,8463	5,4115	1,2226	0,0019	12,2570	12,7783	7,2614	0,0058	9,1258	26
0,2880	3,4718	32,3377	0,5406	7,6773	0,8146	5,6224	1,0855	0,0017	13,2996	13,8165	8,0955	0,0049	7,0485	28
0,3255	3,0722	33,4232	0,4874	8,5138	0,7870	5,8196	1,0342	0,0016	14,3334	14,8932	8,9726	0,0044	5,8923	30
0,3631	2,7544	34,4574	0,4400	9,4314	0,7606	6,0215	0,9782	0,0015	15,4530	16,0358	9,9147	0,0039	4,9148	32
0,3989	2,5068	35,4356	0,3991	10,3981	0,7363	6,2206	1,0521	0,0016	16,6187	17,2910	10,9618	0,0040	4,6630	35
0,4364	2,2912	36,4877	0,3601	11,5255	0,7114	6,4378	0,9656	0,0015	17,9633	18,6901	12,1415	0,0035	3,7707	37
0,4728	2,1149	37,4533	0,3253	12,7575	0,6877	6,6594	1,0822	0,0017	19,4169	20,2726	13,4902	0,0038	3,7131	41
0,5108	1,9579	38,5355	0,2918	14,2230	0,6633	6,9053	1,0277	0,0016	21,1283	22,0661	15,0342	0,0034	3,0901	44
0,5471	1,8277	39,5632	0,2619	15,8454	0,6398	7,1584	1,0459	0,0016	23,0038	24,1253	16,8250	0,0033	2,7454	48
0,5847	1,7104	40,6091	0,2331	17,8046	0,6154	7,4421	1,0051	0,0015	25,2467	26,4967	18,9070	0,0030	2,2947	53
0,6203	1,6121	41,6142	0,2074	20,0093	0,5919	7,7374	1,0127	0,0016	27,7467	29,2500	21,3473	0,0029	2,0021	58
0,6562	1,5238	42,6270	0,1829	22,6853	0,5677	8,0680	1,2428	0,0019	30,7533	32,9171	24,6306	0,0034	2,0770	66
0,6980	1,4327	43,8698	0,1562	26,5759	0,5385	8,5051	1,0469	0,0016	35,0810	37,4555	28,7319	0,0027	1,4630	75
0,7339	1,3626	44,9167	0,1344	30,8878	0,5122	8,9422	1,0252	0,0016	39,8300	42,8717	33,6752	0,0026	1,1937	86
0,7695	1,2996	45,9419	0,1138	36,4627	0,4846	9,4507	0,8796	0,0014	45,9134	49,0408	39,3525	0,0021	0,8580	98
0,7975	1,2538	46,8215	0,0982	42,2424	0,4614	9,9258	0,3270	0,0005	52,1682	59,3274	48,9253	0,0007	0,2496	119
0,8421	1,1875	46,4945	0,0746	55,6083	0,4210	10,8783	1,1172	0,0017	66,4867	76,7776	65,3276	0,0024	0,6190	154
0,8804	1,1358	47,6117	0,0553	75,0469	0,3810	12,0215	1,2739	0,0020	87,0684	107,3902	94,4719	0,0025	0,4721	215
0,9195	1,0875	48,8856	0,0364	113,8969	0,3315	13,8151	1,2092	0,0019	127,7120	174,8854	159,5721	0,0022	0,2558	350
0,9545	1,0477	50,0948	0,0202	205,2472	0,2724	16,8116	1,4006	0,0022	222,0588	628,1335	605,4507	0,0023	0,0739	1256
0,9905	1,0095	51,4954	0,0041	1005,6543	0,1604	28,5539			1034,2082			0,0851	95,1792	

Lampiran 6

Data Volume Pori, Luas Permukaan Spesifik, Diameter Pori dan % Mesoporositas Aluminosilikat Hasil Sintesis pada Daerah Mesopori Potensial untuk Enzim Lipase

Tabel L.6.1. Data volume pori, luas permukaan spesifik, diameter pori dan % mesoporositas aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial

Lama kristalisasi	$V_{\text{mes.pot.}}$ (cm^3/g)	$S_{\text{mes.pot.}}$ (m^2/g)	$D_{\text{mes.pot.}}$ ($\text{\AA}$)	Mesoporositas (%)
24	0,0099	4,5909	86,6275	5,1128
48	0,0385	16,4026	93,9302	16,9678
72	0,0364	14,8952	97,6655	13,3053
96	0,0270	11,5589	93,4313	10,9951

Keterangan :

- data volume pori untuk daerah mesopori potensial didapatkan dari Σ volume pori yang diameter rata-ratanya $> 48 \text{ \AA}$ (Lampiran 5).
- data luas permukaan spesifik untuk daerah mesopori potensial didapatkan dari Σ luas permukaan spesifik yang diameter rata-ratanya $> 48 \text{ \AA}$ (Lampiran 5).
- data diameter pori untuk daerah mesopori potensial

$$\text{didapatkan dari } r = \frac{2V_p}{S}$$

dimana S = luas permukaan spesifik padatan $> 48 \text{ \AA}$ (Lampiran 5), r adalah jari-jari pori $> 48 \text{ \AA}$ (Lampiran 5), dan V_p adalah volume pori $> 48 \text{ \AA}$ (Lampiran 5).

- data % mesoporositas untuk daerah mesopori potensial didapatkan dari :

$$\% \text{mesoporositas} = \frac{S.d.\text{mesoporipotensial}}{S.d.\text{total}} \times 100\%$$

dimana : $S.d.$ total = luas permukaan spesifik untuk daerah total (Lampiran 4)

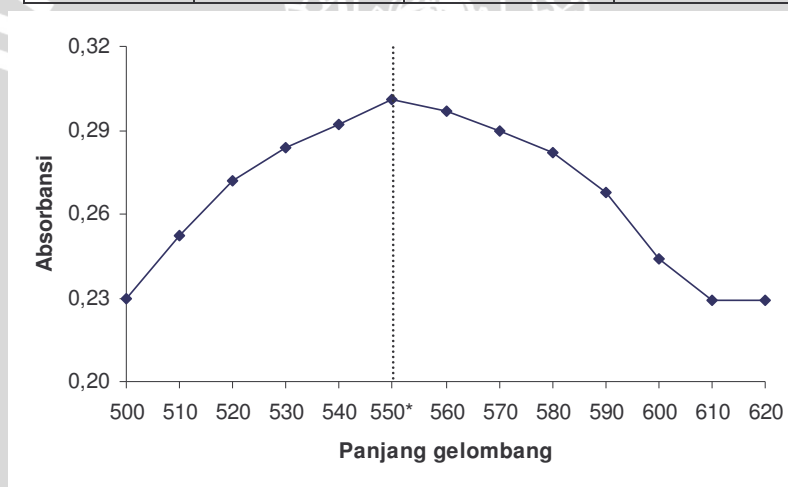
$S.d.$ mesopori potensial = luas permukaan spesifik untuk daerah mesopori yang diameter rata-ratanya $> 48 \text{ \AA}$ (Lampiran 5).

Lampiran 7

**Penentuan panjang gelombang maksimum
Bovin Serum Albumin (BSA)**

Tabel L.7. Absorbansi Larutan Standar BSA 5000 ppm

λ (nm)	A1	A2	A Rata-rata
500	0,231	0,229	0,230
510	0,252	0,252	0,252
520	0,272	0,272	0,272
530	0,284	0,284	0,284
540	0,292	0,292	0,292
550*	0,301	0,301	0,301
560	0,297	0,297	0,297
570	0,292	0,288	0,290
580	0,284	0,280	0,282
590	0,268	0,268	0,268
600	0,244	0,244	0,244
610	0,299	0,229	0,229
620	0,229	0,229	0,229

**Gambar L.7.** Kurva Penentuan λ Maksimum BSA

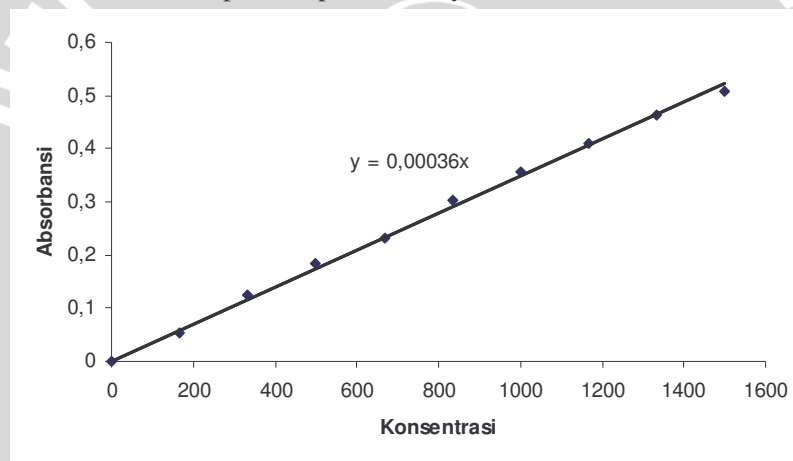
Lampiran 8

Penentuan Kurva Standar

Tabel L.8. Data absorbansi BSA λ 550 nm pada berbagai konsentrasi

Konsentrasi BSA (ppm)	Absorbansi			Absorbansi rata-rata
	1	2	3	
0	0.000	0.000	0.000	0.000
166,67	0,055	0,051	0,052	0,053
333,33	0,125	0,124	0,125	0,125
500	0,187	0,180	0,185	0,183
666,67	0,237	0,229	0,233	0,233
833,33	0,301	0,301	0,303	0,302
1000	0,356	0,356	0,354	0,355
1166,67	0,415	0,409	0,413	0,409
1333,33	0,469	0,456	0,464	0,464
1500	0,509	0,506	0,510	0,508

Dari kurva baku diperoleh persamaan $y = 0,00036x$



Gambar L.8. Kurva Standar BSA

Lampiran 9

**Penentuan Kemampuan Adsorpsi Enzim Lipase Terhadap
Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis Pada Lama Kristalisasi
48 Jam (Lama Kristalisasi Optimum)**

**Tabel L.9.1. Data Pengukuran Absorbansi Enzim sebelum
Amobilisasi**

Volume enzim murni (mL)	Absorbansi		
	I	II	III
1	0,356	0,355	0,351
2	0,405	0,408	0,406
3	0,456	0,459	0,458
4	0,513	0,508	0,509
5	0,561	0,563	0,561

**Tabel L.9.2. Data Pengukuran Absorbansi Enzim Setelah
Amobilisasi**

Volume enzim murni (mL)	Absorbansi		
	I	II	III
1	0,315	0,314	0,314
2	0,324	0,326	0,325
3	0,325	0,325	0,325
4	0,362	0,360	0,362
5	0,414	0,417	0,414

Perhitungan konsentrasi enzim sebelum dan setelah amobilisasi yaitu melalui pengkonversian nilai absorbansi lipase pada persamaan kurva standar BSA total menggunakan persamaan regresi kurva baku BSA.

Diketahui persamaan BSA :

$$Y = 0,00036X$$

Dimana: Y = absorbansi
X = konsentrasi

Volume enzim yang digunakan untuk penentuan = 2 mL

Volume larutan standar BSA $_{833,33}$ ppm yang ditambahkan = 2mL

Volume larutan yang diukur absorbansinya = 12 mL

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$2 \text{ mL} \times 5000 \text{ ppm} = 12 \text{ mL} \times M_2$$

$$M_2 = 833,33$$

$$\text{Konsentrasi total} = \text{Konsentrasi Protein Enzim} + \text{BSA } 833,33 \text{ ppm}$$

Contoh: perhitungan konsentrasi protein dengan absorbansi 0,356 adalah:

$$Y = 0,00036X$$

$$0,356 = 0,00036X$$

$$X = 988,89$$

Maka konsentrasi enzim = konsentrasi protein total – konsentrasi BSA yang ditambahkan
 $= 988,89 \mu\text{g/mL} - 833,33 \mu\text{g/mL}$
 $= 155,56 \mu\text{g/mL}$

Sehingga konsentrasi enzim :

$$= 155,56 \mu\text{g/mL} \times \frac{12 \text{ mL}}{2 \text{ mL}}$$

$$= 933,35 \mu\text{g/mL}$$

Konsentrasi enzim sebelum dan setelah amobilisasi ditentukan dengan cara yang sama.

Tabel L.9.3. Data Konsentrasi Enzim Sebelum Amobilisasi

Volume enzim murni (mL)	Konsentrasi enzim lipase sebelum amobilisasi ($\mu\text{g/mL}$)			Rata-rata
	I	II	III	
1	933,35	916,69	850,02	900,02
2	1750,02	1800,02	1766,69	1772,24
3	2600,02	2650,02	2633,35	2627,80
4	3550,02	3466,69	3483,35	3500,02
5	4350,02	4383,35	4350,02	4361,13

Tabel L.9.4. Data Konsentrasi Enzim Setelah Amobilisasi

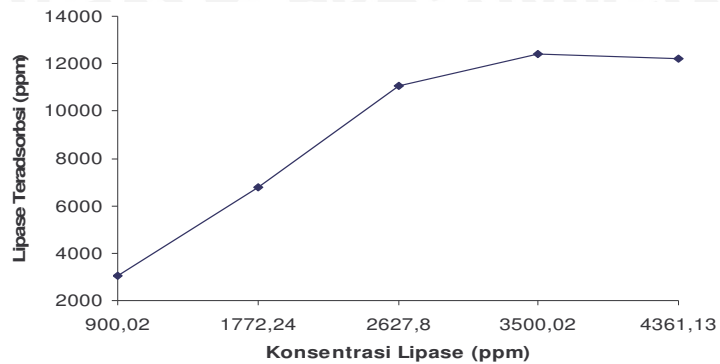
Volume enzim murni (mL)	Konsentrasi enzim lipase setelah amobilisasi ($\mu\text{g/mL}$)			Rata-rata
	I	II	III	
1	250,02	233,35	382,88	288,75
2	400,02	433,35	416,69	416,69
3	416,69	416,69	416,69	416,69
4	1033,35	1000,02	1033,35	1022,24
5	1900,02	1950,02	1900,02	1916,69

Tabel L 9.5. Data konsentrasi enzim yang teradsorpsi

Volume enzim murni (mL)	Konsentrasi rata-rata enzim sebelum amobilisasi ($\mu\text{g/mL}$)	Konsentrasi rata-rata enzim setelah amobilisasi ($\mu\text{g/mL}$)	Perubahan konsentrasi enzim ($\mu\text{g/mL}$)
1	900,02	288,75	611,27
2	1772,24	416,69	1355,55
3	2627,80	416,69	2211,11
4	3500,02	1022,24	2477,78
5	4361,13	1916,69	2444,44

Tabel L 9.6. Data jumlah enzim yang teradsorpsi

Volume enzim murni (mL)	Jumlah enzim yang teradsorpsi ($\mu\text{g}/0,1 \text{ g}$ aluminosilikat)	Jumlah enzim/g aluminosilikat (mg/g aluminosilikat)
1	3056,35	30,56
2	6777,75	67,78
3	11055,55	110,56
4	12388,90	123,89
5	12222,20	122,22



Gambar L.9. Adsorpsi lipase pada aluminosilikat dengan berbagai konsentrasi lipase

Menentukan konsentrasi enzim yang teradsorpsi dalam aluminosilikat dilakukan dengan mengurangi jumlah enzim sebelum amobilisasi dengan jumlah enzim setelah amobilisasi

$$C_{\text{amobil}} = C_{\text{sebelum amobilisasi}} - C_{\text{setelah amobilisasi}}$$

Dimana : $C_{\text{sebelum amobilisasi}}$ = konsentrasi enzim sebelum amobilisasi (ppm)

$C_{\text{setelah amobilisasi}}$ = konsentrasi enzim setelah amobilisasi (ppm)

Untuk menentukan jumlah enzim yang teradsorpsi dengan volume total enzim 5 mL dalam 0,1 g aluminosilikat :

$$M_{\text{amobil}} \times 5 \text{ mL}$$

Contoh :

Perhitungan jumlah enzim yang teradsorpsi untuk 1 mL enzim murni :

$$\begin{aligned} C_{\text{amobil}} &= C_{\text{sebelum amobilisasi}} - C_{\text{setelah amobilisasi}} \\ &= 900,02 \text{ (}\mu\text{g/mL)} - 288,75 \text{ (}\mu\text{g/mL)} \\ &= 611,27 \text{ (}\mu\text{g/mL)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah enzim yang teradsorpsi} &= 611,27 \text{ (}\mu\text{g/mL)} \times 5 \text{ mL} \\ &= 3056 \text{ }\mu\text{g/0,1g aluminosilikat} \\ &= 30,56 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

**LAMPIRAN 10. Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi terhadap
Adsorpsi Lipase pada Aluminosilikat**

Tabel L.10.1 Data konsentrasi enzim lipase yang teradsorpsi

Volume enzim murni (mL)	Konsentrasi lipase Yang teradsorpsi (µg/mL)			Total	Rerata
	I	II	III		
1	683,33	683,34	467,14	1833,81	611,27
2	1350,00	1366,67	1350,00	4066,67	1355,56
3	2183,33	2233,33	2216,66	6633,32	2211,11
4	2516,67	2466,67	2450,00	7433,34	2477,78
5	2450,00	2433,33	2450,00	7333,33	2444,44
	Total			27300,47	9100,16

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh perlakuan, maka dilakukan uji F dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Menghitung faktor Koreksi (FK)

$$FK = \frac{\left(\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{pn}$$

$$FK = \frac{(27300,47)^2}{15}$$

$$FK = 49.687.710,81$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

$$a. JK \text{ total} = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK$$

$$JK \text{ total} = [(683,33)^2 + (683,34)^2 + \dots + (2450)^2] - 49.687.710,81$$

$$JK \text{ total} = 57.679.858,11 - 49.687.710,81$$

$$JK \text{ total} = 7.992.147,3$$

$$\begin{aligned} \text{b. JK Perlakuan} &= \frac{\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n} - \text{FK} \\ &= \frac{[(1833,81)^2 + (4066,67)^2 + \dots + (7333,33)^2]}{3} - 49687710,81 \\ \text{JK Perlakuan} &= 57.644.660,23 - 49.687.710,81 \end{aligned}$$

$$\text{JK Perlakuan} = 7.956.949,42$$

$$\text{c. JK galat percobaan} = \text{JK total} - \text{JK perlakuan}$$

$$\text{JK galat percobaan} = 7.992.147,3 - 7.956.949,42$$

$$\text{JK galat percobaan} = 35.197,88$$

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT) setiap sumber keragaman

$$\text{a. KT Perlakuan} = \frac{\text{JK}_{\text{perlakuan}}}{\text{dB}_{\text{perlakuan}}}$$

$$\text{KT Perlakuan} = \frac{7.956.949,42}{4}$$

$$\text{KT Perlakuan} = 1.989.237,36$$

$$\text{b. KT Galat Percobaan} = \frac{\text{JK}_{\text{galat percobaan}}}{\text{dB}_{\text{galat percobaan}}}$$

$$\text{KT Galat Percobaan} = \frac{35.197,88}{10}$$

$$\text{KT Galat Percobaan} = 351,98$$

4. Menghitung nilai F

$$F_{\text{hitung perlakuan}} = \frac{\text{KT}_{\text{perlakuan}}}{\text{KT}_{\text{galat percobaan}}}$$

$$F_{\text{hitung perlakuan}} = \frac{1.989.237,36}{351,98}$$

$$F_{\text{hitung perlekuan}} = 100$$

Tabel L.10.2. Analisis Ragam Pengaruh konsentrasi Terhadap adsorpsi lipase pada aluminosilikat

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}	F _{tabel}	
Perlakuan	4	7.956.949,42	1989237,36	100	0,05	0,01
Galat Percobaan	10	35.197,88	351,98		3,48	5,99
Total	14	7.458.157,33				

Karena F hitung > F tabel maka Ho ditolak yang artinya ada pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi.

Untuk mengetahui perlakuan mana saja yang berpengaruh berbeda satu dengan yang lain maka dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan taraf nyata $\alpha = 0,05$ yang nantinya akan dibandingkan dengan nilai tengah tiap perlakuan

$$BNT = t_{\frac{\alpha/2}{dB_{\text{galat}}}} \sqrt{\frac{2KT_{\text{galat percobaan}}}{n}}$$

$$BNT = 2,228 \sqrt{\frac{2 \times 35.197,88}{3}}$$

$$BNT = 341,29$$

Tabel L.10.3. Selisih Dua Nilai Rataan dari Lima Perlakuan Konsentrasi

Volume Enzim Murni (mL)		1	2	3	4	5
	Mean	661,27	1355,56	2211,11	2477,78	2444,44
1	661,27	0	694,29*	1549,84*	1816,51*	1783,17*
2	1355,56		0	855,55*	1122,22*	1088,88*
3	2211,11			0	266,67*	233,33*
4	2477,78				0	33,34
5	2444,44					0

*) Berarti berbeda nyata

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

