

**Pengaruh Pelarut dan Waktu Paparan Irradiasi Microwave terhadap Sintesis Nanokomposit Seng Oksida-Perak ( $ZnO$ -Ag) Menggunakan Minyak Cengkeh (*Syzygium aromaticum L.*) dan Bioaktivitasnya terhadap *Staphylococcus aureus***

**SKRIPSI**

Oleh :

**RIZKI WAHYU AJI WIBOWO**

**155090207111008**



**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**2019**

**Pengaruh Pelarut dan Waktu Paparan Irradiasi Microwave terhadap Sintesis Nanokomposit Seng Oksida-Perak ( $ZnO$ -Ag) Menggunakan Minyak Cengkeh (*Syzygium aromaticum L.*) dan Bioaktivitasnya terhadap *Staphylococcus aureus***

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar

Sarjana Sains dalam bidang kimia

Oleh :

**RIZKI WAHYU AJI WIBOWO**

**155090207111008**



**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**2019**

## **LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**Pengaruh Pelarut dan Waktu Paparan Iradiasi Microwave  
terhadap Sintesis Nanokomposit Seng Oksida-Perak  
(ZnO-Ag) Menggunakan Minyak Cengkeh  
(*Syzygium aromaticum L.*) dan Bioaktivitasnya terhadap  
*Staphylococcus aureus***

Oleh :

**RIZKI WAHYU AJI WIBOWO**

**155090207111008**

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji

pada tanggal ... **25 JUN 2019**

dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar

Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Elvina Dhiaul Iftitah, S.Si, M.Si.

Dr. Eng Masruroh, S.Si, M.Si.

NIP. 197204191997022001

NIP. 197204191997022001



### Lembar Pernyataan

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Rizki Wahyu Aji Wibowo

NIM : 155090207111008

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:

**Pengaruh Pelarut dan Waktu Paparan Iradiasi Microwave terhadap Sintesis Nanokomposit Seng Oksida-Perak (ZnO-Ag) Menggunakan Minyak Cengkeh (*Syzygium aromaticum* L.) dan Bioaktivitasnya terhadap *Staphylococcus aureus***

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi 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 skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juni 2018

Yang menyatakan,



Rizki Wahyu Aji Wibowo

**Pengaruh Pelarut dan Waktu Paparan Irradiasi Microwave terhadap Sintesis Nanokomposit Seng Oksida-Perak (ZnO-Ag) Menggunakan Minyak Cengkeh (*Syzygium aromaticum L.*) dan Bioaktivitasnya terhadap *Staphylococcus aureus***

**ABSTRAK**

Dalam penelitian ini dipelajari sintesis nanokomposit seng oksida-perak (ZnO-Ag) menggunakan minyak cengkeh (*Syzygium aromaticum L.*) sebagai bioreduktor dengan bantuan iradiasi microwave. Pelarut yang digunakan adalah etanol, aseton dan n-heksana sedangkan waktu paparan yang digunakan adalah 10, 20 dan 30 menit. Hasil sintesis nanokomposit ZnO-Ag dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR dan SEM-EDS. Hasil sintesis nanokomposit ZnO-Ag diuji aktivitas antibakterinya. Hasil karakterisasi dari XRD menunjukkan semakin lama waktu reaksi semakin kecil ukuran komposit. Produk sintesis nanokomposit ZnO-Ag terbaik pada pelarut aseton dan waktu reaksi 30 menit yang terdiri dari ZnO dengan ukuran partikel 9 – 16 nm dan Ag dengan ukuran partikel 10 – 12 nm. Spektra FT-IR menunjukkan serapan ZnO-Ag pada daerah bilangan gelombang  $428,17\text{ cm}^{-1}$ . Micrograph SEM-EDS menunjukkan terjadinya aglomerasi dengan unsur – unsur Zn(46,89%), O(29,72%), dan Ag(23,39%). Nanokomposit ZnO-Ag memiliki kemampuan menghambat 13,3 mm terhadap *S. aureus*.

Kata kunci : Minyak cengkeh (*Syzygium aromaticum L.*), nanokomposit ZnO-Ag, bioaktivitas

**Solvent and Microwave Irradiation Time Effect to The Synthesis of Zinc Oxide-Silver (ZnO-Ag) Nanocomposite Using Clove Oil (*Syzygium aromaticum L.*) and Its Bioactivity Against *Staphylococcus aureus***

**ABSTRACT**

In this research, the synthesis of zinc oxide-silver (ZnO-Ag) using clove oil (*Syzygium aromaticum L.*) as bioreductor within microwave-assisted irradiation is studied. Ethanol, acetone, and n-hexane were used as the solvents while 10, 20 and 30 minutes time irradiation took place. The produced nanocomposite ZnO-Ag were characterized using XRD, FT-IR, SEM-EDS. The ZnO-Ag nanocomposite was tested its antibacterial activity. XRD characterization result shows that the longer time reaction takes place, the size of the particle becomes smaller. The nanocomposite ZnO-Ag synthesis product obtained acetone and time reaction as the best result consist of particle size of ZnO 9 – 16 nm and particle size of Ag 10 – 12 nm. The FT-IR spectrum indicated absorption of ZnO-Ag at wavenumber zone 428,17 cm<sup>-1</sup>. The agglomeration occurred in SEM-EDS micrograph with elements Zn(46,89%), O(29,72%), dan Ag(23,39%). Nanocomposite ZnO-Ag having inhibition against *S. aureus* was around 13,3 mm.

**Keywords :** Clove oil (*Syzygium aromaticum L.*), ZnO-Ag nanocomposite bioactivity

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul “Pengaruh Pelarut dan Waktu Paparan Irradiasi Mikrowave terhadap Sintesis dan Ukuran Nanokomposit Seng Oksida-Perak ( $ZnO$ -Ag) Menggunakan Minyak Cengkeh (*Syzygium aromaticum L.*) dan Bioaktivitasnya terhadap *S. aureus*” dengan lancar dan tepat waktu.

Penulisan skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya. Penulisan skripsi ini tidak lepas dari segala bantuan, bimbingan, nasihat, dan dukungan dari berbagai pihak, maka dalam kesempatan penulis mengucapkan terimakasih kepada:

- 1 Masruri, S.Si, M.Si, Ph.D, Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, yang telah mengesahkan skripsi ini.
- 2 Orang tua penulis, Wahyunto dan Martini, Kakak Endro dan Putri atas kasih saying, semangat, dan doa, serta bantuan secara moril dan finansial.
- 3 Dr. Elvina Dhaul Iftitah, S.Si, M.Si. dan Dr. Eng Masruroh, S.Si, M.Si. sebagai pembimbing I dan II atas semua saran, nasihat, waktu, dan bimbingan selama penelitian hingga penulisan skripsi.
- 4 Khoirun Nisyak, S.Si, M.Si. sebagai pembimbing atas semua dukungan moril dan finansial.
- 5 Dr. Arie Srihardyastutie, S.Si., M.Kes. sebagai dosen pendamping akademik atas nasihat, saran, waktu, ilmu, dan motivasi yang diberikan selama kuliah.
- 6 Sahabat-sahabat perjuangan (M. Yanuar Ramadhan, Galuh Alya S., Yuli Ainul Roshita, Arrival Arsyad, Tien Yulfiana, Yoan De Elcani, dan Dian Mulyani) atas semua dukungan,

doa, dan motivasi skripsi.

7 Staff Institut Atsiri, mas Mahfudz, pak Surono dan mas Sapri atas semua dukungan moril, doa dan saran – saran selama penelitian di Institut Atsiri

8 Teman-teman HMI MIPA Brawijaya atas segala dukungan doa, dan semangat yang telah diberikan.

Akhir kata, penulisan skripsi ini tidak lepas dari kekurangan sehingga penulis menerima segala kritik dan saran yang membangun untuk kesempurnaan dalam kepenulisan selanjutnya.

Malang, November 2018

Penulis

## **DAFTAR ISI**

**HALAMAN JUDUL**  
**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**  
**LEMBAR PERNYATAAN**  
**ABSTRAK**  
**ABSTRACT**  
**KATA PENGANTAR**  
**DAFTAR ISI**  
**DAFTAR GAMBAR**  
**DAFTAR TABEL**  
**DAFTAR LAMPIRAN**  
**DAFTAR ISTILAH DAN SINGKATAN**

**BAB I PENDAHULUAN**

- 1.1 Latar Belakang
- 1.2 Rumusan Masalah
- 1.3 Batasan Masalah
- 1.4 Tujuan Penelitian
- 1.5 Manfaat Penelitian

**BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

- 2.1 Minyak Cengkeh
- 2.2 Peranan Logam ZnO-Ag sebagai Agen Bakterisida dan Teknologi Nanokomposit
- 2.3 Karakteristik Nanokomposit ZnO-Ag
- 2.4 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag
- 2.5 Difraksi Sinar X (XRD)
- 2.6 Microwave dan Anti Pelarut

**BAB III METODOLOGI**

- 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian
- 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Repository Universitas Brawijaya	1
Repository Universitas Brawijaya	ii
Repository Universitas Brawijaya	iii
Repository Universitas Brawijaya	iv
Repository Universitas Brawijaya	v
Repository Universitas Brawijaya	vi
Repository Universitas Brawijaya	viii
Repository Universitas Brawijaya	xii
Repository Universitas Brawijaya	xiii
Repository Universitas Brawijaya	xv
Repository Universitas Brawijaya	1
Repository Universitas Brawijaya	1
Repository Universitas Brawijaya	3
Repository Universitas Brawijaya	3
Repository Universitas Brawijaya	4
Repository Universitas Brawijaya	4
Repository Universitas Brawijaya	5
Repository Universitas Brawijaya	5
Repository Universitas Brawijaya	6
Repository Universitas Brawijaya	7
Repository Universitas Brawijaya	9
Repository Universitas Brawijaya	10
Repository Universitas Brawijaya	11
Repository Universitas Brawijaya	13
Repository Universitas Brawijaya	13
Repository Universitas Brawijaya	13
Repository Universitas Brawijaya	viii
Repository Universitas Brawijaya	Repository Universitas Brawijaya
Repository Universitas Brawijaya	Repository Universitas Brawijaya
Repository Universitas Brawijaya	Repository Universitas Brawijaya
Repository Universitas Brawijaya	Repository Universitas Brawijaya

3.2.1 Sampel Penelitian	13
3.2.2 Bahan Penelitian	13
3.3.3 Alat Penelitian	13
3.3 Tahapan Penelitian	14
3.4 Prosedur Penelitian	14
3.4.1 Penjernihan Minyak Cengkeh	14
3.4.2 Karakterisasi Minyak Cengkeh	15
3.4.3 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Jenis Pelarut	15
3.4.4 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan Paparan Iradiasi Microwave	15
3.4.5 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag	16
3.4.5.1 Karakterisasi Difraksi Sinar X (XRD)	16
3.4.5.2 Karakterisasi FT-IR	17
3.4.5.3 Karakterisasi SEM-EDS	17
3.4.6 Uji Aktivitas Antibakteri	17
3.4.7 Analisis Data	18

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Minyak Cengkeh	19
4.2 Hasil Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Metode Microwave	20
4.3 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag	21
4.3.1 Analisis Difraksi Sinar X (XRD)	21
4.3.2 Analisis Pengaruh Pelarut terhadap Massa Produk	25
4.3.3 Analisis Mekanisme Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag	26
4.3.4 Analisis Spektra FT-IR	28
4.3.5 Analisis Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)	31
4.3.6 Uji Bioaktivitas Nanokomposit ZnO-Ag Terhadap <i>S. aureus</i>	33

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan
5.2 Saran

**DAFTAR PUSTAKA**  
**LAMPIRAN**

**36**  
**41**

## Daftar Gambar

**Gambar 2.1:** A) Beta kariofilen, B) Eugenil asetat dan C) Eugenol

**Gambar 2.2:** Skema interaksi nanokomposit ZnO-Ag dengan sel bakteri

**Gambar 2.3:** Spektra FT-IR ZnO-Ag, a) Sampel Minyak Jahe, b) ZnO murni dan c) ZnO-Ag

**Gambar 2.4:** Difraktogram pola XRD a) nanopartikel ZnO dan b) nanokomposit ZnO-Ag

**Gambar 2.5:** Agen penstabil (Zerumbone) nanopartikel perak

**Gambar 4.1:** Kromatogram minyak cengkeh A) Sebelum penjernihan dan B) Setelah penjernihan

**Gambar 4.2:** A) Minyak setelah dilarutkan dalam pelarut, B) Setelah penambahan garam seng, C) Setelah reaksi tahap kedua selesai

**Gambar 4.3:** A) Residu, B) Sentrat ZnO-Ag, C) Padatan ZnO-Ag

**Gambar 4.4:** Difraktogram XRD nanokomposit ZnO-Ag variasi pelarut A) Etanol, B) Aseton dan C) n-heksana

**Gambar 4.5:** Difraktogram XRD nanokomposit ZnO-Ag variasi waktu, A) Aseton-10, B) Aseton-20 dan C) Aseton-30

**Gambar 4.6:** Grafik pengaruh sifat pelarut terhadap massa produk nanokomposit ZnO-Ag

**Gambar 4.7:** Dugaan mekanisme pembentukan nanokomposit ZnO-Ag dengan bioreduktor minyak cengkeh.

**Gambar 4.8:** Spektra FT-IR (A) ZnO-Ag aseton waktu 30 menit (B) ZnO-Ag aseton waktu 20 menit dan (C) Sampel minyak cengkeh

**Gambar 4.9:** A) Micrograph SEM ZnO-Ag Aseton-30 B) EDS ZnO-Ag Aseton-30

**Gambar 4.10:** Zona hambat nanokomposit ZnO-Ag Aseton-30

5

7

8

9

10

20

20

20

21

22

24

26

28

29

31

32

## Daftar Tabel

<b>Tabel 2.1:</b> Gugus Fungsi FT-IR Nanokomposit ZnO-Ag	8
<b>Tabel 3.1:</b> Tabel Data Variasi Pelarut	18
<b>Tabel 3.2:</b> Tabel Data Variasi Waktu	18
<b>Tabel 4.1:</b> Komponen penyusun minyak cengkeh dianalisis menggunakan GC-MS	19
<b>Tabel 4.2:</b> Hasil XRD sintesis nanokomposit ZnO-Ag variasi pelarut	23
<b>Tabel 4.3:</b> Hasil XRD sintesis nanokomposit ZnO-Ag variasi waktu paparan tahap pertama	25
<b>Tabel 4.4:</b> Perbandingan nilai bilangan gelombang pada spektra FT-IR sampel minyak cengkeh dan sampel Aseton dengan eugenol standar	30
<b>Tabel 4.5:</b> EDS sampel nanokomposit ZnO-Ag Aseton-30	32
<b>Tabel 4.6:</b> Zona hambat sampel ZnO-Ag Aseton-30 (mm) terhadap <i>S. aureus</i>	33

## **Daftar Lampiran**

### **Lampiran A. Skema Kerja**

#### A.1 Diagram Alir Penelitian

#### A.2 Preparasi dan Penjernihan Minyak Cengkeh Komersial

#### A.3 Preparasi Larutan NaOH 0,02 M

#### A.4 Preparasi Larutan $Zn(CH_3COOH)_2 \cdot 2H_2O$ $5 \times 10^{-3}$ M

#### A.5 Preparasi Larutan $AgNO_3$ $3 \times 10^{-3}$ M

#### A.6 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Pelarut

#### A.7 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Optimasi Waktu Paparan

**41**

**41**

**42**

**42**

**42**

**43**

**43**

**44**

### **Lampiran B. Perhitungan**

#### B.1 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag

#### B.2 Perhitungan Ukuran dengan XRD

#### B.2.1 Analisis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Pelarut

#### B.2.2 Analisis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan

**45**

**45**

**45**

**46**

**47**

### **Lampiran C Hasil Karakterisasi Produk**

#### C.1 Analisis XRD

#### C.1.1 Analisis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Pelarut

#### C.1.2 Analisis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan

#### C.2 Difraktogram Sampel Nanokomposit ZnO-Ag

#### C.2.1 Variasi Pelarut

#### C.2.2 Variasi Waktu Paparan

#### C.3 Analisis Spektrofotometer FT-IR

#### C.3.1 Spektra FT-IR Overlay

#### C.3.2 Spektra FT-IR Sampel Minyak Cengkeh Hasil Penjernihan

#### C.3.3 Spektra FT-IR ZnO-Ag Aseton-20

#### C.3.4 Spektra FT-IR ZnO-Ag Aseton-30

**48**

**48**

**48**

**49**

**49**

**49**

**49**

**51**

**51**

**52**

**52**

**53**

**54**

### **Lampiran D. Uji Aktivitas Antibakteri**

### **Lampiran E. Dokumentasi Penelitian**

**54**

**55**

E.1 Penjernihan Minyak Cengkeh	55
E.2 Hasil Sintesis Nanokomposit	56
E.2.1 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Pelarut	56
E.2.2 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan	56
<b>Lampiran F. Fragmentasi Spektra Massa</b>	<b>57</b>
F.1 Eugenol	57
F.2 trans-Kariofilen	59
F.3 alfa-Humulen	60
F.4 delta-Kadinen	60
F.5 (-)-Kariofilen Oksida	61

## **Daftar Istilah dan Singkatan**

### **Simbol/singkatan**

ZnO-Ag

NPs

NC

XRD

FT-IR

SEM-EDS

Aseton-10

Aseton-20

Aseton-30

### **Keterangan**

Seng oksida-perak

Nanopartikel

Nanokomposit

*X-ray Diffraction*

*Fourier Transform Infrared*

Scanning *Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy*

Nanokomposit ZnO-Ag, pelarut aseton dengan waktu reaksi ZnO 10 menit

Nanokomposit ZnO-Ag, pelarut aseton dengan waktu reaksi ZnO 20 menit

Nanokomposit ZnO-Ag, pelarut aseton dengan waktu reaksi ZnO 30 menit

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Bahan berskala nano (nanomaterial) yang sedang dikembangkan belakangan adalah material komposit yang unik dan diterapkan dalam berbagai bidang terutama biomedis [1 – 3]. Nanokomposit

ZnO-Ag adalah salah satu komposit yang telah dibuktikan studinya terhadap beberapa jenis bakteri, diantaranya *Staphylococcus aureus* yang merupakan bakteri gram positif dan hidup di saluran pernafasan manusia dan populasinya sekitar 20 – 25% dan dapat terkolonisasikan hingga resisten terhadap antibiotik [4 – 6]. Nanokomposit ZnO-Ag terdiri dari nanopartikel ZnO yang dimodifikasi permukaannya dengan logam perak [7, 8].

Logam oksida seperti ZnO telah dibuktikan sebagai bahan bakterisida dan memiliki sifat mudah diubah secara kimia, reaktivitas permukaan tinggi, toksisitas rendah, biokompatibilitas (penyesuaian bahan dengan lingkungan) dan biodegradabilitas baik sehingga ZnO dapat diteliti dalam bidang biomedis dan sistem pro-ekologi [9, 10].

Logam perak dalam bentuk ion atau nanopartikelnya memiliki banyak efek dinamis terutama menghadapi mikroba dan infeksi biomedis, serta logam perak memiliki efek sitotoksitas yang kuat dalam menghadapi berbagai jenis mikroorganisme [11, 12]. Sintesis nanokomposit ZnO-Ag membutuhkan tiga komponen utama, garam prekursor (contoh :  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{AgNO}_3$ ). Reduktor (contoh :  $\text{NaBH}_4$ , heksametilentetraamin (HMT) ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ ), trietanolamin (TEA) dan Thiourea) dan agen penstabil (contoh : polivinil oksida) yang digunakan dalam sintesis cenderung toksik dan mencemari lingkungan [3, 12].

Strategi dalam sintesis nanokomposit ZnO-Ag untuk meminimalisir penggunaan bahan – bahan toksik, yaitu memanfaatkan ekstrak dari tanaman sebagai media terbukti menghasilkan komposit yang lebih baik [13]. Dengan memanfaatkan

struktur yang kaya elektron dari senyawa aktif, seperti flavonoid, saponin, dan senyawa fenolik, ekstrak tanaman dapat berperan sebagai bioreduktor alami dan agen penstabil [14]. Salah satu tanaman yang memiliki senyawa aktif, seperti fenolik adalah tanaman cengkeh [15, 16].

Tanaman cengkeh (*Syzygium aromaticum*) termasuk family *Myrtaceae* merupakan tanaman yang banyak dijumpai di Indonesia, India maupun di Madagaskar [15]. Tanaman cengkeh menghasilkan daun cengkeh 0,96 kg/pohon setiap minggunya setelah berumur lebih dari 20 tahun, dimana terdapat sekitar 1 – 4% minyak atsiri berkualitas dihasilkan dari daun cengkeh. Senyawa fenolik yang dijumpai dalam minyak atsiri cengkeh dan merupakan komponen utama penyusun atsiri dalam cengkeh adalah eugenol ditemukan sebesar 78% [17].

Sintesis nanokomposit ZnO-Ag yang memanfaatkan ekstrak tanaman yang telah dipelajari yaitu menggunakan minyak jahe (*Zingiber zerumbet* L.) dalam sistem reaksi reflux [13] yang cenderung membutuhkan temperatur tinggi dan waktu reaksi yang jauh lebih lama. Khoza *et al.* [18] dalam penelitiannya bahwa sintesis nanomaterial menggunakan *microwave* menjadi efektif karena *microwave* bersifat : 1) pemanasannya cepat dan selektif, 2) kecepatan reaksi dapat terjadi secara cepat, 3) meningkatkan yield produk dan 4) lebih hemat energi dibandingkan dengan metode konvensional. Namun diketahui bahwa semakin lama waktu reaksi berlangsung berhubungan dengan lamanya kontak paparan sinar radiasi dengan zat, maka kemungkinan peristiwa *superheating* terjadi dalam *microwave* sehingga ditemukan penurunan kualitas nanomaterial yang terbentuk.

Dalam hal seperti ini pemilihan pelarut penting dalam proses reaksi menggunakan *microwave*. Penambahan anti pelarut dalam reaksi dalam *microwave* dapat meminimalisir terjadinya *superheating*, dan menstabilkan produk nanomaterial [19]. Khoza *et al.* [18] memilih pelarut etanol dan aseton dalam penelitiannya

masing – masing menghasilkan ukuran partikel ZnO 20 – 60 nm dan 45 – 100 nm. Kelarutan senyawa aktif dalam pelarut juga berpengaruh dalam interaksi antara garam dengan senyawa aktif. Waktu reaksi juga penting dipelajari untuk mengetahui adanya peristiwa *superheating* dalam reaktor *microwave*. Menurut ashakuma, *et al.* [19] cara lain untuk meminimalisir terjadinya peristiwa *superheating* adalah dengan membagi reaksi sintesis nanokomposit ZnO-Ag dalam dua tahap dimana tahap pertama merupakan sintesis nanopartikel ZnO dengan daya tinggi dan reaksi tahap kedua sintesis nanopartikel Ag dengan daya yang lebih rendah. Berdasarkan uraian tersebut, maka dalam penelitian ini dipelajari pengaruh pemilihan pelarut (etanol, aseton dan n-heksana) dan waktu paparan *microwave* (10, 20 dan 30 menit) pada sintesis nanokomposit ZnO-Ag untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil. Nanokomposit ZnO-Ag dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar X (XRD), spektrofotometer inframerah (FT-IR), *Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS).

## 1.2 PERUMUSAN MASALAH

1. Bagaimana pengaruh pelarut dan waktu paparan *microwave* terhadap ukuran produk sintesis nanokomposit ZnO-Ag?
2. Bagaimana uji bioaktivitas dari produk hasil sintesis ZnO-Ag terhadap bakteri *Staphylococcus aureus*?

## 1.3 BATASAN MASALAH

1. Minyak cengkeh yang digunakan minyak cengkeh dari Kabupaten Kulon Progo, Yogyakarta
2. Pelarut yang digunakan etanol absolute kelas p.a, aseton analytical reagent dan n-heksana kelas p.a.
3. pH sistem 12
4. *Microwave* yang digunakan adalah *microwave* samsung modifikasi daya 450 watt

5. Bakteri uji *Staphylococcus aureus*

## 1.4 TUJUAN PENELITIAN

1. Mempelajari pengaruh pelarut dan waktu paparan *microwave* terhadap ukuran produk sintesis nanokomposit ZnO-Ag
2. Mempelajari bioaktivitas produk hasil sintesis ZnO-Ag terhadap bakteri *Staphylococcus aureus*

## 1.5 MANFAAT PENELITIAN

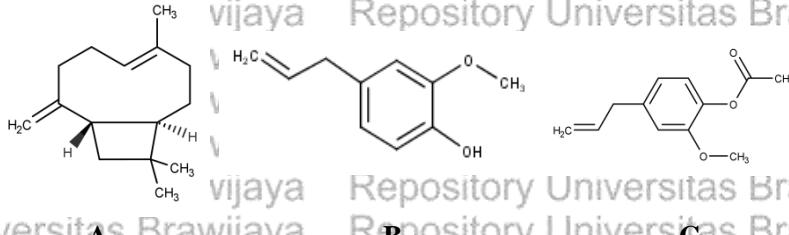
Manfaat dari penelitian ini adalah mengetahui secara mendalam pengaruh kepolaran pelarut dan waktu paparan *microwave* terhadap ukuran produk sintesis nanokomposit ZnO-Ag serta bioaktivitasnya terhadap bakteri *Staphylococcus aureus*.

## TINJAUAN PUSTAKA

### BAB II

#### 2.1 Minyak Cengkeh

Minyak cengkeh didapatkan dari tanaman cengkeh (*Syzygium aromaticum L.*) yang merupakan tanaman perkebunan Indonesia yang dapat digunakan sebagai penghasil minyak atsiri yang bermanfaat sebagai bahan baku dalam industri farmasi maupun industri makanan, dan penggunaan terbanyaknya adalah sebagai bahan baku rokok [20]. Minyak cengkeh didapatkan dari tanaman cengkeh bagian bunga (*Clove Oil*), daun (*Clove Leaf Oil*), dan rantingnya (*Clove Steam Oil*) memiliki kandungan minyak atsiri sekitar 21,3% dalam bunganya dan senyawa penyusun utama, eugenol (78 – 95%), eugenil asetat (15%) dan  $\beta$ -kariofilene (5 – 12%), dan  $\alpha$ -humulene (1 – 1,4%) yang ditunjukkan **Gambar 2.1** [21, 22]. Eugenol dalam minyak cengkeh digunakan sebagai bahan dasar pembuatan vanillin untuk pemberi aroma pada makanan, coklat dan parfum [21].



**Gambar 2.1:** A) Beta kariofilene, B) Eugenol asetat dan C) Eugenol [21].

## **2.2 Peranan Logam ZnO-Ag sebagai Agen Bakterisida dan Teknologi Nanokomposit**

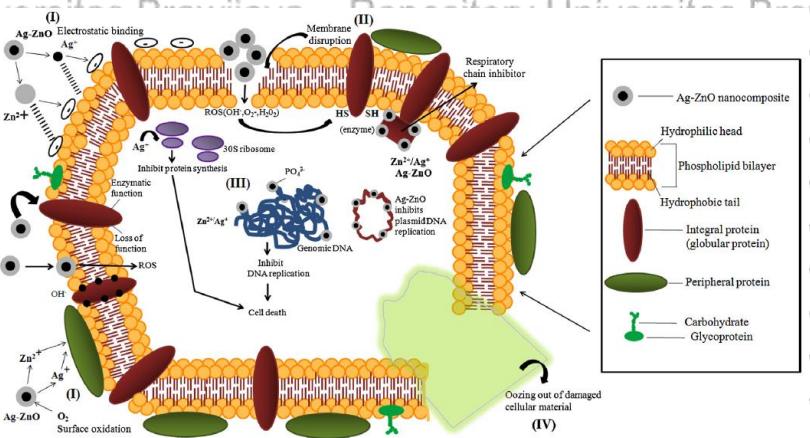
Nanokomposit adalah materi yang merupakan gabungan senyawa beberapa senyawa aktif dalam skala nanometer bersifat sifat lebih reaktif karena rasio permukaan terhadap volume besar dan dapat mempertahankan sifat fisikokimianya [1, 11]. Material berskala nanometer lebih efisien untuk terikat pada situs-situs aktif bakteri dan sel [23].

Bahan utama dalam sintesis nanokomposit seperti logam-oksida merupakan material yang memiliki biokompatibilitas yang baik, contohnya seng oksida ( $ZnO$ ). Seng Oksida memiliki sifat kimia dan fisika yang unik seperti dan stabilitas kimia tinggi sehingga termasuk material multifungsi dalam sains material dan digolongkan dalam bahan semikonduktor. Selain itu bahan ini juga memiliki toksisitas rendah, biokompatibilitas dan biodegradabilitas sehingga  $ZnO$  efektif sebagai bakterisida yang baik dalam sistem pro-ekologi [1, 10, 12].

Modifikasi permukaan bahan semikonduktor dengan logam mulia seperti perak akan meningkatkan efek antibakteri komposit secara signifikan [6, 7]. Perak diketahui memiliki toksisitas tinggi, biokompatibilitas baik dan murah [24, 25]. Nanomaterial perak dalam bentuk ion atau nanopartikelnya dapat berinteraksi dengan gugus sulfhidril dinding bakteri yang kemudian merusak membran sel bakteri, aktivitas enzimatis, sistem pernafasan dan proliferasi sel [4].

Mekanisme  $ZnO$ -Ag NC (*Nanocomposite*) sebagai antibakteri adalah interaksi permukaan bermuatan negatif membran sel dengan ion  $Ag^+$  dan  $Zn^{2+}$ , sehingga terjadi kerusakan membran. Kemungkinan lain komposit menghasilkan produk spesi oksigen reaktif (ROS) yang akan mengubah struktur dan fungsi membran protein dan aktivitas enzim. Pada tingkatan molekuler ion  $Ag^+/Zn^{2+}$  akan mengganggu gen bakteri yang berfungsi dalam sel dimana ion komposit berinteraksi dengan gugus fosfat gula dan menginhibisi DNA/Plasmid replikasi. Membran yang berubah susunan materinya

akan terbuka dan menyebabkan cairan dari sekitarnya masuk dan akhirnya sel mengalami lisis [26]. Skema mekanisme inhibisi sel bakteri oleh nanokomposit ZnO-Ag dapat dilihat pada **Gambar 2.2**.

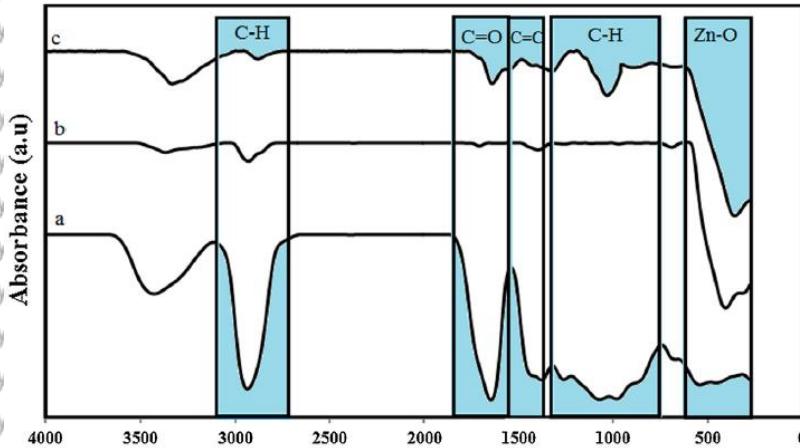


**Gambar 2.2:** Skema interaksi nanokomposit ZnO-Ag dengan sel bakteri [26].

Nanokomposit Ag/Zn pada *S. aureus* dengan uji difusi cakram memiliki zona hambat 12 mm, uji agar dilution 10 mm, MIC (min. Inhibitory Concentration) 128  $\mu\text{g}/\text{mL}$  dan MBC (min. Bactericidal Concentration) adalah 2048  $\mu\text{g}/\text{mL}$  [27]. Azizi, 2016 [13] nanokomposit ZnO-Ag dengan minyak jahe memiliki zona hambat pada *S. aureus*  $9,5 \pm 0,56$  mm terhadap standar (Streptomycin) yaitu  $22 \pm 0,28$  mm.

### 2.3 Karakteristik Nanokomposit ZnO-Ag

Karakteristik nanokomposit ZnO-Ag ditunjukkan dengan spektrofotometri FT-IR dan XRD. Menurut penelitian sebelumnya [13], serapan FT-IR nanokomposit ZnO-Ag berada di daerah 373  $\text{cm}^{-1}$  pada **Gambar 2.3**, dan gugus fungsi spektra FT-IR dirangkum pada **Tabel 2.1**.

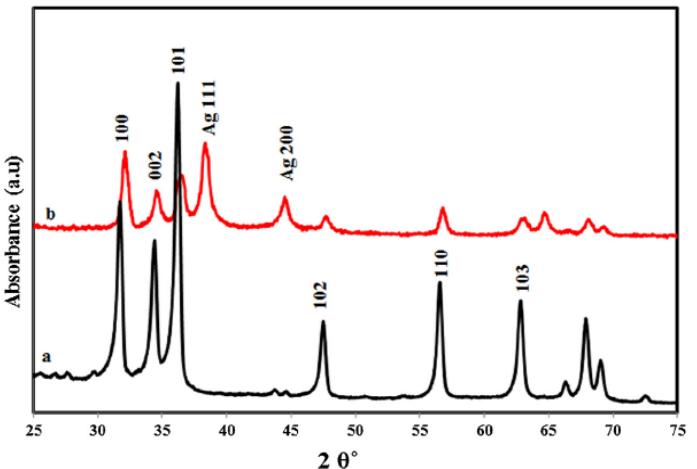


**Gambar 2.3:** Spektra FT-IR ZnO-Ag, a) Sampel Minyak Jahe, b) ZnO murni dan c) ZnO-Ag [13].

**Tabel 2.1:** Gugus Fungsi FT-IR Nanokomposit ZnO-Ag [13].

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )
O-H	3465
C-H stretching	2938
C=C	1453
Interaksi antara Ag dengan ikatan C-C	1062
Zn-O	410-373

Karakteristik nanokomposit ZnO-Ag XRD ditampilkan pada difraktogram pada **Gambar 2.4**. Kristal ZnO dikonfirmasi sebagai struktur wurzite heksagonal dan difraksinya,  $2\theta$  (hkl) = 31,74 (100), 34,43 (002), 36,21 (101), 47,53 (102), 56,55 (110), 62,84 (103) dan 67,85 (112) mengacu JCPDScardno.36-1451. Untuk logam perak Ag dikonfirmasi dengan struktur *face-centered-cubic* (fcc) dimana nilai  $2\theta$  (hkl) = 38,23 dan 44,51 mengacu (JCPDScardno.04-0783) [13].



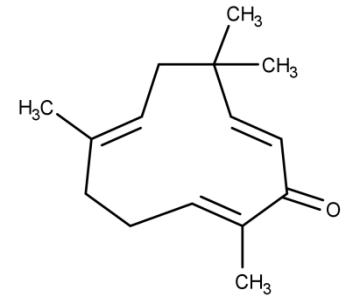
**Gambar 2.4:** Difraktogram pola XRD a) nanopartikel ZnO dan b) nanokomposit ZnO-Ag [13].

## 2.4 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag

Metode sintesis nanokomposit ZnO-Ag didasarkan pada metode presipitasi nanopartikulat, diawali dari pembentukan nanopartikel ZnO dan dilanjutkan dengan pembentukan Ag. Garam seng direaksikan dengan basa pada dalam suasana alkoholik. Garam seng yang digunakan adalah garam yang dapat larut dalam alkohol atau campuran alkohol/air, contohnya garam seng asetat, utamanya yang dalam bentuk dihidrat. Basa yang digunakan yang mengandung gugus –OH yang kelebihan elektron sehingga membentuk kompleks seng hidroksida asetat yang merupakan senyawa intermediet setelah hidrolisis terjadi [28].

Sintesis nanopartikel perak, dibutuhkan 3 komponen utama termasuk garam perak ( $\text{AgNO}_3$ ), agen reduksi ( $\text{NaBH}_4$ ) dan agen penstabil (polivinil alkohol), yang mana peranan reagen – reagen ini dapat digantikan. Pendekatan secara *in vitro* menghubungkan adanya bioreduksi nanopartikel Ag dan pengendalian ukurannya. Senyawa – senyawa yang ada dalam ekstrak tanaman yang berperan selain

sebagai agen reduksi juga sebagai agen pelindung, dimana agen pelindung bertindak untuk menstabilkan partikel agar tidak mengalami aglomerasi [5]. Penelitian sebelumnya menggunakan ekstrak jahe terbukti dapat menjadi agen pelindung pada pembentukan nanopartikel perak, dimana struktur senyawanya dapat dilihat pada **Gambar 2.5**. [13]. Penambahan pelarut seperti air atau etanol pada sintesis nanokomposit bertindak sebagai media reaksi antara larutan garam seng, perak dengan senyawa penyusun dalam ekstrak tanaman [3].



**Gambar 2.5:** Agen penstabil (Zerumbone) nanopartikel perak [13].

## 2.5 Difraksi Sinar X (XRD)

Analisa XRD diawali dengan spektrum yang merupakan plot intensitas terhadap sudut  $2\theta$  yang merupakan sudut antara sinar X datang dan sinar yang didifraksikan. Nilai  $2\theta$  dari suatu puncak tergantung dengan panjang gelombang bahan anode tabung sinar X yang biasanya terbuat dari tembaga, dimana bahan yang tertimpak sinar akan mengikuti persamaan Bragg [29].

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (\text{Persamaan 2.1})$$

Pelebaran garis dapat diukur sebagai ukuran rata – rata dari kristal dengan menggunakan rumus Scherrer [22].

$$D_v = K Q / \beta \cos \theta \quad (\text{Persamaan 2.2})$$

Dimana  $D_v$  adalah ukuran rata – rata partikel,  $Q$  adalah panjang gelombang radiasi dan  $\beta$  adalah FWHM (Full Width at Half Maximum) puncak pembiasan (refleksi) yang memiliki intensitas maksimum pola difraksi (integral luas puncak yang berada pada sudut  $M$ ).  $K$  adalah konstanta Scherrer yang biasanya berniali 0,9. Serbuk material biasanya teragregasi dari partikel kecil dan memiliki distribusi ukuran partikel.

## 2.6 Microwave dan Anti Pelarut

Sintesis nanokomposit ZnO-Ag menggunakan *microwave* telah banyak dipelajari, dimana keuntungannya yaitu menghasilkan produk lebih banyak karena pemanasan yang selektif, kecepatan reaksi tinggi dan membutuhkan waktu dan energi yang relatif lebih rendah dibandingkan dengan metode konvensional [18, 19]. Namun pemanasan dengan *microwave* juga dapat menyebabkan peristiwa *superheating* yang dapat mempengaruhi kualitas komposit yang terbentuk karena terjadinya lelehan. Peristiwa *superheating* dapat diminimalisir dengan membagi dua reaksi ke dalam dua tahap dan penambahan anti pelarut. Anti pelarut merupakan pelarut yang ditambahkan ke dalam larutan dan harus tidak melarutkan zat terlarut sehingga dapat mempengaruhi kecepatan agregasi nanokomposit. Syarat anti pelarut lainnya yaitu anti pelarut dapat campur dengan pelarut dari zat terlarut [19].

pository Universitas Brawijaya  
pository<sup>12</sup> Universitas Brawijaya  
pository Universitas Brawijaya  
pository Universitas Brawijaya  
pository Universitas Brawijaya

## BAB III

### METODOLOGI

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan selama 5 bulan, mulai bulan November 2018 hingga Maret 2019. Tempat pelaksanaan penelitian ini di Laboratorium Institut Atsiri, Kimia Organik dan UPTwijaya Instrumentasi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmuwijaya Pengetahuan Alam, Laboratorium XRD dan SEM Sentral dan Ilmu Hayati, Universitas Brawijaya dan Laboratorium Mikrobiologi Kampus 2 Universitas Muhammadiyah Malang.

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

##### 3.2.1 Sampel Penelitian

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak cengkeh yang dibeli dari Kabupaten Kulon Progo, Yogyakarta, minyak disuling dari bagian daun tanaman cengkeh (*Syzygium aromaticum* L.).

##### 3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah garam prekursor seng(ii) asetat dihidrat ( $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ) Sigma-Aldrich, garam perak(i) nitrat ( $AgNO_3$ ) Sigma-Aldrich, natrium hidroksida ( $NaOH_{(s)}$ ) Sigma-Aldrich, Etanol ( $C_2H_5OH$ ) kelas p.a dari Sigma-Aldrich, aseton ( $C_2H_6CO$ ) kelas analytical reagent Smart Lab, n-heksana kelas p.a Merck. Akuades tipe Hydrobath dibeli dari toko Makmur Sejahtera, Malang.

##### 3.2.3 Alat Penelitian

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian adalah spatula gelas, gelas arloji, neraca analitik Ohaus Pioneer 4 digit, gelas kimia 100 mL, labu takar 50 mL, pipet tetes, pipet volume 10 mL, pipet ukur 10 mL, stirrer, magnetic stirrer, corong gelas, labu alas datar

250 mL, pH universal, reaktor *microwave*, kondensor, corong pisah, erlenmeyer 250 mL, corong kaca, klem dan statif, kertas Whatmann 41, sentrifuge, tabung sentrifuge, botol vial, microtube, spektrofotometer FT-IR Shimadzu model 8400S, Spektra Massa - Kromatografi Gas (GC-MS) Shimadzu model QP2010S kolom agilent J&W GC, XRD XPERT-3 Cu  $\kappa$  ( $\text{\AA}$ ) 1,54, SEM-EDS tipe FE-SEM dengan instrumentasi FEI Quanta FEG 650.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Tahap – tahap penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut.

1 Penjernihan dan Karakterisasi Minyak Cengkeh

2 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag

a. Variasi Jenis Pelarut Nanokomposit ZnO-Ag

b. Variasi Waktu Paparan *Microwave* Nanokomposit ZnO-Ag

3 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag

a. Karakterisasi Difraksi Sinar X (XRD)

b. Karakterisasi FT-IR

c. Karakterisasi SEM-EDS (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy*)

4 Uji Antibakteri

5 Analisis Data

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Penjernihan Minyak Cengkeh

Penjernihan mengikuti metode [30] dengan sedikit modifikasi, ditimbang teliti zeolit sebanyak 25 gram ke dalam gelas kimia 250 mL ditambahkan minyak cengkeh 100 mL dan dipanaskan pada temperatur 100°C selama 1 jam sambil dilakukan pengadukan kontinu. Minyak disaring dan ditampung dalam Erlenmeyer 250 mL.

### **3.4.2 Karakterisasi Minyak Cengkeh**

Minyak cengkeh hasil penjernihan ditampung pada botol vial dan dilakukan dengan kromatografi gas – spektra massa (GC-MS) GCMS-QP2010S Shimadzu dengan kondisi.

- Temperatur kolom : 40°C
- Temperatur injeksi : 310°C
- Gas pembawa : Helium
- Panjang kolom : 30 meter
- Resin Kolom : Crossbond, 5% difenil/95% Dimetil polisiloxan
- Tekanan : 21,2 kPa

### **3.4.3 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Jenis Pelarut**

Mengacu pada Azizi, 2016 [10] yang telah dimodifikasi, minyak cengkeh hasil penjernihan diambil sebanyak 30 mL ke dalam labu alas datar 500 mL dan ditambahkan pelarut (etanol, aseton dan n-heksana) sebanyak 100 mL, distirrer selama 15 menit. Ke dalam labu ditambahkan larutan garam prekursor  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$   $5 \times 10^{-3}$  M per tetes sebanyak 100 mL sambil dilakukan pengadukan perlahan, ditambahkan larutan NaOH 0,02 M hingga pH larutan 12. Campuran dimasukkan ke dalam *microwave* dan dipapar dengan daya 450 watt selama 20 menit. Reaksi dihentikan kemudian ditambahkan 100 mL larutan garam  $AgNO_3$   $3 \times 10^{-3}$  M dengan laju alir perlahan. Reaksi dilanjutkan kembali selama 10 menit. Setelah reaksi selesai, produk dipisahkan dari sentrat dengan sentrifugasi selama 30 menit. Padatan diakumulasikan dengan penambahan campuran induk. Padatan difiltrasi dengan proses dekantasi dan dibilas dengan etanol hingga tidak ada sisa minyak. Padatan yang diperoleh dipanaskan pada oven dengan temperature 110°C selama 2 jam. Padatan yang diperoleh di uji XRD. Hasil pengaruh pelarut terbaik di uji SEM-EDS, spektrofotometer FT-IR dan diuji antibakteri terhadap *S. aureus* dan digunakan pada parameter optimasi waktu paparan.

### **3.4.4 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan Iradiasi Microwave**

Mengacu pada Azizi, 2016 [10] yang telah dimodifikasi, minyak cengkeh hasil penjernihan diambil sebanyak 30 mL ke dalam labu alas datar 500 mL dan ditambahkan pelarut hasil karakterisasi dengan ukuran terkecil produk 3.4.3 sebanyak 100 mL, distirrer selama 15 menit. Ke dalam labu ditambahkan larutan garam prekursor  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$   $5 \times 10^{-3}$  M per tetes sebanyak 100 sambil dilakukan pengadukan perlahan, ditambahkan larutan  $\text{NaOH}$  0,02 M hingga pH larutan 12. Campuran dimasukkan ke dalam microwave dan dipapar dengan daya 450 watt selama (pelarut-10, pelarut-20 dan pelarut-30 menit). Reaksi dihentikan kemudian ditambahkan 100 mL larutan garam  $\text{AgNO}_3$   $3 \times 10^{-3}$  M 100 mL dengan laju alir perlahan. Reaksi dilanjutkan kembali selama 10 menit. Setelah reaksi selesai, produk dipisahkan dari sentrat dengan sentrifugasi selama 30 menit. Padatan diakumulasikan dengan penambahan campuran induk. Padatan difiltrasi dengan proses dekantasi dan dibilas dengan etanol hingga tidak ada sisa minyak. Padatan yang diperoleh dipanaskan pada oven dengan temperatur 110 °C selama 2 jam. Padatan yang diperoleh di uji XRD. Hasil pengaruh pelarut terbaik di uji SEM-EDS, spektrofotometer FT-IR dan diuji antibakteri terhadap *S. aureus*.

### **3.4.5 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag**

#### **3.4.5.1 Karakterisasi Difraksi Sinar X (XRD)**

Karakterisasi difraksi sinar X untuk menentukan kualitatif sampel hasil sintesis dari jenis kristalnya dan ukuran partikelnya. Sampel diambil sekitar ± 0,1g kemudian dihaluskan dan dimasukkan dalam tempat sampel dan ditekan dengan *glass slide*. Tempat sampel diletakkan pada slot XRD, sampel dikenai sinar X dari sumber anode logam Cu dan menghasilkan sinar X karakteristik yang ditangkap detektor dan menghasilkan difraktogram. Sudut  $2\theta$  diukur pada

rentang  $25^\circ - 75^\circ$ , Ukuran partikel sampel dihitung berdasarkan persamaan 2.2

### **3.4.5.2 Karakterisasi Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FT-IR)**

Karakterisasi spektrofotometer FT-IR pada sampel ZnO-Ag hasil sintesis menggunakan metode *hand press*. Sampel padatan diambil sedikit dan dicampur dengan serbuk KBr dan dimasukkan ke dalam tempat sampel kemudian ditekan dengan *hand press* hingga terbentuk plat. Tempat sampel dimasukkan dalam spektrofotometer FT-IR Shimadzu model 8400S dan diuji bilangan gelombang pada rentang  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ .

### **3.4.5.3 Karakterisasi Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)**

Sampel padatan sebanyak  $\pm 0,1 \text{ mg}$  ditempelkan pada tempat sampel dengan *conducting glue*. Sampel tidak dilakukan *coating* dengan Au dan Pt. Sampel dimasukkan dalam instrumentasi SEM dan dikenai elektron energi tinggi. Sampel difoto pada perbesaran  $200x, 10.000x, 50.000x$  dan  $100.000x$ .

### **3.4.6 Uji Aktivitas Antibakteri**

Uji aktivitas antibakteri sesuai dengan metode [27] yang dilakukan terhadap *Staphylococcus aureus* dengan metode difusi sumuran agar. Medium agar untuk tumbuh bakteri yang digunakan mengandung ekstrak daging, pepton, natrium klorida dan ragi, air demineralisasi pada pH 7,2 dan diinkubasi pada  $37^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Sumur kemudian dibuat dalam plat dengan adanya organisme menggunakan *cork borer* dengan diameter 6 mm. Sebanyak 50 mL sampel konsentrasi 200 mg/mL dimasukkan ke dalam sumur. Plat kemudian diinkubasi pada  $37^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Nilai rata-rata yang digunakan untuk menghitung zona area hambat sebagai fungsi aktivitas antibakteri. Diameter minimum zona diukur dalam mm.

### 3.4.7 Analisis Data

Berikut gambaran matriks data yang akan diperoleh dimana **Tabel 3.1** menunjukkan matriks data pengaruh pelarut dan **Tabel 3.2** menunjukkan matriks data penagaruh waktu

**Tabel 3.1 Tabel Data Variasi Pelarut**

Kode Sampel	Variasi Jenis Pelarut*		
	Etanol	Aseton	n-Heksana
Kode Sampel	Etanol	Aseton	n-Heksana

\* ) = Kondisi reaksi, daya 450 watt,  $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O] 5 \times 10^{-3} M$ ,  $[AgNO_3] 3 \times 10^{-3} M$ , pH 12

**Tabel 3.2 Tabel Data Variasi Waktu**

Kode Sampel	Variasi Waktu Paparan (menit)**		
	10	20	30
Kode Sampel	Aseton-10	Aseton-20	Aseton-30

\*\*) = Kondisi reaksi, kondisi optimal dari variasi jenis pelarut

Hasil data XRD berupa difraktogram dengan data luaran berupa nilai  $2\theta(^{\circ})$  untuk mengkarakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag mengacu (**Persamaan 1**). Pelebaran garis dapat diukur sebagai ukuran rata – rata dari kristal dengan mengacu (**Persamaan 2**). Pengolahan data XRD dibantu dengan menggunakan aplikasi Pan Analytical X'pert HighScore Plus versi 3.0.5. Hasil data FT-IR berupa spectrum serapan ikatan antar atom yang bervibrasi ketika dikenai sinar inframerah. Serapan vibrasi tiap ikatan memiliki ciri khas dan spesifik pada daerah bilangan gelombang ( $\nu$ )  $cm^{-1}$  tertentu. Hasil data SEM-EDS merupakan gabungan dari data foto kenampakan permukaan dari sampel nanokomposit ZnO-Ag dan sebaran komposisi dari nanokomposit ZnO-Ag yang terdiri dari atom seng (Zn), oksigen (O) dan perak (Ag)

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

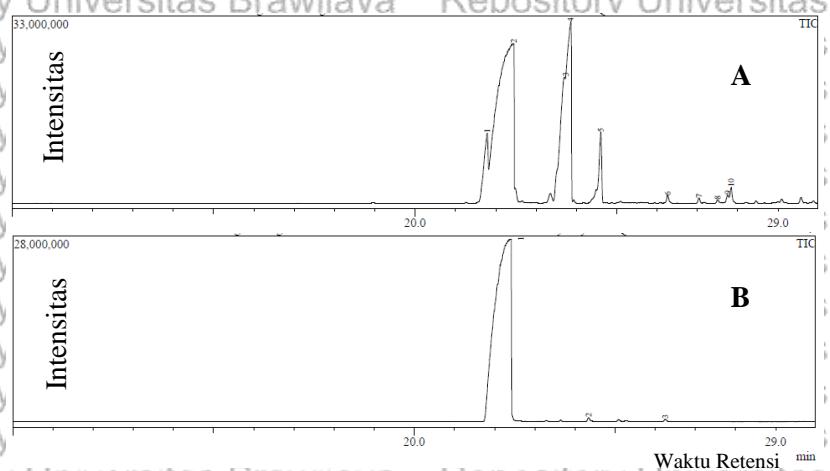
#### 4.1 Karakterisasi Minyak Cengkeh dengan GC-MS

Komposisi minyak atsiri hasil penjernihan cengkeh dikarakterisasi menggunakan analisis GC-MS. Penjernihan dilakukan untuk menghilangkan pengotor [30]. Dari hasil analisis GC-MS pada didapatkan kromatogram seperti yang ditampilkan pada

**Gambar 4.1** dan fragmentasi dari spektra massa GC-MS dapat dilihat pada **Lampiran F**. Senyawa penyusun atsiri minyak cengkeh pada **Tabel 4.1**, eugenol dan trans-kariofilen merupakan komponen utama yang menyusun minyak atsiri cengkeh dengan masing – masing presentase 71,12% dan 14,03%, komponen lain yang terdapat dalam minyak cengkeh memiliki persentase yang lebih sedikit. Setelah dilakukan penjernihan, persentase eugenol meningkat menjadi 99,67% dan hanya ada dua komponen minor seperti isoeugenol dan eugenil asetat yang terdapat dalam minyak cengkeh hasil penjernihan. Komponen pada minyak cengkeh dikonfirmasi dengan fragmentasi dan spektra massa pada **Lampiran F**. Kromatogram GC-MS minyak cengkeh sebelum dan sesudah dijernihkan dapat dilihat pada **Gambar 4.1**.

**Tabel 4.1:** Komponen penyusun minyak cengkeh dianalisis menggunakan GC-MS

Komponen	Persentase	
	Sebelum penjernihan	Setelah penjernihan
Eugenol	71,12	99,67
trans-Kariofilen	14,03	-
alfa-Humulen	4,73	-
delta-Kadinen	0,35	-
(-)-Kariofilen oksida	1,20	-
Isoeugenol	-	0,22
Eugenil asetat	-	0,11



**Gambar 4.1:** Kromatogram minyak cengkeh, A) Sebelum penjernihan dan B) Setelah penjernihan.

#### 4.2 Hasil Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Metode Microwave

Produk hasil sintesis nanokomposit ZnO-Ag dengan *microwave* dimana reaksi dibagi dalam dua tahap, reaksi pembentukan nanopartikel ZnO dan dilanjutkan pembentukan nanopartikel Ag, sama disemua variasi parameter. Penambahan garam prekursor seng pada minyak cengkeh, terbentuk produk suspensi berwarna *cream* (solid) terlihat pada **Gambar 4.2**.



**Gambar 4.2:** A) Minyak setelah dilarutkan dalam pelarut, B) Setelah penambahan garam seng, C) Setelah reaksi tahap kedua selesai

Kemudian setelah direaksikan dengan garam perak, campuran mengalami perubahan warna dari *cream* (solid) menjadi coklat kemerahan. Sentrat merah kecoklatan menunjukkan terbentuknya nanopartikel Ag seperti pada **Gambar 4.3**. Keseluruhan peristiwa sejalan dengan literatur yang dikemukakan Azizi *et al.* [13] yang menggunakan metode konvensional, refluks.



**Gambar 4.3** A) Residu, B) Sentrat ZnO-Ag, C) Padatan ZnO-Ag

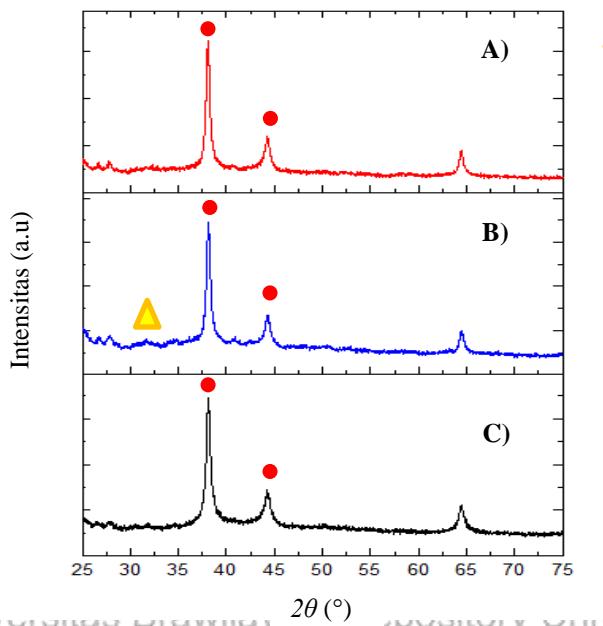
#### 4.3 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag

##### 4.3.1 Analisis Difraksi Sinar X (XRD)

Karakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar X merupakan tahap penentuan komposisi dan ukuran partikel ZnO-Ag. Hasil difraktogram variasi pelarut disajikan pada **Gambar 4.4**. Difraktogram nanokomposit ZnO-Ag variasi pelarut pada **Gambar 4.4**, pelarut n-heksana, etanol, dianalisis lebih lanjut dengan menggunakan aplikasi Pan Analytical X'pert HighScore Plus versi 3.0.5.

**Gambar 4.4** menunjukkan kristal ZnO yang dikonfirmasi pola difraksinya, pada  $2\theta(^\circ) = 34,60$  mengacu JCPDScardno.36-1451. Untuk logam perak Ag dimana nilai  $2\theta(^\circ) = 38,16$  dan  $44,22$  mengacu (JCPDScard no. 04-0783). Keberadaan puncak pada difraktogram **Gambar 4.4** dipengaruhi oleh wujud sampel yang berada pada fase kristal. Hasil analisis pada sampel pelarut etanol, aseton dan n-heksana menunjukkan keberadaan puncak unsur Ag

pository Universitas Brawijaya  
pository Universitas Brawijaya  
pository Universitas Brawijaya  
pository yang lebih dominan daripada puncak ZnO. Azizi *et al.* [13] menjelaskan bahwa puncak ZnO tidak terlalu nampak dikarenakan terjadi penurunan intensitas difraksi akibat tertutupnya permukaan ZnO oleh logam Ag.



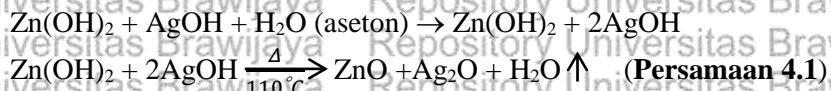
**Gambar 4.4:** Difraktogram XRD nanokomposit ZnO-Ag variasi pelarut, A) Etanol, B) Aseton dan C) n-heksana

**Tabel 4.2** merangkum pengaruh pelarut terhadap ukuran nanokomposit ZnO-Ag. Terlihat bahwa pada sampel Aseton terdeteksi puncak ZnO, meskipun masih dominan puncak perak. Ukuran nanokomposit ZnO-Ag dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer.

**Tabel 4.2:** Hasil XRD sintesis nanokomposit ZnO-Ag variasi pelarut

Pelarut	20(°) Ag	Ukuran (nm)	20(°) ZnO	Ukuran (nm)
Etanol	38,05 dan 44,22	21,01	Tidak terdeteksi	-
Aseton	38,16 dan 44,22	17,51	34,60	7,28
n-heksana	38,12 dan 44,2	17,51	Tidak terdeteksi	-

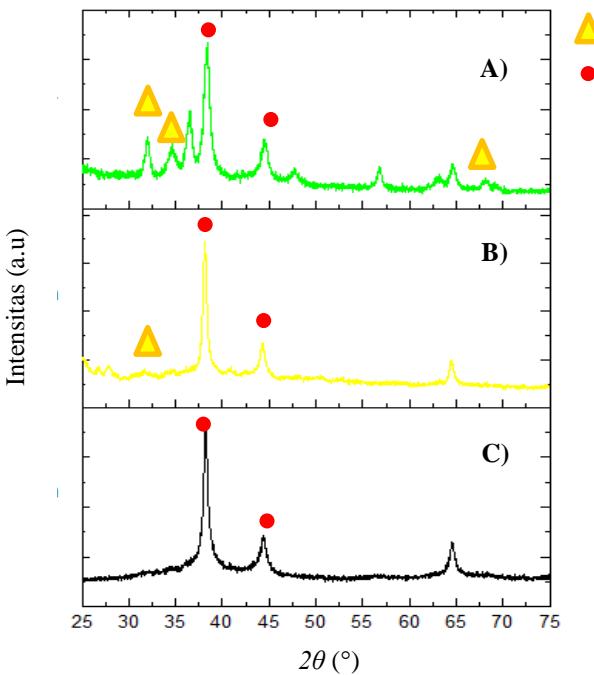
Aseton berperan dalam pembentukan kristal ZnO dari intermediet Zn(OH)<sub>2</sub> diikuti dengan dekomposisi termal secara berangsur. Reaksi terjadi sesuai **persamaan 4.1** berikut [31].



Dengan adanya temperatur tinggi akan mengkonversi Zn(OH)<sub>2</sub> menjadi padatan nanopartikel ZnO [24; 31]. Selain itu Khoza *et al.* [18] menyatakan bahwa ukuran nanopartikel dari ZnO dalam pelarut aseton lebih baik dari etanol dikarenakan aseton memiliki titik didih lebih rendah dari etanol dan pembentukan kristal terjadi pada temperatur lebih rendah. Aseton juga memiliki konstanta dielektrik lebih kecil dibandingkan dengan Etanol, sehingga interaksi Aseton dengan paparan gelombang *microwave* kurang dan ukuran partikel menjadi lebih kecil [18].

Puncak ZnO tidak terlihat pada sampel n-Heksana meskipun diketahui nilai konstanta dielektrik n-heksana yang paling kecil diantara ketiga pelarut namun sifat anti pelarut n-heksana tidak dapat bercampur dengan campuran [19] menyebabkan tidak terbentuknya kristal pada difraktogramnya. Maka dapat ditarik kesimpulan variasi

pelarut terbaik adalah aseton terlihat dari komposisi kristal yang terbentuk dan ukuran partikelnya yang terkecil. Kemudian, hasil variasi pelarut terbaik digunakan pada sintesis nanokomposit ZnO-Ag variasi waktu paparan, dimana difraktogram XRD sintesis nanokomposit ZnO-Ag dengan pengaruh waktu paparan iradiasi *microwave* dapat dilihat pada **Gambar 4.5**. Hasil penentuan komposisi nanokomposit dan ukuran partikel variasi waktu dapat dilihat pada **Tabel 4.3**.



**Gambar 4.5:** Diffraktogram XRD nanokomposit ZnO-Ag variasi waktu, A) Aseton-10, B) Aseton-20 dan C) Aseton-30

**Tabel 4.3:** Hasil XRD sintesis nanokomposit ZnO-Ag variasi waktu paparan *microwave*

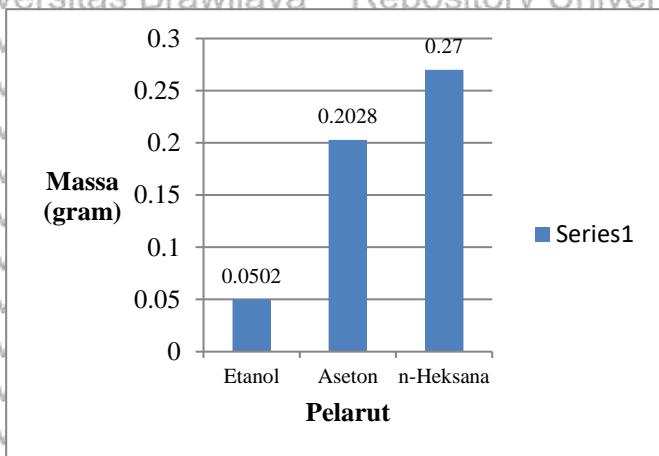
Waktu	$2\theta(^\circ)$ Ag	Ukuran (nm)	$2\theta(^\circ)$ ZnO	Ukuran (nm)
Aseton-10	38,21 dan 44,40	17,52	Tidak terdeteksi	-
Aseton-20	38,16 dan 44,22	17,51	34,60	7,8
Aseton-30	38,36 dan 44,49	10,51	31,99; 34,58 dan 68,05	9,79

Lama waktu paparan oleh iradiasi *microwave* berhubungan dengan naiknya temperatur. Sehingga temperatur akan naik secara dinamis seiring berjalannya waktu pada daya tertentu, namun akan mengalami titik dimana temperatur akan mencapai titik konstannya [31]. Hal ini sejalan dengan teori dekomposisi termal, dimana semakin tinggi temperaturnya maka pembentukan ZnO dari intermediet Zn(OH)<sub>2</sub> semakin baik [32]. Waktu reaksi juga berhubungan dengan lamanya kontak antara paparan *microwave* dengan sampel. Pada penelitian Barreto, *et al.* tahun 2013 [39] bahwa pada waktu yang lebih singkat menghasilkan pengotor pada produk akhir, analogi dari penelitian ini adalah adanya disosiasi ligan eugenol yang merupakan residu minyak [13], sehingga dapat mempengaruhi hasil pembacaan XRD. Hasil terbaik pengaruh paparan waktu sejalan dengan teori ini adalah waktu 30 menit dengan ukuran nanokomposit ZnO-Ag pada rentang 9 – 11 nm.

#### 4.3.2 Analisis Pengaruh Pelarut Terhadap Massa Produk

Pengaruh pelarut terhadap massa produk pada sintesis nanokomposit ZnO-Ag adalah adanya efek anti pelarut dan peristiwa aglomerasi [33]. Tanpa adanya efek anti pelarut ini maka partikel akan tersuspensi di dalam campuran dan yield produk selama sentrifugasi akan sedikit. Telah diketahui bahwa n-heksana

merupakan alkana rantai panjang yang sesuai untuk proses pengendapan produk nanopartikel ZnO. Tanpa adanya tambahan anti pelarut, sangat sedikit yield produk yang didapatkan, hal ini terlihat pada pelarut etanol dimana garam seng asetat dihidrat dapat larut dalam pelarut alkoholik. Puncak ZnO pada sampel Aseton lebih nampak daripada kedua pelarut lain pada **Tabel 4.2** karena aseton memiliki sifat melarutkan ligan – ligan residu dari minyak dan hasilnya mendapatkan padatan ZnO dalam produk akhir sampel nanokomposit ZnO-Ag. Grafik pengaruh sifat pelarut terhadap massa produk nanokomposit ZnO-Ag dapat dilihat pada **Gambar 4.6**.

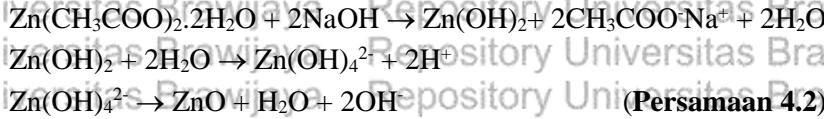


**Gambar 4.6:** Grafik pengaruh sifat pelarut terhadap massa produk nanokomposit ZnO-Ag

#### 4.3.3 Analisis Mekanisme Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag

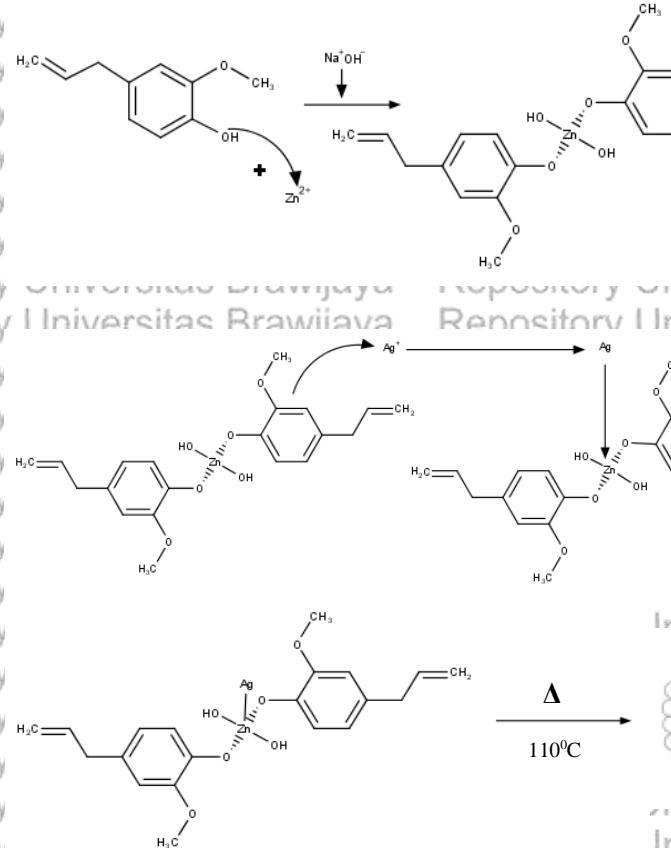
Dalam sintesis nanokomposit ZnO-Ag, minyak cengkeh berperan yang memiliki senyawa aktif utama, eugenol (99,67%) bertindak dalam proses reduksi  $\text{Ag}^+$  menjadi  $\text{Ag}^0$  dan media pembentukan nanopartikel ZnO. Eugenol bersifat seperti surfaktan non ionik yang akan meng kompleks dengan ion  $\text{Zn}^{2+}$  sehingga membentuk kompleks yang akan menurunkan kecepatan tumbuh

n nanopartikel ZnO, sehingga ukuran nanopartikel ZnO akan semakin kecil [34]. Reaksi garam seng divalent ( $ZnX_2$ ) dengan ion hidroksida membentuk intermediet  $Zn(OH)_2$  [35, 36]. Reaksi lengkap antara seng asetat dihidrat dengan basa seperti pada **persamaan 4.2** [32].



Adanya senyawa aktif yang memiliki banyak gugus fungsi seperti hidroksil ( $-OH$ ) dan karbonil ( $C=O$ ) juga berfungsi sebagai agen reduksi ion logam menjadi nanopartikelnya melalui ikatan terkoordinasi. Aglomerasi dan polimerisasi terikat pada logam lebih kuat dan menghasilkan kompleks [33]. Pada jurnal Azizi *et al.* [13] dijelaskan, elektron  $\pi$  dari cincin karbon yang mereduksi ion logam menjadi logamnya. Penambahan garam  $AgNO_3$  secara per tetes akan menyebabkan kristal Ag tumbuh pada permukaan Zn. Secara berangsur—angsur dengan pembilasan oleh pelarut aseton pada produk yang terdekomposit setelah sentrifugasi untuk menghilangkan sisa residu organik diikuti dengan pemanasan dengan oven pada temperatur maka akan merubah  $Zn(OH)_2$  menjadi  $ZnO$  sehingga hasil akhirnya adalah nanokomposit  $ZnO-Ag$  [31, 38].

Dugaan mekanisme pembentukan nanokomposit  $ZnO-Ag$  dengan bioreduktor minyak cengkeh ditunjukkan oleh **Gambar 4.7**.

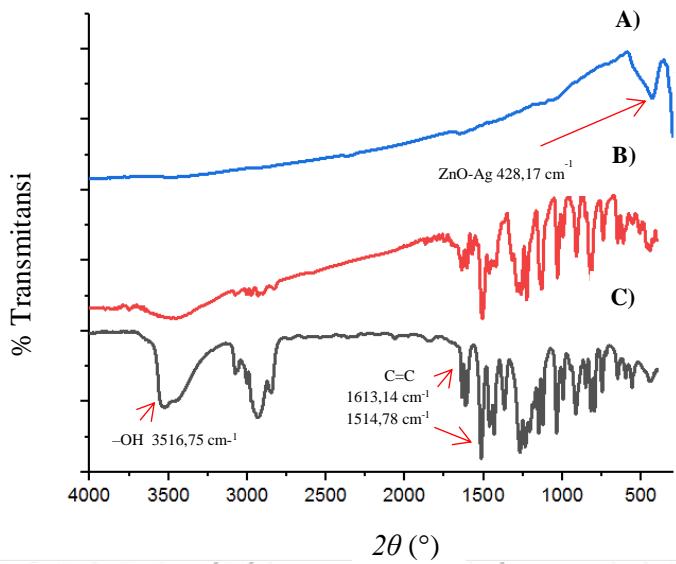


**Gambar 4.7:** Dugaan mekanisme pembentukan nanokomposit ZnO-Ag dengan bioreduktor minyak cengkeh.

#### 4.3.4 Analisis Spektra FT-IR

Dugaan mekanisme dimana eugenol menjadi kompleks dengan Zn<sup>2+</sup> dan menurunkan kecepatan tumbuh nanopartikel ZnO diperkuat dengan hasil spektra FT-IR padatan sampel ZnO-Ag pelarut aseton, yang mana pada spektra ini didominasi puncak yang mirip dengan puncak yang ada dalam spektra sampel minyak cengkeh hasil penjernihan. Puncak gugus -OH pada sampel

nanokomposit mengalami pelebaran pita serapan dan intensitasnya cenderung naik. Sampel minyak cengkeh terdiri atas eugenol (99,67%) hasil dari GC-MS, sehingga dapat dibuat prediksi gugus-fungsi yang terbaca pada spektra FT-IR tersebut. Spektra FT-IR dari pelarut Aseton ditandai sebagai Aseton-20 dan Aseton-30 dapat dilihat pada **Gambar 4.8**.



**Gambar 4.8.** Spektra FT-IR (A) ZnO-Ag Aseton waktu 30 menit (B) ZnO-Ag Aseton waktu 20 menit dan (C) Sampel minyak cengkeh.

**Tabel 4.4** menunjukkan prediksi bilangan gelombang dan gugus-fungsi yang bersesuaian. Nilai bilangan gelombang dan spektra FT-IR dari sampel minyak cengkeh memiliki kemiripan dengan eugenol standar pada . Data bilangan gelombang dari sampel nanokomposit sampel Aseton menunjukkan kedekatan dengan sampel minyak cengkeh, dengan sedikit pergeseran bilangan gelombang.

**Tabel 4.4:** Prediksi bilangan gelombang pada spektra FT-IR sampel minyak cengkeh dan sampel Aseton dengan eugenol standar

Sampel Minyak Cengkeh	Sampel Aseton	Eugenol Standar
Prediksi Gugus Fungsi	(v) $\text{cm}^{-1}$ Gugus Fungsi	(v) $\text{cm}^{-1}$ Gugus Fungsi
OH	3516,75	-OH
Ar-H	3077,01	Ar-H
C=C aromatis	1638,21 1613,14 1514,78	C=C aromatis
C-O	1267,91	C-O
		3453,11 3057,33 1640,14 1605,43 1507,06 1262,12
		Streching -OH Streching Ar-H Streching vinil (C=C) Streching dan (C=C) Streching C-O
		3520 3074 1638 1609 1514 1267

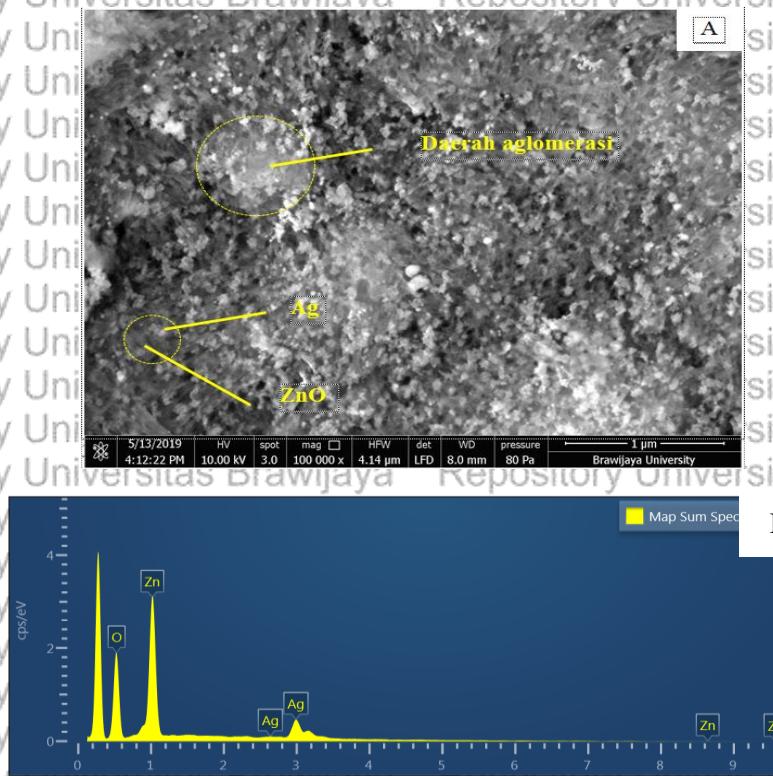
Pada penelitian Azizi *et al.* [13], **Gambar 2.3**, diketahui puncak serapan ZnO-Ag pada daerah bilangan gelombang  $373 \text{ cm}^{-1}$ .

Nanokomposit ZnO-Ag diketahui merupakan komposit core-shell, dimana ZnO adalah material yang ada pada layar dalam (core) dan Ag berada di permukaannya (shell) dan interaksi keduanya adalah parsial ionik [40]. Spektra FT-IR sampel ZnO-Ag aseton-30 terdapat satu puncak serapan di daerah  $428,17 \text{ nm}$ . Serapan lain yang disajikan datanya pada **Tabel 4.4** tidak terdapat pada sampel nanokomposit Aseton-30. Hal ini disebabkan karena eugenol yang meng kompleks pada  $\text{Zn}^{2+}$  mengalami disosiasi secara bertahap sehingga menghasilkan nanokomposit ZnO-Ag [32]. Sehingga diduga serapan pada sampel Aseton-30 merupakan serapan ZnO-Ag.

### **4.3.5 Analisis Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)**

Morfologi dan komposisi nanokomposit sampel Aseton-30 dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS yang dapat dilihat dalam micrograph pada **Gambar 4.10**. Terlihat pada **Gambar 4.10** komposit mengalami lebih banyak daerah aglomerasi dan terdapat daerah berwarna terang dan gelap. Menurut prinsip *backscattered electron* (BSE) pada citraan dengan SEM juga memberikan penjelasan bahwa massa atom ( $Z$ ) yang lebih besar akan lebih banyak memantulkan elektron yang mengenai partikelnya ditandai dengan warna dari partikelnya lebih terang, sedangkan pada massa atom yang lebih kecil didapatkan elektron ada yang tidak mengenai sampel sehingga tidak dipantulkan ke detektor, sehingga warna partikel yang terbaca pada SEM lebih gelap.

Ukuran Ag mendekati ~18 nm dan hal ini sejalan dengan hasil XRD. Banyak daerah = daerah pada hasil micrograph menunjukkan terjadinya proses aglomerasi akibat adanya pengaruh aseton [7]. Puncak pada spektra yang ditunjukkan oleh EDS adalah unsur O, Zn dan Ag. Komposisi dari nanopartikel ZnO dapat dilihat pada **Tabel 4.5**, terdiri atas unsur Zn dengan kelimpahan 46,89% dan O 29,72%, sedangkan Ag (23,39%) dan hal ini sejalan dengan literatur [14] yang mana nanokomposit terbentuk dengan baik. Hasil SEM-EDS sekaligus memberikan gambaran bahwa produk sintesis nanokomposit ZnO-Ag dengan menggunakan minyak cengkeh sebagai bioreduktor diduga telah terbentuk.



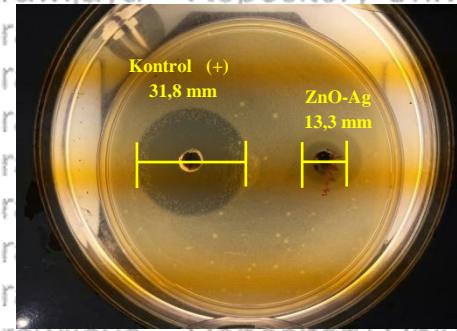
**Gambar 4.9:** A) Micrograph SEM ZnO-Ag Aseton-30 B) EDS ZnO-Ag Aseton-30.

**Tabel 4.5:** EDS sampel nanokomposit ZnO-Ag Aseton-30

Unsur	% Berat
O	29,72
Zn	46,89
Ag	23,39

#### 4.3.6 Uji Bioaktivitas Nanokomposit ZnO-Ag Terhadap *S. aureus*

Uji bioaktivitas antibakteri sampel nanokomposit ZnO-Ag Aseton-30 dilakukan dengan menggunakan metode sumuran agar terhadap *S. aureus*. Bioaktivitas sampel ZnO-Ag dinyatakan sebagai zona hambatan (mm), dengan konsentrasi sampel 30 mg/mL. Zona hambat sampel dapat dilihat pada **Gambar 4.10**.



**Gambar 4.10:** Zona hambat nanokomposit ZnO-Ag Aseton-30

Zona hambat dari sampel nanokomposit ZnO-Ag Aseton-30 sebesar 13,3 mm dan kontrol positif, yaitu antibiotik streptomycin sebesar 3,13 mm. Hal ini memberikan gambaran bahwa sintesis ZnO-Ag pada konsentrasi yang sama dengan kontrol positif memiliki potensi sebagai antibakteri dimana zona hambat dari kontrol positif antibiotik bernilai lebih besar dua kali lipat daripada sampel nanokomposit ZnO-Ag Aseton-30 sebesar 13,3 mm, **Tabel 4.6**.

Nilai zona hambat sampel ZnO-Ag Aseton-30 lebih kecil dibandingkan dengan antibiotik yang berkembang komersial seperti streptomycin - dipengaruhi oleh mekanisme penghambatan pertumbuhan bakteri. Mekanisme penghambatan streptomycin pada sel bakteri gram positif seperti *staphylococcus aureus* adalah disruptsi membran sel dengan ikatan elektrostatis antara polikationik aminoglikosida dengan fosfolipid dan asam teichoic, yang akan

menyebabkan streptomycin masuk dalam sitoplasma kemudian terikat pada ribosom dan menyebabkan *misreading* codon, sehingga tidak terjadi sintesis protein dan menyebabkan kematian pada sel [41]. Nanokomposit ZnO-Ag juga terikat secara elektrostatis pada membran sel yang bermuatan negatif dengan dilepaskannya ion Zn<sup>2+</sup> dan Ag<sup>+</sup>. Terikatnya ion perak dan seng pada membran sel menyebabkan perubahan fungsi dan struktur membran yang akhirnya dapat mendestruksi membran, hingga menyebabkan lisis pada sel bakteri [26]. Skema mekanisme penghambatan sel oleh nanokomposit ZnO-Ag dapat dilihat pada **Gambar 2.2**.

**Tabel 4.6:** Zona hambat sampel ZnO-Ag Aseton-30 (mm) terhadap *S. aureus*

Sampel	Zona Hambat (mm)
ZnO-Ag Aseton-30	13,3
Kontrol Positif	31,8

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik beberapa kesimpulan bahwa:

1. Hasil sintesis parameter variasi pelarut menghasilkan komposit dan ukuran ZnO-Ag terbaik adalah produk ZnO-Ag dengan pelarut Aseton, hasil XRD menunjukkan puncak ZnO dan Ag spesifik dan ukuran nanokomposit 7,28 nm untuk ZnO dan 17,51 nm untuk Ag. Hasil sintesis parameter variasi waktu paparan iradiasi *microwave* terbaik adalah pada 30 menit menghasilkan produk komposit dan ukuran ZnO-Ag, analisis XRD menunjukkan puncak ZnO dan Ag spesifik dan ukuran nanokomposit 9,79 nm untuk ZnO dan 10,51 nm untuk Ag.
2. Sintesis nanokomposit ZnO-Ag menggunakan minyak cengkeh dengan kadar eugenol 99,67% terbukti baik dalam produk dan uji antibakteri terhadap bakteri gram positif dimana zona hambat sampel ZnO-Ag Aseton-30 terhadap *Staphylococcus aureus* adalah 13,3 mm.

#### 5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan perlu adanya penelitian lanjutan tentang pengaruh daya *microwave* yang berbeda pada tahap pertama dan kedua reaksi. Kemudian pengaruh pelarut untuk golongan poliol seperti etilen glikol dan perlakuan hidrotermal pada akhir proses reaksi terhadap padatan yang terbentuk perlu dilakukan penelitian lanjut dan penggunaan bioreduktor lain.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Matei, A., Cernica I., Oana C., & Cecilia R., (2008), Synthesis and characterization of ZnO – polymer nanocomposites, *International Journal of Material Forming*, 767 – 770. DOI: 10.1007/s12289-008-0288-5
- [2] Gorban, O., I &ilenko, N. Mitina, S. Gorban, A. Zichenko & T. Konstantinova, (2017), Core/shell Nanocomposite for Biomedicine and Environmental Safety, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 213, 1 – 7. doi:10.1088/1757-899X/213/1/012017
- [3] Chung, I., Inmyoung P., Kim S., Muthu T. & Govindasamy R., (2016), Plant-Mediated Synthesis of Silver Nanoparticles: Their Characteristic Properties and Therapeutic Applications, *Nanoscale Research Letters*, 11 – 40 DOI 10.1186/s11671-016-1257-4
- [4] Archer, N.K., M.J. Mazaitis, J.W. Costerton, J.G. Leid, M.E. Powers, & M.E. Shirtliff, (2011), *Staphylococcus aureus* Biofilms Properties, Regulation, and Roles In Human Disease, *Virulence*, 2(5), 445 – 459. dx.doi.org/10.4161/viru.2.5.17724
- [5] Sadeghi, B., (2014), Preparation of ZnO/Ag Nanocomposite and Coating on Polymers for Anti-infection Biomaterial Application. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 1–23, dx.doi.org/10.1016/j.saa.2013.09.022
- [6] Zhang J., (2011), Silver-coated Zinc Oxide Nanoantibacterial Synthesis and Antibacterial Activity Characterization, *International Conference on Electronics and Optoelectronics* (ICEOE 2011), V3-94 – V3-98.
- [7] Saravanan, R., N. Karthikeyan, V.K. Gupta, E. Thirumal, P. Thangadurai, V. Narayanan , & A. Stephen, (2013), ZnO/Ag nanocomposite: An efficient catalyst for degradation studies of textile effluents under visible light, *Materials Science and Engineering*, C 33, 2235 – 2244
- [8] Sharma, S. K., G. S., Ghodake, Deuk Y. K., Dae-Young K., (2018), Synthesis and characterization of hybrid Ag-ZnO

nanocomposite for the application of sensor selectivity, *Current Applied Physics*, 18, 377 – 383.

- [9] Kanmani, Paulraj, Jong-Whan R., (2014), Properties and Characterization of Bionanocomposite Films Prepared with Various Biopolymers and ZnO Nanoparticles, *Carbohydrate Polymers*, 106, 190 – 199. dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.02.007
- [10] Mohan, A. C. & Renjanadevi B., (2016), Effect of Zinc Oxide Nanoparticles on Mechanical Properties of Diglycidyl Ether of Bisphenol-A, *Journal of Material Sciences & Engineering*, 5 – 6.
- [11] Ramasamy, M. & Jintae L., (2016), Recent Nanotechnology Approaches for Prevention and Treatment of Biofilm-Associated Infections on Medical Devices. *BioMed Research International*, 1 – 17. dx.doi.org/10.1155/2016/1851242
- [12] Aziz, Wisam J. & Nisreem Z., (2018), Fabrication of ZnO-Ag Nanocomposite and Their Antibacterial Activities, *Al-Mustansiriyah Journal of Science*, 28 (1), 204 – 207
- [13] Azizi, S., Rosfarizan M., Raha A., Amin B., Mona M., Arbakariya A., Wan Z., & Farideh N., (2016), ZnO-Ag Core Shell Nanocomposite Formed by Green Method Using Essential Oil of Wild Ginger and Their Bactericidal and Cytotoxic Effects, *Applied Surface Science*, 384, 517 – 524
- [14] Haq, A. N. U., Akhtar N., Ikram U. I., Ghulam M., Masoom Y., & Imran K., (2017), Synthesis Approaches of Zinc Oxide Nanoparticles: The Dilemma of Ecotoxicity, *Journal of Nanomaterials*, 1 – 14. doi.org/10.1155/2017/8510342
- [15] Prianto, H. Rurini R., Unggul P. J., (2013), Isolasi Dan Karakterisasi Dari Minyak Bunga Cengkeh (*Syzygium aromaticum*) Kering Hasil Distilasi Uap, *KIMIA STUDENT JOURNAL*, 1(2), 269 – 275
- [16] Raja, M. R. C., Varsha S., Sharmila S., & Santanu K. M., (2015), Versatile and Synergistic Potential of Eugenol: A Review, *Pharmaceutica Analytica Acta*, 6(5), 1 – 6

- [17] Jayanudin, (2016), Komposisi Kimia Minyak Atsiri Daun Cengkeh dari Proses Penyulingan Uap, *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 10(1), 37 – 42
- [18] Khoza, P. B., Makwena J. M., & Lucky M. S., (2012), The Effect of Solvents, Acetone, Water, and Ethanol, on the Morphological and Optical Properties of ZnO Nanoparticles Prepared by Microwave, *Journal of Nanotechnology*, 2012, 1–6
- [19] Ashakuma, Y., Shungo M., & Agus S., (2018), Method for suppressing superheating behavior during microwave assisted nanoparticle formation by ethylene glycol addition, *Chemical Engineering & Processing: Process Intensification*, 132, 11–15
- [20] Putri , R. L., Nur H., & Nur L. R., (2014), Pemurnian Eugenol dari Minyak Daun Cengkeh dengan Reaktan Basa Kuat KOH & Ba(OH)<sub>2</sub> (Kajian Konsentrasi Reaktan), *Jurnal Industria*, 3(1), 1 – 12
- [21] Hadi, S., (2012), Pengambilan Minyak Atsiri Bunga Cengkeh (*Clove Oil*) Menggunakan Pelarut n-Heksana & Benzene, *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 1(2), 25 – 30
- [22] Milind, P. & Khanna D., (2011), Clove: A Champion Spice, *International Journal of Research in Ayurveda & Pharmacy*, 2(1), 47 – 54.
- [23] Kaur, Pawan, Ashok Choudharyand Rajesh Thakur, (2013), Synthesis of Chitosan-Silver Nanocomposites and their Antibacterial Activity, *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 4(4), 869 – 872
- [24] Sharma, N., Jitender K., Shaweta T., Shruti S., & Vikas S., (2013), Antibacterial Study of Silver Doped Zinc Oxide Nanoparticles Against *Staphylococcus aureus* and *Bacillus subtilis*, *drug invention today* 5, 50 – 54
- [25] Kelkawi, A. H. A., Abolghasem A. K., Abdol-Khalegh B., (2016), Green synthesis of silver nanoparticles using *Mentha pulegium* and investigation of their antibacterial, antifungal and anticancer activity, *IET Nanobiotechnology*, 11(4), 370 – 376

- [26] Matai, I., Abhay S., Poornima D., Uday K., Bharat B. P., & Gopinath P. (2014), Antibacterial activity and mechanism of Ag-ZnO nanocomposite on *S. aureus* and GFP-expressing antibiotic resistant *E. coli*, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 115, 359 – 367.
- [27] Jafari, A., Masood G. & Shahrdad A., 2012, Synergistic Antibacterial Effects of Nano Zinc Oxide Combined with Silver Nanocrystales, *African Journal of Microbiology Research*, 5(30), 5465 – 5473
- [28] Hasnidawani, J. N., H.N. Azlina, H. Norita1, N.N. Bonnia, S. Ratim, & E.S. Ali, (2016), Synthesis of ZnO Nanostructures Using Sol-Gel Method, *Procedia Chemistry*, 19, 211 – 216
- [29] Sharma, R., D.P. Bisen, Usha Shukla & B.G. Sharma, 2012, X-Ray Diffraction: A Powerful Method of Characterizing Nanomaterials, *Recent Research in Science and Technology*, 4(8), 777 – 79
- [30] Ahmadi, K. & Wahyu M., (2007), Aktivasi Kimiai Zeolit Alam Untuk Pemurnian Minyak Ikan dari Hasil Samping Penepungan Ikan Lemuru (*Sardinella longiceps*), *Jurnal Teknologi Pertanian*, 8(2), 71 – 79
- [31] Vijayakumar, T. Siva, S. Karthikeyeni, S. Vasanth, Arul Ganesh, G. Bupesh, R. Ramesh, M. Manimegalai, & P. Subramanian, (2013), Synthesis of Silver-Doped Zinc Oxide Nanocomposite by Pulse Mode Ultrasonication and Its Characterization Studies, *Journal of Nanoscience*, 1 – 7
- [32] Houšová, J. & Karel H., 2002, *Microwave Heating – the Influence of Oven and Load Parameters on the Power Absorbed in the Heated Load*, *Czech J Food Sci.*, 20(3), 117 – 124
- [33] Zobel, M., Haimantee C., Galina M., Ute K., Reinhard B. N., (2015), Room-temperature Sol-gel Synthesis of Organic Ligand-capped ZnO, *Journal of Nanoparticle Research*, 1 – 20
- [34] Almoqayyad, S. Ibrahim, (2012), *Study of Synthesis and Growth of ZnO Nanoparticles*, (Master Thesis), Al-Azhar

- University of Gaza, Gaza, Palestine. Retrieved from <https://www.researchgate.net>
- [35] Hu, Z., Gerko O., & Peter C. S., (2003), Influence of solvent on the growth of ZnO nanoparticles, *Journal of Colloid and Interface Science*, 263, 454–460
- [36] Babu, A. T. & Rosy A., (2019), Green Synthesis Of Silver Doped Nano Metal Oxides Of Zinc & Copper for Antibacterial Properties, Adsorption, Catalytic Hydrogenation & Photodegradation of Aromatics, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7, 1 – 12
- [37] Conde, M. N., Khalid D., Hafid Z., Karima A., Larbi L., Mohammed B., & Boujemaâ J., (2011), Preparation of ZnO Nanoparticles without Any Annealing and Ripening Treatment, *Journal of Materials Science and Engineering*, 1, 985 – 990
- [38] Wang, M., Yajun Z., Yiping Z., Sung H. H., & Eui J. K., (2011), From Zn(OH)<sub>2</sub> to ZnO: a study on the mechanism of phase transformation, *The Royal Society of Chemistry*, 6, 6024 – 6026, DOI: 10.1039/C1CE05502J
- [39] Barreto, G. P., Graciela M., Luisa L. Q., (2013), Microwave Assisted Synthesis of ZnO Nanoparticles: Effect of Precursor Reagents, Temperature, Irradiation Time, and Additives on Nano-ZnO Morphology Development, *Journal of Materials*, 1 – 11
- [40] Chaudhuri, R. G. dan Santanu P., (2012), Core/Shell Nanoparticles: Classes, Properties, Synthesis Mechanisms, Characterization, and Applications, *Chem. Rev.*, 112, 2373–2433. dx.doi.org/10.1021/cr100449n
- [41] Krause, K. M., Alisa W. S., Timothy R. K., & Lynn E. C., (2016), Aminoglycosides: An Overview, *Cold Spring Harb Perspect Med*, 6(6), 1 – 18.doi: 10.1101/csphperspect.a027029

## DAFTAR LAMPIRAN

### Lampiran A. Skema Kerja

#### A.1 Diagram Alir Penelitian

Preparasi dan Penjernihan Minyak Cengkeh Komersial

Karakterisasi Minyak Cengkeh dengan GC-MS

Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Parameter Pelarut

Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag Parameter Pelarut  
dengan XRD

Analisis Spektrofotometer FT-IR pada Hasil Terbaik

Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Parameter Waktu

Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag Parameter Pelarut  
dengan XRD

Analisis FT-IR dan SEM pada Hasil Terbaik

Uji Antibakteri

Analisis Data

## A.2 Preparasi dan Penjernihan Minyak Cengkeh Komersial

Minyak Cengkeh Komersial

Diuji dengan GC-MS

Ditimbang teliti zeolit sebanyak 25 gram ke dalam gelas kimia 250 mL

Ditambahkan minyak cengkeh 100 mL

Dipanaskan pada temperatur 60°C selama 1 jam sambil dilakukan pengadukan kontinu.

Minyak disaring dan ditampung dalam Erlenmeyer 250 mL

Diuji dengan GC-MS

Hasil

## A.3 Preparasi Larutan NaOH 0,02 M

NaOH<sub>(s)</sub>

Ditimbang tepat 0,08 gram padatan NaOH<sub>(s)</sub>

Dilarutkan ke dalam gelas kimia 100 mL

Dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL

Ditanda bataskan dengan akuades dan dihomogenkan.

NaOH<sub>(aq)</sub> 0,02 M

## A.4 Preparasi Larutan Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O 5 x 10<sup>-3</sup> M

Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O<sub>(s)</sub>

Ditimbang tepat 0,1098 gram serbuk Zn(Ac)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O<sub>(s)</sub>

Dilarutkan ke dalam gelas kimia 100 mL

Dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 Ml

Ditanda bataskan dengan akuades dan dihomogenkan.

Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O<sub>(aq)</sub> 5 x 10<sup>-3</sup>

### A.5 Preparasi Larutan $\text{AgNO}_3$ $3 \times 10^{-3}$ M

$\text{AgNO}_3(s)$

Ditimbang tepat 0,506 gram padatan  $\text{AgNO}_3$  (s)

Dilarutkan ke dalam gelas kimia 100 mL

Dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL

Ditanda bataskan dengan akuades dan dihomogenkan.

$\text{AgNO}_3(aq)$   $3 \times 10^{-3}$  M

### A.6 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Pelarut

Minyak Cengkeh Hasil Penjernihan

Diambil sebanyak 30 mL ke dalam labu alas datar 500 mL dan ditambahkan pelarut (etanol, aseton dan n-heksana) sebanyak 100 mL

Distirrer selama 15 menit

Ke dalam labu ditambahkan larutan garam prekursor  $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$   $5 \times 10^{-3}$  M per tetes sebanyak 100 mL sambil dilakukan pengadukan perlahan

Ditambahkan larutan  $\text{NaOH}$  0,02 M hingga pH larutan 12

Campuran dimasukkan ke dalam *microwave* dan dipapar dengan daya 450 watt selama 20 menit

Reaksi dihentikan

Ditambahkan 100 mL larutan garam  $\text{AgNO}_3$   $3 \times 10^{-3}$  M dengan laju alir perlahan

Reaksi dilanjutkan kembali selama 10 menit

Warna campuran berubah dari putih susu (*cream*) menjadi coklat kemerahan dan terbentuk padatan berwarna hitam di dasar labu

Padatan dipisahkan dari sentrat dengan sentrifugasi selama 30 menit

- Padatan difiltrasi dengan proses dekantasi dan dibilas dengan etanol hingga tidak ada sisa minyak
- Padatan yang diperoleh dipanaskan pada oven dengan temperatur 100°C selama 2 jam
- Padatan yang diperoleh di uji XRD
- Hasil pengaruh pelarut terbaik di uji SEM, spektrofotometer FT-IR dan diuji antibakteri terhadap *S. aureus*

Hasil

## A.7 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan

### Minyak Cengkeh Hasil Penjernihan

- Diambil sebanyak 30 mL ke dalam labu alas datar 500 mL dan ditambahkan pelarut terbaik sebanyak 100 mL
- Distirrer selama 15 menit
- Ke dalam labu ditambahkan larutan garam prekursor  $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$   $5 \times 10^{-3}$  M per tetes sebanyak 100 mL sambil dilakukan pengadukan perlahan
- Ditambahkan larutan NaOH 0,02 M hingga pH larutan 12
- Campuran dimasukkan ke dalam *microwave* dan dipapar dengan daya 450 watt selama (10, 20, 30 menit)
- Reaksi diidentifikasi
- Ditambahkan 100 mL larutan garam  $AgNO_3$   $3 \times 10^{-3}$  M dengan laju alir perlahan
- Reaksi dilanjutkan kembali selama 10 menit
- Warna campuran berubah dari putih susu (*cream*) menjadi coklat kemerahan dan terbentuk padatan berwarna hitam di dasar labu
- Padatan dipisahkan dari sentrat dengan sentrifugasi selama 30 menit
- Padatan difiltrasi dengan proses dekantasi dan dibilas dengan etanol hingga tidak ada sisa minyak

Hasil

- Padatan yang diperoleh dipanaskan pada oven dengan temperature  $100^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam
- Padatan yang diperoleh di uji XRD
- Hasil pengaruh waktu paparan terbaik di uji SEM, spektrofotometer FT-IR dan diuji antibakteri terhadap *S. aureus*

## Lampiran B. Perhitungan

### B.1 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag

B.1.1 Preparasi Larutan  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$   $5 \times 10^{-3}$

$$\text{Mol } \text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = [\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] \times \text{volume}$$

$$= 5 \times 10^{-3} \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$= 0,5 \text{ mmol}$$

Massa  $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 0,5 \text{ mmol} \times 219,5 \text{ mg/mmol} = 0,1098 \text{ g}$

B.1.2 Preparasi Larutan  $\text{AgNO}_3$   $3 \times 10^{-3}$

$$\text{Mol } \text{AgNO}_3 = [\text{AgNO}_3] \times \text{volume}$$

$$= 3 \times 10^{-3} \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$= 0,3 \text{ mmol}$$

Massa  $\text{AgNO}_3 = 0,3 \text{ mmol} \times 169,87 \text{ mg/mmol} = 0,0509 \text{ g}$

B.1.3 Preparasi Larutan  $\text{NaOH}$  0,04 M

$$\text{Mol NaOH} = [\text{NaOH}] \times \text{volume}$$

$$= 0,04 \text{ M} \times 50 \text{ mL}$$

$$= 2 \text{ mmol}$$

Massa  $\text{NaOH} = 2 \text{ mmol} \times 40 \text{ mg/mmol} = 0,08 \text{ g}$

### B.2 Perhitungan Ukuran dengan XRD

Persamaan Scherrer:

$$D_v = K Q / \beta \cos \theta$$

$D_v$  = Ukuran Partikel (nm)

K = Konstanta Scherrer (0,9)

Q = Panjang Gelombang sinar X ( $\text{Cu K}\alpha = 1,54060 \text{ \AA}$ )

$$\beta = \text{FWHM} (\text{Full Width at Half Maximum})$$

$$\theta = \text{Sudut difraksi}$$

### B.2.1 Analisis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Pelarut

Sampel	$2\theta (\text{)}^{\circ}$	$\theta (\text{)}^{\circ}$	$\cos \theta$	FWHM ( $\beta^{\circ}$ )	FWHM ( $\beta$ radian)
Etanol	38.05	19.02	0.95	0.33	0.006
	44.23	22.11	0.93	0.41	0.007
Aseton	34.61	17.30	0.95	1.14	0.020
	38.16	19.08	0.95	0.16	0.003
n-heksana	44.22	22.11	0.93	0.49	0.009
	38.13	19.06	0.95	0.16	0.003
	44.21	22.10	0.93	0.49	0.009

#### B.2.1.1 Sampel Etanol

- Puncak  $2\theta$  (Ag) = 38.05  
 $D_v = \frac{0.9 \times 1.54060 \text{ \AA}}{0.006 \cos 19.02} = 25,74 \text{ nm}$
- Puncak  $2\theta$  (Ag) = 44.23  
 $D_v = \frac{0.9 \times 1.54060 \text{ \AA}}{0.007 \cos 22.11} = 21,01 \text{ nm}$

#### B.2.1.2 Sampel Aseton

- Puncak  $2\theta$  (ZnO) = 34.61  
 $D_v = \frac{0.9 \times 1.54060 \text{ \AA}}{0.02 \cos 17.3} = 7,28 \text{ nm}$
- Puncak  $2\theta$  (Ag) = 38.16  
 $D_v = \frac{0.9 \times 1.54060 \text{ \AA}}{0.003 \cos 19.08} = 51,49 \text{ nm}$
- Puncak  $2\theta$  (Ag) = 44.22  
 $D_v = \frac{0.9 \times 1.54060 \text{ \AA}}{0.009 \cos 22.11} = 17,51 \text{ nm}$

#### B.2.1.3 Sampel n-heksana

- Puncak  $2\theta$  (Ag) =  
 $D_v = \frac{0.9 \times 1.54060 \text{ \AA}}{0.0028 \cos 19.06} = 51,48 \text{ nm}$

- Puncak 2θ (Ag) = 38.21
$$D_v = \frac{0.9 \times 1,54060 \text{ Å}}{0,0086 \cos 22,12} = 17,51 \text{ nm}$$

### B.2.2 Analisis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan

Sampel	2θ (°)	θ (°)	cos θ	FWHM (β°)	FWHM (β radian)
Aseton-10	38.21	19.10	0.94	0.33	0.006
	44.40	22.20	0.93	0.49	0.009
	34.61	17.30	0.95	1.14	0.020
Aseton-20	38.16	19.08	0.95	0.16	0.003
	44.22	22.11	0.93	0.49	0.009
	31.99	15.99	0.96	0.49	0.009
Aseton-30	34.58	17.29	0.95	0.82	0.014
	36.54	18.27	0.95	0.65	0.011
	38.36	19.18	0.94	0.73	0.013
	44.50	22.25	0.93	0.82	0.014
	68.05	34.03	0.83	0.98	0.017

#### B.2.2.1 Sampel Aseton-10

- Puncak 2θ (Ag) = 38.21
$$D_v = \frac{0.9 \times 1,54060 \text{ Å}}{0,006 \cos 19,10} = 25,75 \text{ nm}$$

- Puncak 2θ (Ag) = 44.23
$$D_v = \frac{0.9 \times 1,54060 \text{ Å}}{0,009 \cos 22,20} = 17,52 \text{ nm}$$

#### B.2.2.2 Sampel Aseton-20

- Puncak 2θ (ZnO) = 34.61
$$D_v = \frac{0.9 \times 1,54060 \text{ Å}}{0,02 \cos 17,3} = 7,28 \text{ nm}$$

- Puncak 2θ (Ag) = 38.16
$$D_v = \frac{0.9 \times 1,54060 \text{ Å}}{0,003 \cos 19,08} = 51,49 \text{ nm}$$

- Puncak 2θ (Ag) = 44.22
$$D_v = \frac{0.9 \times 1,54060 \text{ Å}}{0,009 \cos 22,11} = 17,51 \text{ nm}$$

### B.2.2.3 Sampel Aseton-30

- Puncak  $2\theta$  ( $\text{ZnO}$ ) = 31,99

$$D_v = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{0,009 \cos 15,99} = 16,87 \text{ nm}$$

- Puncak  $2\theta$  ( $\text{ZnO}$ ) = 34,58

$$D_v = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{0,014 \cos 17,29} = 10,19 \text{ nm}$$

- Puncak  $2\theta$  ( $\text{ZnO}$ ) = 36,54

$$D_v = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{0,011 \cos 18,27} = 12,81 \text{ nm}$$

- Puncak  $2\theta$  ( $\text{Ag}$ ) = 38,36

$$D_v = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{0,013 \cos 19,18} = 11,45 \text{ nm}$$

- Puncak  $2\theta$  ( $\text{Ag}$ ) = 44,50

$$D_v = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{0,014 \cos 22,25} = 10,51 \text{ nm}$$

- Puncak  $2\theta$  ( $\text{ZnO}$ ) = 68,05

$$D_v = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ \AA}}{0,017 \cos 34,03} = 9,79 \text{ nm}$$

## Lampiran C Hasil Karakterisasi Produk

### C.1 Analisis XRD

#### C.1.1 Analisis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Pelarut

Sampel	Karakterisasi Ag		Karakterisasi ZnO	
	Percobaan 20 (°)	Azizi <i>et al.</i> 20 (°)*	Percobaan 20 (°)	Azizi <i>et al.</i> 20 (°)*
Etanol	38,05	38,23	-	-
	44,23	44,51	-	-
Aseton	38,16	38,23	-	34,61
	44,22	44,51	-	34,43
n-heksana	38,13	38,23	-	-
n-heksana	44,21	44,51	-	-

\*JCPDS cardno.04-0783

### C.1.2 Analisis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan

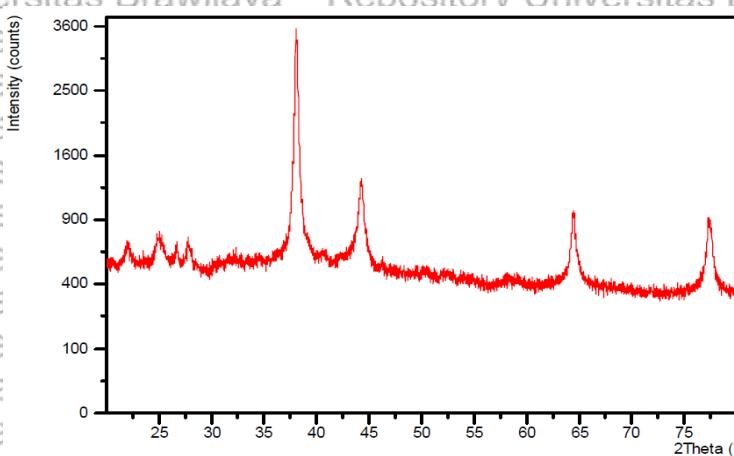
Sampel	Karakterisasi Ag		Karakterisasi ZnO	
	Percobaan $2\theta (^{\circ})$	Azizi <i>et al.</i> $20 (^{\circ})^*$	Percobaan $2\theta (^{\circ})$	Azizi <i>et al.</i> $20 (^{\circ})^*$
Aseton-10	38,21	38,23	-	-
	44,40	44,51	-	-
Aseton-20	38,16	38,23	34,61	34,43
	44,22	44,51	-	-
Aseton-30	38,36	38,23	31,99	31,74
	44,50	44,51	34,58	34,43
			36,54	36,21
			68,05	67,85

\* JCPDScardno.04-0783

### C.2 Difraktogram Sampel Nanokomposit ZnO-Ag

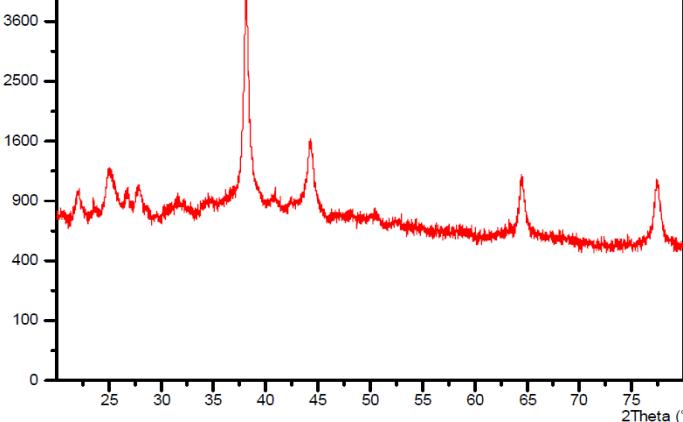
#### C.2.1 Variasi Pelarut

##### • Etanol



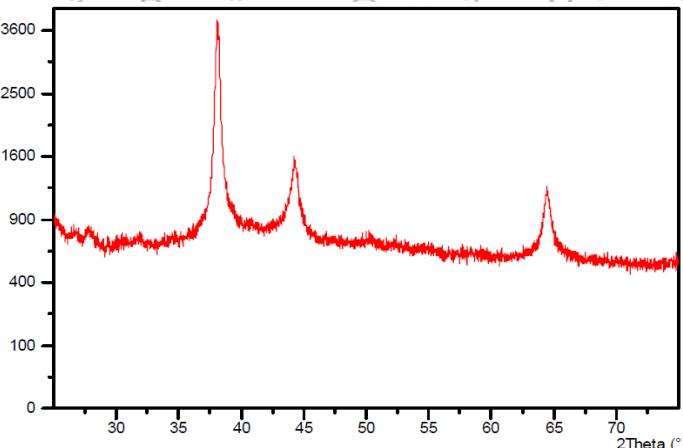
Intensity (counts)

Aseton



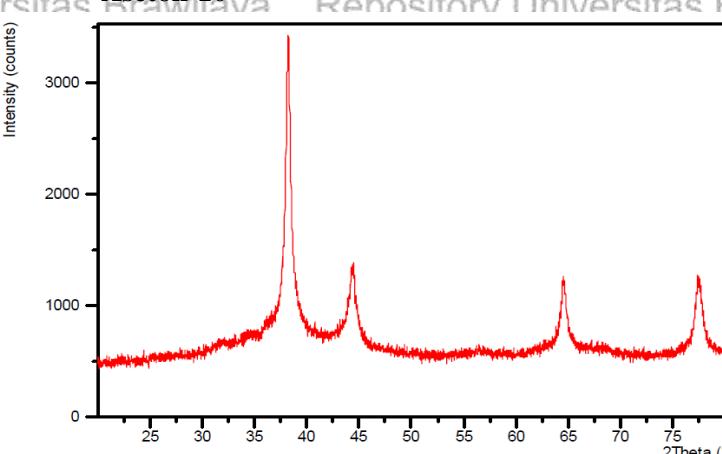
Intensity (counts)

n-heksana



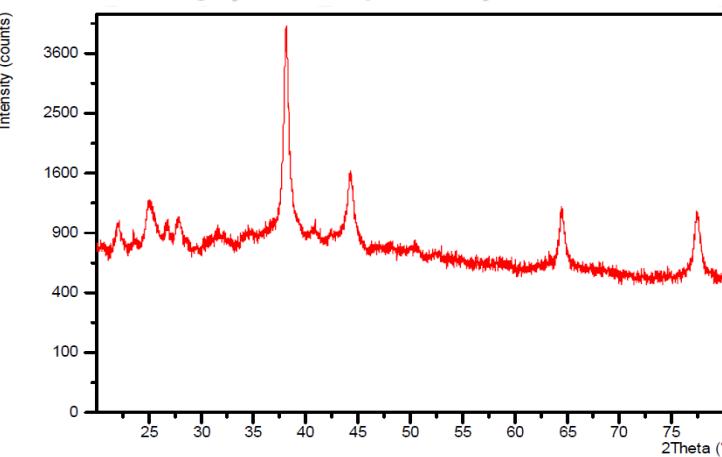
## C.2. Variasi Waktu Paparan

• Aseton-10



• Aseton-20

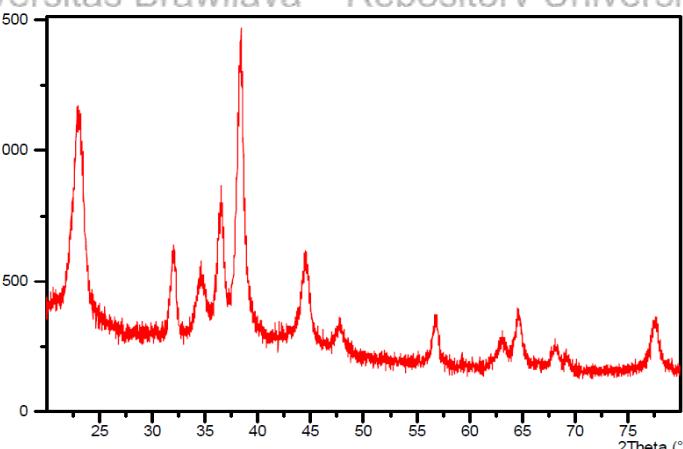
Repository Universitas Brawijaya



• Aseton-30

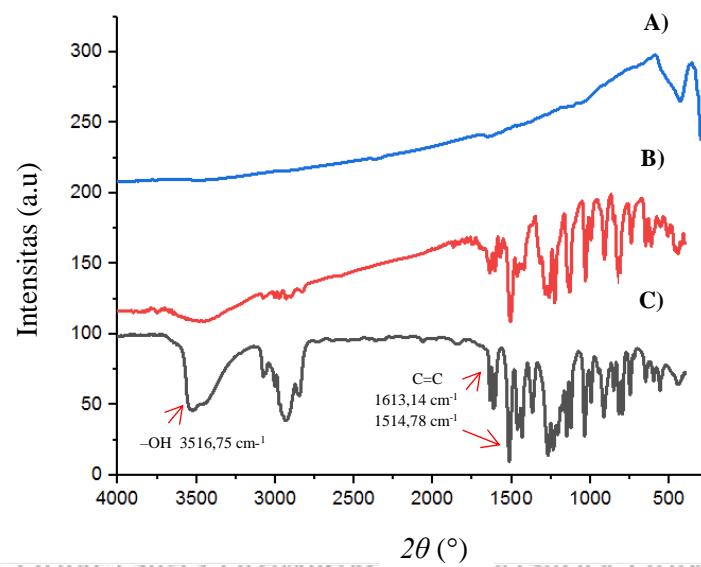
Repository Universitas Brawijaya

Intensity (counts)



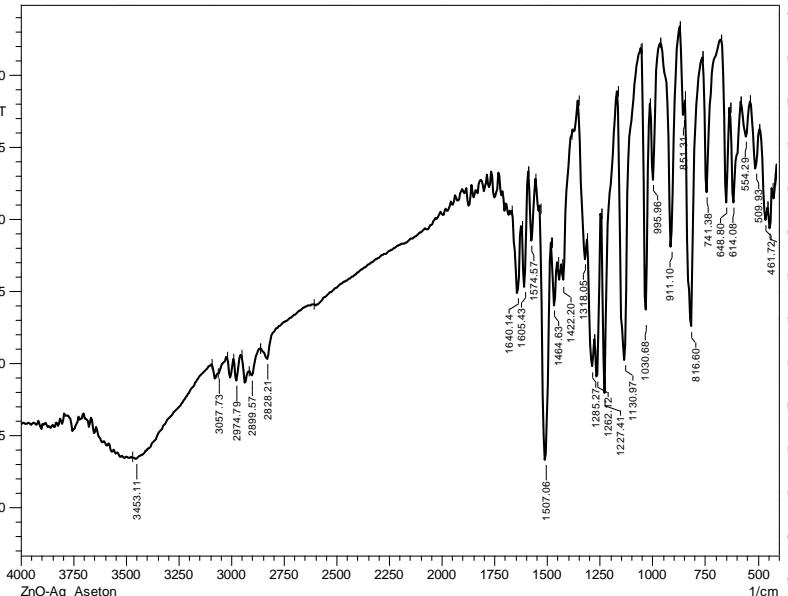
### C.3 Analisis Spektrofotometer FT-IR

#### C.3.1 Spektra FT-IR Overlay

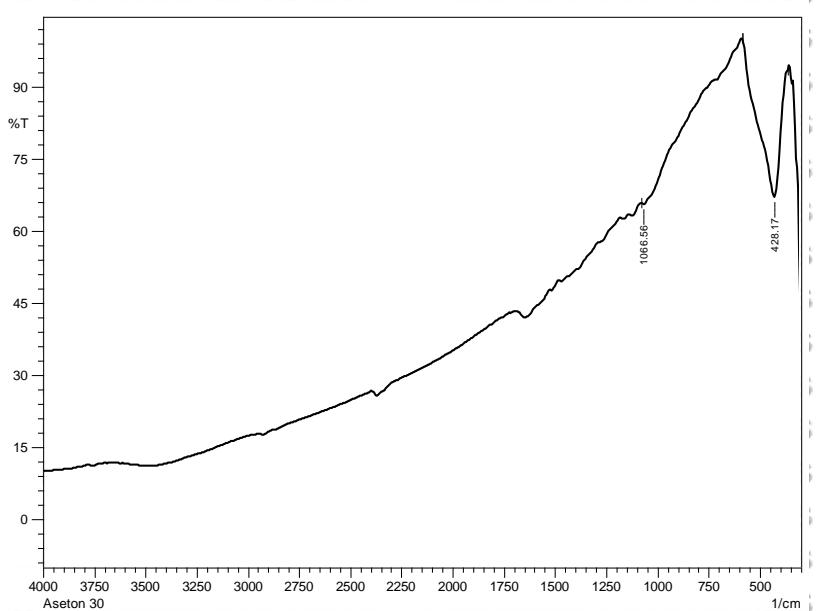


#### C.3.2 Spektra FT-IR Sampel Minyak Cengkeh Hasil Penjernihan

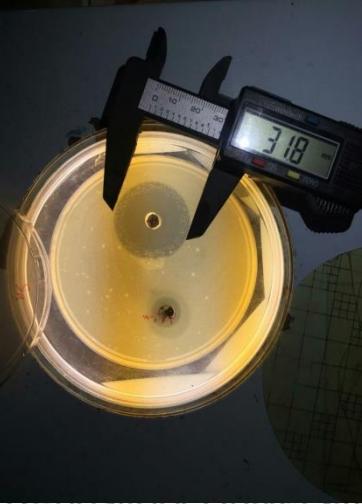
### C.3.3 Spektra FT-IR ZnO-Ag Aseton-20



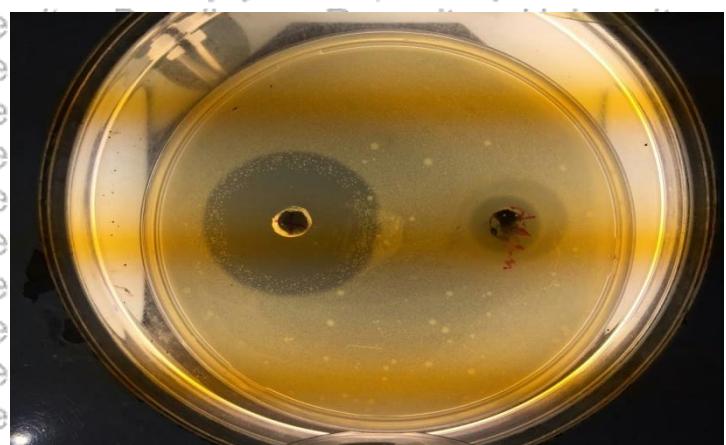
### C.3.4 Spektra FT-IR ZnO-Ag Aseton-30



### Lampiran D. Uji Aktivitas Antibakteri



Uji antibakteri sampel ZnO-Ag Aseton-30 terhadap *S. aureus*



Uji antibakteri sampel ZnO-Ag terhadap *S. aureus*

#### Lampiran E. Dokumentasi Penelitian

##### E.1 Penjernihan Minyak Cengkeh



Sampel minyak  
cengkeh sebelum  
penjernihan



Sampel minyak cengkeh setelah  
penjernihan

## **E.2 Hasil Sintesis Nanokomposit**

### **E.2.1 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Pelarut**



A              B              C

Filtrat A) Etanol, B) Aseton, C) n-Heksana



A              B              C

Padatan A) Etanol, B) Aseton, C) n-Heksana

### **E.2.2 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Waktu Paparan**



A              B              C

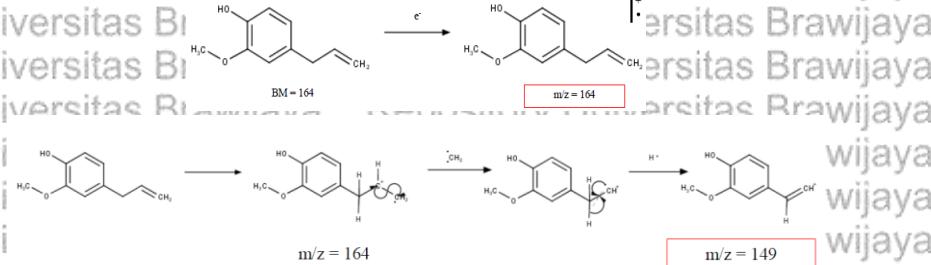
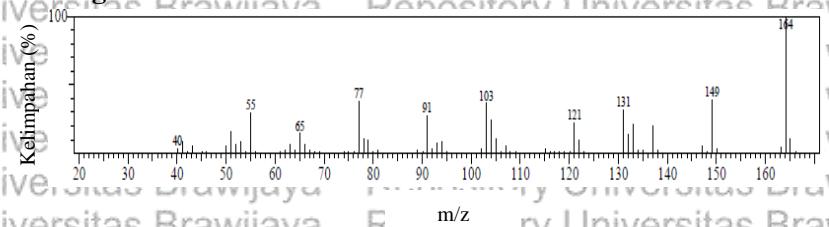
Filtrat A) Aseton-10, B) Aseton-20, C) Aseton-30

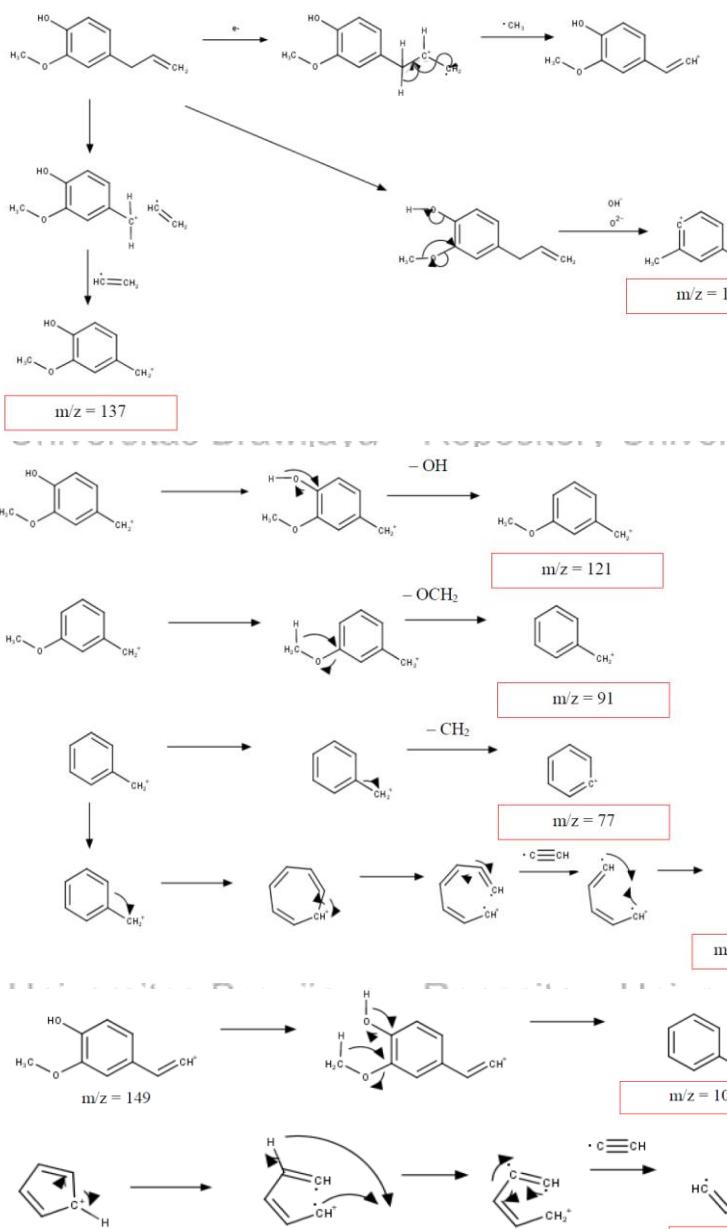


Padatan A) Aseton-10, B) Aseton-20, C) Aseton-30

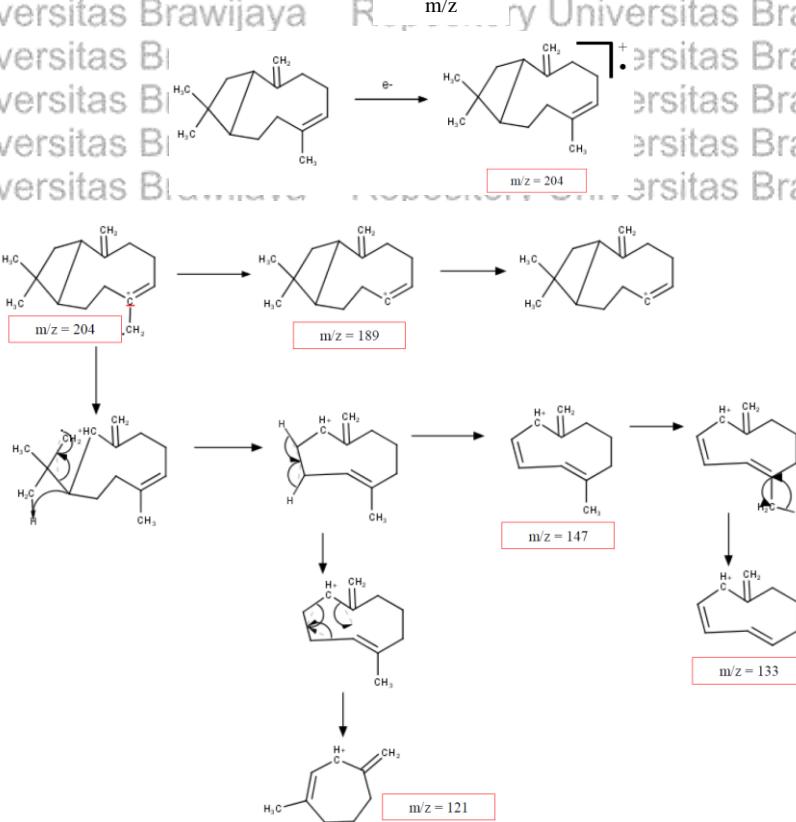
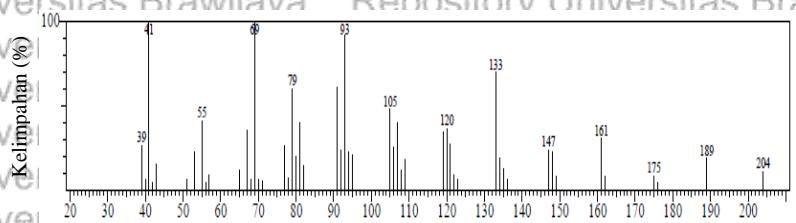
### Lampiran F. Fragmentasi Spektra Massa

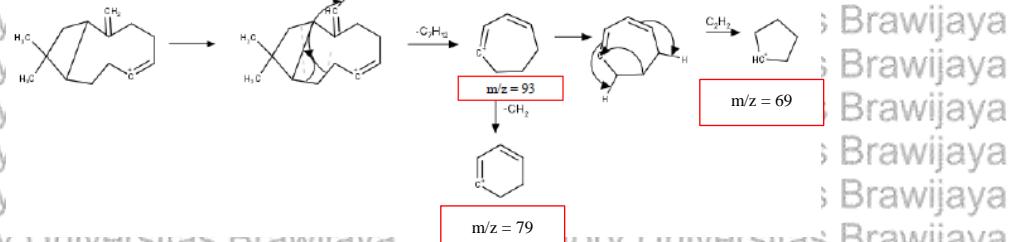
#### F.1 Eugenol



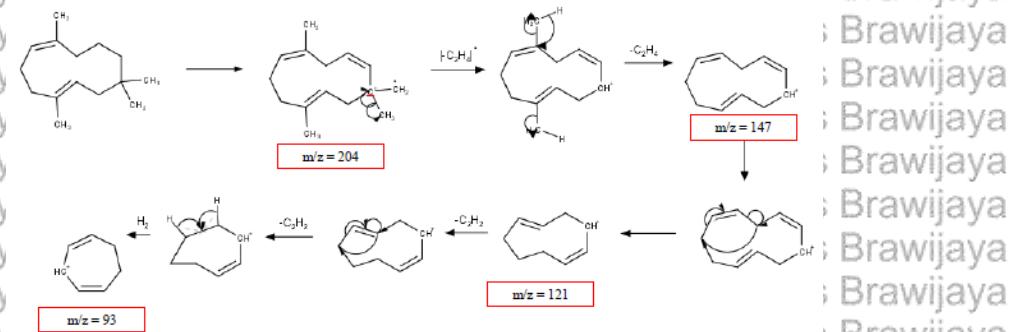
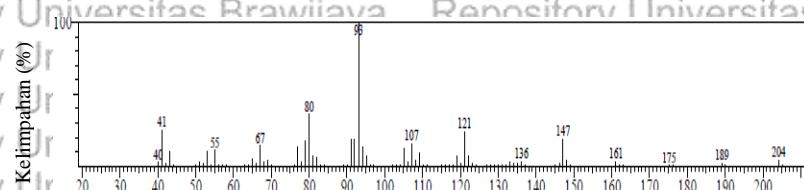


## F.2 trans-Kariofilen

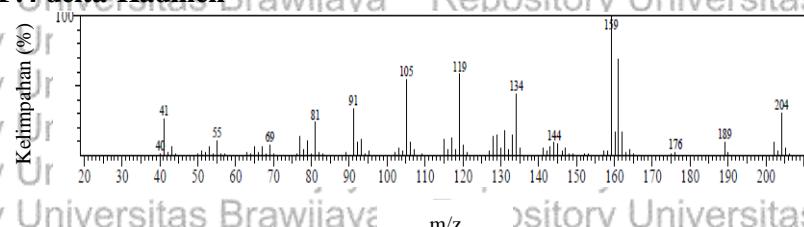


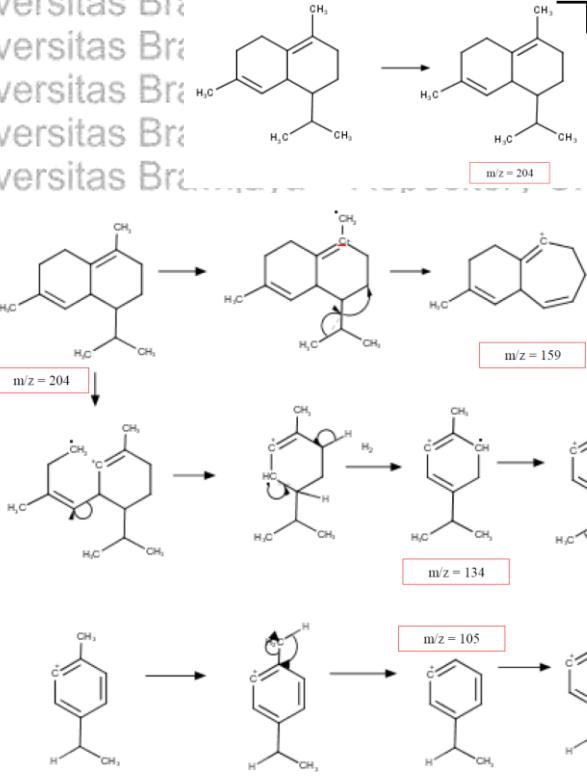


### F.3 alfa-Humulen

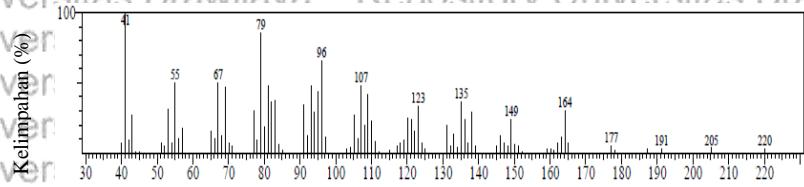


### F.4 delta-Kadinen

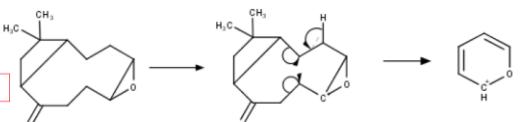




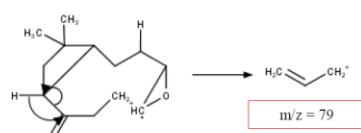
### F.5 (-)-Kariofilen Oksida



BM = 204



m/z = 121



m/z = 79