

**PENGARUH pH SINTESIS TERHADAP
KARAKTER ALUMINOSILIKAT MESOPORI
HASIL SINTESIS SEBAGAI MATRIKS ENZIM**

SKRIPSI

Oleh :

GENTA ANDRIASMANA

0310923022

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



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



**PENGARUH pH SINTESIS TERHADAP
KARAKTER ALUMINOSILIKAT MESOPORI
HASIL SINTESIS SEBAGAI MATRIKS ENZIM**

SKRIPSI

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang kimia**

Oleh :

GENTA ANDRIASMANA

0310923022

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



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



LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH pH SINTESIS TERHADAP KARAKTER
ALUMINOSILIKAT MESOPORI HASIL SINTESIS
SEBAGAI MATRIKS ENZIM**

oleh :
GENTA ANDRIASMANA

0310923022-92

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

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Tutik Setianingsih, M.Si
NIP. 132 085 943

Dra. Anna Roosdiana, M.App.Sc
NIP. 132 000 070

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

M.Farid Rahman, S.Si., M.Si
NIP. 132 158 726



LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Genta Andriasmana
NIM : 0310923022-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

” Pengaruh pH Sintesis Terhadap Karakter Aluminosilikat
Mesopori Hasil Sintesis Sebagai Matriks Enzim ”

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 di kemudian 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, Januari 2008
Yang menyatakan,

(Genta Andriasmana)
NIM. 0310923022-92

PENGARUH pH SINTESIS TERHADAP KARAKTER ALUMINOSILIKAT MESOPORI HASIL SINTESIS SEBAGAI MATRIKS ENZIM

ABSTRAK

Aluminosilikat mesopori disintesis untuk digunakan sebagai matriks enzim. Sintesis aluminosilikat salah satunya dipengaruhi oleh pH, sehingga tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh pH terhadap ukuran pori dan luas permukaan aluminosilikat mesopori dan mengetahui kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis dalam mengadsorpsi enzim serta mengetahui karakter kristal hasil sintesis pada pH optimum. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan aluminium sulfat, silika, TMAOH, surfaktan CTAB dan mesitilen pada temperatur hidrotermal 96° C, lama kristalisasi 48 jam, dan variasi pH dari 8 hingga 12. Kristal mesofasa yang diperoleh dikalsinasi pada temperatur 550° C selama 3 jam. Karakterisasi aluminosilikat hasil sintesis dilakukan dengan *surface area analyzer* dan diuji kemampuan adsorpsinya terhadap enzim lipase. Sedangkan penentuan struktur kristal dengan difraktometer sinar X dan identifikasi gugus fungsi dengan spektrofotometer infra merah hanya dilakukan untuk aluminosilikat hasil sintesis pada kondisi optimum. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pH 11 merupakan kondisi yang memberikan karakter aluminosilikat optimum dengan menghasilkan diameter pori 75,6246 Å, luas permukaan spesifik 53,1305 m²/g, volume pori 0,1004 cm³/g, dan mesoporositas 24 % di daerah mesopori potensial untuk enzim dengan struktur kristal heksagonal dan gugus fungsi kristal Si-O, Al-O dan OH. Nilai adsorpsi tertinggi, yaitu 15 mg enzim lipase tiap gram aluminosilikat mesopori, diperoleh pada pH optimum sintesis (pH 11).

THE INFLUENCE OF SYNTHESIS pH TOWARD THE CHARACTER OF MESOPOROUS ALUMINOSILICATE SYNTHESIZED RESULT AS ENZYME MATRIX

ABSTRACT

Mesoporous aluminosilicate has been synthesized for enzyme matrix. One of aluminosilicate synthesis factor is pH, so that the purpose of this research is to find out pH influence to mesoporous aluminosilicates pore size and specific surface area, its ability in enzyme adsorption and crystal character at optimum pH. The synthesis was conducted by reacting aluminium sulphate, silica, TMAOH, CTAB surfactant, and mesithylene at hydrothermal temperature 96° C for 48 hours, the variation of pH from 8 until 12. The mesophase crystals were calcined at 550° C for 3 hours. Characterization of the product were performed with surface area analyzer and adsorption test for lipase enzyme. Crystal structure at optimum pH was determined by X ray diffractometer and infra red spectrophotometer to identify its functional groups. The result showed that pH 11 was the optimum character of mesoporous aluminosilicate which providing pore diameter 75, 6246 Å, specific surface area 53,1305 m²/g, pore volume 0,1004 cm³/g, and mesoporosity 24% in enzyme potential mesopore area. In addition the crystal structure was hexagonal and its functional groups were Si-O, Al-O, and OH. The synthesized mesoporous aluminosilicate can adsorp lipase. The highest adsorption value was 15 mg lipase per gram mesoporous aluminosilicate, which was obtained at optimum pH synthesis (pH 11).

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul **“Pengaruh pH Sintesis Terhadap Karakter Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis Sebagai Matriks Enzim Lipase”** yang merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Dalam penyusunan laporan penelitian ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu secara langsung maupun secara tidak langsung selama pelaksanaan penelitian. Rasa terima kasih tersebut kami sampaikan kepada :

1. Dra. Tutik Setianingsih, MSi selaku Dosen Pembimbing I dan Dra. Anna Roosdiana, M.App.Sc selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan 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. Ani Mulyasuryani, MS, Dr. Diah Mardiana, MS, Elvina Dhiaul Iftitah, S.Si, M.Si, dan Arie Srihardyastuti, S.Si, M selaku dosen penguji atas saran-saran yang diberikan.
6. Seluruh dosen dan karyawan jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan.
7. Orang tuaku dan keluargaku yang selalu mendukungku.
8. Teman-teman Kimia 2003 khususnya kelas B atas bantuan dan kebersamaan.

Penulisan skripsi ini masih jauh dari sempurna, dengan kerendahan hati penulis mengharap kritik dan saran yang bersifat membangun guna perbaikan dan penyempurnaannya. Akhir kata semoga skripsi ini memberi manfaat bagi semua pihak.

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
DAFTAR ISTILAH DAN SINGKATAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Sintesis aluminosilikat mesopori.....	5
2.2 Pengaruh pH terhadap spesies Al dan Si dalam larutan.....	11
2.3 Karakter Aluminosilikat Mesopori.....	13
2.3.1 Penentuan luas permukaan dan karakter pori dengan metode BET	13
2.3.2 Penentuan distribusi ukuran pori dengan metode POD	15
2.3.3 Penentuan struktur kristal dengan difraksi sinar X	16
2.3.4 Penentuan gugus fungsional kristal dengan spektrofotometri inframerah	21
2.4 Amobilisasi Enzim Lipase.....	22
2.4.1 Adsorpsi.....	24
2.4.2 Hipotesis.....	27

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Tempat dan waktu penelitian.....	28
3.2	Bahan dan alat penelitian.....	28
3.2.1	Bahan penelitian.....	28
3.2.2	Alat penelitian.....	28
3.3	Tahapan penelitian.....	29
3.4	Prosedur kerja.....	29
3.4.1	Sintesis aluminosilikat mesopori pada berbagai pH.....	29
3.4.2	Karakterisasi aluminosilikat mesopori.....	30
3.4.2.1	Penentuan volume pori, diameter rata-rata pori, dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan <i>surface area analyzer</i>	30
3.4.2.2	Karakterisasi aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan difraktometer.....	30
3.4.2.3	Penentuan gugus fungsional kristal menggunakan spektrofotometer infra merah	31
3.4.3	Penentuan kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis dalam mengadsorpsi enzim lipase.....	31
3.4.3.1	Adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat mesopori	31
3.4.3.2	Pembuatan kurva baku BSA	31
3.4.3.3	Analisis sampel	32
3.4.4	Analisis data.....	32

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Pengaruh pH sintesis	36
4.2	Karakterisasi Kristal Aluminosilikat Hasil Sintesis.....	42
4.2.1	Struktur kristal aluminosilikat hasil sintesis menggunakan difraktometer sinar X.....	42
4.2.2	Gugus fungsional kristal hasil sintesis menggunakan spektrofotometer infra merah.....	43
4.3	Uji kemampuan adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat mesopori hasil sintesis.....	45

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....	49
5.2 Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA.....	50
LAMPIRAN.....	58



DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1	Mekanisme pembentukan kristal heksagonal mesopori.....	5
Gambar 2.2	Mekanisme pembentukan kristal mesopori melalui interaksi pertukaran ion.....	6
Gambar 2.3	Contoh-contoh surfaktan.....	8
Gambar 2.4	Kenaikan konsentrasi surfaktan terhadap bentuk misel	9
Gambar 2.5	Struktur CTAB.....	9
Gambar 2.6	Struktur mesitilen	10
Gambar 2.7	Polimer aluminosilikat mengikat Na ⁺	11
Gambar 2.8	Polimer aluminosilikat bentuk Bronsted....	11
Gambar 2.9	Distribusi Al pada berbagai pH.....	12
Gambar 2.10	Distribusi silikat pada berbagai pH.....	12
Gambar 2.11	Distribusi silikat pada berbagai pH.....	12
Gambar 2.12	Difraksi sinar X	17
Gambar 2.13	Pola difraksi silika heksagonal mesopori ...	18
Gambar 2.14	Pola difraksi aluminosilikat heksagonal mesopori.....	19
Gambar 2.15	Pola difraksi aluminosilikat heksagonal mesopori.....	19
Gambar 2.16	Spektra Infra merah zeolit.....	22
Gambar 2.17	Struktur sisi aktif lipase.....	23
Gambar 4.1	Pola distribusi ukuran pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada berbagai pH ..	37
Gambar 4.2	Pengaruh pH sintesis terhadap volume pori pada daerah mesopori potensial untuk enzim.....	38
Gambar 4.3	Pengaruh pH sintesis terhadap luas permukaan spesifik pada daerah mesopori potensial untuk enzim	38
Gambar 4.4	Pengaruh pH sintesis terhadap %mesoporositas pada daerah mesopori potensial untuk enzim	39

Gambar 4.5	Pengaruh pH sintesis terhadap diameter pori pada daerah mesopori potensial untuk enzim.....	41
Gambar 4.6	Difraktogram sinar-X dari Aluminosilikat mesopori hasil sintesis	43
Gambar 4.7	Spektra inframerah aluminosilikat mesopori hasil sintesis	44
Gambar 4.8	Adsorpsi lipase pada aluminosilikat yang disintesis pada berbagai pH.....	47
Gambar L.8	Kurva serapan BSA terhadap berbagai panjang gelombang	83
Gambar L.9	Kurva standar BSA	84



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Hubungan antara <i>d-spacing</i> , indeks Miller dan parameter sel..... 20
Tabel 4.1	Pengaruh pH terhadap jenis monomer silikat..... 34
Tabel 4.2	Karakter aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial enzim lipase..... 37
Tabel 4.3	Data jumlah enzim yang teradsorpsi 47
Tabel L.3.1	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 8..... 65
Tabel L.3.2	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 9..... 66
Tabel L.3.3	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 10..... 67
Tabel L.3.4	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 11..... 68
Tabel L.3.5	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 12..... 69
Tabel L.4.1	Data volume pori, luas permukaan spesifik, dan diameter pori rata-rata untuk daerah total pada sintesis dengan pH 8, 9, 10, 11, 12..... 72
Tabel L.5.1	Data distribusi ukuran pori dengan metode POD untuk pH 8 75
Tabel L.5.2	Data distribusi ukuran pori dengan metode POD untuk pH 9 76
Tabel L.5.3	Data distribusi ukuran pori dengan metode POD untuk pH 10 77
Tabel L.5.4	Data distribusi ukuran pori dengan metode POD untuk pH11 78

Tabel L.5.5	Data distribusi ukuran pori dengan metode POD untuk pH 12	79
Tabel L.6.1	Data volume pori, luas permukaan spesifik, diameter pori dan % mesoporositas aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori.....	80
Tabel L.6.2	Data volume pori, luas permukaan spesifik, diameter pori dan % mesoporositas aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial	81
Tabel L.7	Data bilangan gelombang spektrum inframerah dan intepretasinya	82
Tabel L.8	Absorbansi larutan standar BSA 5000 ppm ..	83
Tabel L.9	Data absorbansi BSA λ 550 nm pada berbagai konsentrasi.....	84
Tabel L.10.1	Data konsentrasi enzim lipase setelah amobilisasi.....	85
Tabel L.10.2	Data jumlah enzim yang teradsorpsi	86
Tabel L.11.1	Data absorbansi enzim lipase	87
Tabel L.11.2	Analisis ragam pengaruh pH terhadap adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat	88
Tabel L.11.3	Selisih dua nilai rata-rata dari lima perlakuan pH sintesis	89



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN 1	Diagram alir penelitian 58
LAMPIRAN 2	Pembuatan larutan 63
LAMPIRAN 3	Data adsorpsi gas N ₂ oleh aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan <i>surface area analyzer</i> 65
LAMPIRAN 4	Perhitungan luas permukaan spesifik, volume pori total dan diameter pori rata-rata dengan metode BET 70
LAMPIRAN 5	Penentuan distribusi ukuran pori dengan metode POD..... 72
LAMPIRAN 6	Data volume pori, luas permukaan spesifik, diameter pori dan % mesoporositas aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah total, daerah mesopori dan daerah mesopori potensial untuk enzim lipase 80
LAMPIRAN 7	Data bilangan gelombang spektrum inframerah dan interpretasinya..... 82
LAMPIRAN 8	Penentuan panjang gelombang maksimum Bovin Serum Albumin (BSA)..... 83
LAMPIRAN 9	Penentuan kurva standar 84
LAMPIRAN 10	Penentuan kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis dalam mengadsorpsi enzim lipase 85
LAMPIRAN 11	Uji statistik pengaruh pH terhadap adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat 87

DAFTAR ISTILAH DAN SINGKATAN

<u>Simbol / singkatan</u>	<u>Keterangan</u>
CTAB	Setil Trimetil Amonium Bromida
TMAOH	Tetra Metil Amonium Hidroksida
BET	Braunaneur, Emmelt, dan Teller
POD	Pierce, Orr, dan Dalla Valle
BSA	Bovin Serum Albumin
MES	Mesitilen (C ₉ H ₁₂)
NaOH	Natrium Hidroksida
Å	Angstrom
IR	Infra Red (Infra merah)
BNT	Beda Nyata Terkecil
RAL	Rancangan Acak Lengkap
Adsorben	Penyerap; Zat yang dapat menyerap zat lain
Adsorbat	Zat yang terserap oleh zat lain
Misel	Klaster berukuran koloid di dalam larutan
Sintesis	Pembuatan suatu zat melalui penggabungan unsur, gugus, atau senyawa yang lebih sederhana secara kimia; atau melalui pemecahan senyawa yang lebih kompleks secara kimia

Kalsinasi

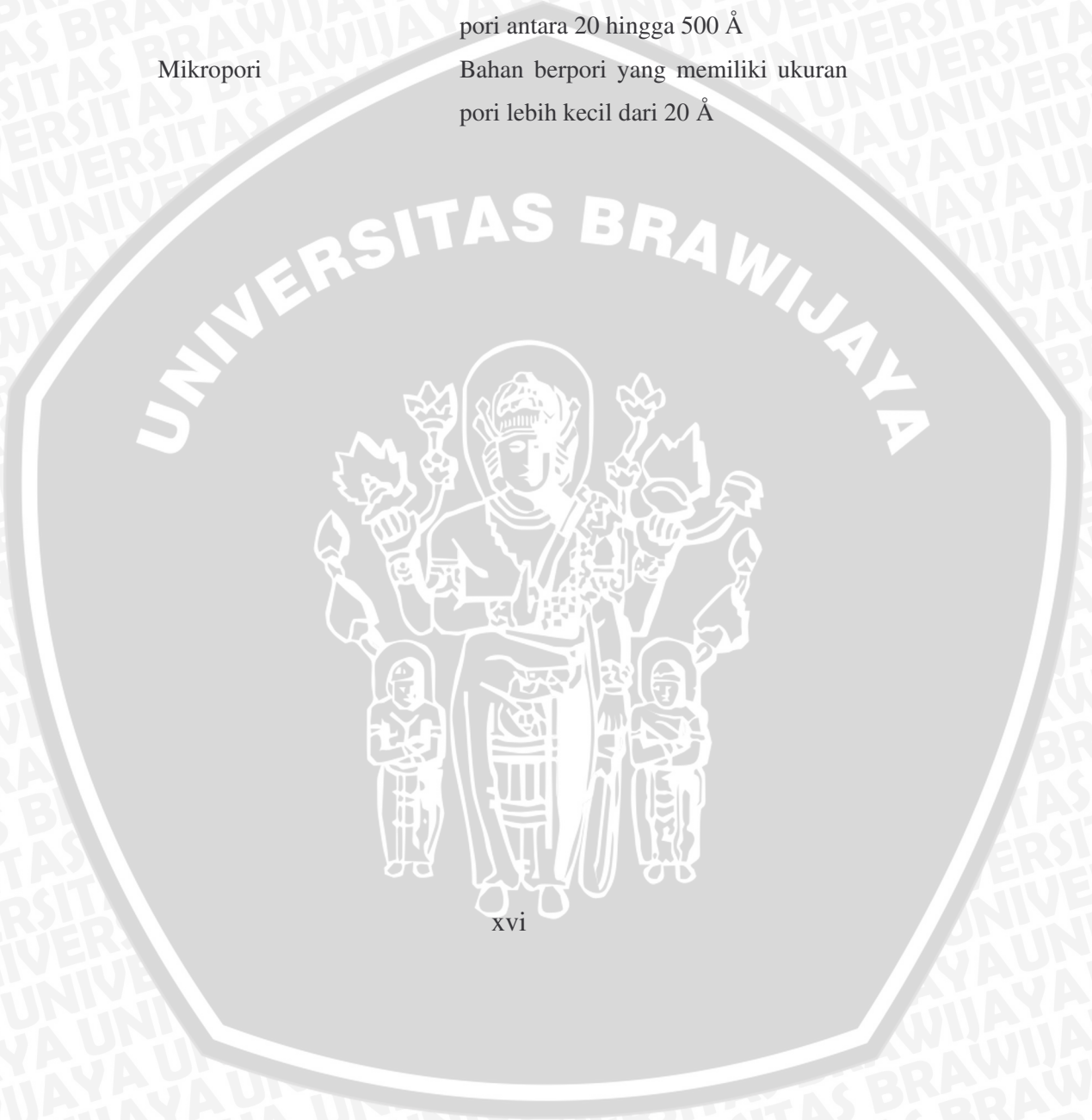
Proses pemanasan suatu padatan pada temperatur di bawah titik lelehnya yang menyebabkan terjadinya perubahan keadaan akibat dekomposisi termal.

Mesopori

Bahan berpori yang memiliki ukuran pori antara 20 hingga 500 Å

Mikropori

Bahan berpori yang memiliki ukuran pori lebih kecil dari 20 Å



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Aluminosilikat mesopori, yaitu bahan aluminosilikat yang berdiameter pori antara 20 sampai 500 Å. Bahan aluminosilikat mesopori disintesis dengan melibatkan surfaktan yang dalam prosesnya berfungsi sebagai cetakan pori. Keunggulan dari bahan mesopori ini dibandingkan dengan zeolit dan mineral aluminosilikat lain adalah diameter porinya dapat diatur menjadi lebih besar/kecil dengan jalan menggunakan surfaktan yang rantai hidrokarbonnya lebih panjang/pendek (Beck, dkk, 1992). Keunggulan lain adalah 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).

Sintesis aluminosilikat umumnya dilakukan dalam suasana basa. Peningkatan pH sintesis akan berpengaruh terhadap pembentukan monomer aluminat (Swaddle, 1994) dan monomer silikat (Jansen, 1992). Menurut Barrer (1982), pada pH 1 – 4, Al berada sebagai Al^{3+} . Pada pH > 6, Al terutama berada sebagai $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Dari studi dengan ^{27}Al NMR terbukti bahwa spesies penting Al pada pH 7 – 13 adalah tetrahedral $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ (Swaddle, 1994), akan tetapi dari pH 8 baru benar-benar terdapat spesies $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ tanpa ada campuran spesies Al yang lain. Sedangkan spesies utama silikat pada pH < 2 adalah silanol terprotonasi yang bermuatan positif (Huo, dkk, 1994). Pada pH 2 – 6 berada sebagai silanol, di atas pH 6 muatan negatif mulai terbentuk karena terjadi deprotonasi silanol (Ller, 1986). Deprotonasi silikat akan mempersulit reaksi polimerisasi antara silikat-silikat maupun silikat-aluminat (Setianingsih, 1999) sehingga akan memperlambat reaksi polimerisasi yang terjadi. Mengingat hasil sintesis ini akan digunakan untuk amobilisasi enzim lipase yang bermuatan positif, sehingga dibutuhkan Al berkoordinasi 4 yang dapat diperoleh pada $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Dalam penelitian ini akan dikaji sintesis aluminosilikat mesopori pada pH 8, 9, 10, 11 dan 12 dengan harapan dapat memberikan gambaran yang lebih lengkap tentang pengaruh pH terhadap sifat-sifat bahan aluminosilikat mesopori, terutama menyangkut ukuran pori, luas permukaan dan volume porinya.

Enzim adalah protein yang diproduksi oleh sel hidup dan digunakan untuk mengkatalisis reaksi kimia yang spesifik (Wijaya, 2002). Dalam proses reaksi enzimatik, enzim tidak dapat atau sulit untuk dipisahkan dan dipergunakan lagi, padahal selama enzim belum mengalami kerusakan struktur, enzim masih dapat dipakai berulang-ulang. Proses pemisahan menambah mahalannya biaya proses industri. Teknik pemisahan enzim dapat dilakukan melalui teknik amobilisasi dengan bahan pendukung sebagai media pembantu yang dapat mengembalikan enzim agar dapat direaksikan kembali, sehingga diharapkan biaya proses dapat ditekan (Hermansyah, 2007).

Indonesia dengan keanekaragaman hayati tinggi berpotensi besar mengembangkan produksi lipase dari mikroba lokal, salah satunya adalah kapang *Mucor miehei* (Putranto, 2006). Lipase menunjukkan aktivitas esterifikasi, transesterifikasi dan hidrolisis. Salah satu peran lipase dalam esterifikasi yaitu pada pembuatan ester gula. Ester gula merupakan ester dari gula dan asam lemak yang dikenal dengan sebutan biosurfaktan. Ester gula dari sukrosa dan beberapa monosakarida dengan asam lemak telah banyak dihasilkan (Schmid, 2001). Enzim lipase berukuran 48 \AA (Fessner, 2000), sehingga untuk amobilisasi enzim dibutuhkan adsorben dengan ukuran pori lebih dari 48 \AA . Pada penelitian ini akan disintesis aluminosilikat mesopori dengan sasaran karakter berdiameter pori lebih dari 48 \AA . Aluminosilikat mesopori diperkirakan efektif untuk amobilisasi enzim lipase karena muatan negatif pada atom Al di dalam polimer aluminosilikat akan dapat mengikat muatan positif pada protein enzim.

Karakter bahan mesopori ditekankan pada ukuran pori di atas 48 \AA dengan volume dan luas permukaan yang besar. Selain itu struktur kristal juga perlu ditentukan guna mengetahui apakah produk hasil sintesis merupakan kristal aluminosilikat mesopori. Gugus fungsi juga akan ditentukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkait dengan aluminosilikat. Oleh karena itu karakterisasi dalam penelitian ini akan mengacu pada hal-hal tersebut. Mengingat hasil penelitian ini akan diaplikasikan untuk amobilisasi enzim, maka hasil sintesis digunakan untuk uji kemampuan adsorpsi enzim.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh pH terhadap karakter aluminosilikat?
2. Bagaimana karakter kristal hasil sintesis pada pH optimum?
3. Bagaimana kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis dalam mengadsorpsi enzim?

1.3 Batasan Masalah

Batasan permasalahan dari penelitian ini adalah :

1. Karakter aluminosilikat mesopori pada pH optimum didasarkan pada diameter pori rata-rata lebih besar dari 48 Å dengan volume pori dan luas permukaan paling besar.
2. Karakter aluminosilikat mesopori hasil sintesis meliputi ukuran pori, volume pori dan luas permukaan, diukur pada variasi pH sintesis sedangkan struktur kristal dan gugus fungsi diukur pada pH optimum.
3. Senyawa Al yang digunakan untuk sintesis adalah aluminium sulfat, senyawa Si yang digunakan silika gel, dan surfaktan yang digunakan CTAB.
4. pH awal larutan yang digunakan adalah pH 8, 9, 10, 11, 12 dengan lama kristalisasi 48 jam dan temperatur 96° C.
5. Enzim yang digunakan adalah enzim lipase hasil isolasi dari mikroba *Mucor miehei* oleh peneliti lain di Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh pH terhadap ukuran pori, luas permukaan dan volume pori aluminosilikat mesopori.
2. Mengetahui karakter kristal hasil sintesis pada pH optimum.
3. Mengetahui kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis dalam mengadsorpsi enzim.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini bermanfaat sebagai rujukan sintesis aluminosilikat mesopori, terutama terkait dengan pH sintesis. Selain itu dapat menjadi acuan tentang potensi aluminosilikat mesopori untuk amobilisasi enzim.



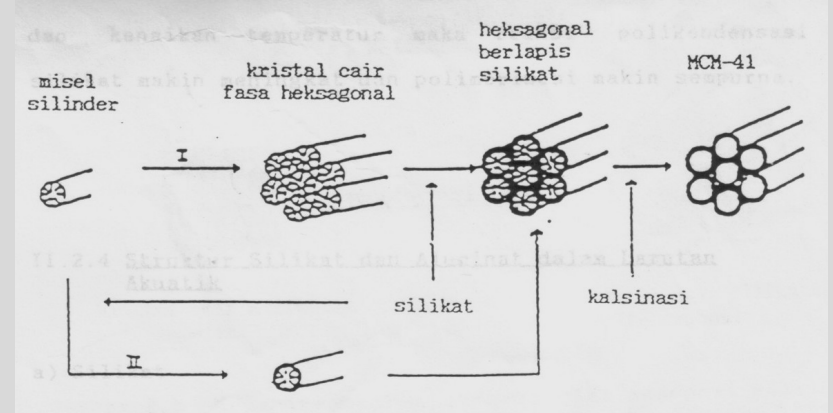
**BAB II
TINJAUAN PUSTAKA**

2.1 Sintesis Aluminosilikat Mesopori

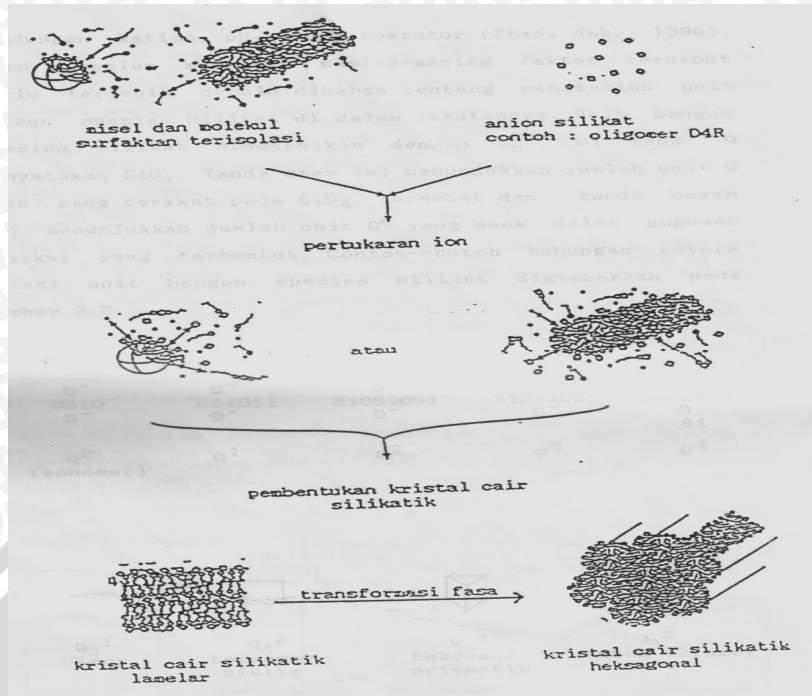
Aluminosilikat merupakan polimer anorganik yang tersusun atas jaringan tetrahedral SiO₄ dan AlO₄ (Hamdan, 1992) dengan perbandingan Si/Al = x, dimana 1 ≤ x (Barrer, 1982).

Beck (1992) mensintesis aluminosilikat mesopori menggunakan surfaktan CTAB dengan konsentrasi 29% dengan pH sintesis adalah pH 10. Dalam sintesisnya, Beck menggunakan temperatur yang tinggi sehingga dibutuhkan otoklaf. Hal ini membuat Kawi dan Lai (1998) menggunakan botol polipropilen yang mempunyai titik leleh 133° C sebagai pengganti otoklaf dan ternyata berhasil mendapatkan aluminosilikat mesopori dengan temperatur sintesis 96° C. Aluminosilikat yang dihasilkan oleh kedua peneliti ini mempunyai struktur kristal yang sama yaitu kristal heksagonal mesopori. Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dengan cara yang sama sebagaimana dilakukan oleh Kawi dan Lai (1998).

Dua mekanisme pembentukan bahan mesopori yang telah diajukan oleh Beck dkk (1992) dan Kresge dkk (1992 dan 1996) yang disebut mekanisme pembentukan cetakan kristal cair (Liquid Crystal Templating Mechanism) pada Gambar 2.1 dan mekanisme yang diajukan oleh Firouzi dkk (1995) yang disebut mekanisme transformasi fasa lamelar pada Gambar 2.2.



Gambar 2.1 Mekanisme pembentukan kristal heksagonal mesopori (Kresge, dkk, 1996)



Gambar 2.2 Mekanisme pembentukan kristal mesopori melalui interaksi pertukaran ion (Firouzi, dkk, 1995)

Mekanisme yang diajukan oleh Beck dkk dan Kresge dkk terdiri atas dua jalur yang mungkin. Pada jalur I, mula-mula surfaktan membentuk misel silinder yang bergabung membentuk pola heksagonal. Polimer anorganik kemudian terikat pada lapisan luar misel silinder tersebut tanpa mengubah penataan heksagonal lagi. Berbeda dengan jalur I, pada jalur II spesies anorganik mulai terikat pada misel silinder sebelum terbentuk penataan heksagonal. Dalam hal ini spesies anorganik ikut menentukan pola penataan yang terbentuk selanjutnya.

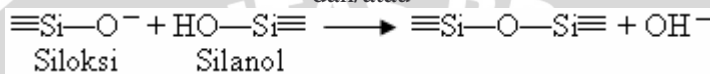
Jalur II dianggap lebih tepat setelah kristal heksagonal mesopori dapat disintesis pada konsentrasi surfaktan yang sangat rendah (1%) yang dalam larutannya hanya mampu membentuk misel bola (Monier, dkk, 1993). Selain itu juga terbukti bahwa pada konsentrasi surfaktan yang sama, berbagai bentuk kristal mesopori

dapat diperoleh dengan menggunakan konsentrasi silikat yang berbeda-beda (Kresge, dkk, 1996).

Dalam sintesis tersebut mula-mula zat-zat 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). Jadi terbentuk sistem heterogen yang tersusun atas gel, larutan lewat jenuh dan kristal (Hamdan, 1992). Menurut Huo (1994), dalam pembentukan aluminosilikat mesopori akan terjadi interaksi antara silikat-silikat :



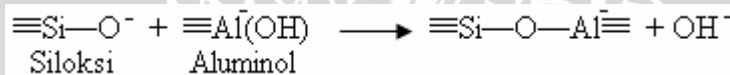
dan/atau



Interaksi antara silikat-aluminat dalam membentuk polimer aluminosilikat:

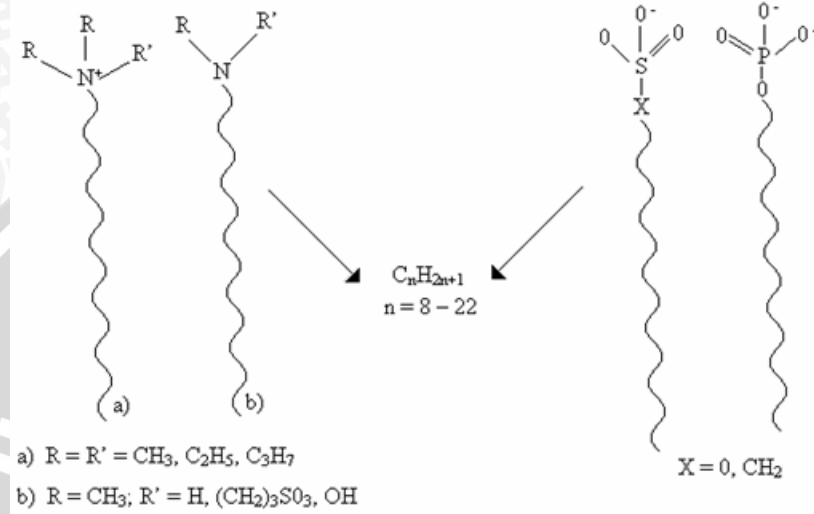


dan/atau



Firouzi dkk (1995) telah menyusun suatu model mekanisme interaksi antara spesies anorganik dan surfaktan pada pembentukan kristal mesofasa dalam suasana basa (Gambar 2.2). 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 yang dibentuk mula-mula. Berdasarkan hasil percobaan Monier dkk (1993) Firouzi menggambarkan bahwa dalam hal ini terjadi transformasi fasa lamelar ke fasa heksagonal.

Surfaktan merupakan zat aktif permukaan yang bersifat amfifilik, artinya mempunyai bagian yang bersifat hidrofobik (biasanya rantai panjang) dan bagian yang hidrofilik (gugus polar atau ion). Gambaran dari molekul surfaktan diberikan dalam Gambar 2.3. 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).

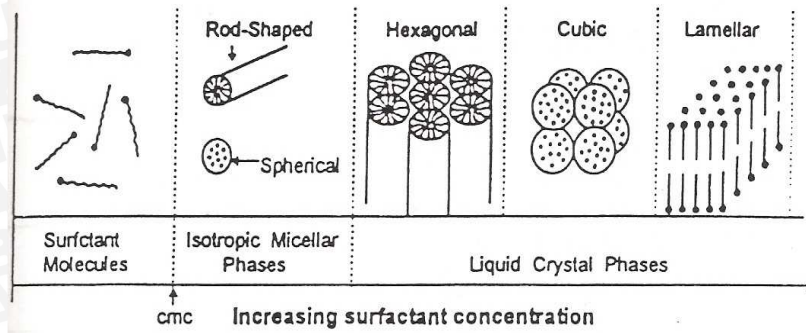


Gambar 2.3 Contoh-contoh surfaktan

Bentuk misel di dalam larutan dipengaruhi oleh konsentrasi surfaktan. Bentuk paling sederhana adalah 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 (Lawrence, 1994 ; Zhao, dkk, 1996). Pada surfaktan nonionik, bentuk misel berubah dari bola langsung ke lamelar (Moroi, 1992).

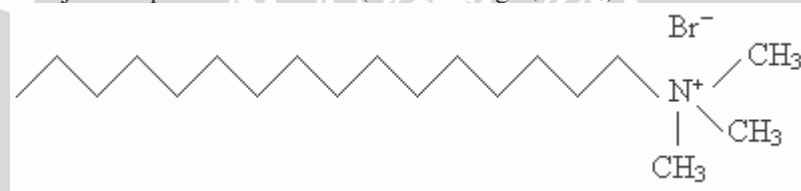
Menurut Zhao dkk (1996), Setiltrimetilamonium Bromida ($C_{16}TMABr$) akan membentuk misel bola pada konsentrasi 0,83 mM – 11%(b/b), silinder pada 11 – 20,5%, dan heksagonal pada 26 – 65%. Bentuk lamelar dapat dicapai jika konsentrasi surfaktan lebih

besar dari 70% (Monier, dkk, 1993). Misel yang dibentuk akan berubah seiring kenaikan konsentrasi surfaktan yang digunakan.



Gambar 2.4 Kenaikan konsentrasi surfaktan terhadap bentuk misel (Lawrence, 1994)

CTAB merupakan surfaktan kationik yang mempunyai rantai panjang yang bersifat non polar. Karena mempunyai rantai panjang, CTAB mempunyai konsentrasi misel kritis (CMC) yang rendah ($9,2 \cdot 10^{-4}$ M). Formula molekular CTAB adalah $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$ (Chao, 2001). CTAB memiliki titik didih $237\text{-}243^\circ \text{C}$ (en.wikipedia.org). Struktur CTAB adalah seperti ditunjukkan pada Gambar 2.5 (Schlumberger, 2003).

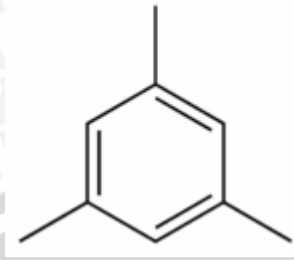


Gambar 2.5 Struktur CTAB (Schlumberger, 2003)

Menurut Ne dkk (1999), misel yang dibentuk oleh surfaktan biasanya digunakan sebagai cetakan pori. Senyawaan mesopori diperoleh dengan polimerisasi pada permukaan misel (seringkali surfaktan kationik). Misel ini stabil pada penambahan dengan kuantitas besar dari spesies anorganik dengan berbagai muatan.

Mesitilen atau 1,3,5-trimetilbenzena (C_9H_{12}) merupakan senyawa organik aromatik yang memiliki gugus non polar CH_3 pada cincin benzena (en.wikipedia.org). Hal ini menyebabkan mesitilen

lebih stabil berada didalam misel yang bersifat non polar, sehingga mesitilen dapat digunakan untuk memperlebar ukuran pori. Mesitilen memiliki titik didih yang tidak terlalu tinggi yaitu 164,7° C. Adapun struktur bangun mesitilen adalah seperti pada Gambar 2.6 (en.wikipedia.org).



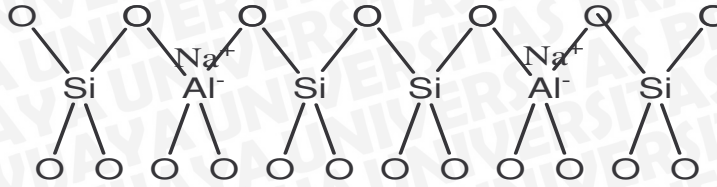
Gambar 2.6 Struktur mesitilen (en.wikipedia.org)

Bahan aluminosilikat mesopori telah disintesis oleh beberapa peneliti sebelumnya (Beck, dkk, 1992; Kresge, dkk, 1992; Poppl, dkk, 1995). Luan dkk (1995a) telah mengkaji pengaruh jenis senyawa yang digunakan sebagai sumber Al terhadap jenis koordinasi Al pada aluminosilikat mesopori. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa penggunaan alumunium sulfat, natrium aluminat, dan alumunium ortofosfat sebagai sumber Al menyebabkan diperolehnya produk mesopori dengan kandungan Al terutama sebagai Al berkoordinasi empat.

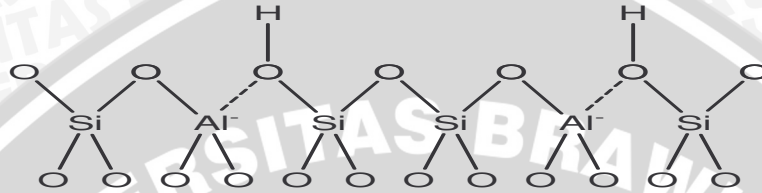
Aluminosilikat mesopori dapat dibentuk pada kondisi hidrotermal, yaitu dalam larutan akuatik di sekitar 100 °C atau lebih (Gilson, 1991), atau dapat pula pada kondisi temperatur kamar (Tanev dan Pinnavaia, 1995). Pada metode hidrotermal, seringkali digunakan otoklaf karena pertumbuhan kristal terjadi pada temperatur dan tekanan tinggi (Cartmell, 1971 ; Gatos, 1979).

Ion Al^{+} pada aluminosilikat menyebabkan rangka yang terbentuk bermuatan negatif, dan ion lawan yang positif harus didistribusikan ke dalamnya (Cotton dan Wilkinson, 1989). Muatan negatif pada O-Al-O di dalam polimer aluminosilikat menyebabkan polimer tersebut dapat mengikat kation-kation seperti Na^{+} , K^{+} , dan lain-lain (Smart dan Moors, 1992). Kation-kation tersebut dapat digantikan dengan kation lain yang lebih kuat. Bila polimer tersebut mengikat H^{+} , maka proton tersebut cenderung terikat pada jembatan

oksigen penghubung Al dan Si dan aktif sebagai katalis asam. Gambaran dari polimer aluminosilikat yang mengikat kation logam dan H^+ disajikan dalam Gambar 2.7 dan Gambar 2.8.



Gambar 2.7 Polimer aluminosilikat mengikat Na^+

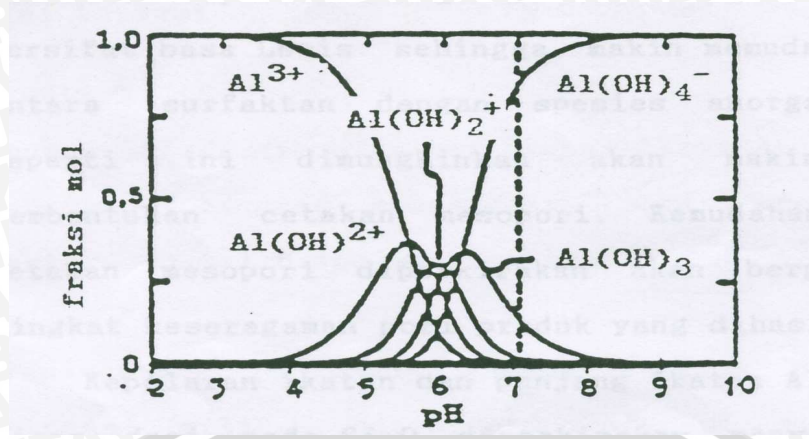


Gambar 2.8 Polimer aluminosilikat bentuk Bronsted

Bentuk asam Bronsted biasanya diperoleh dari hasil pemanasan aluminosilikat yang mengikat amonium atau alkil amonium seperti NHR_3^+ , $NH_2R_2^+$, NH_3R^+ , NR_4^+ (Gilson, 1991).

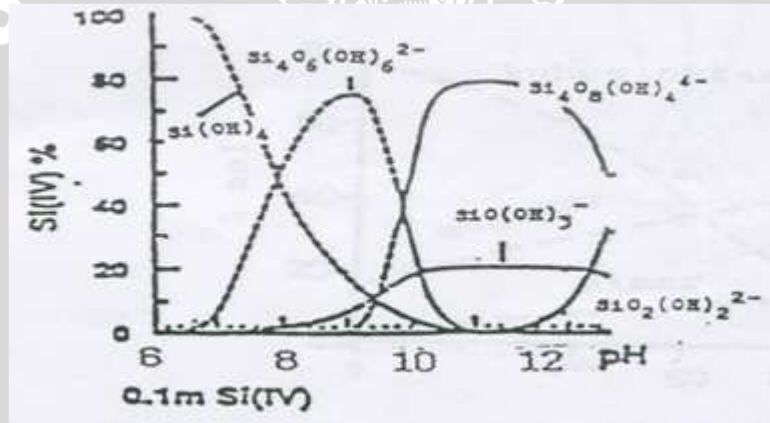
2.2 Pengaruh pH terhadap spesies Al dan Si dalam larutan

Jenis spesies Al dan Si dalam larutan umumnya dipengaruhi oleh pH larutan. Pada pH 1 – 4, Al berada sebagai Al^{3+} . Pada pH > 6, Al terutama berada sebagai $Al(OH)_4^-$ atau AlO_2^- bergantung pada jumlah Na_2O di dalam larutan. Jika konsentrasi Na_2O di dalam larutan > 25%, maka Al lebih cenderung membentuk Al_2O^- (Barrer, 1982). Dari studi dengan ^{27}Al NMR terbukti bahwa spesies penting Al pada pH 7 – 13 adalah tetrahedral $Al(OH)_4^-$ sesuai dengan Gambar 2.9 (Swaddle, 1994). Menurut Luan (1995b), semua spesies Aluminium dalam aluminosilikat mesopori dengan rasio Si/Al = 10 – 60 adalah Al berkoordinasi 4.

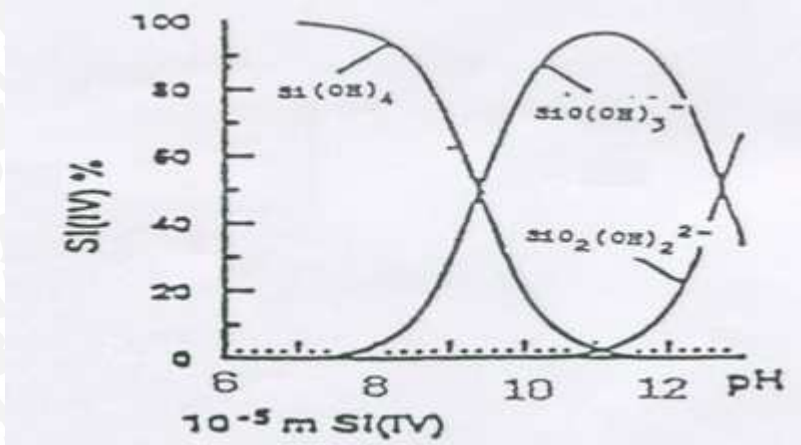


Gambar 2.9 Distribusi Al pada berbagai pH (Swaddle, 1994)

Selain berpengaruh terhadap derajat polimerisasi silikat, pH juga berpengaruh terhadap jenis muatan spesies silikat. Pada pH < 2, spesies utama silikat adalah silanol terprotonasi yang bermuatan positif, $\equiv Si(OH_2)^+$ (Huo, dkk, 1994). Antara pH 2 – 6 berada sebagai silanol, di atas pH 6 muatan negatif mulai terbentuk karena terjadi deprotonasi silanol (Ller, 1986).



Gambar 2.10 Distribusi silikat pada berbagai pH (Jansen, 1992)



Gambar 2.11 Distribusi silikon pada berbagai pH (Jansen, 1992)

2.3 Karakter Aluminosilikat Mesopori

2.3.1 Penentuan luas permukaan dan karakter pori dengan metode BET (Lowell dan Shields, 1984)

Teori BET (Braunauer, Emmett, dan Teller sebagai pencetus ide) didasarkan pada teori kinetik gas yang diperluas untuk n lapisan. Teori kinetik gas mengasumsikan bahwa :

1. Laju adsorpsi = laju desorpsi
2. Tumbukan antar molekul diabaikan
3. Tumbukan antar molekul dengan permukaan (adsorbat-adsorben) bersifat elastis
4. Molekul yang teradsorpsi tebalnya 1 molekul (merupakan lapisan molekul tunggal/monolayer)
5. Permukaan adsorben bersifat homogen

Pada teori BET digunakan persamaan 2.1 :

$$\frac{1}{W(P_0/P-1)} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C-1}{W_m C} \left[\frac{P}{P_0} \right] \dots\dots\dots(2.1)$$

dengan : P/P₀ = Tekanan gas yang digunakan

P₀ = Tekanan uap jenuh adsorbat (N₂)

W = Berat adsorbat pada P/P₀

W_m = Berat adsorbat pada monolayer jenuh

C = Konstanta BET

Berat adsorbat (W) diperoleh melalui persamaan 2.2 :

$$W = V_{\text{ads}} \times W_{\text{sampel}} \times \rho_{N_2} \dots \dots \dots (2.2)$$

Dengan : $\rho_{N_2} = 1,2506 \text{ g/L}$

Pada perhitungan luas permukaan padatan dengan metode BET data P/Po yang digunakan adalah kisaran 0,05 – 0,35 karena pada daerah inilah yang memberikan kurva hubungan linier.

Sehingga dengan $Y = \frac{1}{W(P_0/P - 1)}$ dan $x = P/P_0$ diketahui seperti

pada persamaan 2.3 dan persamaan 2.4 :

Slope (s) = $(C-1)/W_m C \dots \dots \dots (2.3)$

Intersep (i) = $1/W_m C \dots \dots \dots (2.4)$

Dengan demikian diperoleh persamaan 2.5 :

$$W_m = 1 / (i+s) \dots \dots \dots (2.5)$$

Luas permukaan padatan dapat dihitung dengan persamaan 2.6 :

$$S_t = \frac{W_m N x A}{M} \dots \dots \dots (2.6)$$

dengan : N = Bilangan Avogadro molekul adsorbat = $6,022 \times 10^{23} / \text{mol}$

A = Tampang Lintang = $16,2 \text{ \AA}^2$

M = Berat molekul $N_2 = 28 \text{ g / mol}$

Sehingga luas permukaan spesifik dapat dihitung dengan cara seperti pada persamaan 2.7 :

$$S_{\text{BET}} = S_t / W_m \dots \dots \dots (2.7)$$

Volume pori-pori total dapat dihitung dengan persamaan 2.8 :

$$V_p = V_{\text{liq}} = \frac{P x V_{\text{ads}} x V_m}{R x T} \dots \dots \dots (2.8)$$

dengan : R = konstanta untuk gas = $82,057 \text{ cm}^3 \text{ atm/g.mol.K}$

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 $34,6 \text{ cm}^3 / \text{mol}$

Dengan demikian akan diperoleh persamaan 2.9 :

$$V_p = V_{\text{gas}} \times 1,54 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g} \dots\dots\dots(2.9)$$

dengan : V_{gas} = jumlah gas N_2 yang diadsorpsi pada $P/P_0 \approx 1$
 Dengan asumsi geometri pori-pori adalah silinder, sehingga diperoleh persamaan 2.10 :

$$\bar{r} = \frac{2V_p}{S_{\text{BET}}} \dots\dots\dots(2.10)$$

dengan : V_p = Volume pori-pori total
 S_{BET} = Luas permukaan spesifik

2.3.2 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 persamaan 2.11 berikut :

$$r_k = \frac{4.15}{\log(P_0/P)} (\text{\AA}) \dots\dots\dots(2.11)$$

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 persamaan 2.12 :

$$r_p = r_k + t \dots\dots\dots(2.12)$$

Dengan mengasumsikan bahwa tebal film teradsorpsi dalam pori adalah sama dengan pada bidang permukaannya pada berbagai nilai tekanan relatif, maka dapat ditulis persamaan 2.13 :

$$t = \left(\frac{W_a}{W_m} \right) \tau \dots\dots\dots(2.13)$$

W_a adalah berat adsorben pada tekanan relatif tertentu, W_m adalah bobot yang terkait dengan monolayer BET, dan nilai τ adalah 3.54 \AA . Kurva yang umum digambarkan oleh persamaan Halsey, dimana untuk nitrogen ditulis sebagai persamaan 2.14 berikut :

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \log P_0/P} \right)^{1/3} \dots\dots\dots(2.14)$$

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 persamaan 2.15 berikut :

$$\Delta V_{liq} = \frac{\Delta V_{gas}}{22,4 \times 10^3} \times 34,6 = \Delta V_{gas} (1,54 \times 10^{-3}) \text{ cm}^3 \dots\dots\dots (2.15)$$

ΔV_{liq} dapat ditulis sebagai persamaan 2.16 :

$$\Delta V_{liq} = \pi r_k^2 l \dots\dots\dots (2.16)$$

dan jika seperti pada persamaan 2.17 :

$$V_p = \pi r_p^2 l \dots\dots\dots (2.17)$$

l adalah panjang pori, dengan menggabungkan kedua persamaan (persamaan 2.16 dan persamaan 2.17) diperoleh :

$$V_p = \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^2 \Delta V_{liq} \text{ cm}^3 \dots\dots\dots (2.18)$$

Luas permukaan dinding pori (S) dapat dihitung melalui persamaan 2.19 :

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 \text{ (m}^2\text{)} \dots\dots\dots (2.19)$$

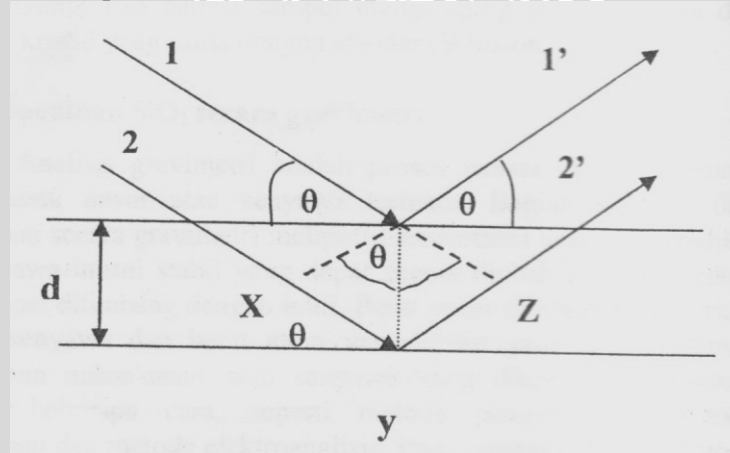
2.3.3 Penentuan struktur kristal dengan difraksi sinar- X

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 0,5 – 2,5 Å, yang 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 dan Alexander, 1962).

Sinar X dihasilkan dalam sebuah tabung sinar X. Didalam tabung sinar X terdapat filamen tungsten yang dipanaskan oleh aliran listrik sehingga mengemisikan elektron. Elektron didorong oleh voltase tinggi akan bergerak lebih cepat sehingga menabrak logam

target, dan akan dihasilkan radiasi kontinu dan radiasi karakteristik. Pada radiasi kontinu, elektron yang menabrak logam target akan mengalami perlambatan atau berhenti dan sebagian energi kinetiknya akan diubah menjadi energi panas, hanya $< 1\%$ diubah menjadi sinar X, maka diperlukan aliran air untuk mendinginkan target agar tidak meleleh akibat panas. Pada radiasi karakteristik, akibat benturan dengan elektron berkecepatan tinggi, elektron pada $1s$ (tingkat energi terendah, K) terionisasi, dan elektron pada tingkat energi yang lebih tinggi mengisi kekosongan pada orbital tersebut. Pada proses transisi tersebut sinar X dipancarkan, dan menghasilkan spektrum yang khas. Sinar X K_{α} mempunyai panjang gelombang $1,5408 \text{ \AA}$ yang dihasilkan oleh transisi elektron dari kulit L ke K, sedangkan K_{β} mempunyai panjang gelombang $1,3922 \text{ \AA}$ yang dihasilkan oleh transisi elektron dari kulit M ke K dengan intensitas yang jauh lebih kecil (West, 1984).

Menurut Williard, dkk (1988), atom-atom dalam kristal dapat dipandang sebagai partikel yang dapat membentuk susunan bidang datar yang masing-masing susunan mempunyai jarak karakteristik. Bidang tersebut dinamakan sebagai bidang Bragg. Bila sinar-X mengenai kisi kristal, maka atom-atom dalam kristal akan mendifraksikan sinar yang datang. Menurut Bragg untuk dapat mengamati intensitas sinar-X, terdapat hubungan tertentu yang harus dipenuhi. Hubungan ini dikenal sebagai persamaan Bragg yang didasarkan pada Gambar 2.12 (West, 1984).



Gambar 2.12 Difraksi sinar-X

$$xy = yz = d \sin \theta \dots\dots\dots(2.20)$$

$$xyz = 2 d \sin \theta \dots\dots\dots(2.21)$$

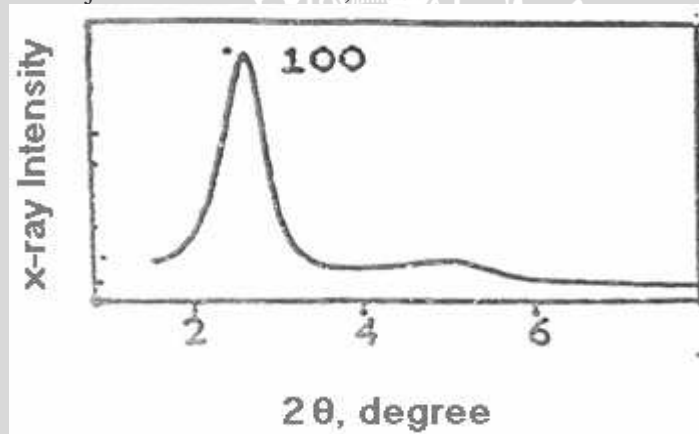
$$xyz = n \lambda \dots\dots\dots(2.22)$$

$$\boxed{2 d \sin \theta = n \lambda} \dots\dots\dots(2.23)$$

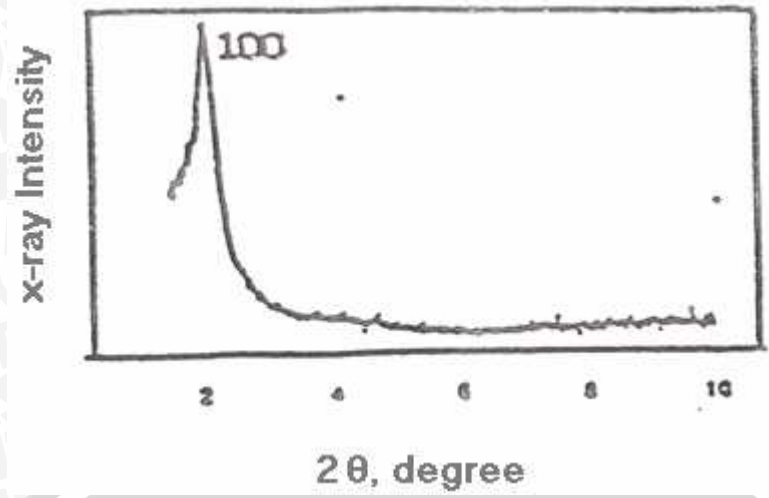
Dengan d adalah jarak antara bidang yang berurutan dan memantulkan sinar-X, θ adalah sudut datang sinar-X dan yang meninggalkan bidang tertentu, λ adalah panjang gelombang sinar-X dan n adalah bilangan bulat ($n = 1$). Pola hubungan antara besarnya sudut sinar datang sinar-X yang mengenai bidang sasaran (bidang kristal tertentu) dengan intensitas sinar difraksi akan menghasilkan suatu profil difraktogram sinar-X.

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi intensitas difraktogram sinar-X adalah kedudukan atom dalam unit sel dan kemampuan menghamburkan elektron, kristal dengan struktur yang sama dengan nomor atom berbeda akan memberikan intensitas yang berbeda (West, 1984).

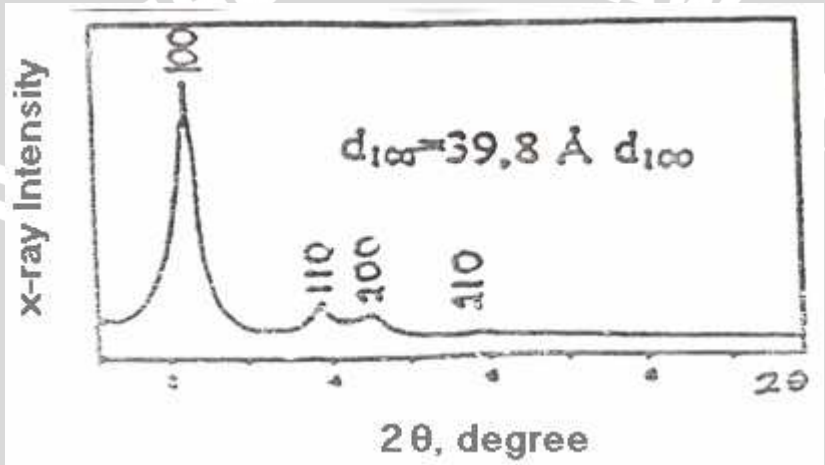
Menurut Willard dkk (1988) untuk mengidentifikasi struktur kristal dengan difraksi sinar-X dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu membandingkan data *d-spacing* sampel dengan dengan data *d-spacing* standart (JCPDS) minimal 3 puncak standart (3 puncak yang memberikan intensitas tertinggi) dan mengindeks langsung (dilakukan jika tidak ada standart).



Gambar 2.13 Pola difraksi silika heksagonal mesopori (Kresge, dkk, 1996)



Gambar 2.14 Pola difraksi aluminosilikat heksagonal mesopori (Poppl, dkk, 1995)



Gambar 2.15 Pola difraksi aluminosilikat heksagonal mesopori (Huo, dkk, 1994)

Pola difraksi sinar-X dapat dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X penelitian sebelumnya, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.13, Gambar 2.14, Gambar 2.15 .

Jika suatu kristal dikenai sinar-X, maka atom-atom dalam kristal yang membentuk bidang-bidang kisi akan mendifraksikan sinar-X. Dengan mengetahui indeks Miller dari bidang-bidang kisi suatu kristal, maka jarak antara bidang (*d-spacing*) dapat ditentukan. Kebalikan dari harga titik potong bidang terhadap ketiga sumbu koordinat merupakan bentuk triplet yang dinyatakan sebagai *hkl* dan disebut indeks Miller.

Hubungan antara *d-spacing*, indeks Miller suatu bidang kisi dan parameter sel untuk masing-masing jenis kristal, yaitu seperti pada Tabel 2.1 (West, 1984).

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

Sistem kristal	Hubungan parameter <i>d-spacing</i> , indeks Miller dan parameter sel
Kubus	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2}$
Tetragonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Heksagonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2+hk+k^2}{a^2} \right)$
Ortorombik	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Monoklinik	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$
Triklirik	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{v^2} \left(h^2b^2 \sin^2 \alpha + k^2a^2c^2 \sin^2 \beta + l^2a^2b^2 \sin^2 \gamma + 2hlabc^2 \{ \cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma \} + 2hlab^2c \{ \cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta \} \right)$

2.3.4 Penentuan gugus fungsional kristal dengan spektrofotometri inframerah

Spektrofotometri inframerah merupakan metode analisis yang digunakan untuk mendeteksi gugus fungsional yang dimiliki suatu senyawa. Setiap ikatan kovalen yang terdapat di dalam suatu molekul mengalami vibrasi, yang kisaran energi vibrasinya sama dengan kisaran energi radiasi inframerah. Apabila suatu molekul berinteraksi dengan radiasi inframerah, maka akan terjadi penyerapan terhadap radiasi inframerah yang energinya bersesuaian dengan energi vibrasi molekuler. Akibat penyerapan ini, amplitudo vibrasi mengalami peningkatan, sementara intensitas radiasi inframerah mengalami penurunan. Hal ini yang mendasari timbulnya spektra inframerah dari suatu molekul yang mengakibatkan molekul mengalami perubahan tingkat energi vibrasi dan tingkat energi rotasi (biasanya dari tingkat energi dasar) (Underwood dan Day, 2002).

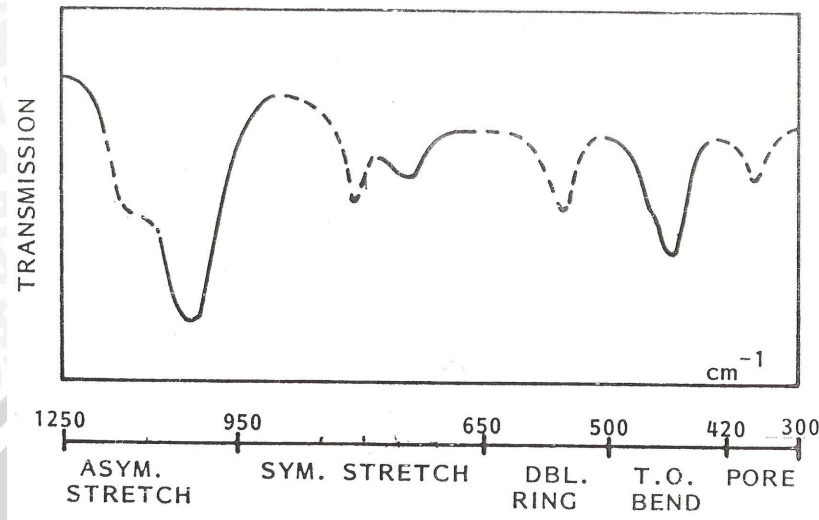
Cara penanganan cuplikan dalam analisis spektrofotometri inframerah tergantung pada jenis cuplikan. Untuk cuplikan padat ada tiga cara yang umum dipakai, yaitu metode pelet KBr, mull atau pasta dan bentuk film atau lapisan tipis (Sastrohamidjojo, 1992).

Penggunaan metode spektrofotometri inframerah khususnya dalam bidang kimia anorganik masih relatif sedikit, bila dibandingkan dengan bidang ilmu kimia yang lain terutama kimia organik. Hal ini disebabkan oleh adanya molekul-molekul yang tidak bervibrasi secara bebas dalam kristalnya (Velde, 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).

Daerah radiasi spektroskopi inframerah berkisar pada bilangan gelombang $12800 - 10 \text{ cm}^{-1}$ atau panjang gelombang $0,78 - 1000 \times 10^{-3} \text{ nm}$. Dalam daerah radiasi inframerah, energinya terbatas pada energi tingkat molekul. Untuk tingkat molekul, perbedaan energi dalam keadaan vibrasi dan rotasi digunakan untuk mengabsorpsi sinar inframerah (Khopkar, 1990).

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 seperti pada gambar 2.16 (Deravane, 1992).



Gambar 2.16 Spektra Infra Merah Zeolit (Deravane, 1992)

2.4 Amobilisasi Enzim Lipase

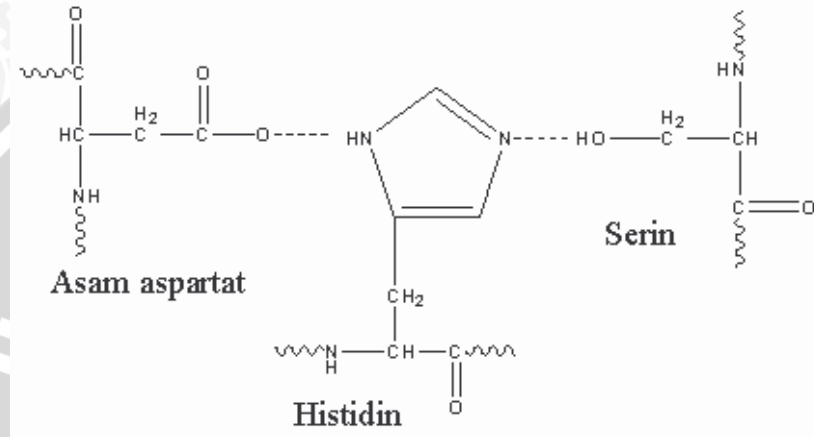
Enzim adalah protein yang diproduksi oleh sel hidup dan digunakan untuk mengkatalisis reaksi kimia yang spesifik (Wijaya, 2002). Sehingga mempunyai serapan khas pada spektra IR karena mengandung sisi karbonil, amin dan gugus OH.

Lipase (*triacylglycerol ester hydrolase* IEC 3.1.1.3) dapat mengkatalisis berbagai macam reaksi seperti esterifikasi, transesterifikasi dan hidrolisis. Indonesia dengan keanekaragaman hayati tinggi berpeluang besar mengembangkan produksi lipase dari mikroba lokal, salah satunya adalah kapang. Beberapa kapang penghasil lipase adalah *Aspergillus niger*, *Mucor miehei*, *Monilia Sitophila*, *Rhizopus delemar*, *R. Javanicus* (Putranto, 2006).

Lipase sebagai katalis untuk reaksi esterifikasi dapat diperoleh dari species mikroba ataupun tanaman. Nelson dkk (1996) melakukan "screening" lipase dari banyak spesies mikroba dalam kemampuannya melakukan transesterifikasi trigleserida dengan

alkohol rantai pendek menjadi alkilester. Lipase *Mucor miehei* ternyata paling efisien mengubah trigliserida menjadi alkil ester dengan alkohol primer, sedangkan lipase dari *Candida antarctica* paling efisien untuk transesterifikasi trigliserida dengan alkohol sekunder menghasilkan alkohol ester bercabang. Lipase ini juga terbukti efektif untuk transesterifikasi minyak nabati dan bahan baku lain yang mengandung asam lemak tinggi menjadi derivat alkil ester.

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 sisi aktif lipase adalah seperti pada Gambar 2.17 (Wong, 1995).



Gambar 2.17 Struktur sisi aktif lipase

Lipase yang digunakan untuk uji adsorpsi memiliki pH 5 karena 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.

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).

Dalam amobilisasi enzim dapat terikat baik secara fisik maupun kimia. Secara fisik, enzim dapat diserap pada suatu matriks

yang tidak dapat larut, ditangkap dalam gel atau dikapsulkan dalam mikrokapsul. Secara kimiawi, enzim bisa menjalani pengikatan kovalen dengan bahan penyangga padat atau pengikatan silang (cross-linked) (Smith, 1995).

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 dijebak dalam kisi suatu polimer (metode kisi) atau didalam 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).

2.4.1 Adsorpsi

Secara umum proses adsorpsi dapat diartikan sebagai proses penyerapan suatu zat oleh zat lain dimana proses ini hanya terjadi pada permukaan zat tersebut. Proses adsorpsi terjadi karena adanya ketidakseimbangan gaya pada fasa antar muka. Menurut Larry (1992), terdapat dua jenis adsorpsi, yaitu :

1. **Adsorpsi fisika**

Adsorpsi berlangsung cepat, reversibel dengan panas adsorpsi kecil, kira-kira 5-10 kkal/mol. Adsorbat tidak terikat secara kuat pada bagian adsorben sehingga adsorbat dapat bergerak dari bagian permukaan ke bagian lain dan dapat diganti oleh adsorbat lain. 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). Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi antara lain :

a. **Luas permukaan**

Jumlah adsorpsi sebanding dengan luas permukaan spesifik. Luas permukaan spesifik dapat didefinisikan sebagai bagian luas permukaan total yang tersedia untuk adsorpsi. Semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak jumlah adsorbat yang terserap (Weber, 1972).

b. **Jenis dan sifat adsorben**

Jenis adsorben menyangkut sifat khas dari suatu adsorben untuk menyerap adsorbat. Adsorben yang polar cenderung menyerap adsorbat yang polar. Sedangkan untuk sifat adsorben yang berpengaruh adalah kemurnian adsorben dan luas permukaannya. Luas permukaan ini akan sangat berpengaruh terutama untuk tersedianya tempat adsorpsi. Kemurnian dari adsorben dapat ditingkatkan melalui aktivasi (Weber, 1972).

c. **Sifat adsorbat**

Kelarutan zat terlarut dalam jumlah besar merupakan faktor yang penting dalam proses adsorpsi. Jika kelarutan zat terlarut terlalu besar maka ikatan zat terlarut dengan pelarut lebih kuat sehingga dapat menyebabkan jumlah adsorbat yang terserap kecil. Hal ini disebabkan sebelum terjadi adsorpsi diperlukan energi yang besar untuk memecah ikatan antar zat terlarut dengan pelarut.

d. **pH larutan**

pH larutan dapat mempengaruhi jumlah adsorpsi sebab pH menentukan derajat disosiasi adsorbat. Selanjutnya pH juga dapat mempengaruhi muatan permukaan adsorben sehingga mengubah kemampuannya menyerap senyawa dalam bentuk ion. Senyawa yang tidak terdisosiasi lebih mudah diserap daripada senyawa terionisasi. Pada umumnya adsorpsi bertambah pada kisaran pH dimana suatu senyawa bermuatan netral (Sawyer dan Carty, 1987).

e. **Temperatur**

Reaksi yang terjadi pada proses adsorpsi biasanya bersifat eksotermis (melepas panas). Oleh karena itu adsorpsi

akan naik pada temperatur yang lebih rendah dan akan turun pada temperatur yang lebih tinggi (Sawyer dan Carty, 1987).

f. **Konsentrasi adsorbat**

Pada umumnya adsorpsi akan meningkat dengan bertambahnya konsentrasi adsorbat. Adsorpsi akan tetap jika terjadi kesetimbangan antara konsentrasi adsorbat yang diserap dengan konsentrasi adsorbat yang tersisa dalam larutan (Sawyer dan Carty, 1987).

g. **Waktu kontak**

Waktu kontak yang cukup diperlukan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi. Jika fasa cairan yang berisi adsorben diam maka difusi adsorbat melalui permukaan adsorben akan lambat dan merupakan tahap penentu kecepatan adsorpsi sehingga perlu dilakukan pengocokan untuk mempercepat proses adsorpsi. Pada saat kesetimbangan akan terjadi adsorpsi yang tetap (Sawyer dan Carty, 1987).

2. Adsorpsi kimia

Adsorpsi kimia terjadi melalui reaksi kimia, membutuhkan energi aktivasi dan panas adsorpsi yang lebih besar daripada adsorpsi fisika, kira-kira 10-100 kkal/mol. Harga ini setingkat dengan energi reaksi kimia, sehingga pada proses ini terjadi interaksi ikatan-ikatan kimia. Adsorbat yang teradsorpsi oleh proses kimia umumnya sangat sulit untuk diregenerasi.

Polimer aluminosilikat mesopori tersusun atas monomer aluminat dan silikat yang jenisnya bergantung pada kondisi pH. Jenis monomer aluminat dan silikat ini akan berpengaruh terhadap polimerisasi aluminosilikat. Aluminosilikat mesopori mempunyai struktur kristal yang khas yaitu heksagonal dengan gugus fungsi seperti pada zeolit. Aluminosilikat mesopori mempunyai ukuran pori antara 20 sampai 500 Å dan muatan negatif pada Al dalam polimer aluminosilikat mesopori dapat mengikat atom atau molekul yang bermuatan positif. Enzim lipase merupakan protein yang memiliki muatan positif dengan ukuran pori 48 sehingga memungkinkan untuk diadsorpsikan ke dalam aluminosilikat mesopori.

2.4.2 Hipotesis

Hipotesis yang diajukan dalam penelitian ini adalah :

1. pH berpengaruh terhadap karakter aluminosilikat.
2. Karakter kristal hasil sintesis adalah heksagonal mesopori dengan gugus fungsi seperti pada zeolit.
3. Aluminosilikat mesopori mampu mengadsorpsi enzim.



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Biokimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA), Universitas Brawijaya, Malang, selama bulan Maret hingga April 2007. Karakterisasi gugus fungsi aluminosilikat hasil sintesis dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Malang, untuk penentuan struktur kristal dilakukan di Universitas Gajah Mada Yogyakarta, dan penentuan luas permukaan spesifik, ukuran pori dan volume pori dilakukan di BATAN Yogyakarta.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Bahan kimia

Bahan dalam penelitian ini adalah 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), $\rho = 1,190 \text{ kg/L}$), kupri sulfat penta hidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), natrium kalium tartarat ($\text{NaKC}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), akuades, bovin serum albumin (BSA), enzim lipase hasil isolasi dari mikroba *Mucor miehei* oleh peneliti lain di Universitas Brawijaya. Semua bahan yang digunakan merupakan proanalisis kecuali akuades, sedangkan BSA adalah bahan *for biochemistry*.

3.2.2 Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan adalah oven (Mettler U 30), tanur, desikator, kurs porselen, timbangan analitik (Mettler AE 50), seperangkat alat gelas, botol polipropilen, botol film, saringan buchner, pompa vakum, kertas saring Whatman no.41, sentrifuse, kertas pH universal, pengaduk magnetik, ayakan 250 dan 300 mesh, spektrofotometer inframerah (merk JASCO model FT/IR-410), *X-Ray difraktometer* (merk SHIMADZU XRD-6000), *Surface Area Analyzer* (merk NOVA 1000) dan spectronic-20.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam 4 tahap yaitu :

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

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis aluminosilikat mesopori pada berbagai pH

Penelitian ini mengacu pada metode Beck (1992) dan metode Kawi dan Lai (1998) kecuali dilakukannya variasi pH (8, 9, 10, 11 dan 12). Larutan B dengan kondisi pH yang diinginkan (dibuat pada Lampiran L.1.2.2) ditambahkan sedikit-demi sedikit ke dalam larutan A (dibuat pada Lampiran L.1.2.1) dengan pH yang sama dengan larutan B sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik di dalam botol polipropilen. Kemudian campuran tersebut ditambah sedikit demi sedikit 2,75 g mesitilen (MES) sambil diaduk selama 1 jam. Campuran dipanaskan dalam oven pada temperatur 96°C dengan kondisi botol polipropilen tertutup dengan waktu kristalisasi 48 jam, kemudian didinginkan, dicuci dengan akuades sampai pH filtrat sama dengan pH akuades dan dikeringkan pada temperatur 110° C selama 1 jam. Kristal mesofasa yang terbentuk dikalsinasi pada temperatur 550°C selama 3 jam. Serbuk padatan diayak dengan ayakan 250 dan 300 mesh. Produk diambil yang lolos dari ayakan 250 mesh dan tertahan pada ayakan 300 mesh. Perlakuan diulang 2 kali dan produk sintesis yang diperoleh dicampur dan dihomogenkan.

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 pada semua kondisi pH 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 sampai diperoleh berat konstan dan selanjutnya ditempatkan dalam desikator. 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 untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori-pori, dan jari-jari pori.

3.4.2.2 Karakterisasi aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan difraktometer

Penentuan struktur kristal dengan difraksi sinar-X dilakukan pada sampel dengan kondisi optimum. Karakterisasi dilakukan dengan pengamatan difraktogram sinar-X dengan tujuan mengidentifikasi struktur kristalnya.

Sampel dimasukkan dalam tempat sampel (*speciment*) kemudian ditekan sampai penuh dan rata pada *speciment*, hal ini bertujuan agar pada saat pengukuran tidak tumpah. Sinar-X diarahkan pada sampel sehingga terjadi difraksi. Identifikasi kristal dilakukan dengan cara membandingkan data *d-spacing* pada difraktogram dari sampel dengan data standar JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standart*).

3.4.2.3 Penentuan gugus fungsional kristal menggunakan spektrofotometer inframerah

Spektra inframerah dari aluminosilikat mesopori hasil sintesis diperoleh dari metode pelet KBr. Pada pembuatan pelet KBr, sampel dihaluskan terlebih dahulu, kemudian dihomogenisasi dengan serbuk KBr. Campuran ini ditempatkan pada permukaan plat baja dan dijepit antara dua plat tersebut kemudian diberi tekanan dengan pompa hidrolis selama 5 menit agar terbentuk lapisan yang memiliki ketebalan 0,01 mm. Kemudian dilakukan pengukuran spektra pada daerah bilangan gelombang antara $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$.

3.4.3 Penentuan kemampuan aluminosilikat mesopori hasil sintesis dalam mengadsorpsi enzim lipase

3.4.3.1 Adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat mesopori

Enzim lipase dipipet sebanyak 5 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 25 mL, kemudian ditambah dengan 0,1 gram aluminosilikat mesopori. Setelah itu campuran dikocok dengan menggunakan pengocok elektrik selama 2 jam dengan kecepatan 100 rpm pada temperatur kamar. Campuran disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm pada temperatur 4°C . Supernatan yang telah terpisah diuji kadar proteinnya dengan menggunakan metode biuret secara spektrofotometri.

3.4.3.2 Pembuatan kurva baku BSA

BSA ditimbang sebanyak 1 gram, dilarutkan dengan 50 mL akuades dalam gelas kimia. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, dikocok sampai homogen sehingga diperoleh larutan stok BSA 10000 ppm. Dipipet masing-masing (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9) mL lalu dimasukkan labu ukur 10 mL yang berbeda. Ditambahkan akuades sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan BSA (1000, 2000, 3000, 4000, 5000, 6000, 7000, 8000, 9000) ppm. Tiap konsentrasi larutan BSA diambil 2 mL, 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. Sebelum mengukur absorbansi larutan standar, ditentukan terlebih dahulu panjang gelombang maksimumnya pada konsentrasi 5000 ppm.

Larutan standar diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum BSA. Hasil pengukuran absorbansi larutan standar pada berbagai konsentrasi dibuat persamaan regresi linear sehingga dihasilkan kurva baku BSA.

3.4.3.3 Analisis sampel

Penentuan kadar protein dilakukan dengan metode Biuret. Sebanyak 2 mL larutan enzim ditambah 8 mL reagen biuret dan 2 mL akuades, kemudian dikocok dan dibiarkan selama 30 menit pada temperatur 50°C. Selanjutnya diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum BSA sehingga kadar protein diketahui. Kadar protein diketahui dengan memplotkan nilai absorbansi pada persamaan regresi kurva standar BSA.

3.4.4 Analisis data

Data tentang karakter aluminosilikat mesopori hasil sintesis yang meliputi struktur kristal, luas permukaan spesifik padatan, volume pori dan diameter pori dianalisis dengan menggunakan analisis deskriptif.

Data karakterisasi aluminosilikat mesopori hasil sintesis menggunakan adsorpsi gas nitrogen teradsorpsi pada setiap P/Po tertentu. Data tersebut diolah dengan metode BET dan POD untuk menentukan luas permukaan spesifik padatan, volume pori, dan diameter pori. Data luas permukaan spesifik (S_{BET}), volume pori (V_p) dan diameter pori (D_p) yang diperoleh, digunakan untuk menyusun grafik hubungan antara pH dengan masing-masing data tersebut, sehingga dapat diketahui pH yang memberikan harga luas permukaan spesifik (S_{BET}) tertinggi serta harga volume pori (V_p) dan diameter pori (D_p) pada luas permukaan spesifik (S_{BET}) tertinggi tersebut.

Data karakterisasi kristal aluminosilikat mesopori hasil sintesis menggunakan difraksi sinar-X berupa *d-spacing* difraktogram padatan hasil sintesis. Data tersebut diinterpretasi dengan cara mencocokkan data *d-spacing* tiap-tiap puncak padatan hasil sintesis dengan data *d-spacing* difraktogram aluminosilikat mesopori standar.

Data pengaruh pH pada pembuatan aluminosilikat mesopori terhadap adsorpsi enzim berupa data absorbansi. Data tersebut dianalisis secara statistik dengan menggunakan metode analisa rancangan acak lengkap (RAL). Data percobaan diuji dengan tingkat kepercayaan 95% atau beda nyata terkecil (BNT) 5%. Data kemampuan adsorpsi enzim lipase terhadap aluminosilikat mesopori digunakan untuk menentukan kadar enzim yang teradsorpsi pada aluminosilikat. Kadar tersebut digunakan untuk menyusun grafik pengaruh pH terhadap kadar enzim sehingga dapat diketahui pH yang memberikan kadar enzim teradsorpsi tertinggi.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis aluminosilikat mesopori menggunakan 5 jenis kondisi pH (8, 9, 10, 11, 12) untuk mengetahui kondisi pH yang memberikan karakter terbaik untuk adsorpsi enzim lipase.

Proses sintesis aluminosilikat mesopori dilakukan dengan mencampurkan larutan B yang berisi TMAOH (tetrametilamonium hidroksida) dan silikat ke dalam larutan A yang berisi campuran larutan CTAB (setiltrimetilamonium bromida) dengan aluminium sulfat. Pembagian larutan menjadi larutan A dan larutan B bertujuan untuk mencegah terjadinya pembentukan gel antar surfaktan dengan silika secara cepat, yang menyebabkan proses sintesis tidak optimal akibat pembentukan dinding pori yang terlalu cepat dan tidak homogen.

Dalam sintesis ini diterapkan pada suasana pH basa karena Al dan Si dalam suasana basa membentuk spesies bermuatan negatif, yaitu membentuk $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ dan oligomer silikat yang cenderung bermuatan negatif (Tabel 4.1).



Tabel 4.1 Pengaruh pH terhadap jenis monomer silikat (Jansen, 1992)

pH	Jenis Monomer
8	$\text{Si}(\text{OH})_4$
9	$\text{Si}(\text{OH})_4$ $\text{SiO}(\text{OH})_3^-$ (sangat sedikit, bisa diabaikan)
10	$\text{SiO}(\text{OH})_3^-$ $\text{SiO}_2(\text{OH})_2^{2-}$
11	$\text{SiO}(\text{OH})_3^-$
12	$\text{SiO}(\text{OH})_3^-$ $\text{SiO}_2(\text{OH})_2^{2-}$

Spesies Al dan Si diharapkan bermuatan negatif pada pH yang semakin tinggi agar dapat berikatan dengan bagian luar cetakan yaitu gugus kepala surfaktan yang bermuatan (+) secara optimal, selain itu

dengan kedua spesies bermuatan negatif diharapkan pembentukan polimer tidak terlalu cepat.



Semakin tinggi pH akan berpengaruh juga terhadap kemudahan surfaktan dalam membentuk misel yang menyebabkan pembentukan mesofasa mudah sehingga pembentukan mesopori akan mudah pula.

pH ↗ -----> surfaktan -----> misel ↗ -----> mesofasa ↗ -----> mesopori ↗

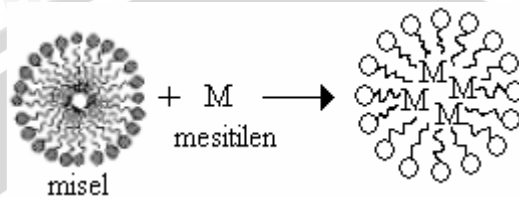
Hal ini dikarenakan semakin tinggi pH akan menyebabkan kepolaran larutan semakin tinggi sehingga kepala surfaktan yang juga polar akan berdekatan dengan bagian polar larutan dan ekor surfaktan yang non polar akan menjauh dari larutan yang polar sehingga akan berada dibagian dalam yang hidrofobik. Dalam penelitian ini digunakan surfaktan CTAB yang berfungsi sebagai cetakan pori. Sesuai yang telah dijelaskan oleh Zhao,dkk (1996), surfaktan CTAB dalam larutan polar akan membentuk misel dengan bagian hidrofobik berkumpul dibagian dalam tabung sedangkan bagian hidrofilik yang bermuatan berada diluar tabung.

Penambahan larutan B ke dalam larutan A dilakukan sedikit demi sedikit agar pembentukan dinding polimer aluminosilikat merata dan menghambat polimerisasi lokal, sedangkan penambahan larutan B ke dalam larutan A dilakukan agar pembentukan polimer lebih optimal karena cetakan pori berada dalam larutan A. Surfaktan berikatan secara ionik dengan polimer aluminosilikat yang bermuatan negatif pada atom Al-nya. Ketebalan polimer aluminosilikat dapat bervariasi. Akibat ikatan 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 seperti yang telah ditunjukkan pada Gambar 2.1 dan Gambar 2.2. Pada pencampuran ini akan terjadi reaksi antara aluminat dengan silikat dan silikat dengan silikat.

Penggunaan tetrametilamonium hidroksida (TMAOH) dimaksudkan untuk mencegah aluminium berdekatan sehingga diharapkan polimer lebih stabil. Hal ini sesuai dengan penjelasan

Barrer (1982) bahwa zeolit yang disintesis dengan melibatkan TMA^+ lebih kaya Si dibandingkan tanpa menggunakan TMA^+ .

Pada sintesis aluminosilikat mesopori ditambahkan mesitilen yang berperan mengisi ruang di pusat misel dan berinteraksi dengan bagian hidrofobik surfaktan melalui gaya Van der Waals. Dengan adanya mesitilen diharapkan ukuran cetakan pori semakin besar sehingga produk yang dihasilkan mempunyai ukuran pori yang besar sesuai yang diharapkan. Pada saat penambahan mesitilen dilakukan pengadukan untuk mempercepat distribusi mesitilen ke pusat misel. Selain itu pH basa yang digunakan menyebabkan kepolaran tinggi dalam larutan, sehingga mempercepat distribusi mesitilen yang hidrofobik.



Pemanasan 96°C selama 48 jam dimaksudkan untuk mengoptimalkan pembentukan kristal mesofasa. Pemanasan kristal mesofasa pada temperatur 550°C selama 3 jam bertujuan untuk menghilangkan surfaktan, mesitilen dan TMAOH pada produk mesofasa sehingga pori terbuka dan dihasilkan kristal mesopori. Pengayakan padatan mesopori bertujuan untuk menyamakan ukuran partikel karena ukuran partikel berpengaruh terhadap luas permukaan padatan saat karakterisasi dengan adsorpsi gas N_2 .

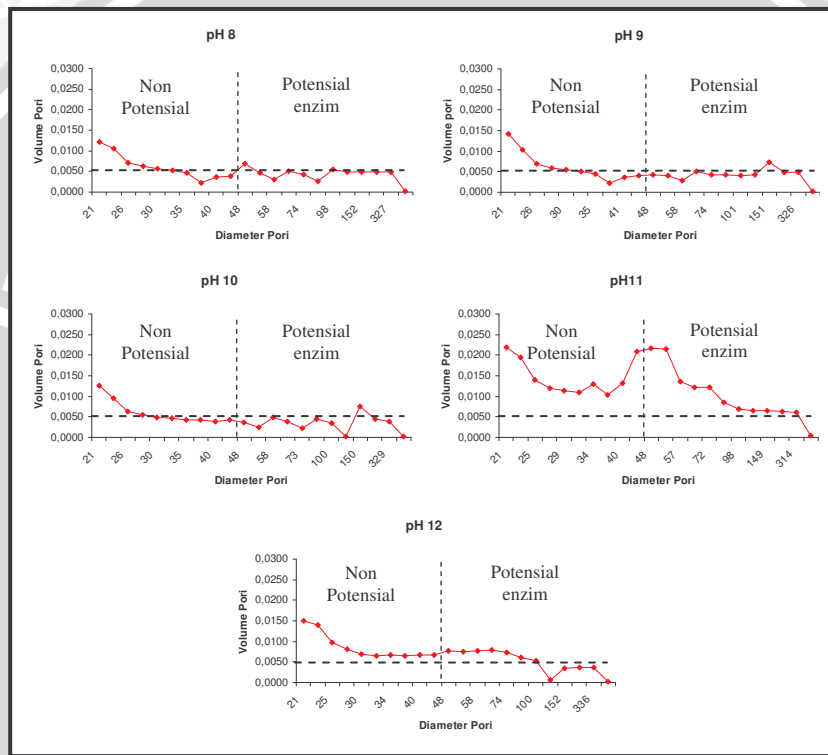
4.1 Pengaruh pH Sintesis

Kondisi pH sangat berpengaruh terhadap jenis monomer silikat dan muatan silikat (Jansen, 1992), sehingga mempengaruhi kemudahan pembentukan polimer aluminosilikat. Kemudahan pembentukan polimer ini diperkirakan akan mempengaruhi kemudahan pembentukan padatan mesofasa. Jika dikaitkan pada jenis monomer Al dan muatan Al, maka menurut Swaddle (1994) pada pH 8, 9, 10, 11 dan 12 monomer Al seluruhnya dalam bentuk $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, sehingga tidak berpengaruh terhadap pola pembentukan polimer aluminosilikat. Akan tetapi pH berpengaruh terhadap pembentukan jenis monomer silikat seperti pada Tabel 4.1.

Pada penentuan kondisi pH optimum dilakukan pengukuran adsorpsi gas N₂. Data adsorpsi tersebut diolah dengan metode BET (Lampiran 4) dan POD (Lampiran 5) sehingga diperoleh data pada Tabel 4.2.

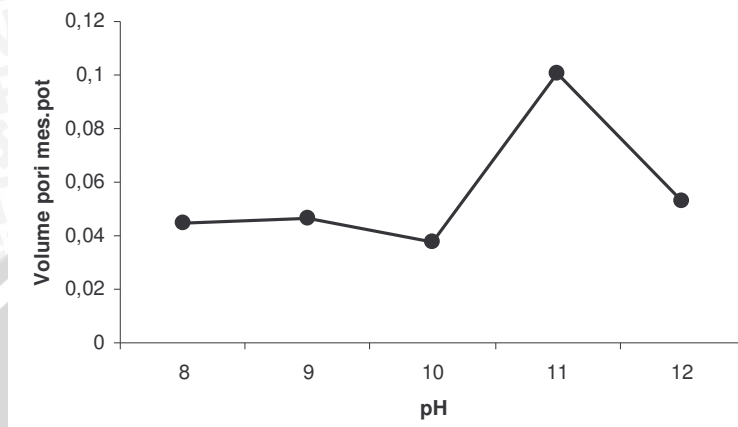
Tabel 4.2 Karakter aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial enzim lipase

pH	V _{mes.pot.} (cm ³ /g)	S _{mes.pot.} (m ² /g)	D _{mes.pot.} (Å)	Mesoporositas mes.pot (%)
8	0,0450	19,0222	94,6421	15
9	0,0463	19,0545	97,1550	17
10	0,0374	15,6667	95,4438	15
11	0,1004	53,1305	75,6246	24
12	0,0529	26,9466	78,5208	16

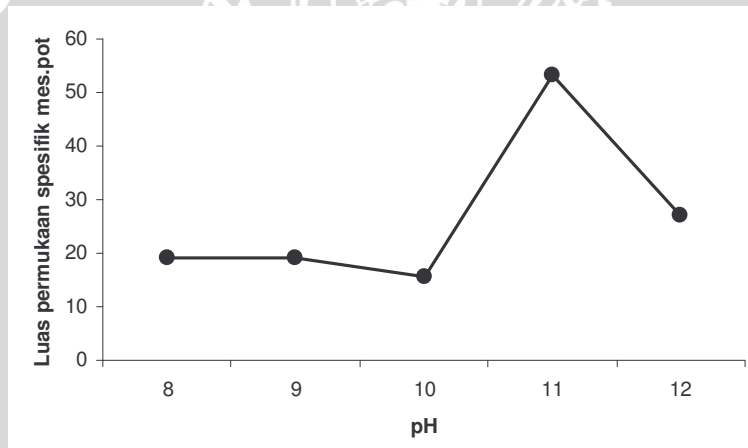


Gambar 4.1 Pola distribusi ukuran pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada berbagai pH

Data volume pori dan diameter pori rata-rata pada Tabel L.5.1, L.5.2, L.5.3, L.5.4 dan L.5.5 dapat dibuat kurva distribusi ukuran pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Sedangkan data volume pori pada Tabel 4.2 dapat dibuat kurva volume pori aluminosilikat mesopori untuk daerah potensial enzim terhadap kenaikan pH sintesis seperti pada Gambar 4.2.

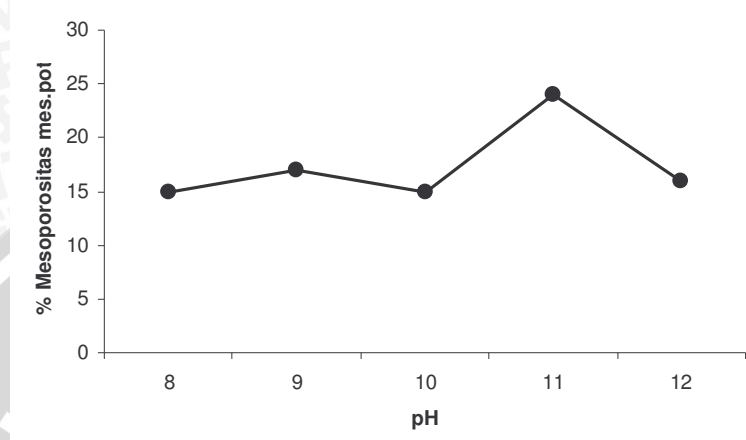


Gambar 4.2 Pengaruh pH sintesis terhadap volume pori pada daerah mesopori potensial untuk enzim



Gambar 4.3 Pengaruh pH sintesis terhadap luas permukaan spesifik pada daerah mesopori potensial untuk enzim

Gambar 4.3 merupakan kurva pengaruh pH sintesis terhadap luas permukaan spesifik yang diperoleh dari data luas permukaan spesifik pada daerah mesopori potensial enzim lipase pada Tabel 4.2. Sedangkan data mesoporositas pada Tabel 4.2 digunakan untuk membuat kurva hubungan antara pH sintesis dengan % mesoporositas seperti pada Gambar 4.4 sehingga terlihat bagaimana pengaruh pH sintesis terhadap % mesoporositas pada daerah mesopori potensial untuk enzim.



Gambar 4.4 Pengaruh pH sintesis terhadap % mesoporositas pada daerah mesopori potensial untuk enzim

Pada Gambar 4.1 dapat dilihat untuk pH 8 dan pH 9 memiliki ketinggian kurva yang hampir sama (berbeda tidak signifikan) yang berarti bahwa jumlah rongga pori untuk diameter secara rata-rata relatif sama. Menurut Jansen (1992) pada pH 8 dan pH 9 sama-sama didominasi oleh jenis monomer silikat $\text{Si}(\text{OH})_4$ (Tabel 4.1), sehingga diperkirakan tidak berpengaruh terhadap pembentukan mesofasa yang berakibat tidak berpengaruh pula terhadap pembentukan mesopori. Hal ini didukung oleh Gambar 4.2 yang menunjukkan bahwa volume pori untuk pH 8 dan pH 9 relatif sama, sehingga luas permukaan spesifik relatif sama, karena itu pada Gambar 4.3 menunjukkan luas permukaan relatif sama. Namun demikian mesoporositas pada daerah mesopori potensial enzim meningkat karena terjadi penurunan luas permukaan spesifik daerah total dari pH 8 ke pH 9 (Gambar 4.4). Penurunan ini terjadi pada luas

permukaan spesifik di daerah mikropori mengingat luas permukaan spesifik di daerah mesopori relatif sama.

Gambar 4.1 menunjukkan penurunan jumlah pori dari pH 9 ke pH 10 terutama pada diameter pori 52, 73, dan 150 Å. Akibatnya volume pori untuk daerah mesopori dan daerah mesopori potensial enzim menurun sehingga luas permukaan spesifik menurun yang ditunjukkan oleh Gambar 4.2 dan Gambar 4.3. Hal ini diperkirakan karena pada pH 10 terdapat dua jenis monomer silikat (Tabel 4.1), yaitu $\text{SiO}_2(\text{OH})_2^{2-}$ dan $\text{SiO}(\text{OH})_3^-$ sehingga terdapat dua jenis muatan silikat berbeda yang diperkirakan berakibat terhadap semakin sulitnya pembentukan polimer aluminosilikat. Gambar 4.4 menunjukkan bahwa terjadi penurunan mesoporositas pada daerah mesopori potensial enzim yang diperkirakan karena terjadinya penurunan luas permukaan spesifik yang lebih signifikan pada daerah mesopori potensial daripada di daerah total.

Perubahan kondisi pH dari pH 10 ke 11 menyebabkan kenaikan kurva pada Gambar 4.1, yang menjelaskan bahwa terjadi peningkatan jumlah pori pada tiap-tiap diameter pori. Hal ini mengakibatkan meningkatnya volume pori, luas permukaan spesifik serta mesoporositas potensial enzim yang dibuktikan pada gambar 4.2, Gambar 4.3, Gambar 4.4. Dari gambar tersebut tampak pula bahwa pada pH 11 efektifitas pembentukan pori meningkat, baik pada daerah mesopori maupun pada daerah mesopori potensial. Peningkatan tersebut diperkirakan akibat terjadinya peningkatan jumlah OH^- dalam larutan yang memacu pembentukan misel akibat pengaruh ion lawan. Selain itu juga diperkirakan pada pH 11 hanya terdapat satu jenis monomer silikat $\text{SiO}(\text{OH})_3^-$ (Tabel 4.1) yang diperkirakan mempermudah pembentukan polimer aluminosilikat sehingga mempermudah pula pembentukan mesofasa. Hal ini juga diperkirakan dapat mengakibatkan distribusi mesitilen lebih merata. Kemudahan pembentukan mesofasa ini berarti juga kemudahan dalam pembentukan mesopori.

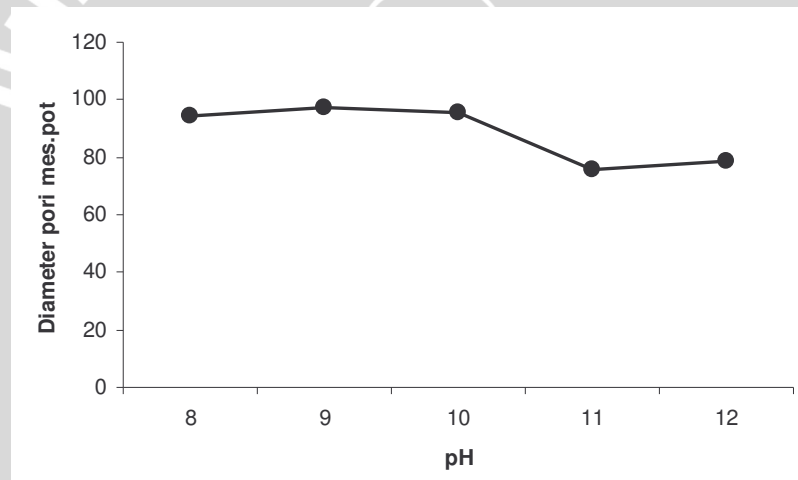
Kenaikan pH larutan dari pH 11 ke 12 menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik, volume pori dan mesopori potensial enzim. Hal ini diperkirakan berkaitan dengan bertambahnya jenis monomer silikat (Tabel 4.1) yaitu $\text{SiO}(\text{OH})_3^-$ dan $\text{SiO}_2(\text{OH})_2^{2-}$ sehingga diperkirakan peningkatan jenis muatan silikat ini mengakibatkan semakin sulitnya polimerisasi aluminosilikat. Dinding pori yang terbentuk diperkirakan semakin

tipis sehingga pada saat kalsinasi dimungkinkan mengalami kerusakan dan berakibat pada rusaknya sebagian rongga pori.

Gambar 4.1 juga menunjukkan bahwa keseragaman pori kristal mesopori hasil sintesis belum terbentuk, hal ini dimungkinkan karena kerusakan rongga pori pada saat kalsinasi. Selain itu diperkirakan pendistribusian mesitilen pada pusat misel belum merata, mengingat sintesis dilakukan pada pH basa sehingga jumlah OH⁻ yang tinggi menyebabkan kepolaran larutan meningkat. Peningkatan ini mengakibatkan mesitilen yang bersifat hidrofobik terdistribusi sangat cepat dan tidak merata.

Berdasarkan luas permukaan dan volume pori didaerah mesopori potensial dengan diameter pori yang memadai untuk dimasuki enzim (lebih besar dari 48 Å), maka pH 11 merupakan kondisi optimum sintesis aluminosilikat mesopori. Begitu juga dilihat dari % mesoporositas untuk daerah mesopori potensial enzim yang menunjukkan bahwa pada pH 11 memberikan % mesoporositas yang tertinggi untuk diameter pori yang dimasuki enzim.

Dari data diameter pori untuk daerah mesopori potensial enzim pada Tabel 4.2 dapat dibuat kurva hubungan antara diameter pori dengan pH sintesis, sehingga terlihat pengaruh pH sintesis terhadap diameter pori aluminosilikat mesopori hasil sintesis.



Gambar 4.5 Pengaruh pH sintesis terhadap diameter pori pada daerah mesopori potensial untuk enzim

Sedangkan pada gambar 4.5 ditunjukkan bahwa diameter pori pada daerah mesopori potensial mengalami penurunan seiring dengan kenaikan pH sintesis. Hal ini dimungkinkan karena dengan bertambahnya pH larutan maka kepolaran di dalam larutan semakin tinggi, sehingga cenderung memberikan gaya tolak sangat besar terhadap mesitilen yang hidrofobik, akibatnya pengikatan mesitilen oleh pusat misel cenderung sangat cepat dan tidak merata. Distribusi mesitilen yang tidak merata ini mengakibatkan diameter pori yang terbentuk pada daerah mesopori potensial sedikit tetapi mempunyai ukuran yang besar. Sedangkan dari pH 11 ke pH 12 terjadi kenaikan jumlah diameter pori yang disebabkan bertambahnya jenis monomer silikat (Tabel 4.1) yaitu $\text{SiO}(\text{OH})_3^-$ dan $\text{SiO}_2(\text{OH})_2^{2-}$ sehingga diperkirakan peningkatan jenis muatan silikat ini mengakibatkan semakin sulitnya polimerisasi aluminosilikat. Sulitnya pembentukan polimer pada pH 12 berakibat terhadap pendistribusian mesitilen ke dalam misel lebih merata sehingga jumlah pori yang terbentuk pada daerah potensial enzim lebih banyak.

4.2 Karakterisasi Kristal Aluminosilikat Hasil Sintesis

4.2.1 Struktur kristal aluminosilikat hasil sintesis menggunakan difraktometer sinar X

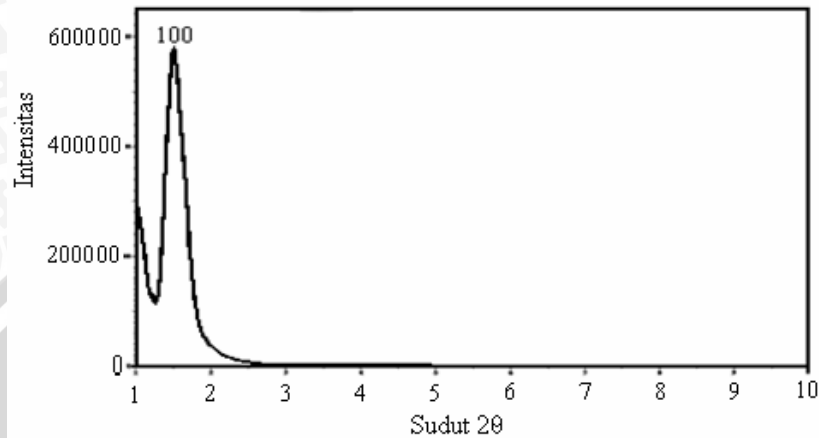
Untuk mengetahui struktur dan membuktikan keakuratan kristal aluminosilikat mesopori hasil sintesis dilakukan uji dengan difraksi sinar X. Metode difraksi sinar X sangat penting untuk karakterisasi senyawa padatan dalam bentuk kristal.

Aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada pH optimum dikarakterisasi dengan difraksi sinar X untuk menentukan apakah jenis kristal yang terbentuk benar-benar kristal heksagonal seperti yang dihasilkan dari sintesis Beck, dkk.,(1992).

Berbeda dengan zeolit 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 mesopori hasil sintesis ditunjukkan oleh Gambar 4.6. Dari perbandingan hasil dengan pola difraktogram beberapa peneliti sebelumnya, antara lain aluminosilikat heksagonal yang telah disintesis oleh Poppl, dkk., (1995) pada Gambar 2.14 terlihat bahwa pola difraksi yang dihasilkan memiliki kemiripan sehingga dapat diperkirakan bahwa

produk sintesis aluminosilikat mesopori yang dihasilkan merupakan kristal heksagonal mesopori. Hal ini dikarenakan pada sintesis yang dilakukan menggunakan cetakan pori (surfaktan CTAB) dengan konsentrasi 29% yang menurut Zhao dkk (1996) akan membentuk misel heksagonal. Selain konsentrasi misel, temperatur (Davis, 1995), ratio perbandingan surfaktan/Si (Kresge, 1996) dan ratio perbandingan Si/Al (Zhao, 1996).



Gambar 4.6 Difraktogram sinar X dari aluminosilikat mesopori hasil sintesis

Adanya perbedaan letak 2θ antara puncak difraktogram aluminosilikat mesopori hasil sintesis dan pembanding disebabkan oleh perbedaan diameter pori produk. Hal ini didukung oleh data penelitian Beck, dkk., (1992) yang menunjukkan bahwa makin besar diameter pori bahan tersebut maka makin besar pula harga d_{100} sehingga makin kecil posisi 2θ puncak difraktogram.

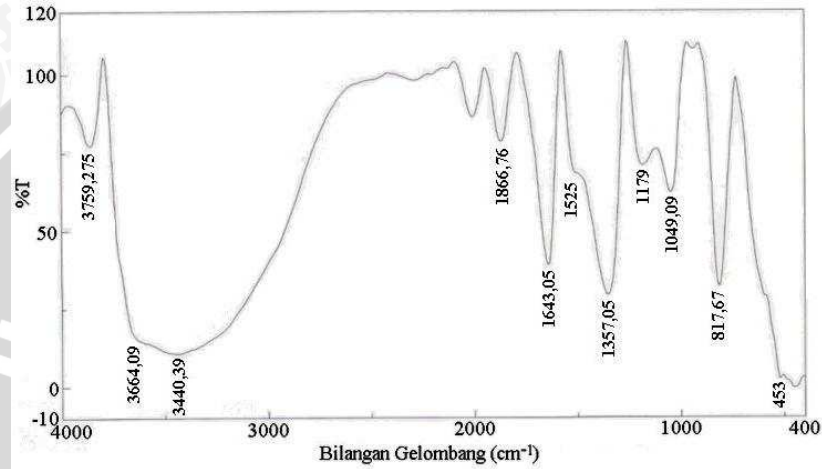
4.2.2 Gugus fungsional kristal hasil sintesis menggunakan spektrofotometer infra merah

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 dan untuk mengetahui 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 = Si, Al) di dalam polimer tersebut memberikan spektra yang khas pada daerah infra merah tengah, yaitu pada 1250-300 cm^{-1} .

Data bilangan gelombang spektrum infra merah aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada Gambar 4.7 dan inteprestasinya dapat dilihat pada Tabel L.7.

Dari data pada Tabel L.7 dapat diketahui bahwa polimer aluminosilikat telah terbentuk. Hal ini ditandai dengan adanya pita pada bilangan gelombang 3759,275; 3664,09; 1643,05; 1179; 1049,09; 817,67 dan 453 cm^{-1} yang menjadi ciri khas senyawa aluminosilikat atau silika.



Gambar 4.7 Spektrum inframerah aluminosilikat mesopori hasil sintesis

Permukaan aluminosilikat hasil sintesis mempunyai gugus-gugus OH yang berasal dari gugus silanol terkait pita pada bilangan gelombang 3759,275 cm^{-1} . Produk juga masih mengandung molekul air (hidrat) ditinjau dari keberadaan pita pada bilangan gelombang 3440,39 cm^{-1} meskipun telah mengalami pemanasan yang cukup tinggi, yaitu pada saat kalsinasi. Hal ini diperkirakan karena aluminosilikat mempunyai pori dan cukup polar karena adanya

gugus-gugus OH pada permukaan sehingga mudah menyerap air kembali.

Dari pita pada bilangan gelombang 1866,76; 1525; dan 1357,05 cm^{-1} diduga produk sintesis masih mengandung senyawa organik yang digunakan dalam sintesis. Hal ini kemungkinan berasal dari sisa mesitilen dan surfaktan yang belum terdekomposisi secara sempurna saat kalsinasi.

4.3 Uji kemampuan adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat mesopori hasil sintesis

Kemampuan adsorpsi aluminosilikat mesopori hasil sintesis diketahui dengan melakukan uji kemampuan adsorpsi menggunakan enzim lipase. Uji kemampuan adsorpsi ini dilakukan pada aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada setiap kondisi pH.

Menurut Fessner (2000), lipase memiliki diameter 48 Å, sementara itu dari hasil karakterisasi pada Tabel 4.2 diketahui aluminosilikat mesopori memiliki diameter pori diatas 48 Å. Oleh karena itu aluminosilikat mesopori dapat mengadsorpsi lipase.

Pengikatan lipase dengan aluminosilikat mesopori diperkirakan terjadi secara adsorpsi fisik. 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 tidak bermuatan.

Interaksi yang mungkin terjadi pada enzim terhadap aluminosilikat :

1. Interaksi ionik : terjadi pada muatan (+) pada $\text{E-N}^+\text{H}_3$ dan muatan (-) pada polimer aluminosilikat.

Interaksi ini didasarkan pada intaraksi antara enzim lipase yang bermuatan positif dengan atom Al pada aluminosilikat. Muatan negatif pada O-Al-O di dalam polimer aluminosilikat mesopori hasil sintesis menyebabkan polimer tersebut bersifat penukar kation.

Pengikatan lipase dengan aluminosilikat mesopori diperkirakan melalui reaksi tukar kation sebagai berikut :



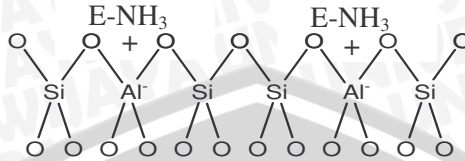
Keterangan :

M = aluminosilikat mesopori

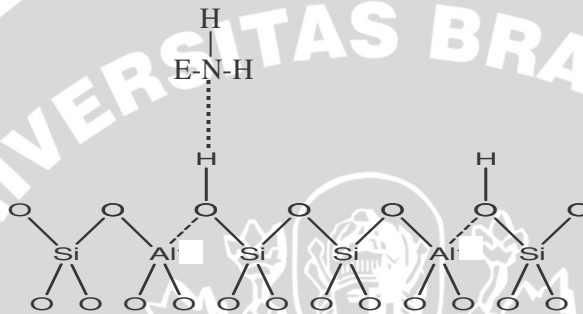
H = atom H

E-NH_3^+ = enzim lipase

Aluminosilikat membentuk asam Bronsted dimana polimer tersebut mengikat H^+ yang terikat pada atom oksigen (Gambar 2.8). Ukuran enzim lipase yang lebih besar dari kation H^+ menyebabkan enzim lipase mampu mendorong H^+ lepas dari ikatannya dengan polimer aluminosilikat sehingga H^+ tersebut akan digantikan oleh $E-NH_3^+$ (enzim lipase).



2. Ikatan hidrogen : terjadi antara atom H pada aluminosilikat yang membentuk asam Bronsted dengan atom N pada enzim lipase.



3. Gaya van der waals
 - a) Ion dengan dipol
Antar ion COO^- pada enzim lipase dengan OH pada silanol
 - b) Non dipol – non dipol
Antara rantai hidrokarbon pada enzim dengan rantai Si-O-Si pada aluminosilikat
 - c) Dipol – dipol
Antara atom N pada enzim lipase dan atom OH pada silanol

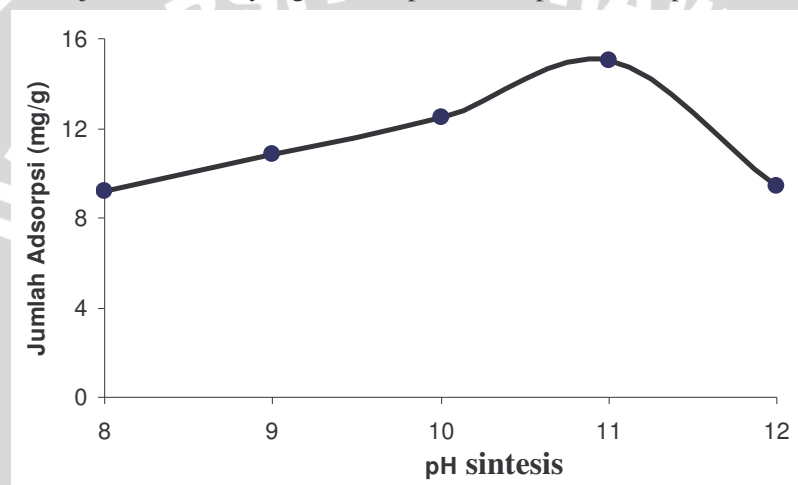
Absorbansi yang diperoleh dari pengukuran secara spektrofotometri dengan metode biuret dianalisis menggunakan uji beda nyata terkecil (BNT) 5%. Dari uji statistik berdasarkan analisis ragam (Lampiran 11) diperoleh $F_{hitung} > F_{tabel}$ sehingga disimpulkan bahwa terdapat perbedaan antar perlakuan. Dari hasil uji BNT

diketahui bahwa perbedaan yang mencolok terjadi pada pH 11 ke pH 12.

Tabel 4.3 Data jumlah enzim yang teradsorpsi

pH	Jumlah enzim yang teradsorpsi		
	$\mu\text{g}/0,1\text{g}$	$\mu\text{g}/1\text{g}$	$\text{mg}/1\text{g}$
8	917	9170	9,170
9	1083	10830	10,830
10	1250	12500	12,500
11	1500	15000	15,000
12	944	9440	9,440

Dari data jumlah enzim yang teradsorpsi pada aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada Tabel 4.3 dapat dibuat kurva hubungan antara jumlah enzim yang teradsorpsi terhadap kenaikan pH sintesis.



Gambar 4.8 Adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat yang disintesis pada berbagai pH

Gambar 4.8 menunjukkan adanya lipase yang teradsorpsi oleh aluminosilikat mesopori hasil sintesis. Dari pH 8 ke pH 9 ditunjukkan adanya kenaikan jumlah enzim yang teradsorpsi. Diperkirakan karena pada pH 9 terjadi kenaikan jumlah pori pada diameter pori 151 Å (Gambar 4.1) sehingga volume pori dan luas

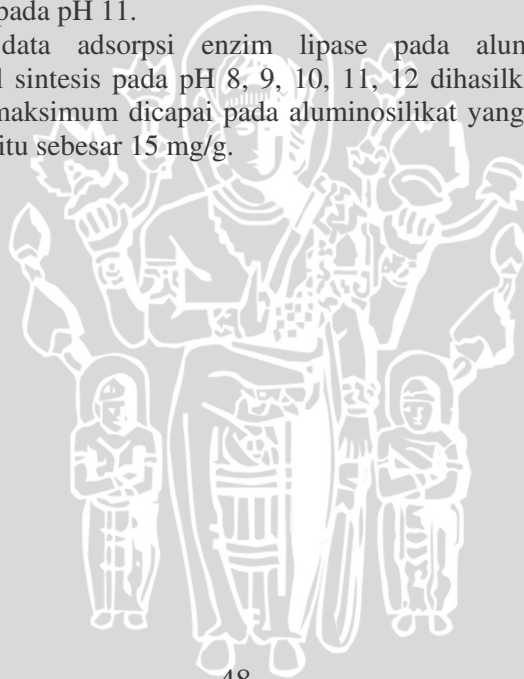
permukaan spesifik meningkat pula yang berakibat semakin banyak pula enzim lipase yang teradsorpsi.

Dari pH 9 ke pH 10 terjadi kenaikan jumlah enzim yang teradsorpsi. Menurut Setianingsih (1999) semakin tinggi pH makin tinggi jumlah Al di dalam produk hasil sintesis, sehingga dimungkinkan semakin banyak pula lipase yang terikat dengan O-Al-O. Hal ini berakibat pula terhadap meningkatnya jumlah lipase yang teradsorpsi pada aluminosilikat mesopori hasil sintesis.

Pada aluminosilikat mesopori hasil sintesis pH 11 terjadi kenaikan jumlah enzim yang teradsorpsi. Dari hasil karakterisasi pada sub bab 4.1 dapat dilihat bahwa aluminosilikat mesopori hasil sintesis pH 11 unggul pada volume pori, luas permukaan pori dan mesoporositas di daerah mesopori potensial untuk enzim, sehingga dimungkinkan hal ini yang menyebabkan adsorpsi lipase pada pH 11 paling besar.

Sedangkan pada pH 12 tampak terjadi penurunan jumlah enzim yang teradsorpsi yang diperkirakan karena dari pH 11 ke pH 12 terjadi penurunan volume pori, luas permukaan spesifik dan mesoporositas di daerah mesopori potensial untuk enzim (sub bab 4.1), sehingga semakin sedikit pula jumlah enzim yang teradsorpsi dibandingkan pada pH 11.

Dari data adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada pH 8, 9, 10, 11, 12 dihasilkan jumlah enzim lipase maksimum dicapai pada aluminosilikat yang disintesis pada pH 11 yaitu sebesar 15 mg/g.



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Nilai pH optimum sintesis aluminosilikat mesopori diperoleh pada pH 11.
2. Aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada pH 11 menghasilkan diameter pori 75,6246 Å, luas permukaan spesifik 53,1305 m²/g, volume pori 0,1004 cm³/g, dan mesoporositas 24 % di daerah mesopori potensial untuk enzim dengan struktur kristal heksagonal dan gugus fungsi kristal Si-O, Al-O dan OH.
3. Nilai adsorpsi tertinggi, yaitu sebesar 15 mg enzim lipase tiap gram aluminosilikat mesopori, diperoleh pada pH optimum sintesis (pH 11).

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 enzimatik 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
- Barrer, R. M., 1982, **Hydrothermal Chemistry of Zeolites**, p.106-109, Academic Press, Inc., London
- Beck., J. S., Vartulli, J. C., Roth, W. J., Leonowicz, M. E., Kresge, C. T., Schmitt, K. D., Chu, C. T-W., Olson, D. H., Sheppard, E. W., McCullen, S. B., Higgins, J. B., Schlenker, J. L., 1992, **A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Cristal Template**, *J. Am. Chem. Soc.*,114, 10834-10843
- 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
- Cartmell, E., 1971, **Principles of Crystal Chemistry**, p.16 The Royal Institute of chemistry, London
- 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
- Cotton, F. Albert., dan Wilkinson, Geoffrey, 1989, **Kimia Anorganik Dasar**, Penerbit Universitas Indonesia (UI Press), Jakarta

Davis, M. E., Burkett, S. L., 1995, **Toward The Rational Design and Synthesis of Microporous Silica-Containing Materials**, Vol. 12 No. 2, Chemical Engineering, California Institute of Technology, Pasadena, CA 91125

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, A., Kumar, D., Bull, K. M., Besier, T., Sieger, P., Huo, Q., Walker, S. A., Zasadzinski, J. A., Glinka, C., Nicol, J., Margolese, D., Stucky, G. D., Chmelka, B. F., 1995, **Cooperative Organization of Inorganic-Surfactant and Biomimetic Assemblies**, *Science*, 267, 1138-1143

Gatos, H. C., 1979, **On the Selection of Method for Crystal Growth**, *Crystal Growth : A Tutorial Approach*, p.11, 2nd ed., North-Holland Publishing Company, New York

Gilson, J. P., 1991, **Organic and Inorganic Agents in the Synthesis of Molecular Sieves, Zeolith Microporous Solid : Synthesis, Structure, and Reactivity**, p.20-21, Kluwer Academic Publishers, Netherland

Guth, J. L., 1992, **Conventional Crystalline Microporous Solid, Zeolith Microporous Solid : Synthesis, Structure, and Reactivity**, p.70, Kluwer Academic Publishers, Netherland

Hamdan, H., 1992, **Introduction to Zeolites : Synthesis, Characterization, and Modification**, p. 10-14, University Technology Malaysia, Malaysia

Hermansyah, H., Prabu, D., Rejoso, M. T., Wulan, P., Machsin, A. L., Wijanarko, A., Gozan, M., Arbianti, R., Utami, T.S., 2007, **Reaksi Hidrolisis Minyak Zaitun Menggunakan *Candida rugosa* lipase yang Diimobilisasi Melalui Metode Adsorpsi**, Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok 16424, Indonesia, heri@chemeng.ui.ac.id

[Http://en.wikipedia.org/wiki/Hexadecyltrimethylammonium_bromide](http://en.wikipedia.org/wiki/Hexadecyltrimethylammonium_bromide) diakses pada tanggal 27 Maret 2006 pukul 20.00

[Http://en.wikipedia.org/wiki/Mesitylene](http://en.wikipedia.org/wiki/Mesitylene) diakses pada tanggal 27 Maret 2006 pukul 20.00

Huo, Q., Margolese, D. I., Ciesla, U., Demuth, D. G., Feng, P., Gier, T. E., Sieger, P., Firouzi, A., Chmelka, B. F., Schuth, F., Stucky, G. D., 1994, **Generalized Synthesis of Periodic Surfactant /Inorganic Composite Materials**, *Nature*, 336, 317-323

Jansen, K., 1992, **Zeolite Crystal Growth and the Structure on an Atomic Scale**, p 49-50, vol.46, NO.9, Chapman & Hall, Den Haag

Jimenez, A. F., Palomo, A., 2005, **Mid - Infrared Spectroscopic Studies of Alkali – Activated Fly Ash Structure**, *Jurnal Microporous and Mesoporous*, 86, 207-214

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

Khopkar, S. M., 1990, **Konsep Dasar Kimia Analitik**. Alih Bahasa : A. Saptorahardjo, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta

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

Kresge, C.T., Leonowics, M. E., Roth, W. J., Vertuli, J. C. and Beck, J. S., 1992, **Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid-Crystal Template Mechanism**, *Nature*, 359, 710-712

Kresge, Roth, W., Vartuli, Roth, W. J., Leonowicz, M. E., Beck, J. S., Schmitt, K. D., Chu, C. T-W., Olson, D. H., Sheppard, E. W., McCullen, S. B., Higgins, J. B., Schlenker, J. L., 1996, **M4IS : A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystale Template**, *Science and Technology in catalyst*, 11-19

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

Liepold, A., Roos, K., Reschetilowski, W., 1996, **Mesoporous MCM-41 Materials - Effect of Acidity and Porosity on Catalytic Properties**, *Chemical Engineering Science*, Vol. 51 No. 11, pp. 3007-3012

Linggawati, A., Muhdarina, Erman, Azman, Midiarty, 2002, **Pemanfaatan Limbah Kayu Industri Kayu Lapis untuk Modifikasi Resin Fenol Formaldehid**, *Jurnal Nature Indonesia* 5(1) : 84-94

- Ller, R. K., 1986, **Silica Chemistry in Nature and Industry**, Chemistry in Australia, 355-361
- Lowell dan Shields, 1984, **Powder Surface Area and Porosity**, 2nd ed., Chapman and Hall, inc., London
- Luan, Z., Cheng, C. F., Zhou, W., and Klinoswki, J., 1995, **Mesopore Molecular Sieve Mcm-41 Containing Framework Aluminium**, *J.phys. Chem.*, 99, 1018-1024 (a)
- Luan, Z., Cheng, C., He, H., and Klinoswki, J., 1995, **Thermal Stability of Structural Aluminium in the Mesoporous Molecular Sieve MCM-41**, *J. Phys. Chem.*, 99, 10590-10593 (b)
- Monnier, A., Schuth, F., and Firouzi, A., 1993, **Cooperative Formation of Inorganic- Organic Interfaces in the Synthesis of Silicate Mesosstructures** *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
- Ne, F., Testard, F., Petit, J.M., 1999, **Fast Kinetics Study of Mesoporous Material Growth by Small-angle X-ray Scattering**, *ESRF*, 23-25
- 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

Putranto, R. A., Santoso, D., Panji, T., Budiani, A., Suharyanto, 2006, **Karakterisasi Gen Penyandi Lipase dari Kapang *Rhizopus oryzae* dan *Absidia corymbifera***, Balai Penelitian Bioteknologi Perkebunan Indonesia, Bogor 16151, Indonesia, 74 (1), 23-32

Rosen, M. J., 1978, **Surfactant and Interfacial Phenomena**, p. 3-4 & 102, John Wiley & Sons, Inc., New York

Sastrohamidjojo, H., 2001, **Dasar-dasar Spektroskopi**, Cetakan kedua, Liberty, Jogjakarta

Sato, Taichi, 1981, **Preparation of Aluminium Hydrokside by Reacting Sodium Aluminate Solution with Mineral Acid**, *J. Chem. Tech. Biotechnol.*, 31, 670-675

Sawyer, C. N. dan Mc Carty, P. L., 1997, **Chemistry for Engineering**, 3rd ed., Mc Graw Hill Book Company, New York, 89

Schmid, R., Bertagnolii, Dieter H Wolf, 2001, **Enzymatic Production of Sugar Fatty Acid Esters**, Stuttgart University, Germany, <http://elib.uni-stuttgart.de> , Diakses tanggal 23 September 2006, pp 4, 12-15

Schlumberger, 2003, **Diagram of Quaternary Amine**, Schlumberger Limited, [http://www. Glosary.Oilfield.slb.com](http://www.Glosary.Oilfield.slb.com)

Setianingsih, Tutik, 1999, **Sintesis dan Karakterisasi Aluminosilikat Heksagonal Mesopori**, Thesis, UGM, Jogjakarta

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

Smith, J.E., 1995, **Bioteknologi** ed 2, Alih bahasa: dr. Danry Hartono, Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta, hal 76-81

Sutrisno, H., Arianingrum, R., Ariswan, 2005, **Silikat dan Titanium Silikat Mesopori – Mesostruktur Berbasis Struktur Heksagonal dan Kubik**, *Jurnal Matematika dan Sains*, Vol. 10 No. 2, 69-74

Swaddle, T. W., 1994, **Aqueous Aluminate, Silicates and Aluminosilicate**, *Chem. Soc. Rev.*, vol. 23, No. 5, 319-325

Tanev, P.T., Pinnavaia, T. J, 1995, **A Neutral Templating Route to Mesoporous Molecular Sieves**, *Journal Advances in Mesoporous Molecular Sieves MCM-41*

Underwood, A.L., dan R.A. Day Jr, 2002, **Analisis Kimia Kuantitatif**, alih bahasa: Hadyana Pudjaatmaka, edisi keenam, Erlangga, Jakarta

Velde, 1992, **Introduction to Clay Minerals**, Chapman and Hall, London, pp. 93-94

Weber, Jr. W. J, 1972, **Physical Chemical Processes for Water Quality Control**, John Willey Interscience, New York, 205

West, A. R., 1984, **Solid State Chemistry and Its Application**, John Willey and Sons, New York, pp. 18-19, 163

Wijaya, Susi, 2002, **Isolasi Kitinase dari *Scleroderma columnase* dan *Trichoderma harzianum***, jurnal ILMU DASAR, Vol. 3 No. 1, 30-35

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

Wong, Dominic W. S., 1995, **Food Enzyme : Structure and Mechanism**, Chapman and Hall, New York, 175

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

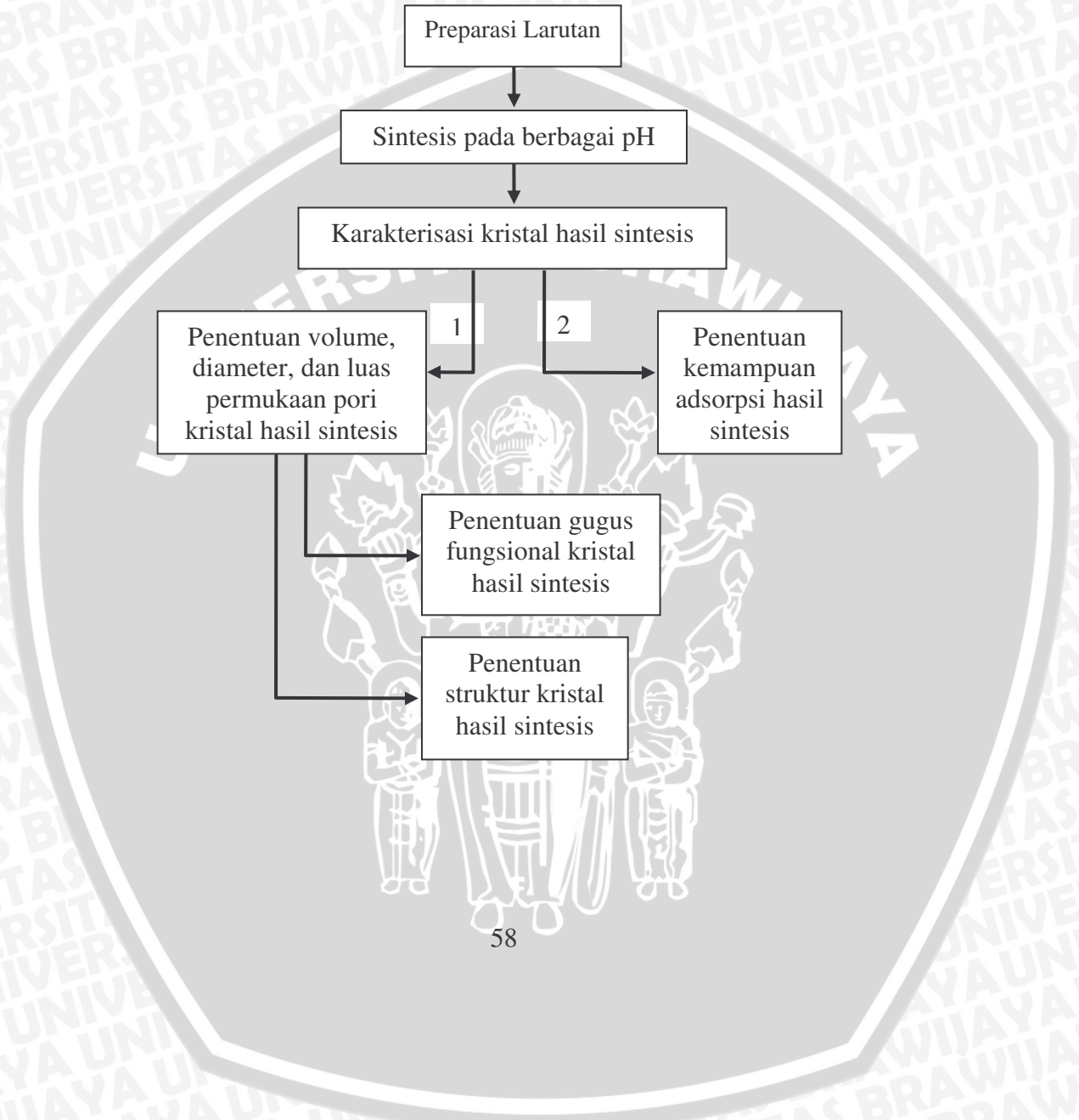


LAMPIRAN

Lampiran 1

Diagram Alir Penelitian

L.1.1 Tahapan Penelitian



L.1.2 Preparasi Larutan

L.1.2.1 Pembuatan Larutan A

10 g larutan CTAB 29 %

- dimasukkan ke dalam botol polipropilen
- ditambah dengan 0,2 g Aluminium sulfat
- diaduk hingga larut
- diatur pH larutan dengan larutan NaOH 5 M dan 0,5 M
- ditepatkan dengan larutan pH sesuai hingga beratnya 11,3 g

Larutan A

L.1.2.2 Pembuatan larutan B

2,5 g larutan TMAOH

- dimasukkan dalam botol polipropilen
- ditambah dengan 1,375 g Silika
- diaduk hingga larut
- diatur pH larutan dengan larutan NaOH 5 M dan 0,5 M
- ditepatkan beratnya dengan larutan pH sesuai hingga 5,25 g

Larutan B

L.1.3 Sintesis aluminosilikat mesopori

Larutan A

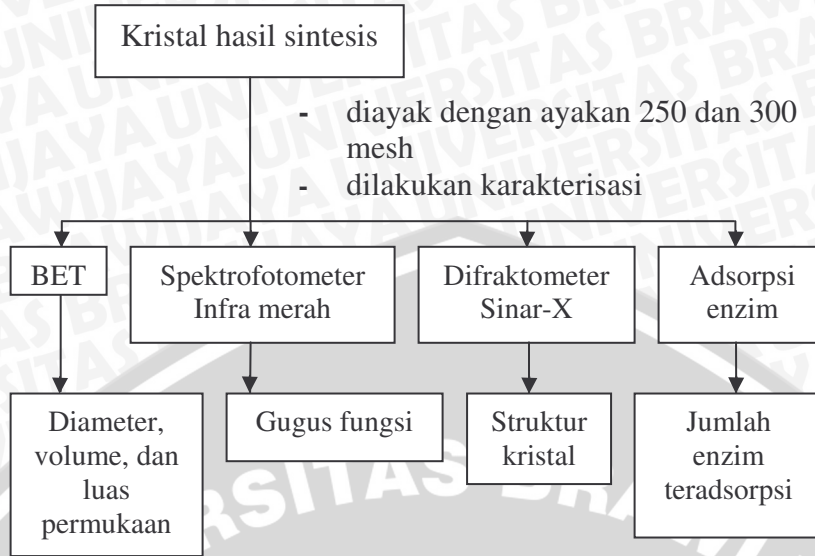
- ditambahkan sedikit demi sedikit larutan B sambil diaduk menggunakan magnetik stirer
- ditambahkan 2,75 g MES sedikit demi sedikit sambil diaduk menggunakan magnetik stirer selama 1 jam

Campuran

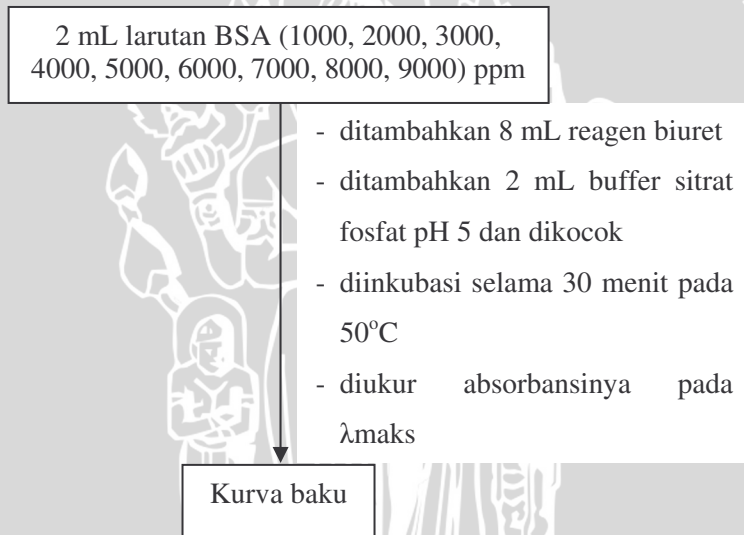
- dipanaskan dalam oven selama 48 jam pada temperatur 96°C
- didinginkan
- disaring menggunakan kertas saring whatman 41
- dicuci dengan akuades hingga filtratnya netral
- dikeringkan pada temperatur 110°C selama 1 jam
- dikalsinasi selama 3 jam pada temperatur 550°C
- didinginkan
- ditimbang beratnya

Kristal hasil sintesis

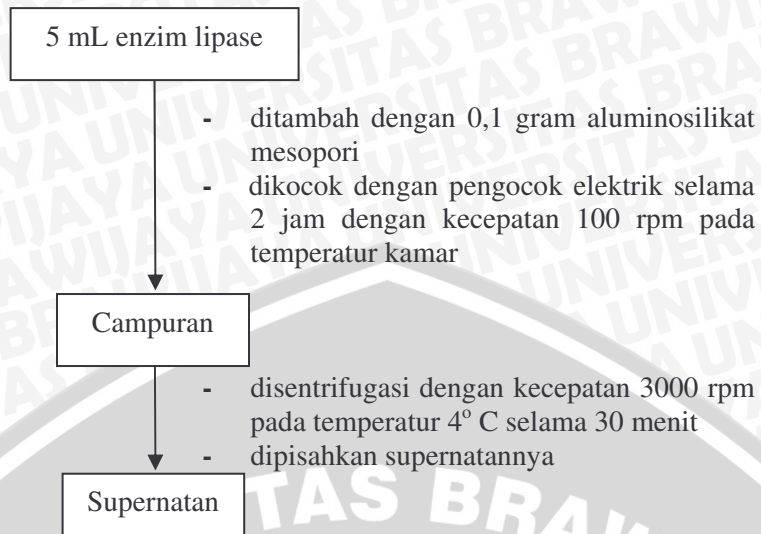
L.1.4 Karakterisasi kristal hasil sintesis



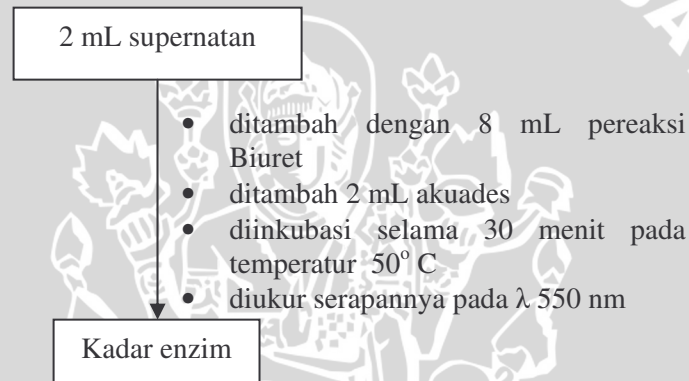
L.1.5 Pembuatan Kurva baku adsorpsi



L.1.6 Adsorpsi enzim lipase pada aluminosilikat mesopori



L.1.7 Penentuan kadar enzim



Lampiran 2**Pembuatan Larutan****L.2.1 Pembuatan Larutan surfaktan CTAB 29%**

Surfaktan CTAB ditimbang sebanyak 2,9 g kemudian dilarutkan dengan akuades dalam beaker glass hingga didapatkan beratnya 10 g.

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi} &= 29\% \text{ (b/b)} \\ \text{Larutan} &= 2,9 \text{ g zat terlarut dalam } 10\text{g larutan} \\ \text{Pelarut} &= 10 \text{ g} - 2,9 \text{ g} \\ &= 7,1 \text{ g}\end{aligned}$$

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

L.2.2 Pembuatan Larutan TMAOH 0.1 M

TMAOH ditimbang sebanyak 0,455 g kemudian dilarutkan dengan akuades secukupnya dalam beaker glass. Larutan diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 50 mL.

$$\begin{aligned}M &= 0,1 \text{ M} \\ V &= 50 \text{ mL} \\ \text{BM TMAOH} &= 91 \text{ g/mol} \\ n &= M \times V \\ &= 0,1 \text{ M} \times 50 \text{ mL} \\ &= 5 \text{ mmol} \\ \text{Massa TMAOH} &= n \times \text{BM} \\ &= 5 \text{ mmol} \times 91 \text{ g/mol} \\ &= 455 \text{ mg} \\ &= 0,455 \text{ g}\end{aligned}$$

L.2.3 Pembuatan Larutan NaOH 5 M

NaOH padat sebanyak 20 g dilarutkan dalam beaker glass, kemudian diencerkan dalam gelas ukur plastik hingga 100 mL.

$$\begin{aligned}M &= 5 \text{ M} \\ V &= 100 \text{ mL} \\ \text{BM NaOH} &= 40 \text{ g/mol} \\ n &= M \times V \\ &= 5 \text{ M} \times 100 \text{ mL} \\ &= 500 \text{ mmol} \\ \text{Massa NaOH} &= n \times \text{BM} \\ &= 500 \text{ mmol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 20000 \text{ mg} = 20 \text{ g}\end{aligned}$$

L.2.4 Pembuatan Larutan A

Larutan CTAB 29% sebanyak 10 gram dan 0,2 gram $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ diaduk di dalam botol polipropilen. Ditambahkan NaOH pH sesuai hingga beratnya 11,3 gram.

L.2.5 Pembuatan Larutan B

Larutan TMAOH sebanyak 2,5 gram dan 1,375 gram silika di aduk hingga larut di dalam botol polipropilen. Ditambahkan NaOH pH sesuai hingga beratnya 5,25 gram.

L.2.6 Pembuatan Larutan Asam Sitrat (Na_2HPO_4) 0,1 M

Asam sitrat sebanyak 1,92 gram dilarutkan dengan sedikit air. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

L.2.7 Larutan stok Bovin Serum Albumin (BSA) 10000 ppm

BSA sebanyak 1 gram, dilarutkan menggunakan akuades dalam gelas kimia lalu dipindah ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas.

L.2.8 Larutan BSA Standar

Sembilan buah labu ukur 10 mL disiapkan, masing-masing diisi dengan larutan stok BSA 10000 ppm sebanyak (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9) mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas sehingga diperoleh larutan BSA standar (1000, 2000, 3000, 4000, 5000, 6000, 7000, 8000, 9000) ppm.

L.2.9 Pembuatan Larutan Buffer sitrat fosfat pH 5

Na_2HPO_4 0,2 M sebanyak 100 mL dimasukkan dalam gelas kimia dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Elektroda dipasangkan dan dicelupkan pada larutan. Asam sitrat ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan hingga pH 5.

L.2.10 Pembuatan Reagen Biuret

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,375 gram dan 1,8 gram Natrium Kalium Tartrat ($\text{NaKC}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan dengan 100 mL akuades lalu dipindah ke dalam labu ukur 250 mL. 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 pH sintesis 8

P/Po	Volume (mL/g)
0,0521	25,6333
0,0680	26,9449
0,1525	32,2055
0,1986	34,3588
0,2483	36,4140
0,2882	37,9160
0,3254	39,3010
0,3623	40,6264
0,3987	41,9230
0,4364	43,1416
0,4724	43,7699
0,5094	44,8172
0,5456	45,9834
0,5828	48,1488
0,6227	49,6787
0,6493	50,7125
0,6943	52,5689
0,7336	54,1735
0,7591	55,2313
0,8036	57,5090
0,8414	59,6824
0,8785	61,9854
0,9153	64,4416
0,9507	67,0892
0,9863	69,9933

Tabel 3.2

Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 9

P/Po	Volume (mL/g)
0,0567	22,9479
0,0708	23,9369
0,1411	27,9578
0,1969	30,4449
0,2481	32,4507
0,2880	33,8869
0,3258	35,2196
0,3631	36,4986
0,3997	37,7805
0,4363	38,9579
0,4737	39,5451
0,5100	40,5804
0,5469	41,8255
0,5858	43,1803
0,6228	44,5343
0,6490	45,5221
0,6943	47,3747
0,7325	48,9867
0,7702	50,6566
0,8063	52,4019
0,8434	54,3157
0,8759	57,7596
0,9140	60,1952
0,9510	62,8061
0,9870	65,7450

Tabel 3.3

Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 10

P/Po	Volume (mL/g)
0,0470	20,7500
0,0764	23,0127
0,1415	26,2513
0,1960	28,4482
0,2472	30,2933
0,2876	31,6196
0,3249	32,8212
0,3623	33,9763
0,3993	35,1421
0,4360	36,2568
0,4733	37,4018
0,5090	38,5328
0,5489	39,8386
0,5847	40,9722
0,6110	41,7663
0,6573	43,4156
0,6972	44,8090
0,7220	45,6452
0,7671	47,4537
0,8066	48,8620
0,8434	48,9420
0,8742	52,4568
0,9141	54,7028
0,9517	56,7744
0,9878	58,9972

Tabel 3.4

Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 11

P/Po	Volume (mL/g)
0,0513	46,5875
0,0749	49,9398
0,1477	57,6886
0,1932	61,5076
0,2424	65,2529
0,2835	68,1436
0,3211	70,7876
0,3575	73,4277
0,3940	76,1139
0,4285	79,4871
0,4660	82,3022
0,5017	86,0758
0,5426	92,3296
0,5785	99,1320
0,6159	106,1595
0,6488	110,8402
0,6877	115,2332
0,7236	119,8166
0,7643	123,1637
0,8016	126,0643
0,8386	128,9497
0,8758	131,9600
0,9130	135,0515
0,9481	138,3115
0,9842	141,8360

Tabel 3.5

Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan pH sintesis 12

P/Po	Volume (mL/g)
0,0424	33,4883
0,0717	37,2531
0,1502	43,5585
0,1964	46,2175
0,2452	48,9418
0,2853	50,9860
0,3232	52,7882
0,3607	54,3967
0,3971	55,9982
0,4345	57,7598
0,4704	59,5084
0,5077	61,4337
0,5432	63,4214
0,5831	65,8769
0,6196	68,3762
0,6552	71,0062
0,6926	73,8849
0,7301	76,6343
0,7674	79,0500
0,8055	81,2389
0,8413	81,5443
0,8782	83,1138
0,9155	84,8961
0,9529	86,8049
0,9896	88,7170

Lampiran 4

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

L.4.1 Contoh perhitungan untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada pH 8

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	V (mL/g)	V x b _j	P ₀ /P	W	1/(W (P ₀ /P-1))
0,0521	25,6333	0,0320	19,1939	0,0028	19,4267
0,0680	26,9449	0,0337	14,7059	0,0030	24,5327
0,1525	32,2055	0,0403	6,5574	0,0036	50,6208
0,1986	34,3588	0,0429	5,0352	0,0038	65,3463
0,2482	36,4140	0,0455	4,0290	0,0040	82,1411

- P₀ : 747,88 mmHg
- W_{sampel} : 0,0883 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 :

$$Y = 317,66 X + 2,709$$

Sehingga diketahui :

- Slope, s = 317,66
- Intersep, i = 2,709
- R² = 0,9997

Dengan demikian diperoleh :

$$W_m = \frac{1}{s+i} = \frac{1}{317,66 + 2,709} = 0,0031 \text{ g}$$

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

$$S_t = \frac{0,0031 \text{ g} \times 6,23 \cdot 10^{23} / \text{mol} \times 16,2 \text{ \AA}^2 \times 10^{-20} \text{ m}^2 / \text{ \AA}^2}{28 \text{ g/mol}}$$
$$= 10,8755 \text{ m}^2$$

Dengan demikian luas permukaan spesifik (S) diperoleh :

$$S = \frac{S_t}{W_s} = \frac{10,8755 \text{ m}^2}{0,0883 \text{ g}} = 123,1648 \text{ m}^2/\text{g}$$

b. Perhitungan volume pori

Diketahui $V_{\text{gas}} (P/P_o = 0,9863) = 69,9933 \text{ cm}^3/\text{g}$

Sehingga $V_{\text{liq}} = 69,9933 \text{ cm}^3/\text{g} \times 1,54 \times 10^{-3}$
 $= 0,1078 \text{ cm}^3/\text{g}$

Volume pori = $V_{\text{liq}} = 0,1078 \text{ cm}^3/\text{g}$

c. Perhitungan jari pori rata-rata

$$\bar{r}_p = \frac{2 V_p}{S} = \frac{2 \times 0,1078 \text{ cm}^3 / \text{g} \times 10^{-6} \text{ m}^3 / \text{cm}^3}{123,1648 \text{ m}^2 / \text{g}}$$

$$= 1,7503 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3/\text{m}^2$$

$$= 17,5030 \text{ \AA}$$

$$D_p = 2 \times 17,5030 \text{ \AA} = 35,0060 \text{ \AA}$$

Keterangan :

Dengan cara yang sama diperoleh data volume pori, luas permukaan spesifik, dan diameter pori rata-rata untuk daerah total pada sintesis dengan pH 9, 10, 11, 12.

Tabel L.4.1 Data Volume pori, luas permukaan spesifik, dan diameter pori rata-rata untuk daerah total pada sintesis dengan pH 9, 10, 11, 12

pH	V_{pori} (cm^3/g)	S_{BET} (m^2/g)	D_{pori} rata-rata (\AA)
8	0,1078	123,1648	35,0060
9	0,1012	109,9516	36,8340
10	0,0909	102,5030	35,4540
11	0,2184	221,7916	39,3940
12	0,1366	165,7288	32,9760

Lampiran 5

Penentuan Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD

L.5.1 Contoh Perhitungan untuk P/Po 0,1525 pada pH 8

a. Perhitungan jari-jari Kelvin (r_k)

Pada metode POD digunakan persamaan Kelvin :

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

$P/P_0 = 0,1525$

$P_0/P = 6,5574$

$V = 32,2055 \text{ mL/g}$

$\log(P_0/P) = 0,8167$

$$r_k = \frac{4.15}{0,8167}$$

$r_k = 5,0812 \text{ \AA}$

b. Perhitungan jari-jari pori sesungguhnya (r_p)

Perhitungan tebal lapisan adsorpsi (t) digunakan persamaan Hasley :

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \log P_0 / P} \right)^{1/3}$$

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \times 0,8167} \right)^{1/3}$$

$$t = 4,8997 \text{ \AA}$$

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

$$r_p = r_k + t$$

$$r_p = 5,0812 + 4,8997$$

$$r_p = 9,9810 \text{ \AA}$$

c. Perhitungan diameter rata (D_{rata})

Harga r_p rata diperoleh dari rata-rata harga r_p pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom r_p pada tabel L.5.1 :

$$r_{p\text{ rata}} = \frac{9,9810 + 11,0648}{2} = 10,5229 \text{ \AA}$$

Diameter rata-rata (D_{rata}) merupakan $2 \times r_{p\text{ rata}} = 2 \times 10,5229 \text{ \AA}$

Sehingga diperoleh $D_{rata} = 21 \text{ \AA}$

d. Perhitungan Volume pori (V_p)

Dengan mengetahui harga ΔV_{gas} yang diperoleh dari selisih harga V pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom V pada tabel L.5.1 :

$$\Delta V_{gas} = 34,3588 - 32,2055$$

$$\Delta V_{gas} = 2,1533 \text{ cm}^3/\text{g}$$

Sehingga dapat dihitung :

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

$$\Delta V_{liq} = 2,1533 \times 1,54 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$$

$$\Delta V_{liq} = 0,0033 \text{ cm}^3/\text{g}$$

Dengan mengetahui :

$$r_{p\text{ rata}} = 10,5229 \text{ \AA}$$

$$r_{k\text{ rata}} = 5,4964 \text{ \AA}$$

dapat dihitung Volume pori dengan menggunakan persamaan :

$$V_p = \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^2 \Delta V_{liq} \text{ cm}^3/\text{g}$$

$$V_p = \left(\frac{10,5229}{5,4964} \right)^2 \times 0,0033$$

$$V_p = 0,0122 \text{ cm}^3/\text{g}$$

e. Perhitungan Luas permukaan pori (S)

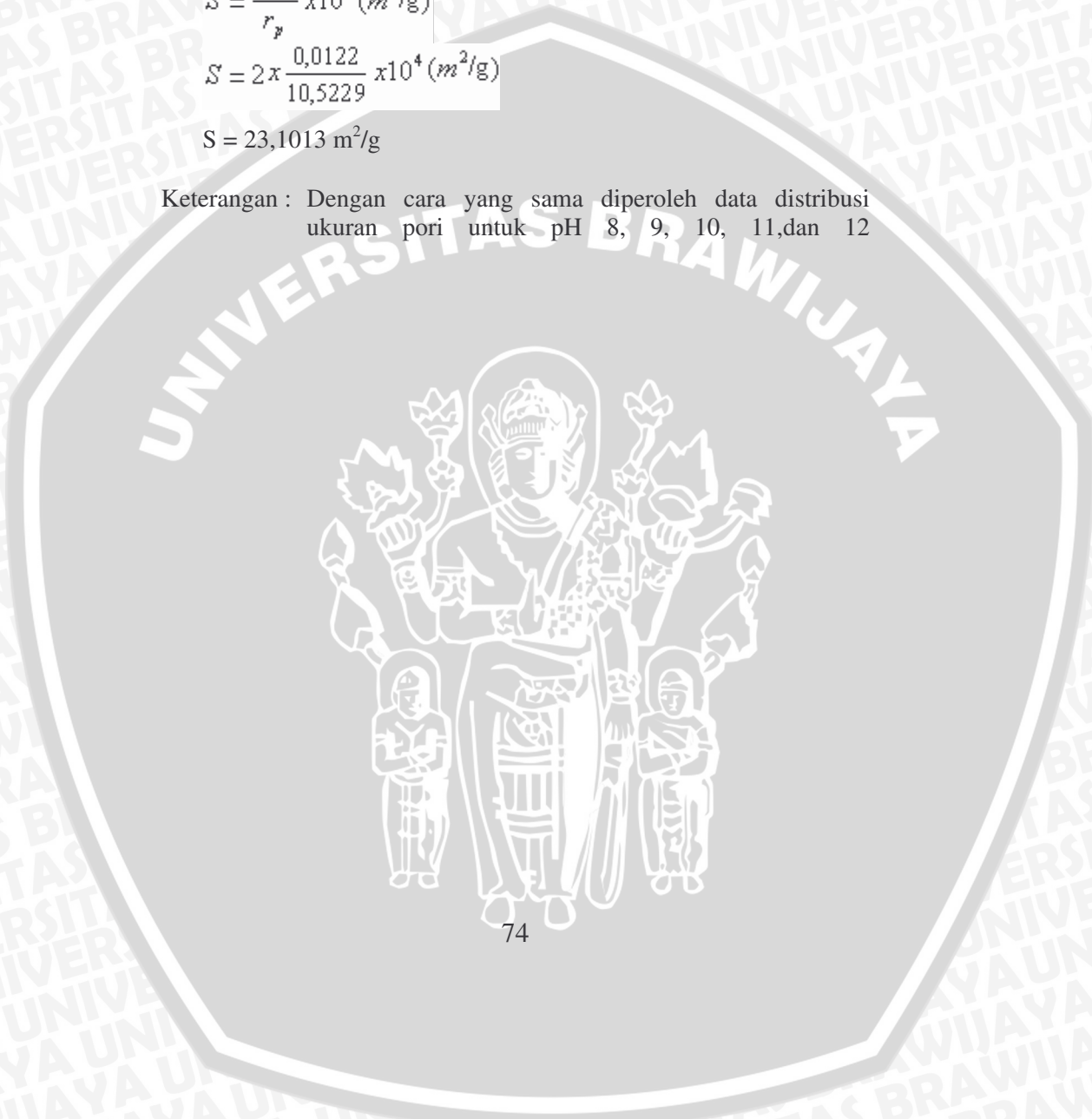
Luas permukaan dinding pori (S) dapat dihitung melalui :

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

$$S = 2 \times \frac{0,0122}{10,5229} \times 10^4 \text{ (m}^2/\text{g)}$$

$$S = 23,1013 \text{ m}^2/\text{g}$$

Keterangan : Dengan cara yang sama diperoleh data distribusi ukuran pori untuk pH 8, 9, 10, 11, dan 12



Tabel L.5.1 Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD Untuk pH 8

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
0,1525	6,5574	32,2055	0,8167	5,0812	0,9347	4,8997	2,1533	0,0033	9,9810	10,5229	5,4964	0,0122	23,1013	21
0,1986	5,0352	34,3588	0,7020	5,9115	0,8888	5,1533	2,0552	0,0032	11,0648	11,6696	6,3854	0,0106	18,1170	23
0,2483	4,0274	36,4140	0,6050	6,8592	0,8458	5,4151	1,5020	0,0023	12,2744	12,7892	7,2700	0,0072	11,1942	26
0,2882	3,4698	37,9160	0,5403	7,6808	0,8145	5,6232	1,3850	0,0021	13,3041	13,8172	8,0961	0,0062	8,9923	28
0,3254	3,0731	39,3010	0,4876	8,5114	0,7871	5,8190	1,3254	0,0020	14,3304	14,8798	8,9616	0,0056	7,5635	30
0,3623	2,7601	40,6264	0,4409	9,4119	0,7611	6,0174	1,2966	0,0020	15,4293	16,0202	9,9018	0,0052	6,5252	32
0,3987	2,5082	41,9230	0,3994	10,3918	0,7364	6,2194	1,2186	0,0019	16,6112	17,2864	10,9579	0,0047	5,4033	35
0,4364	2,2915	43,1416	0,3601	11,5241	0,7115	6,4375	0,6283	0,0010	17,9616	18,6803	12,1331	0,0023	2,4556	37
0,4724	2,1169	43,7699	0,3257	12,7422	0,6880	6,6568	1,0473	0,0016	19,3989	20,2309	13,4544	0,0036	3,6050	40
0,5094	1,9631	44,8172	0,2929	14,1667	0,6641	6,8961	1,1662	0,0018	21,0628	21,9910	14,9693	0,0039	3,5251	44
0,5456	1,8328	45,9834	0,2631	15,7719	0,6408	7,1473	2,1654	0,0033	22,9193	24,0226	16,7353	0,0069	5,7206	48
0,5828	1,7159	48,1488	0,2345	17,6987	0,6166	7,4273	1,5299	0,0024	25,1260	26,5287	18,9358	0,0046	3,4863	53
0,6227	1,6059	49,6787	0,2057	20,1729	0,5903	7,7584	1,0338	0,0016	27,9313	29,0297	21,1499	0,0030	2,0664	58
0,6493	1,5401	50,7125	0,1876	22,1269	0,5724	8,0012	1,8564	0,0029	30,1281	32,3913	24,1588	0,0051	3,1732	65
0,6943	1,4403	52,5689	0,1585	26,1908	0,5411	8,4638	1,6046	0,0025	34,6546	37,2192	28,5182	0,0042	2,2617	74
0,7336	1,3631	54,1735	0,1345	30,8457	0,5124	8,9381	1,0578	0,0016	39,7838	41,8734	32,7577	0,0027	1,2714	84
0,7591	1,3173	55,2313	0,1197	34,6697	0,4928	9,2932	2,2777	0,0035	43,9629	48,8522	39,1861	0,0055	2,2319	98
0,8036	1,2444	57,5090	0,0950	43,7026	0,4562	10,0389	2,1734	0,0033	53,7415	59,9686	49,5189	0,0049	1,6371	120
0,8414	1,1885	59,6824	0,0750	55,3352	0,4217	10,8605	2,3030	0,0035	66,1957	75,9577	64,5511	0,0049	1,2930	152
0,8785	1,1383	61,9854	0,0563	73,7670	0,3832	11,9528	2,4562	0,0038	85,7198	103,6306	90,8686	0,0049	0,9495	207
0,9153	1,0925	64,4416	0,0384	107,9702	0,3375	13,5712	2,6476	0,0041	121,5414	163,4537	148,4901	0,0049	0,6045	327
0,9507	1,0519	67,0892	0,0220	189,0100	0,2800	16,3560	2,9041	0,0045	205,3661	102,6830	440,8598	0,0002	0,0473	205
0,9863	1,0139	69,9933	0,0060	692,7096	0,1816	25,2174			717,9269			0,1133	115,2251	

Tabel L.5.2 Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD Untuk pH 9

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
0,1411	7,0872	27,9578	0,8505	4,8796	0,9474	4,8341	2,4871	0,0038	9,7137	10,3690	5,3799	0,0142	27,4428	21
0,1969	5,0787	30,4449	0,7058	5,8802	0,8903	5,1442	2,0058	0,0031	11,0244	11,6469	6,3678	0,0103	17,7450	23
0,2481	4,0306	32,4507	0,6054	6,8553	0,8459	5,4141	1,4362	0,0022	12,2694	12,7840	7,2659	0,0068	10,7116	26
0,2880	3,4722	33,8869	0,5406	7,6765	0,8146	5,6222	1,3327	0,0021	13,2987	13,8203	8,0986	0,0060	8,6492	28
0,3258	3,0694	35,2196	0,4870	8,5207	0,7868	5,8211	1,2790	0,0020	14,3418	14,8980	8,9765	0,0054	7,2833	30
0,3631	2,7541	36,4986	0,4400	9,4324	0,7606	6,0218	1,2819	0,0020	15,4541	16,0497	9,9263	0,0052	6,4313	32
0,3997	2,5019	37,7805	0,3983	10,4202	0,7357	6,2250	1,1774	0,0018	16,6452	17,3015	10,9705	0,0045	5,2132	35
0,4363	2,2920	38,9579	0,3602	11,5209	0,7115	6,4369	0,5872	0,0009	17,9578	18,7059	12,1550	0,0021	2,2899	37
0,4737	2,1110	39,5451	0,3245	12,7890	0,6872	6,6649	1,0353	0,0016	19,4540	20,2728	13,4902	0,0036	3,5521	41
0,5100	1,9608	40,5804	0,2924	14,1914	0,6638	6,9001	1,2451	0,0019	21,0916	22,0412	15,0128	0,0041	3,7503	44
0,5469	1,8285	41,8255	0,2621	15,8341	0,6400	7,1567	1,3548	0,0021	22,9909	24,1552	16,8514	0,0043	3,5495	48
0,5858	1,7071	43,1803	0,2323	17,8686	0,6147	7,4510	1,3540	0,0021	25,3196	26,6293	19,0242	0,0041	3,0684	53
0,6228	1,6057	44,5343	0,2057	20,1798	0,5903	7,7593	0,9878	0,0015	27,9391	29,0203	21,1415	0,0029	1,9754	58
0,6490	1,5408	45,5221	0,1878	22,1032	0,5726	7,9984	1,8526	0,0029	30,1016	32,3781	24,1470	0,0051	3,1685	65
0,6943	1,4403	47,3747	0,1585	26,1908	0,5411	8,4638	1,6120	0,0025	34,6546	37,1377	28,4439	0,0042	2,2790	74
0,7325	1,3652	48,9867	0,1352	30,6970	0,5132	8,9238	1,6699	0,0026	39,6208	42,8402	33,6471	0,0042	1,9462	86
0,7702	1,2984	50,6566	0,1134	36,5973	0,4840	9,4623	1,7453	0,0027	46,0596	50,2669	40,4903	0,0041	1,6482	101
0,8063	1,2402	52,4019	0,0935	44,3834	0,4539	10,0907	1,9138	0,0029	54,4742	60,7457	50,2450	0,0043	1,4183	121
0,8434	1,1857	54,3157	0,0740	56,1066	0,4198	10,9107	3,4439	0,0053	67,0173	75,4986	64,1117	0,0074	1,9483	151
0,8759	1,1417	57,7596	0,0575	72,1169	0,3861	11,8630	2,4356	0,0038	83,9799	101,8714	89,1903	0,0049	0,9607	204
0,9140	1,0941	60,1952	0,0391	106,2637	0,3393	13,4993	2,6109	0,0040	119,7629	163,1751	148,2303	0,0049	0,5972	326
0,9510	1,0515	62,8061	0,0218	190,1970	0,2794	16,3902	2,9389	0,0045	206,5872	303,2936	460,2324	0,0002	0,0441	207
0,9870	1,0132	65,7450	0,0057	730,2677	0,1785	25,6651			755,9329			0,1129	115,6727	

Tabel L.5.3 Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD Untuk pH 10

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
0,1415	7,0671	26,2513	0,8492	4,8867	0,9470	4,8364	2,1969	0,0034	9,7231	10,3631	5,3752	0,0126	24,2694	21
0,1960	5,1020	28,4482	0,7077	5,8637	0,8912	5,1393	1,8451	0,0028	11,0030	11,6249	6,3506	0,0095	16,3808	23
0,2472	4,0453	30,2933	0,6070	6,8374	0,8467	5,4094	1,3263	0,0020	12,2468	12,7675	7,2527	0,0063	9,9151	26
0,2876	3,4771	31,6196	0,5412	7,6680	0,8149	5,6201	1,2016	0,0019	13,2881	13,8021	8,0839	0,0054	7,8166	28
0,3249	3,0779	32,8212	0,4883	8,4997	0,7874	5,8164	1,1551	0,0018	14,3161	14,8727	8,9558	0,0049	6,5970	30
0,3623	2,7601	33,9763	0,4409	9,4119	0,7611	6,0174	1,1658	0,0018	15,4293	16,0304	9,9103	0,0047	5,8606	32
0,3993	2,5044	35,1421	0,3987	10,4088	0,7360	6,2228	1,1147	0,0017	16,6316	17,2890	10,9601	0,0043	4,9414	35
0,4360	2,2936	36,2568	0,3605	11,5114	0,7117	6,4351	1,1450	0,0018	17,9465	18,6918	12,1430	0,0042	4,4705	37
0,4733	2,1128	37,4018	0,3249	12,7746	0,6874	6,6624	1,1310	0,0017	19,4370	20,2403	13,4624	0,0039	3,8903	40
0,5090	1,9646	38,5328	0,2933	14,1502	0,6644	6,8935	1,3058	0,0020	21,0436	22,0727	15,0403	0,0043	3,9243	44
0,5489	1,8218	39,8386	0,2605	15,9305	0,6387	7,1712	1,1336	0,0017	23,1017	24,1750	16,8683	0,0036	2,9664	48
0,5847	1,7103	40,9722	0,2331	17,8060	0,6154	7,4423	0,7941	0,0012	25,2483	26,1511	18,6012	0,0024	1,8486	52
0,6110	1,6367	41,7663	0,2140	19,3963	0,5981	7,6575	1,6493	0,0025	27,0538	28,9524	21,0844	0,0048	3,3083	58
0,6573	1,5214	43,4156	0,1822	22,7726	0,5670	8,0783	1,3934	0,0021	30,8509	32,9203	24,6330	0,0038	2,3284	66
0,6972	1,4343	44,8090	0,1566	26,4934	0,5391	8,4963	0,8362	0,0013	34,9897	36,5580	27,9149	0,0022	1,2083	73
0,7220	1,3850	45,6452	0,1415	29,3363	0,5211	8,7899	1,8085	0,0028	38,1262	41,7905	32,6885	0,0046	2,1785	84
0,7671	1,3036	47,4537	0,1151	36,0406	0,4865	9,4141	1,4083	0,0022	45,4547	50,0058	40,2504	0,0033	1,3388	100
0,8066	1,2398	48,8620	0,0933	44,4603	0,4536	10,0966	0,0800	0,0001	54,5568	60,7871	50,2834	0,0002	0,0592	122
0,8434	1,1857	48,9420	0,0740	56,1066	0,4198	10,9107	3,5148	0,0054	67,0173	74,9488	63,5907	0,0075	2,0065	150
0,8742	1,1439	52,4568	0,0584	71,0748	0,3880	11,8056	2,2460	0,0035	82,8804	101,3891	88,7339	0,0045	0,8908	203
0,9141	1,0940	54,7028	0,0390	106,3931	0,3391	13,5048	2,0716	0,0032	119,8979	164,6964	149,7085	0,0039	0,4689	329
0,9517	1,0508	56,7744	0,0215	193,0239	0,2781	16,4710	2,2228	0,0034	209,4949	104,7474	485,7463	0,0002	0,0304	209
0,9878	1,0124	58,9972	0,0053	778,4688	0,1747	26,2178			804,6866			0,1011	106,6992	

Tabel L.5.4 Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD Untuk pH 11

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
0,1477	6,7705	57,6886	0,8306	4,9963	0,9400	4,8723	3,8190	0,0059	9,8685	10,4026	5,4043	0,0218	41,8947	21
0,1932	5,1760	61,5076	0,7140	5,8124	0,8938	5,1243	3,7453	0,0058	10,9367	11,5319	6,2776	0,0195	33,7559	23
0,2424	4,1254	65,2529	0,6155	6,7428	0,8506	5,3843	2,8907	0,0045	12,1272	12,6532	7,1617	0,0139	21,9643	25
0,2835	3,5273	68,1436	0,5474	7,5806	0,8181	5,5987	2,6440	0,0041	13,1793	13,6936	7,9962	0,0119	17,4408	27
0,3211	3,1143	70,7876	0,4934	8,4117	0,7902	5,7962	2,6401	0,0041	14,2079	14,7445	8,8508	0,0113	15,3052	29
0,3575	2,7972	73,4277	0,4467	9,2899	0,7644	5,9913	2,6862	0,0041	15,2811	15,8667	9,7747	0,0109	13,7396	32
0,3940	2,5381	76,1139	0,4045	10,2595	0,7396	6,1929	3,3732	0,0052	16,4523	17,0595	10,7676	0,0130	15,2870	34
0,4285	2,3337	79,4871	0,3680	11,2757	0,7166	6,3909	2,8151	0,0043	17,6666	18,3990	11,8951	0,0104	11,2746	37
0,4660	2,1459	82,3022	0,3316	12,5145	0,6922	6,6169	3,7736	0,0058	19,1314	19,9151	13,1842	0,0133	13,3163	40
0,5017	1,9932	86,0758	0,2996	13,8538	0,6691	6,8450	6,2538	0,0096	20,6988	21,7272	14,7418	0,0209	19,2574	43
0,5426	1,8430	92,3296	0,2655	15,6297	0,6427	7,1258	6,8024	0,0105	22,7555	23,8042	16,5445	0,0217	18,2205	48
0,5785	1,7286	99,1320	0,2377	17,4592	0,6195	7,3936	7,0275	0,0108	24,8529	26,1341	18,5876	0,0214	16,3724	52
0,6159	1,6236	106,1595	0,2105	19,7159	0,5949	7,6994	4,6807	0,0072	27,4153	28,7496	20,9017	0,0136	9,4870	57
0,6488	1,5413	110,8402	0,1879	22,0875	0,5728	7,9965	4,3930	0,0068	30,0840	31,9989	23,8050	0,0122	7,6403	64
0,6877	1,4541	115,2332	0,1626	25,5226	0,5458	8,3912	4,5834	0,0071	33,9138	36,1304	27,5298	0,0122	6,7298	72
0,7236	1,3820	119,8166	0,1405	29,5371	0,5199	8,8099	3,3471	0,0052	38,3470	41,6342	32,5437	0,0084	4,0526	83
0,7643	1,3084	123,1637	0,1167	35,5503	0,4887	9,3712	2,9006	0,0045	44,9215	49,0663	39,3802	0,0069	2,8266	98
0,8016	1,2475	126,0643	0,0960	43,2101	0,4580	10,0010	2,8854	0,0044	53,2112	59,1450	48,7487	0,0065	2,2118	118
0,8386	1,1925	128,9497	0,0764	54,2873	0,4244	10,7915	3,0103	0,0046	65,0788	74,4966	63,1710	0,0064	1,7309	149
0,8758	1,1418	131,9600	0,0576	72,0548	0,3862	11,8596	3,0915	0,0048	83,9144	101,1725	88,5202	0,0062	1,2294	202
0,9130	1,0953	135,0515	0,0395	104,9856	0,3406	13,4450	3,2600	0,0050	118,4306	156,8996	142,1417	0,0061	0,7797	314
0,9481	1,0547	138,3115	0,0231	179,2978	0,2850	16,0709	3,5245	0,0054	195,3687	97,6844	389,6501	0,0003	0,0698	195
0,9842	1,0161	141,8360	0,0069	600,0024	0,1905	24,0381			624,0405			0,2690	274,5868	

Tabel L.5.5 Data Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD Untuk pH 12

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
0,1502	6,6578	43,5585	0,8233	5,0405	0,9373	4,8866	2,6590	0,0041	9,9271	10,4698	5,4558	0,0151	28,8068	21
0,1964	5,0916	46,2175	0,7069	5,8710	0,8908	5,1415	2,7243	0,0042	11,0125	11,6047	6,3345	0,0141	24,2670	23
0,2452	4,0783	48,9418	0,6105	6,7979	0,8483	5,3989	2,0442	0,0031	12,1969	12,7119	7,2084	0,0098	15,4030	25
0,2853	3,5051	50,9860	0,5447	7,6189	0,8167	5,6081	1,8022	0,0028	13,2270	13,7473	8,0396	0,0081	11,8060	27
0,3232	3,0941	52,7882	0,4905	8,4603	0,7887	5,8073	1,6085	0,0025	14,2676	14,8237	8,9156	0,0068	9,2389	30
0,3607	2,7724	54,3967	0,4429	9,3710	0,7622	6,0087	1,6015	0,0025	15,3797	15,9683	9,8588	0,0065	8,1038	32
0,3971	2,5183	55,9982	0,4011	10,3465	0,7375	6,2103	1,7616	0,0027	16,5569	17,2235	10,9052	0,0068	7,8580	34
0,4345	2,3015	57,7598	0,3620	11,4638	0,7127	6,4263	1,7486	0,0027	17,8900	18,6024	12,0671	0,0064	6,8802	37
0,4704	2,1259	59,5084	0,3275	12,6705	0,6893	6,6443	1,9253	0,0030	19,3148	20,1482	13,3837	0,0067	6,6702	40
0,5077	1,9697	61,4337	0,2944	14,0968	0,6652	6,8848	1,9877	0,0031	20,9816	21,8848	14,8774	0,0066	6,0533	44
0,5432	1,8409	63,4214	0,2650	15,6580	0,6423	7,1301	2,4555	0,0038	22,7881	23,9667	16,6868	0,0078	6,5096	48
0,5831	1,7150	65,8769	0,2343	17,7156	0,6164	7,4296	2,4993	0,0038	25,1452	26,4196	18,8391	0,0076	5,7303	53
0,6196	1,6139	68,3762	0,2079	19,9626	0,5924	7,7313	2,6300	0,0041	27,6940	29,1761	21,2814	0,0076	5,2183	58
0,6552	1,5263	71,0062	0,1836	22,6003	0,5684	8,0579	2,8787	0,0044	30,6581	32,5595	24,3081	0,0080	4,8857	65
0,6926	1,4438	73,8849	0,1595	26,0160	0,5423	8,4449	2,7494	0,0042	34,4609	36,8651	28,1964	0,0072	3,9266	74
0,7301	1,3697	76,6343	0,1366	30,3767	0,5150	8,8926	2,4157	0,0037	39,2694	42,3910	33,2353	0,0061	2,8554	85
0,7674	1,3031	79,0500	0,1150	36,0938	0,4863	9,4188	2,1889	0,0034	45,5126	49,8838	40,1368	0,0052	2,0876	100
0,8055	1,2415	81,2389	0,0939	44,1797	0,4546	10,0753	0,3054	0,0005	54,2550	60,2051	49,7384	0,0007	0,2289	120
0,8413	1,1886	81,5443	0,0750	55,2971	0,4218	10,8580	1,5695	0,0024	66,1551	75,8352	64,4351	0,0033	0,8830	152
0,8782	1,1387	83,1138	0,0564	73,5730	0,3835	11,9423	1,7823	0,0027	85,5153	103,6675	90,9052	0,0036	0,6886	207
0,9155	1,0923	84,8961	0,0383	108,2374	0,3372	13,5824	1,9088	0,0029	121,8197	168,2492	153,1514	0,0035	0,4217	336
0,9529	1,0494	86,8049	0,0210	198,0654	0,2757	16,6132	1,9121	0,0029	214,6786	107,3393	556,0496	0,0001	0,0204	215
0,9896	1,0105	88,7170	0,0045	914,0338	0,1656	27,6590			941,6928			0,1476	158,5434	

Lampiran 6
Data Volume Pori, Luas Permukaan Spesifik, Diameter Pori dan
% Mesoporositas Aluminosilikat Hasil Sintesis pada Daerah
Mesopori dan 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

pH	V _{mesopori} (cm ³ /g)	S _{mesopori} (m ² /g)	D _{mesopori} (Å)	Mesoporositas (%)
8	0,1133	115,2251	39,3369	94
9	0,1129	115,6727	39,0496	105
10	0,1011	106,6992	37,9044	104
11	0,2690	274,5868	39,1865	124
12	0,1476	158,5434	37,2367	96

Keterangan :

- data volume pori untuk daerah mesopori didapatkan dari Σ volume pori pada Lampiran 5.
- data luas permukaan spesifik untuk daerah mesopori didapatkan dari Σ luas permukaan spesifik pada Lampiran 5.
- data diameter pori untuk daerah mesopori didapatkan dari

$$r = \frac{2V_p}{S} \quad \text{dimana } S = \text{luas permukaan spesifik padatan}$$

daerah mesopori (Lampiran 5), r adalah jari-jari pori daerah mesopori (Lampiran 5), dan V_p adalah volume pori daerah mesopori (Lampiran 5).

- data % mesoporositas untuk daerah mesopori didapatkan dari :

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

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

S.d mesopori = luas permukaan spesifik untuk daerah mesopori (Lampiran 5).

Tabel L.6.2 Data volume pori, luas permukaan spesifik, diameter pori dan % mesoporositas aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada daerah mesopori potensial

pH	$V_{mes.pot.}$ (cm^3/g)	$S_{mes.pot.}$ (m^2/g)	$D_{mes.pot.}$ (Å)	Mesoporositas (%)
8	0,0450	19,0222	94,6421	15
9	0,0463	19,0545	97,1550	17
10	0,0374	15,6667	95,4438	15
11	0,1004	53,1305	75,6246	24
12	0,0529	26,9466	78,5208	16

Keterangan :

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

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

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

- data % mesoporositas untuk daerah mesopori potensial didapatkan dari :

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

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 $> 48 \text{ Å}$ (Lampiran 5).

Lampiran 7

Data bilangan gelombang spektrum inframerah dan interpretasinya

Tabel L.7 Data bilangan gelombang spektrum inframerah dan interpretasinya

No	Bilangan Gelombang Alumino silikat	Interpretasi	Data dari referensi
1	3759,275	OH silanol	3400-3750 (Liepold, 1996)
2	3664,09	Al-OH bronsted	3626 (Deravane, 1992).
3	3440,39	OH ikatan H pada air	3400-3650 (Liepold, 1996)
4	1866,76	Fenil	1660-2000 (Sastroamidjojo, 1992)
5	1643,05	Tekuk OH	1635 (Sato, 1981)
6	1525	Uluran cincin C-C	1514 (Linggawati, 2002)
7	1357,05	C-H bending	1350-1360 dekat 1400 (Silverstein, 2005)
8	1179	T-O asim	1170-1180 (Jimenez, 2005)
9	1049,09	Vibrasi ulur T-O asim	1062 (Jimenez, 2005)
10	817,67	Vibrasi ulur sim T-O	800 (Sutrisno, 2005)
11	453	Vibrasi tekuk T-O	458 (Sutrisno, 2005) 457-460 (Jimenez, 2005)

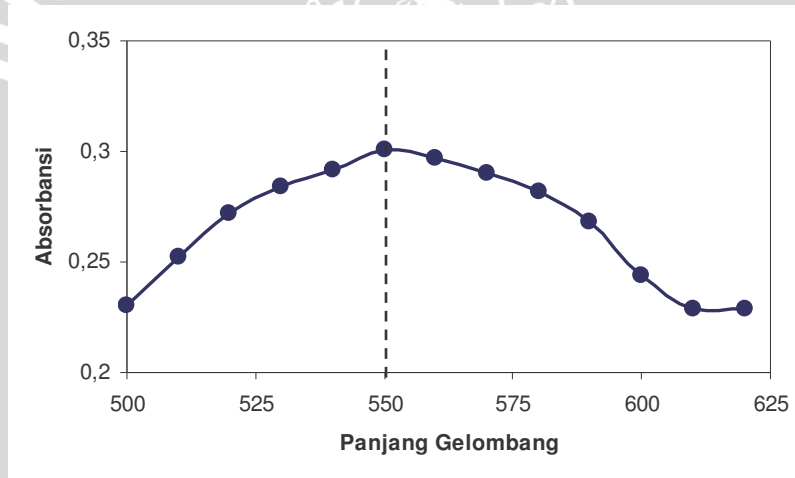
Keterangan : T = Si, Al

Lampiran 8

Penentuan panjang gelombang maksimum
Bovin Serum Albumin (BSA)

Tabel L.8 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



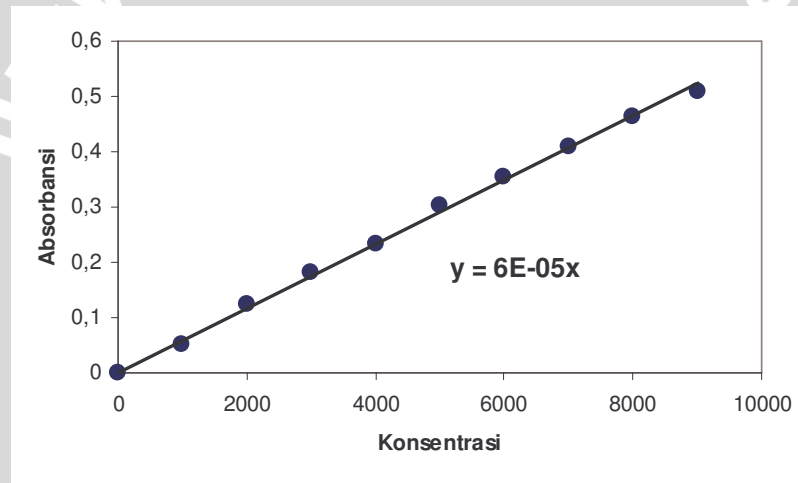
Gambar L.8 Kurva serapan BSA terhadap berbagai panjang gelombang

Lampiran 9

Penentuan Kurva Standar

Tabel L.9 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
1000	0,055	0,051	0,052	0,053
2000	0,125	0,124	0,125	0,125
3000	0,187	0,180	0,185	0,183
4000	0,237	0,229	0,233	0,233
5000	0,301	0,301	0,303	0,302
6000	0,356	0,356	0,354	0,355
7000	0,415	0,409	0,413	0,409
8000	0,469	0,456	0,464	0,464
9000	0,509	0,506	0,510	0,508



Gambar L.9 Kurva Standar BSA

Dari kurva baku diperoleh persamaan $y = 6.10^{-5} x$

Lampiran 10**Penentuan Kemampuan Aluminosilikat Mesopori Hasil Sintesis
Dalam Mengadsorpsi Enzim Lipase**

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 pada lampiran 10.

Diketahui persamaan BSA :

$$Y = 6.10^{-5} X$$

Dimana: Y = absorbansi

X = konsentrasi

Untuk perhitungan konsentrasi enzim sebelum amobilisasi pada volume enzim murni 1 mL dengan nilai absorbansi rata-ratanya 0,261 adalah :

Diketahui persamaan regresi :

$$y = 6.10^{-5} X$$

$$0,261 = 6.10^{-5} X$$

$$X = 4350 (\mu\text{g/mL})$$

Konsentrasi enzim = 4350 $\mu\text{g/mL}$

Enzim yang digunakan adalah 5 mL sehingga jumlah total enzim sebelum amobilisasi adalah :

$$5 \text{ mL} \times 4350 \mu\text{g/mL} = 21750 \mu\text{g}$$

Penentuan jumlah enzim setelah amobilisasi dihitung dengan cara yang sama.

Tabel 10.1 Data konsentrasi enzim lipase setelah amobilisasi

pH	Absorbansi			Absorbansi rata-rata	Konsentrasi ($\mu\text{g/mL}$)	jumlah enzim sisa (μg)
	1	2	3			
8	0,247	0,253	0,250	0,250	4167	20833
9	0,247	0,249	0,248	0,248	4133	20667
10	0,245	0,248	0,245	0,246	4100	20500
11	0,243	0,241	0,245	0,243	4050	20250
12	0,248	0,252	0,249	0,250	4161	20806

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

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

Dimana : $\Sigma_{\text{sebelum amobilisasi}}$ = jumlah enzim sebelum amobilisasi (μg)

$\Sigma_{\text{setelah amobilisasi}}$ = jumlah enzim setelah amobilisasi (μg)

Contoh :

Perhitungan jumlah enzim yang teradsorpsi pada 0,1 gram aluminosilikat mesopori pH 8 :

$$\begin{aligned} \Sigma_{\text{amobil}} &= \Sigma_{\text{sebelum amobilisasi}} - \Sigma_{\text{setelah amobilisasi}} \\ &= 21750 \mu\text{g} - 20833 \mu\text{g} \\ &= 917 \mu\text{g}/0,1\text{g aluminosilikat} \\ &= 9170 \mu\text{g/g aluminosilikat} \\ &= 9,170 \text{ mg/g aluminosilikat} \end{aligned}$$

Perhitungan dengan cara yang sama dilakukan untuk aluminosilikat mesopori hasil sintesis pada pH 9, 10, 11, dan 12.

Tabel 10.2 Data jumlah enzim yang teradsorpsi

pH	Jumlah enzim yang teradsorpsi		
	$\mu\text{g}/0,1\text{g}$	$\mu\text{g}/1\text{g}$	$\text{mg}/1\text{g}$
8	917	9170	9,170
9	1083	10830	10,830
10	1250	12500	12,500
11	1500	15000	15,000
12	944	9440	9,440

Lampiran 11
Uji Statistik Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Enzim Lipase
pada Aluminosilikat

Tabel 11.1 Data Absorbansi Enzim Lipase

Perlakuan	Pengulangan			Total
pH 8	0,247	0,253	0,250	0,750
pH 9	0,247	0,249	0,248	0,744
pH 10	0,245	0,248	0,245	0,738
pH 11	0,243	0,241	0,245	0,729
pH 12	0,248	0,252	0,249	0,749

Uji ada tidaknya pengaruh variabel pH terhadap adsorpsi enzim dengan aluminosilikat hasil sintesis dilakukan uji F, dengan cara sebagai berikut:

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

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

$$= \frac{(0,750+0,744+0,738+0,729+0,749)^2}{3 \times 5}$$

$$= \frac{3,710^2}{15}$$

$$= \frac{13,7641}{15}$$

$$= 0,91761$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

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

$$= (0,247^2 + 0,253^2 + \dots + 0,249^2) - 0,91761$$

$$= 0,91775 - 0,91761$$

$$= 0,00014$$

$$b. JK \text{ Perlakuan} = \frac{\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n} - FK$$

$$= \frac{(0,750^2 + 0,744^2 + 0,738^2 + 0,729^2 + 0,749^2)}{3} - 0,91761$$

$$= \frac{(2,75312)}{3} - 0,91761$$

$$= 0,91771 - 0,91761$$

$$= 0,0001$$

c. JK galat percobaan = JK total – JK perlakuan
 = 0,00014 - 0,0001
 = 0,00004

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT) setiap sumber keragaman

a. $KT_{\text{Perlakuan}} = \frac{JK_{\text{perlakuan}}}{dB_{\text{perlakuan}}}$
 = 0,0001 / 4
 = 0,000025

b. $KT_{\text{Galat Percobaan}} = \frac{JK_{\text{galat percobaan}}}{dB_{\text{galat percobaan}}}$
 = 0,00004/10
 = 0,000004

4. Menghitung nilai F

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

$$= 0,000025/0,000004$$

$$= 6,25$$

Setelah jumlah kuadrat total, perlakuan, dan galat diperoleh, dapat dibuat tabel analisis variasi seperti yang diperlihatkan pada Tabel 11.2 :

Tabel 11.2 Analisis Ragam Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Enzim Lipase pada Aluminosilikat

No.	Sumber keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}	F _{tabel}	
						5%	1%
1.	Perlakuan	4	0,0001	0,000025	6,25	3,48	5,99
2.	Galat	10	0,00004	0,000004			
3.	Total	14	0,00014				

$F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 ditolak, berarti ada perbedaan nyata antar kondisi pH dan dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT). Menentukan BNT :

$$\begin{aligned}
 BNT (\alpha) &= t_{tabel} (\alpha/2, dB_G) \sqrt{\frac{2KT \epsilon}{n}} \\
 &= t_{10}^{0,025} \sqrt{\frac{2 \times 0,000004}{3}} \\
 &= 2,228 \times 0,00163 \\
 &= 0,00363
 \end{aligned}$$

Tabel 11.3 Selisih Dua Nilai Rataan dari Lima Perlakuan pH Sintesis

pH		8	9	10	11	12
	Rata - rata	0,2500	0,2480	0,2460	0,2430	0,2497
8	0,2500	0	0,0020	0,0040	0,0070	0,0003
9	0,2480		0	0,0020	0,0050	0,0017
10	0,2460			0	0,0030	0,0037
11	0,2430				0	0,0067
12	0,2497					0

