

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
AKAR RUMPUT BAMBU (*Lophatherum gracile* Brongn)**

SKRIPSI

Oleh:
DINDA ATIKAH SUDIYONO
NIM. 12630022



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
AKAR RUMPUT BAMBU (*Lophatherum gracile* Brongn)**

SKRIPSI

Oleh:
DINDA ATIKAH SUDIYONO
NIM. 12630022

Diajukan kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
AKAR RUMPUT BAMBU (*Lophatherum gracile* Brongn)**

SKRIPSI

Oleh:
DINDA ATIKAH SUDIYONO
NIM. 12630022

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal, 16 September 2016

Pembimbing I


Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

Pembimbing II


Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


Elok Kamilah/Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
AKAR RUMPUT BAMBU (*Lophatherum gracile* Brongn)**

SKRIPSI

Oleh:
DINDA ATIKAH SUDIYONO
NIM. 12630022

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 16 September 2016

| | | |
|---------------------------|--|---------|
| Penguji Utama | : Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002 | (.....) |
| Ketua Penguji | : Susi Nurul Khalifah, M.Si NIPT. 20130902 2 317 | (.....) |
| Sekretaris Penguji | : Rachmawati Ningsih, M. Si NIP. 19810811 200801 2 010 | (.....) |
| Anggota Penguji | : Ahmad Hanapi, M. Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069 | (.....) |

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Dinda Atikah Sudyono

NIM : 12630022

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaY sebagai Pengembangan Senyawa Antikanker Hasil Ekstrak Etanol Akar Rumpun Bambu (*Lophatherum gracile* Brongn)

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 16 September 2016

Yang membuat pernyataan,



Dinda Atikah Sudyono
NIM. 12630022

MOTTO



HALAMAN PERSEMBAHAN

I dedicated this essay to everyone who wants to know
a piece of knowledge

Dan

ucapan terima kasihku kepada:

Ibunda tercinta Sri Munifah (Alm.),
ayahanda Sudiyono, Ibunda Gutik Ribawani...

Adik-adikku, Nabila, Chasmil, dan si kecil Syamaidar...

Mrs. Susi, Mrs. Rachma, Mrs. Aini, atas pengetahuan, pengalaman, dan
saran-sarannya...

Semua dosen Chemistry Department atas ilmu yang sudah diberikan...

Teman-teman "Arsitek Molekul 'A'" 2012, dan angkatan berapapun atas
dukungan yang sudah diberikan...

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Segala puji bagi Allah SWT karena atas rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaY sebagai Pengemban Senyawa Antikanker Hasil Ekstrak Etanol Akar Rumput Bambu (*Lophatherum gracile* Brongn)”**. Sholawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada Nabi besar Muhammad SAW yang menjadi suri tauladan bagi kita semua.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dan dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Kedua orang tua yang telah memberikan dukungan baik spiritual maupun materiil
2. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
3. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
5. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si dan Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku pembimbing, serta Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku konsultan, karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan

6. Seluruh Dosen Pengajar Kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis
7. Seluruh laboran dan staf administrasi kimia yang telah membantu dalam proses penelitian sampai penyusunan skripsi ini
8. Teman–teman mahasiswa angkatan 2012 yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam penyusunan skripsi, serta
9. Semua pihak yang telah membantu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khazanah ilmu pengetahuan. *Aamiin*

Malang, 16 September 2016

Penulis



DAFTAR ISI

| | |
|---|-------------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PERSETUJUAN | ii |
| HALAMAN PENGESAHAN..... | iii |
| HALAMAN PERNYATAAN..... | iv |
| HALAMAN MOTTO | v |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | vi |
| KATA PENGANTAR..... | vii |
| DAFTAR ISI..... | ix |
| DAFTAR TABEL | xi |
| DAFTAR GAMBAR..... | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiii |
| ABSTRAK | xiv |
| | |
| BAB I PENDAHULUAN..... | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 6 |
| 1.3 Tujuan Penelitian | 6 |
| 1.4 Batasan Masalah | 6 |
| 1.5 Manfaat Penelitian | 7 |
| | |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA..... | 8 |
| 2.1 Zeolit NaY | 8 |
| 2.2 Sintesis Zeolit NaY | 11 |
| 2.3 Rumput bambu (<i>Lophatherum gracile</i> Brongn) | 16 |
| 2.4 Senyawa Antikanker yang Diembangkan pada Zeolit | 18 |
| 2.5 Karakterisasi Zeolit NaY..... | 22 |
| 2.5.1 Analisis Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)..... | 22 |
| 2.5.2 Analisis Menggunakan <i>Fourier Transform-Infrared</i> (FTIR) | 25 |
| 2.5.3 Analisis Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) | 27 |
| | |
| BAB III METODE PENELITIAN | 29 |
| 3.1 Pelaksanaan penelitian | 29 |
| 3.2 Alat dan Bahan..... | 29 |
| 3.2.1 Alat | 29 |
| 3.2.2 Bahan | 29 |
| 3.3 Rancangan Penelitian | 29 |
| 3.4 Tahapan Penelitian | 30 |
| 3.5 Cara Kerja | 30 |
| 3.5.1 Sintesis Zeolit NaY | 30 |
| 3.5.2 Pengembangan Senyawa Antikanker pada Zeolit NaY | 31 |
| 3.5.3 Karakterisasi Zeolit | 32 |
| 3.5.3.1 Analisis Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)..... | 32 |
| 3.5.3.2 Analisis Gugus Fungsi dengan <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) | 32 |

| | |
|---|-----------|
| 3.5.3.3 Analisis Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)..... | 32 |
| 3.6 Analisis Data | 33 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | 34 |
| 4.1 Sintesis Zeolit NaY | 34 |
| 4.2 Pengembangan Senyawa Antikanker pada Zeolit..... | 37 |
| 4.3 Karakterisasi Zeolit NaY dan Antikanker-Zeolit..... | 38 |
| 4.3.1 Analisis Menggunakan <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> | 38 |
| 4.3.1.1 Hasil Sintesis Zeolit NaY | 38 |
| 4.3.1.2 Hasil Pengembangan Senyawa Antikanker-Zeolit..... | 41 |
| 4.3.2 Analisis Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i> | 43 |
| 4.3.2.1 Hasil Sintesis Zeolit NaY | 43 |
| 4.3.2.2 Hasil Pengembangan Senyawa Antikanker-Zeolit..... | 45 |
| 4.3.3 Analisis Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> | 48 |
| 4.4 Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam..... | 50 |
| BAB V PENUTUP..... | 53 |
| 5.1 Kesimpulan | 53 |
| 5.2 Saran | 53 |
| DAFTAR PUSTAKA | 54 |
| LAMPIRAN | 59 |



DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 2.1 Data zeolit tipe faujasit (FAU)..... | 10 |
| Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis zeolit NaY dengan rasio molar Si/Al | 31 |
| Tabel 4.1 Interpretasi spektra FTIR zeolit NaY hasil sintesis | 44 |



DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 2.1 Kerangka dasar aluminosilikat pada zeolit..... | 8 |
| Gambar 2.2 Pembentukan unit struktural dari zeolit A, Sodalit, dan Faujasit. | 9 |
| Gambar 2.3 Struktur zeolit Y dan pori zeolit Y | 10 |
| Gambar 2.4 Diagram terner tanpa agen pengarah struktur | 15 |
| Gambar 2.5 Simulasi difusi 5-fluorouracil dalam zeolit | 19 |
| Gambar 2.6 Pola difraktogram zeolit Y | 23 |
| Gambar 2.6 Difraktogram zeolit X dan ketoprofen/zeolit X | 23 |
| Gambar 2.7 Spektra FTIR dari sampel zeolit NaY, CHC dan CHC/zeolit NaY | 24 |
| Gambar 2.8 Spektra FTIR zeolit NaY, CHC dan CHC-zeolit NaY | 26 |
| Gambar 2.9 Hasil SEM dari zeolit NaX dan ketoprofen/zeolit NaX..... | 28 |
| Gambar 4.1 Proses perubahan sol menjadi gel | 36 |
| Gambar 4.2 Difraktogram zeolit NaY hasil sintesis | 39 |
| Gambar 4.3 Difraktogram zeolit NaY variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebelum dan sesudah dilakukan pengembangan | 42 |
| Gambar 4.4 Spektra FTIR zeolit NaY hasil sintesis | 43 |
| Gambar 4.5 Spektra FTIR zeolit NaY rasio 2 sebelum dan sesudah dilakukan pengembangan dan senyawa antikanker..... | 45 |
| Gambar 4.6 Spektra FTIR zeolit NaY rasio 3 sebelum dan sesudah dilakukan pengembangan dan senyawa antikanker..... | 47 |
| Gambar 4.7 Foto SEM zeolit NaY rasio Si/Al 2 dan Antikanker-Zeolit..... | 49 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|--------------------------------------|----|
| Lampiran 1 Rancangan penelitian..... | 59 |
| Lampiran 2 Diagram alir..... | 60 |
| Lampiran 3 Perhitungan..... | 63 |
| Lampiran 4 Hasil karakterisasi..... | 67 |
| Lampiran 5 Pengolahan data..... | 75 |
| Lampiran 6 Dokumentasi..... | 77 |
| Lampiran 7 Data standar zeolit..... | 80 |



ABSTRAK

Sudiyono, D.A. 2016. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaY sebagai Pengemban Senyawa Antikanker Hasil Ekstrak Etanol Akar Rumput Bambu (*Lophatherum gracile* Brongn)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata Kunci: *Zeolit NaY, pengemban, senyawa antikanker, ekstrak etanol, akar rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn)*

Zeolit merupakan mineral yang tersusun dari silika dan alumina yang memiliki rongga dan pori. Zeolit dapat disintesis untuk memaksimalkan kemurnian dan karakteristiknya. Salah satu aplikasi zeolit dapat digunakan sebagai matriks dalam pengemban obat antikanker. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakter hasil sintesis zeolit NaY dan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol akar rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn) yang diemban pada zeolit NaY

Zeolit NaY disintesis dengan metode sol-gel hidrotermal dengan komposisi mol $10 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 15 \text{ SiO}_2 : 300 \text{ H}_2\text{O}$. Sintesis dilakukan dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 dan 3. Zeolit hasil sintesis dilakukan pengembanan dengan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol akar rumput bambu dengan metode impregnasi. Perbandingan massa senyawa antikanker : zeolit NaY yang digunakan adalah 1:10. Hasil sintesis zeolit NaY dan hasil pengembanan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk hasil terbaik.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan sintesis zeolit NaY rasio 2 dihasilkan campuran zeolit NaY dan NaA, sedangkan rasio 3 dihasilkan campuran zeolit NaY dan NaP. Adanya pengembanan menyebabkan penurunan intensitas dari zeolit hasil sintesis. Karakterisasi FTIR hasil sintesis menunjukkan puncak yang muncul merupakan gugus fungsi dari zeolit. Pengembanan pada zeolit NaY rasio 2 dihasilkan penambahan nilai absorbansi dan muncul serapan baru pada bilangan gelombang 2270 cm^{-1} yang mengindikasikan serapan uluran $\text{C}=\text{C}/\text{C}\equiv\text{C}$ terkonjugasi, sedangkan pengembanan pada zeolit NaY rasio 3 terjadi penurunan nilai absorbansi. Karakterisasi SEM menunjukkan ukuran dan bentuk partikel zeolit NaY rasio 2 yang tidak seragam dan senyawa antikanker berada pada permukaan zeolit.

ABSTRACT

Sudiyono, D.A. 2016. **Synthesis and Characterization of NaY Zeolite for loading Anticancer Compound from Extract Ethanol Bamboo Grass Roots (*Lophatherum gracile* Brongn)**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Supervisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keywords: NaY Zeolite, loader, anticancer compounds, ethanol extract, bamboo grass roots (*Lophatherum gracile* Brongn)

Zeolite is a mineral composed of silica and alumina which has cavities and pores. Zeolites can be synthesized in order to maximize its purity and characteristics. Zeolite can be used as a matrix for loading anticancer compound. This research aims to determine the character of synthesized NaY zeolite and anticancer compounds from extract ethanol of bamboo grass roots (*Lophatherum gracile* Brongn) that loaded to NaY zeolite.

NaY zeolite synthesized by sol-gel hydrothermal method with mole composition $10 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 15 \text{ SiO}_2 : 300 \text{ H}_2\text{O}$. The synthesis was done by varying the molar ratio of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 and 3. Zeolite synthesis was loaded with extract ethanol of bamboo grass roots by impregnation method. The weight ratio of anticancer compound : NaY zeolite was 1:10. Result of NaY zeolite synthesis and its loading characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared (FTIR), and Scanning Electron Microscopy (SEM) for best results.

XRD characterization show the synthesis NaY zeolite ratio 2 give mixture of NaY and NaA zeolite, whereas ratio 3 give mixture of NaY and NaP zeolite. Effect of loading cause decrease the intensity of zeolite synthesis. FTIR characterization for synthesis NaY zeolite show appear peaks is a functional group of zeolites. Loading anticancer compound on NaY zeolite ratio 2 resulting addition of absorbance and appear new absorption at wavenumber 2270 cm^{-1} indicates conjugated of $\text{C}=\text{C}/\text{C}\equiv\text{C}$, while the loaded NaY zeolite ratio 3 decrease of absorbance. SEM characterization of NaY zeolite ratio 2 show particle size and shape is not uniform and anticancer compound trapped on surface of the zeolite.

المخلص

سوديبانا، د.أ. ٢٠١٦. اصطناع وتوصيف الزيوليت NaY لمحمل المركب المضاد السرطان من منتزع الإيثانول جذر العشب الخيزران (*Lophatherum gracile Brongn*). أطروحة. شعبة كيمياء، كلية علوم وتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: رحمواتي نينجسيه، الماجستير العالمية. المشرف الثاني: أحمد حنفي الماجستير العالمي. المستشار: سوسي نور الخليفة الماجستير العالمية.

الكلمات البحث : الزيوليت NaY، لمحمل، المركب المضاد السرطان، منتزع الإيثانول، جذر العشب الخيزران (*Lophatherum gracile Brongn*)

الزيوليت هي معدن متكون من السيليكات و ألومينات وفيهما فجوة ومسام. اصطناع الزيوليت ليحقق الحد الأقصى في نقائه وصفته. وإحدى تطبيقاته أي ليكون قالباً في محمل دواء المضاد السرطان. أما الهدف هذا البحث هو لتعريف صفة نتيجة الإصطناع الزيوليت NaY و مركب المضاد السرطان من منتزع الإيثانول جذر العشب الخيزران (*Lophatherum gracile Brongn*) المحمل بزيوليت NaY.

الزيوليت NaY تصنع بطريق سول-جيل حراري مائي مع تأليف مول $10\text{Na}_2\text{O}:\text{xAl}_2\text{O}_3:15\text{SiO}_2:300\text{H}_2\text{O}$ يقوم الإصطناع باختلاف نسبة مول $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ٢ & ٣. تحمل الزيوليت الإصطناعي مع مركب المضاد السرطان من منتزع الإيثانول جذر العشب الخيزران بطريق التلقيح. وأما نسبة الوزن بين المركب المضاد السرطان والزيوليت هي ١:١٠. توصيف الزيوليت الإصطناعي والمحمل بأدوات FTIR, XRD, SEM الحصول على أفضل نتيجة.

ظهرت النتيجة التوصيف XRD أنها قد حصل إصطناع الزيوليت NaY إختلاف ٢ على خليط الزيوليت NaY و NaA، وحصل إختلاف ٣ على خليط الزيوليت NaY و NaP. يسبب الحضور المحمل على تنقيص كثافة الزيوليت الإصطناعي. ظهر التوصيف FTIR لنتيجة الإصطناع على وجود الانصاف الزيوليت ومحمل في الزيوليت NaY بنسبة $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ٢ ظهر على زيادة نتيجة التماس و وجود الإمتصاص الجديد في عدد موج 2270 cm^{-1} الذي ظهر على إمتصاص إطالة $\text{C}=\text{C}/\text{C}\equiv\text{C}$ اقتران. وليس هناك تغيير الطيف و التماس في محمل الزيوليت NaY إختلاف ٣. ظهر التوصيف بSEM أن حجم جسيم الزيوليت NaY إختلاف ٢ غير منتظم وأن مركب المضاد السرطان يستر سطح الزيوليت.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah menganjurkan kepada seluruh hambanya untuk selalu memahami dan memikirkan kebesaran dan kekuasaan-Nya dengan melihat seluruh ciptaan-Nya, sebagaimana firman Allah dalam QS. Ali Imran ayat 190 – 191 yaitu tentang ciri-ciri manusia yang ulul albab.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ
 يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا
 خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka"*”.

Surah Ali Imran ayat 190 – 191 tersebut, menjelaskan bahwa semua ciptaan Allah SWT yang ada di langit maupun di bumi dan seisinya memiliki manfaat bagi kehidupan manusia. Kita sebagai makhluk yang sempurna yang dilengkapi dengan akal dan pikiran, hendaknya selalu memikirkan akan ciptaan Allah tersebut. Semua ciptaan Allah mempunyai kelebihan dan kekurangan yang saling berkesinambungan, baik ciptaan Allah yang hidup maupun yang tak hidup. Salah satu ciptaan Allah yang merupakan material tak hidup adalah zeolit.

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat dengan struktur mikropori rangka terbuka dari unit tetrahedral yang membangun jaringan dari pori dan rongga yang memiliki dimensi molekular. Struktur zeolit terdiri dari ikatan (Si-O-Al) yang membentuk permukaan pori dengan diameter yang seragam, rongga dalam yang tertutup, serta saluran dengan ukuran diskrit. Adanya pori dan rongga yang terdapat dalam zeolit ini menyebabkan zeolit banyak diaplikasikan sebagai katalis, adsorpsi, pemisahan, dan pertukaran ion (Taufiqurrahmi, dkk., 2011).

Pengetahuan baru-baru ini menunjukkan bahwa zeolit berpotensi dalam aplikasi medis yang dapat digunakan sebagai matriks untuk pengemban molekul obat antikanker. Molekul obat yang terdapat di dalam pori zeolit berdifusi keluar dari sistem saluran dengan perlahan, sehingga dapat mengontrol laju pelepasan obat. Pelepasan obat yang terkontrol dapat meningkatkan efisiensi obat dan mengurangi efek samping. Selain itu, zeolit memegang peranan penting dalam regulasi sistem imun tubuh sehingga dapat digunakan sebagai agen antibakteri atau dapat digunakan dalam terapi kanker (Rimoli, dkk., 2007).

Pemaksimalan fungsi obat dengan cara diembankan pada zeolit merupakan salah cara kita untuk mencari obat yang paling tepat untuk penyembuhan suatu penyakit. Petunjuk untuk menggunakan obat yang sesuai, telah dianjurkan oleh Rasulullah SAW melalui sabdanya,

قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ لِكُلِّ دَاءٍ دَوَاءٌ فَإِذَا أُصِيبَ دَوَاءُ الدَّاءِ بَرَأَ بِإِذْنِ اللَّهِ
عَزَّ وَجَلَّ (رَوَاهُ مُسْلِمٌ)

Artinya “Rasulullah bersabda: Setiap penyakit ada obatnya. Apabila ditemukan obat yang tepat untuk suatu penyakit, maka sembuhlah si penderita atas izin Allah Azza Wa Jalla” (HR. Muslim no. 1473)

Zeolit yang dapat digunakan sebagai pengemban obat antikanker salah satunya adalah zeolit sintesis tipe faujasit kaya silikon (zeolit NaY). Aplikasi zeolit NaY sebagai pengemban senyawa antikanker telah diteliti oleh Vilaca, dkk. (2013) yang melaporkan bahwa zeolit NaY digunakan sebagai pengemban obat antikanker *5-fluorouracil* (5-FU) memiliki volume mikropori lebih besar dari pada nanozeolit NaY dan zeolit LTL. Volume mikropori yang besar ini menunjukkan bahwa zeolit NaY memiliki kapasitas lebih besar dalam mengemban senyawa antikanker dibuktikan dengan efisiensi pengembanan 5-FU pada zeolit NaY sebesar 71 %, nanozeolit NaY sebesar 55,6 %, dan pada zeolit LTL sebesar 52,5 %.

Zeolit dapat digunakan sebagai agen antikanker dan antioksidatif pada beberapa sel kanker manusia karena memiliki kemampuan dalam menghambat proliferasi sel kanker. Efek zeolit NaY terhadap penghambatan proliferasi sel kanker pankreas (AsPC-1) sebesar 60,1 %, lebih besar dibandingkan penghambatan pada zeolit NaX yaitu sebesar 32,7 % pada konsentrasi zeolit 50 mg/ml (Ghazi, dkk., 2012). Zeolit NaY yang diembankan dengan obat antikanker 5-FU juga dapat menurunkan kemampuan hidup sel kanker usus besar (HTC-15) dari 64 % menjadi 34 % dan pada sel kanker RKO dari 58 % menjadi 27 % (Vilaca, dkk., 2013). Molekul obat yang diembankan pada zeolit NaY juga menyebabkan penghambatan sel kanker HTC-15 hingga 585 kali lipat jika dibandingkan dengan obat yang tidak diembankan pada zeolit (Amorim, dkk., 2012). Hasil ini menunjukkan potensi zeolit sebagai pengemban obat antikanker.

Penelitian-penelitian terdahulu menggunakan obat antikanker sintetik yang diembankan pada zeolit. Pada penelitian yang akan dilakukan ini, akan

memanfaatkan sumber daya alam berupa ekstrak tanaman yang memiliki potensi sebagai obat antikanker. Tanaman yang berpotensi dapat digunakan sebagai obat antikanker adalah tanaman rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn). Secara ilmiah, tanaman rumput bambu khususnya pada bagian akar tanaman dari ekstrak etanol telah diuji aktivitas antikanker secara *in vitro* terhadap sel kanker payudara T47D dengan metode MMT dengan nilai IC_{50} sebesar 144,38 $\mu\text{g/mL}$ (A'ilah, 2015). Hasil tersebut menunjukkan adanya potensi yang cukup kuat untuk dikembangkannya tanaman rumput bambu ini sebagai obat antikanker.

Pengembangan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol tanaman rumput bambu pada penelitian ini akan digunakan zeolit NaY. Zeolit NaY dapat digunakan pada berbagai aplikasi karena stabilitas yang sangat baik dari struktur kristalnya serta jumlah pori dan luas permukaan yang besar (Kwaky-Awuah, 2008). Kristalinitas zeolit memegang peranan penting dalam aplikasinya di bidang biomedis karena berhubungan dengan kapasitas obat yang diemban serta laju pelepasan obat (Attama, dkk., 2012).

Sintesis zeolit NaY dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel. Metode sol-gel banyak digunakan dalam sintesis zeolit karena metode ini menghasilkan derajat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi, memperkecil distribusi ukuran partikel dan sintesisnya satu tahap (Ramimoghadam, dkk., 2012). Metode sol-gel terdiri dari beberapa langkah yaitu pembentukan sol, gel, pemeraman dan hidrotermal. Pemeraman digunakan untuk pembentukan inti kristal dan bertujuan agar terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat di dalam larutan. Proses hidrotermal digunakan untuk menghasilkan kristal yang lebih tinggi.

Zeolit NaY berhasil disintesis oleh Sang, dkk. (2005) dengan metode hidrotermal menggunakan variasi temperatur kristalisasi dan didapat zeolit NaY yang murni dan memiliki distribusi ukuran partikel $< 0,4 \mu\text{m}$. Zeolit NaY juga berhasil disintesis oleh Krisnandi, dkk. (2011) dengan metode sol gel menggunakan *seeding* pada polielektrolit yang dimodifikasi karbon kaca (*glassy carbon*) dan diperoleh zeolit NaY dengan struktur yang homogen dengan ukuran partikelnya $\sim 660 \text{ nm}$. Zeolit NaY dengan ukuran partikel $< 1 \mu\text{m}$ juga berhasil disintesis dengan metode sol gel oleh Fathizadeh dan Ordou, (2011).

Sintesis zeolit NaY yang dilakukan pada penelitian ini menggunakan metode sol gel hidrotermal dengan suhu kristalisasi $40 \text{ }^\circ\text{C}$ dilanjutkan pada suhu $80 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 dan 3. Pemilihan suhu kristalisasi ini berdasarkan penelitian Sang, dkk. (2005) yang memberikan hasil sintesis zeolit NaY yang terbaik. Variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ digunakan dalam penelitian ini karena rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ berpengaruh terhadap ukuran kristal, kristalinitas, diameter pori dan luas permukaan, sehingga nantinya dapat diketahui variasi molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang terbaik.

Penelitian yang akan dilakukan ini bertujuan untuk mempelajari karakter senyawa antikanker ekstrak etanol akar tanaman rumput bambu (*Lopatherum gracile* Brongn) yang diimbangkan pada zeolit NaY menggunakan instrumen XRD, FTIR dan SEM. Zeolit NaY, senyawa antikanker-zeolit dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui keberhasilan sintesis zeolit dan profil senyawa antikanker yang diimbangkan pada zeolit. Analisis permukaan dan ukuran partikel zeolit sebelum dan sesudah diimbangkan dengan senyawa antikanker menggunakan SEM (*Scanning Electronic Microscopy*). FTIR

(*Fourier Transform Infra Red*) untuk menganalisis gugus fungsi yang terdapat pada zeolit NaY, dan senyawa antikanker-zeolit, serta mengetahui ada tidaknya pengaruh senyawa antikanker terhadap perubahan gugus fungsi pada zeolit NaY.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil karakterisasi XRD, FTIR, dan SEM pada hasil sintesis zeolit NaY dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$?
2. Bagaimana hasil karakterisasi XRD, FTIR dan SEM pada zeolit NaY yang telah diimbaskan dengan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol akar rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn)?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui hasil karakterisasi XRD, FTIR dan SEM pada hasil sintesis zeolit NaY dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
2. Untuk mengetahui hasil karakterisasi XRD, FTIR dan SEM pada zeolit NaY yang telah diimbaskan dengan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol akar rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn)

1.4 Batasan Masalah

1. Senyawa antikanker yang digunakan berasal dari ekstrak etanol akar rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn) yang didapat dari kelompok penelitian Kimia Analitik UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
2. Metode sintesis zeolit NaY yang digunakan adalah metode sol gel hidrotermal
3. Variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan adalah 2 dan 3

4. Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan pada hasil sintesis zeolit NaY terbaik dan zeolit NaY terbaik yang diimbangkan dengan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol akar rumput bambu (*Lopatherum gracile* Brongn)
5. Sumber Silika yang digunakan dari TEOS (*Tetraethyl orthosilicate*) dan sumber Alumina dari Al_2O_3 (Aluminium oksida)
6. Pengembanan dilakukan dengan metode impregnasi.

1.5 Manfaat Penelitian

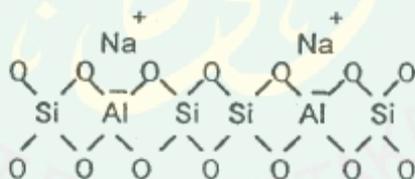
Dapat mengetahui hubungan langsung antara ilmu kimia teoritis dan praktis, serta aplikasi ilmu kimia khususnya pada proses sintesis zeolit NaY sebagai pengemban senyawa antikanker hasil ekstrak etanol akar tanaman rumput bambu (*Lopatherum gracile* Brongn).

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit NaY

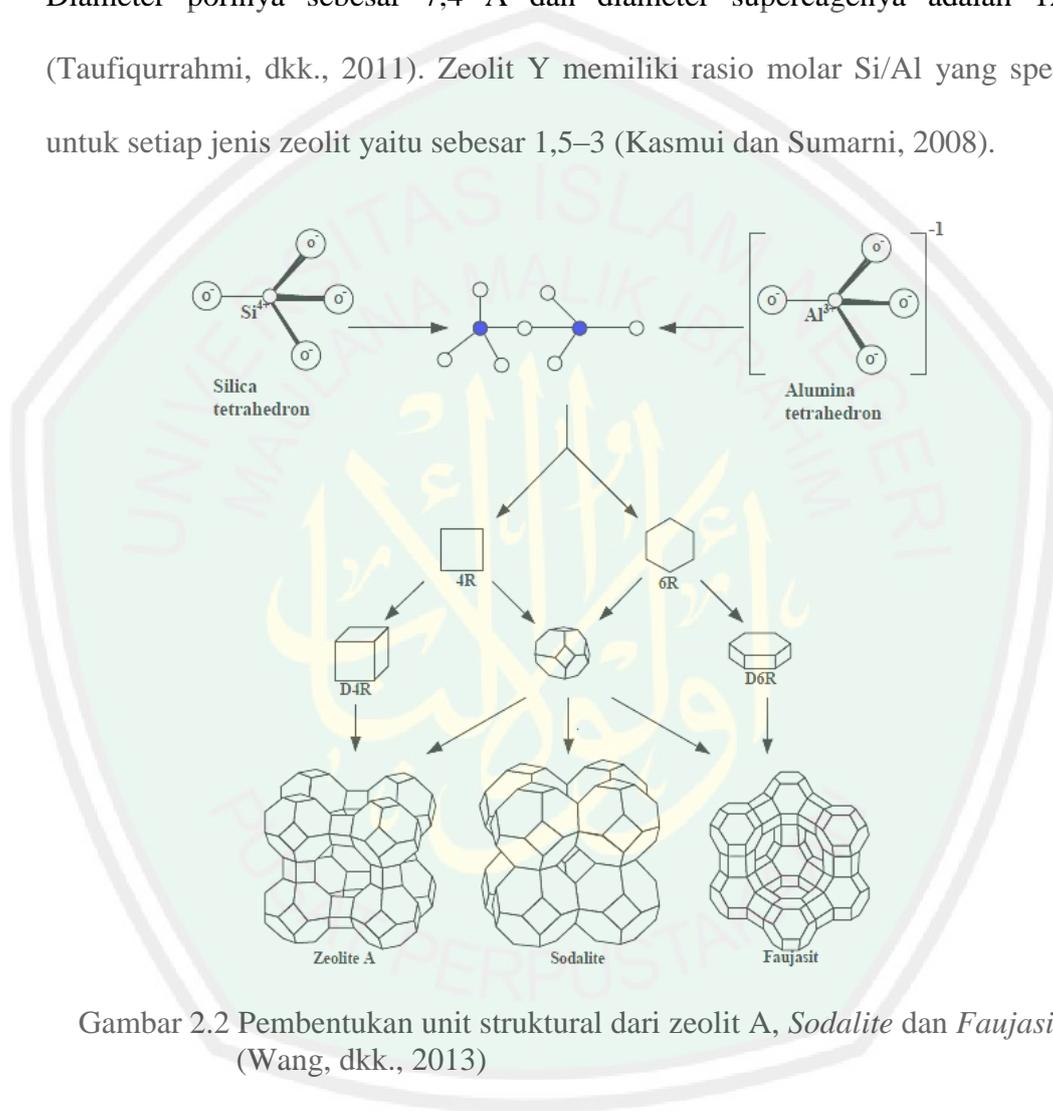
Zeolit merupakan kristal aluminosilikat yang membentuk kerangka berstruktur tiga dimensi dan memiliki ukuran pori yang bersesuaian dengan ukuran molekulnya. Kerangka zeolit terbentuk dari polimer anorganik yang tersusun dari unit-unit tetrahedral SiO_4 dan AlO_4^- dengan atom O sebagai penghubungnya. Polimer tersebut membentuk sistem kesatuan jaringan tetrahedral tiga dimensi yang di dalamnya terdiri dari saluran pori dan rongga yang teratur. Rongga-rongga dalam zeolit dapat diisi dengan ion logam alkali maupun alkali tanah sebagai penyeimbang muatan kation pada atom Al dalam zeolit. Kation penyeimbang ini berdekatan dengan muatan negatif pada tetrahedral AlO_4^- (Kiti, 2012). Kerangka dasar aluminosilikat pada zeolit dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Kerangka dasar aluminosilikat pada zeolit

Zeolit NaY merupakan zeolit yang termasuk ke dalam *framework* faujasit (FAU) yang mempunyai kation penyeimbang berupa ion Natrium (Na^+). Zeolit NaY dibuat dari *Secondary Building Units* (SBU) yaitu unit 4,6 dan 6-6. Pembentukan SBU zeolit Y dapat dilihat pada Gambar 2.2. Zeolit Y terdiri dari kesatuan mata rantai sangkar sodalit yang berikatan membentuk cincin ganda beranggota enam yang dihubungkan dengan atom oksigen. Ketika dilakukan

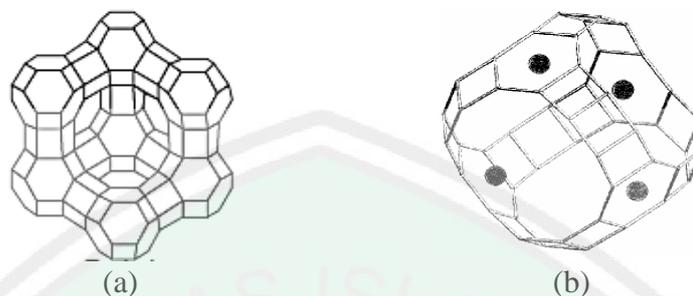
penyusunan sangkar-sangkar sodalit tersebut, masing-masing sangkar dihubungkan dengan cincin beranggota dua belas yang disebut jendela (*window*) dan membentuk pori besar (*cavity/supercage*) yang merupakan sangkar *alpha*. Diameter porinya sebesar 7,4 Å dan diameter supercagenya adalah 12 Å (Taufiqurrahmi, dkk., 2011). Zeolit Y memiliki rasio molar Si/Al yang spesifik untuk setiap jenis zeolit yaitu sebesar 1,5–3 (Kasmui dan Sumarni, 2008).



Gambar 2.2 Pembentukan unit struktural dari zeolit A, Sodalite dan Faujasite (Wang, dkk., 2013)

Zeolit Y termasuk dalam unit sel kubik dengan panjang sisi unit sel sebesar 24,345 Å dan termasuk dalam simetri $Fd-3m$. Zeolit Y dapat terdekomposisi pada suhu 793 °C (Rahman dkk, 2009). Kegunaan penting zeolit Y adalah sebagai padatan pendukung katalis untuk reaksi hidrorengkah fraksi

berat minyak bumi. Struktur dasar dan *supercage* zeolit NaY ditunjukkan dalam Gambar 2.3.



Gambar 2.3 (a) Struktur dasar zeolit Y (Monsalve, 2004), (b) Pori (*Cavity/Supercage*) zeolit Y (Koller dkk, 1997)

Zeolit NaY dapat digunakan sebagai katalis, penukar ion, adsorben dan aplikasi lainnya karena porinya yang besar dibandingkan dengan jenis zeolit faujasit lainnya seperti zeolit NaX. Zeolit NaY lebih stabil dan lebih aktif pada temperatur tinggi karena memiliki rasio molar Si/Al yang lebih besar dibandingkan dengan zeolit NaX (Kiti, 2012). Data zeolit tipe faujasit (FAU) yang diambil dari *International Zeolite Association* (IZA) ditampilkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Data zeolit tipe faujasit (FAU)

| | | | |
|--|---|---|---------------------|
| <i>Space group</i> | Fd-3m | | |
| <i>Cell</i> | a = 24,345 Å | b = 24,345 Å | c = 24,345 Å |
| | $\alpha = 90^\circ$ | $\beta = 90^\circ$ | $\gamma = 90^\circ$ |
| <i>Volume</i> | 14428,77 Å ³ | | |
| <i>Framework density (FD_{Si})</i> | 13,3 T/1000 Å ³ | | |
| <i>Ring sizes (#T-atoms)</i> | 12 6 4 | | |
| <i>Secondary building unit</i> | 6-6 atau 6-2 atau 6 atau 4-2 atau 1-4-1 atau 4 | | |
| <i>Composite building units</i> |  |  | |
| | D6R | Sodalit (SOD) | |

Sumber: *International Zeolite Association* (IZA)

2.2 Sintesis Zeolit NaY

Zeolit disintesis disesuaikan dengan kondisi zeolit alam yang terbentuk secara alami dengan mengatur suhu, tekanan maupun komposisinya. Zeolit sintesis lebih cepat pembuatannya dibandingkan zeolit alam yang membutuhkan waktu bertahun-tahun. Zeolit sintesis dibuat untuk mengatasi kelemahan zeolit alam yang kebanyakan ditemukan masih mengandung banyak pengotor logam seperti besi dan logam lainnya.

Ada berbagai metode yang digunakan dalam sintesis zeolit, namun yang banyak digunakan dan dihasilkan zeolit NaY yang murni adalah metode sol-gel. Proses sol-gel didefinisikan sebagai perubahan larutan prekursor menjadi padatan anorganik melalui reaksi polimerisasi anorganik dalam larutan pada suhu rendah (Trentler dkk, 1999), dimana pada proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinu (gel) (Fernandez, 2011). Gel yang terbentuk ini kemudian dipanaskan dengan menggunakan metode hidrotermal.

Pemanasan dengan menggunakan hidrotermal melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor dipanaskan pada temperatur yang relatif tinggi (± 100 °C) dalam sistem tertutup. Keadaan tersebut dimaksudkan agar terjadi kesetimbangan antara uap air dan larutan. Wadah yang tertutup menjadikan uap air tidak akan keluar, sehingga tidak ada bagian dari larutan yang hilang dan komposisi larutan prekursor tetap terjaga (Oye, dkk, 2001).

Kelebihan dari metode sol-gel diantaranya adalah kehomogenan yang lebih baik, kemurnian yang tinggi, suhu yang relatif rendah, tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa, kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil, dan

mengurangi pencemaran udara (Fernandez, 2011). Metode sol-gel pada sintesis zeolit terbentuk struktur gel karena polimerisasi anion aluminat dan silikat. Komposisi dan struktur gel hidrat ini ditentukan oleh ukuran dan struktur dari jenis polimerisasi. Zeolit dibentuk dalam kondisi hidrotermal, bahan utamanya adalah aluminat silikat (gel) dan berbagai logam kation. Komposisi gel, sifat fisik, dan kimia reaktan, serta jenis kation dan kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur yang diperoleh (Saputra, 2006).

Zeolit NaY telah berhasil disintesis oleh Sang, dkk. (2006) dengan metode hidrotermal menggunakan variasi suhu kristalisasi tanpa adanya templat organik dengan komposisi molar $10 \text{ Na}_2\text{O} : 1,0 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 15 \text{ SiO}_2 : 300 \text{ H}_2\text{O}$. Suhu terbaik dalam pembentukan zeolit NaY adalah pada suhu 40°C selama 24 jam dan dilanjutkan pada suhu 60°C selama 48 jam. Ukuran partikel yang didapat sebesar $<0,4 \mu\text{m}$ dengan $>85\%$ berukuran mikron dan lebih kecil dari $0,5 \mu\text{m}$. Variasi suhu yang dilakukan pada sintesis zeolit NaY diasumsikan karena pada suhu rendah sangat baik untuk pembentukan inti kristal sehingga memicu pertumbuhan kristal dengan ukuran yang lebih kecil, sedangkan pada suhu yang lebih tinggi sangat baik untuk pertumbuhan kristal. Menurut Akbar, dkk. (2011), peningkatan temperatur pada sintesis zeolit akan mempercepat pembentukan kristal dan meningkatkan ukuran kristal yang diperoleh. Temperatur berperan penting pada sintesis zeolit, karena dapat memudahkan proses pengeringan dan pembentukan kristal.

Fathizadeh dan Ordou (2011) juga berhasil mensintesis zeolit NaY dengan metode hidrotermal menggunakan seeding kristal tanpa adanya templat organik dengan memodifikasi pH pada pembentukan gelnya. Gel akan terbentuk pada pH

diatas 12,5 dan dibawah pH tersebut pembentukan gel tidak terjadi. Rata-rata ukuran kristal zeolit NaY yang dihasilkan sebesar $<1 \mu\text{m}$ dengan rasio molar Si/Al sebesar 2,43. Pada kondisi basa ($\text{pH} > 7$), reaksi hidrolisis dan proses nukleasi menjadi penentu laju, dan reaksi kondensasi menjadi dominan, sehingga molekul prekursor sedikit mengalami penggumpalan dan gel dapat terbentuk (Sinko, 2010). Sebaliknya, pada kondisi asam, proses hidrolisis dapat berlangsung, tetapi reaksi kondensasinya terbatas sehingga gel tidak dapat dihasilkan.

Sintesis zeolit NaY dengan sumber silika dari abu ampas tebu telah disintesis oleh Ali (2014) dengan menggunakan variasi suhu hidrotermal. Variasi suhu yang dilakukan adalah 60, 80, dan 100 °C selama 24 jam dengan komposisi molar 10 Na₂O : 6,2 Al₂O₃ : 15 SiO₂ : 300 H₂O. Data XRD yang dihasilkan menunjukkan pada suhu kristalisasi 80 °C terbentuk zeolit NaY dengan pengotor berupa zeolit NaP paling sedikit. Rasio molar SiO₂/Al₂O₃ dari zeolit hasil sintesis adalah 2,43. Menurut Khabuanchalad, dkk. (2008) adanya pengotor berupa zeolit NaP pada sintesis zeolit NaY yang dilakukan, disebabkan karena zeolit NaP terbentuk setelah kondisi optimal dari sintesis zeolit NaY. Adanya pengotor juga disebabkan karena prekursor silika yang digunakan berasal dari bahan alam yang masih banyak bercampur dengan logam-logam seperti besi, sehingga mempengaruhi kemurnian dari sintesis zeolit NaY yang dihasilkan.

Kiti (2012) telah mensintesis zeolit NaY dari sumber silika berupa *sodium silicate* dan sumber alumina dari Al₂O₃ menggunakan metode yang dipakai oleh Ginter dkk, (1992) yaitu *seeding gel* dan *feedstock gel* dengan komposisi molar 4.62 Na₂O : Al₂O₃ : 10 SiO₂ : 180 H₂O. Suhu kristalisasi yang digunakan adalah

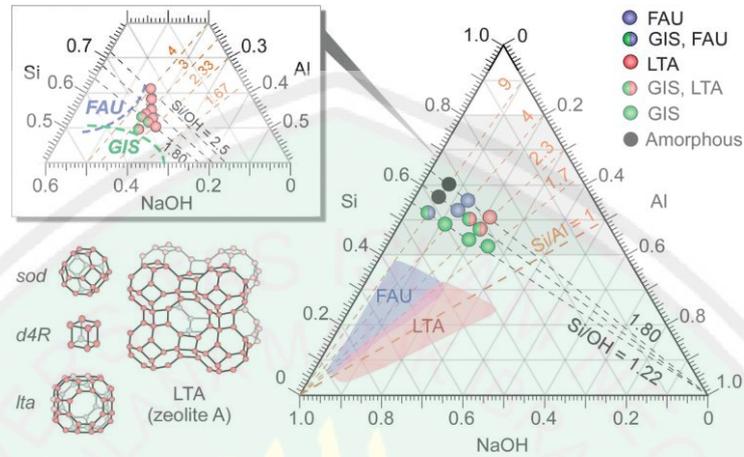
100 °C selama 7 jam. Data XRD dan FTIR yang dihasilkan menunjukkan sintesis yang dilakukan tidak didapatkan zeolit NaY yang diinginkan, karena *peak* XRD yang muncul tidak sesuai dengan *peak* XRD standar zeolit NaY dan spektra FTIR mengalami pergeseran bilangan gelombang yang lebih besar.

Zeolit NaY juga berhasil disintesis oleh Krisnandi, Anggraningrum, dan Tovina (2011) dengan metode sol gel menggunakan *seeding* pada polielektrolit yang dimodifikasi karbon kaca (*glassy carbon*). Prekursor silika yang digunakan adalah *tetraethyl orto silicate* (TEOS) dan alumina dari aluminium isopropoksida. Rasio molar Si/Al yang didapat sebesar 1,78 dan diperoleh zeolit NaY dengan struktur yang homogen dengan ukuran partikelnya ~ 660 nm.

Perubahan zeolit NaY menjadi Zeolit NaP selama pemanasan menggunakan metode hidrotermal telah teliti oleh Khabuanchalad, dkk. (2008). Variasi yang dilakukan adalah variasi waktu *aging* dan variasi waktu kristalisasi. Variasi waktu *aging* yang digunakan adalah 1, 2, dan 3 hari, sedangkan variasi waktu kristalisasi yang digunakan adalah 1, 2, 3, 4, dan 5 hari dengan suhu 100 °C. Zeolit NaY paling murni terbentuk pada waktu *aging* selama 1 hari dan waktu kristalisasi 1 hari. Diatas waktu *aging* dan waktu kristalisasi tersebut mulai terbentuk zeolit NaP. Adanya pengotor berupa zeolit NaP pada sintesis zeolit NaY yang dilakukan, disebabkan karena zeolit NaP terbentuk setelah kondisi optimal dari sintesis zeolit NaY.

Salah satu faktor yang mempengaruhi hasil sintesis zeolit adalah komposisi mol antara Si, Al, dan NaOH. Transisi zeolit metastabil menuju struktur zeolit yang stabil secara termodinamika ditunjukkan pada Gambar 2.4. Sintesis zeolit X atau zeolit Y yang masuk dalam framework faujasit, akan

berkompetisi dengan zeolit A (LTA) atau zeolit P (GIS) dengan adanya perubahan komposisi mol Si, Al, dan NaOH nya.



Gambar 2.4 Diagram terner zeolit tanpa agen pengarah struktur (Conato, dkk., 2015)

Gambar 2.4 menunjukkan bahwa perubahan rasio mol Si/Al dengan bertambahnya jumlah silika akan mengarahkan pada pembentukan framework faujasit (FAU). Demikian juga dengan bertambahnya suhu sintesis akan menghasilkan perubahan menjadi zeolit P, sodalit (SOD), cancrinit (CAN), dan yang lainnya. Bagian yang berwarna biru/merah dilakukan pada kondisi sintesis 65 °C selama 7 hari. Kondisi basa yang rendah ($\text{Si/OH} \geq 1,8$) akan terbentuk zeolit A (LTA) kaya silikon, selain itu juga teramati zeolit FAU, GIS/LTA, dan GIS/FAU. Sintesis zeolit dengan rasio mol Si/Al lebih dari 4 akan dihasilkan struktur zeolit yang amorf, yang juga menunjukkan batas atas dari fase diagram terner (Conato, dkk., 2015).

Penelitian yang akan dilakukan akan menggunakan sumber silika dari TEOS dan sumber Aluminium dari Aluminium oksida (Al_2O_3). Pemilihan prekursor dalam sintesis zeolit dengan metode sol-gel ini disesuaikan dengan

kondisi reaksi sehingga sintesis dapat berhasil dilakukan. TEOS digunakan sebagai sumber silika karena prekursor logam alkoksida pada reaksi hidrolisis dapat larut dalam air sehingga akan menghasilkan sol yang merupakan partikel koloid yang terdispersi dalam cairan. Semakin bercabang suatu gugus alkoksida atau semakin panjang rantainya akan memperlambat proses hidrolisis dari alkoksida silika (Sinko, 2010).

Penambahan NaOH dalam sintesis zeolit tidak hanya bekerja sebagai reagen, mineralizer, juga sebagai materi pendukung (metalizer), karena pada struktur zeolit terbentuk muatan negatif berlebih pada ion Al sehingga dibutuhkan kation-kation pendukung diluar rangka untuk menetralkannya. Mineralizer adalah suatu senyawa yang ditambahkan pada larutan encer untuk mempercepat proses kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan melarutnya, sehingga yang biasanya tidak dapat larut dalam air dengan menambahkan mineralizer dapat menjadi larut (Schubert dan Housing, 2000).

2.3 Rumput Bambu (*Lophatherum gracile* Brongn)

Rumput Bambu merupakan rumput menahun yang memiliki tinggi 0,5 sampai 1,2 m, bertangkai banyak dengan rimpang pendek bercabang-cabang, berakar serabut yang tumbuh menjadi umbi-umbi. Tumbuhan ini berada pada ketinggian 1500 m di atas permukaan laut ditempat yang senantiasa rindang, khususnya berada dalam hutan alam. Batang-batangnya tegak, mampat tidak berbulu. Daun-daunnya bertangkai jelas, terbangun lanset garis, berurat melintang diantaranya lidinya yang membujur, lembut, berwarna hijau tua dengan panjang 10 – 30 cm dan lebarnya 10 – 55 mm. Bunga majemuknya berupa sebuah malai

bertangkai panjang dan terdiri atas bulir-bulir yang panjangnya 1-15 cm (Kusumawati dkk, 2003).

Klasifikasi tanaman rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn) menurut Cronquist (1981):

Kingdom : Plantae (Plantae)
 Subkingdom : Tracheobionta (Tumbuhan berpembuluh)
 Super Divisi : Spermatophyta (Menghasilkan biji)
 Divisi : Magnoliophyta (Tumbuhan berbunga)
 Ordo : Poales
 Famili : Poaceae (Suku rumput-rumputan)
 Genus : *Lophatherum*
 Spesies : *Lophatherum gracile* Brongn

Tanaman rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn) bermanfaat sebagai obat penurun panas, peluruh kemih, dan antiradang. Selain itu, bermanfaat untuk mengatasi demam, mimisan, sakit tenggorokan, sariawan, gusi bengkak, infeksi saluran kemih dan air kemih berdarah (Wijayakusuma, 2008). Menurut (Jing, dkk., 2009), riset farmakologi ekstrak daun rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn) dapat digunakan sebagai antipiretik, antideuritik, antibakteri, antitumor, dan efek hiperglesimik.

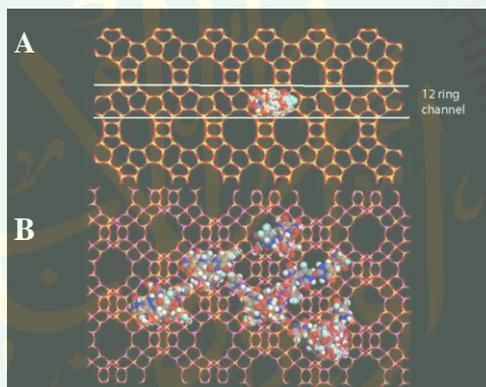
Jing dkk, (2009) melaporkan bahwa dalam ekstrak etanol daun rumput bambu terkandung 15 senyawa flavonoid, triterpenoid, salcolin B, tricin, luteolin, afzelin, tricin 7-O- β -D-glucopyranoside, swertiajaponin, isoorientin, tricin 7-O-neoneohesperidoside, vitexin, isovitexin, β -(p-methoxyphenyl)acrylic acid, β -sitosterol dan daucosterol. Sedangkan Kusumawati, dkk. (2003) melaporkan bahwa pada akar tanaman rumput bambu mengandung triterpenoid atau steroid dan pada daun mengandung flavonoid.

Hasil ekstraksi tanaman rumput bambu (*Lophatherum gracile* Brongn) pada bagian akar menunjukkan senyawa aktif yang terkandung diantaranya adalah tannin, saponin, dan triterpenoid. Pengujian aktivitas antikanker secara in vitro terhadap sel kanker payudara T47D dengan metode MMT didapatkan nilai IC_{50} pada ekstrak etanol 80% akar rumput bambu sebesar 143, 281 $\mu\text{g/ml}$ dan pada ekstrak etanol hasil hidrolisis sebesar 428,580 $\mu\text{g/ml}$ (A'ilah, 2015). Semakin kecil nilai IC_{50} suatu senyawa yang berpotensi sebagai antikanker, maka semakin efektif senyawa tersebut dalam menghambat pertumbuhan sel sampai 50% dari populasi selnya. Oleh sebab itu, nilai IC_{50} ekstrak etanol 80% akar rumput bambu yang lebih kecil dari pada ekstrak etanol hasil hidrolisis berpotensi sebagai obat antikanker yang selanjutnya dilakukan pengembanan dengan zeolit NaY.

2.4 Pengembanan Senyawa Antikanker pada Zeolit

Zeolit dapat digunakan sebagai sistem pembawa obat (*Drug Delivery System (DDS)*) dan agen pengontrol pelepasan obat. Hal ini dipengaruhi oleh sifat zeolit yang memiliki struktur dan komposisi pori yang teratur dengan rongga dan pori. Sifat zeolit pada dasarnya ditentukan oleh karakteristik unik strukturnya, seperti ukuran pori, ruang kosong yang dapat diakses, sistem saluran, situs aktif dan jenis kation tambahan (Cundy dan Cox, 2003). Adanya pori, saluran dan rongga, menyebabkan zeolit dapat digunakan sebagai pengemban/matriks molekul obat. Molekul obat yang terdapat di dalam pori, berdifusi keluar dari sistem saluran dengan perlahan, sehingga dapat mengontrol laju pelepasan obat. Pelepasan obat yang terkontrol dapat meningkatkan efisiensi obat dan mengurangi efek samping. Simulasi difusi 5-fluorouracil (5-FU) dalam zeolit BEA dan NaX ditunjukkan pada Gambar 2.5.

Molekul obat yang berdifusi ke dalam maupun ke luar dari zeolit NaX lebih mudah dibandingkan dengan zeolit BEA, sehingga obat yang dapat dibawa oleh zeolit NaX lebih banyak. Hal ini disebabkan karena situs aktif berupa ion Na^+ dalam zeolit NaX lebih banyak dibandingkan dengan zeolit BEA yang menyebabkan obat 5-FU yang diimbangkan lebih banyak pada zeolit NaX. Selain itu, zeolit NaX bersifat hidrofilik sehingga obat antikanker 5-FU yang dilepaskan lebih cepat dibandingkan dengan zeolit BEA yang bersifat hidrofobik (Spanakis dkk, 2013).



Gambar 2.5 Simulasi difusi 5-FU dalam zeolit a)BEA b)NaX (Spanakis dkk., 2013)

Beberapa penelitian telah dilaporkan tentang penggunaan zeolit sebagai pengemban senyawa antikanker, diantaranya zeolit NaY dan NaA digunakan untuk enkapsulasi obat antikanker *α -cyano-4-hydroxycinnamic acid* (CHC). Pengaruh enkapsulasi CHC dalam zeolit NaY pada sel kanker HTC-15 menunjukkan penurunan kemampuan hidup sel dari 74% menjadi 58% (Amorim dkk, 2012). Zeolit NaY lebih efektif mengemban obat CHC dibandingkan dengan

zeolit NaA karena strukturnya lebih terbuka sehingga obat dapat berdifusi dengan bebas menuju sel kanker yang dituju.

Penelitian lain menunjukkan bahwa obat antikanker *α-cyano-4-hydroxycinnamic acid* (CHC) dapat diimbangkan dalam zeolit NaY tanpa adanya perubahan struktur atau hilangnya kristalinitas kerangka zeolit, sedangkan obat antikanker sendiri dapat dipertahankan integritas molekulnya. Molekul obat yang diimbangkan pada zeolit NaY menyebabkan penghambatan sel hingga 110 kali lipat jika dibandingkan dengan obat yang tidak diimbangkan dengan zeolit (Vilaca dkk, 2011). Obat antikanker CHC yang diimbangkan pada zeolit NaY juga dapat menghambat kemampuan hidup sel sampai 585 kali lebih besar dibandingkan obat antikanker yang tidak diimbangkan pada zeolit (Amorim dkk, 2012). Hasil ini menunjukkan potensi zeolit untuk pembawa obat antikanker.

Pengembangan senyawa antikanker dari ekstrak etanol akar rumput bambu pada zeolit merupakan salah satu usaha manusia sebagai makhluk Allah yang dilengkapi akal dan pikiran untuk memaksimalkan fungsinya sebagai obat antikanker. Hal ini merupakan cara kita untuk memahami bahwa semua ciptaan Allah yang ada di dunia ini tidaklah sia-sia dan bermanfaat bagi kehidupan manusia. Firman Allah yang menjelaskan hal tersebut tertuang dalam Q.S Yunus ayat 101:

قُلْ أَنْظَرُوا مَاذَا فِي السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَمَا تُغْنِي الْآيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَا يُؤْمِنُونَ ﴿١٠١﴾

Artinya: “Katakanlah:”Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. Tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan Rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman”.

Maksud ayat tersebut menurut tafsir An-Nuur adalah bahwa jika kita melihat semua ciptaan Allah yang ada di langit dan di bumi dengan penuh perhatian, tentu kita akan meyakini bahwa Allah menciptakan alam semesta dengan bentuk dan rupa yang sangat indah, dan tidak akan membiarkan ciptaan-Nya sebagai barang yang sia-sia. Ayat-ayat Al-Qur'an dan ayat-ayat (fenomena) alam yang menjadi peringatan ini tidak akan memberi manfaat pada kaum yang tidak beriman, karena mereka tidak pernah mengarahkan penyelidikannya dan pandangannya pada ayat-ayat Allah yang menunjukkan keesaan dan kodrat-Nya. Semua itu akan mendorong untuk membenarkan Rasul, beriman kepada Al-Qur'an, dan wahyu Allah.

Salah satu ciptaan Allah di bumi yang memiliki manfaat dalam kemaslahatan manusia adalah tanaman rumput bambu (*Lophaterum gracile* Brongn). Tanaman ini khususnya pada bagian akar memiliki senyawa metabolit sekunder yang berpotensi sebagai antikanker yaitu berupa triterpenoid. Peningkatan efektifitasnya sebagai antikanker dilakukan dengan diimbangkan paada material tak hidup berupa zeolit. Zeolit sendiri merupakan material tak hidup yang memiliki manfaat baik dalam industri maupun dalam medis yang saat ini sudah banyak diteliti tentang sifat dan manfaatnya. Pengembangan yang dilakukan merupakan salah satu bentuk berfikir terhadap ciptaan Allah dengan meningkatkan pemanfaatan bahan alam yang digunakan dalam dunia medis sebagai obat antikanker.

Segala sesuatu ciptaan Allah yang ada di langit dan di bumi pasti memiliki manfaat dan tidaklah sia-sia juga dijelaskan dalam ayat lain surat Al-Anbiya ayat 16,

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لِعِبَادِنَا

Artinya: “Dan tidaklah Kami ciptakan langit dan bumi dan segala yang ada diantara keduanya dengan bermain-main”.

Maksud dari ayat tersebut sebagaimana tafsir Al-Mishbah bahwa penciptaan langit dan bumi dan segala sesuatu yang ada diantara keduanya dengan tata aturan yang demikian rapi, indah dan harmonis dengan tidak dengan bermain-main yakni tanpa arah dan tujuan yang benar, tetapi itu semua diciptakan untuk membuktikan keesaan dan kekuasaan Allah serta untuk kepentingan makhluk-makhluk Allah.

2.5 Karakterisasi Zeolit Y

2.5.1 Analisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

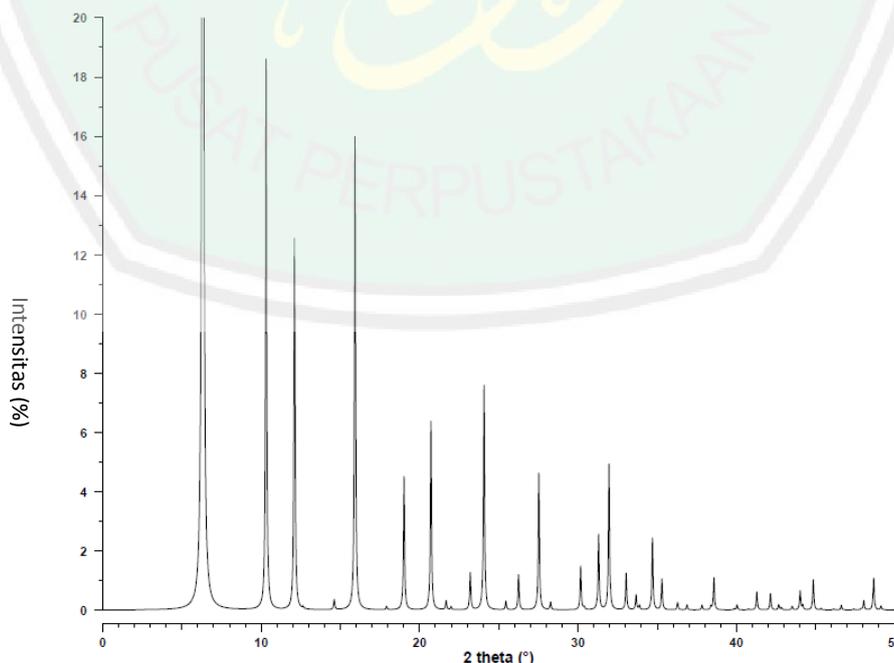
Analisis difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X dengan pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh unit-unit padatan kristalin, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan (Indrawati, 2009). XRD digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal seperti struktur kristal, orientasi dari sel satuan, posisi atom dalam sel satuan, ukuran kristalinitas dan ketidaksempurnaan kisi (Ginting, dkk, 2005).

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi yang menyebabkan elektron pada kulit atom logam yang paling dalam terpental membentuk kekosongan. Elektron dengan energi yang lebih tinggi masuk ke dalam tempat kosong dengan memancarkan energi sebagai foton sinar-X (Moore dan Reynolds, 2009). Radiasi

elektromagnetik sinar-X berada pada panjang gelombang 0,5-2,5 Å dengan energi sebesar $+10^7$ eV.

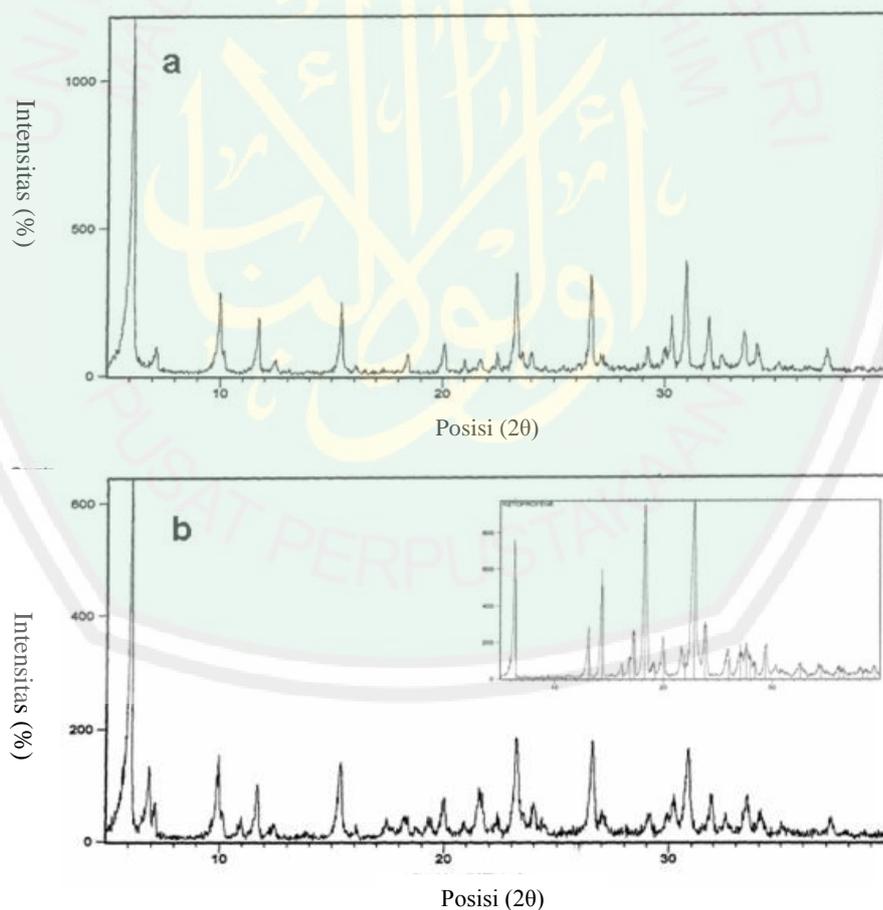
Prinsip kerja difraksi sinar-X adalah apabila berkas sinar-X diarahkan pada material kristalin, maka atom-atom di dalam Kristal akan menyerap energi dan kemudian akan menghamburkan sinar-X kembali ke segala arah. Berkas sinar-X yang dihamburkan oleh atom jika sefasa maka akan saling menguatkan, akan tetapi jika tidak sefasa maka akan saling meniadakan.

Analisis kualitatif jenis mineral zeolit dilakukan dengan membandingkan difaktogram standard dari JCPDS (*Joint Commite on Powder Diffraction Standard*) dalam bentuk *Powder Diffraction File*. Setiap senyawa dengan struktur kristal yang sama akan menghasilkan difaktogram yang identik, oleh karena itu, pola difraksi dapat digunakan sebagai sidik jari suatu senyawa (Nelson, 2003). Hasil difraktogram zeolit Y standar dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Pola difraktogram zeolit Y (Treacy dan Higgins, 2001)

Menurut Treacy dan Higgins (2001), *peak* Zeolit NaY pertama akan muncul pada $2\theta = 6 - 10^\circ$. Jika *peak* pertama yang muncul selain pada nilai 2θ tersebut, maka sintesis zeolit yang dilakukan tidak berhasil. Sintesis zeolit NaY yang dilakukan biasanya akan kompetitif dengan zeolit NaP yang muncul pada $2\theta = 10^\circ$. Zeolit NaP dalam sintesis zeolit NaY merupakan suatu pengotor yang menjadikan zeolit NaY menjadi tidak murni. Persentase kemurnian dari zeolit hasil sintesis dapat diketahui dengan menggunakan *software* seperti Match! Yang dapat mengetahui seberapa besar kemurnian dari zeolit hasil sintesis.



Gambar 2.7 (a) Difraktogram zeolit X (b) Difraktogram ketoprofen/zeolit X (Rimoli dkk, 2007)

Menurut (Rimoli dkk, 2007) zeolit X dan zeolit AX yang diimbangkan dengan obat antikanker berupa ketoprofen tidak mengubah difraktogram zeolit yang dihasilkan, akan tetapi menurunkan kristalinitas dari zeolit akibat adanya senyawa baru yang masuk berupa obat antikanker itu sendiri. Ketoprofen yang diimbangkan pada zeolit muncul pada $2\theta = 15 - 25^\circ$ yang menandakan pengembunan yang dilakukan berhasil. Hal ini dikuatkan oleh Amorim dkk, (2012) bahwa obat antikanker CHC yang diimbangkan pada zeolit NaY tidak mengubah karakteristik *peak* dari zeolit NaY, yang mengindikasikan bahwa *framework* zeolit tidak mengalami perubahan struktur. Difraktogram dari zeolit X sebelum dan sesudah diimbangkan dengan ketoprofen dapat dilihat pada Gambar 2.7, dan difraktogram ketoprofen dapat dilihat pada Gambar 2.7 b kecil.

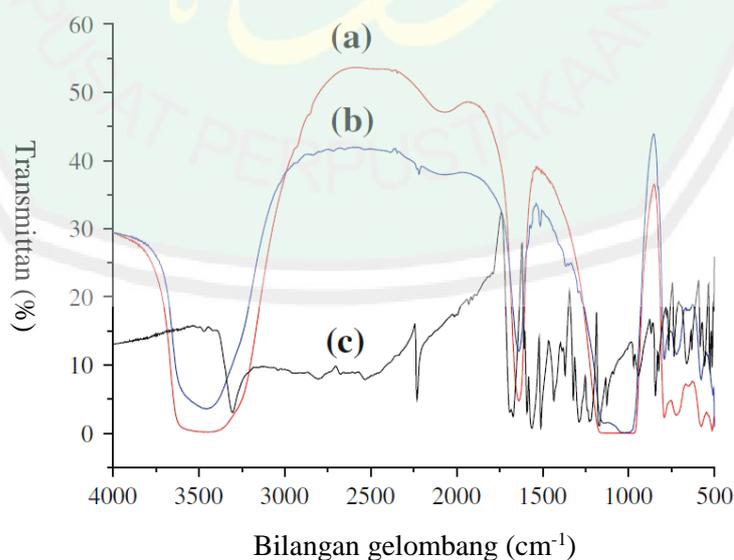
2.5.2 Analisis Menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Fourier Transform Infrared merupakan variasi instrumental dari spektroskopi Inframerah (IR). Spektroskopi inframerah merupakan metode analisis yang digunakan untuk identifikasi jenis senyawa berdasarkan spektra absorpsi sinar inframerahnya. Analisis ini dapat mengetahui gugus fungsi dari senyawa dan dapat memberikan informasi pendukung dalam penentuan struktur molekul suatu senyawa. Metode ini didasarkan pada molekul dengan gugus fungsi tertentu dan memiliki frekuensi spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi dari atom gugus fungsi tersebut (Sibilia, 1996).

Karakterisasi zeolit dengan FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam zeolit. Zeolit secara umum mempunyai daerah serapan yang karakteristik disekitar bilangan gelombang $1200 - 300 \text{ cm}^{-1}$. Daerah sekitar $1.150-1050 \text{ cm}^{-1}$ merupakan uluran asimetri eksternal SiO_4 (atau AlO_4), $820-750$

cm^{-1} merupakan uluran simetri eksternal SiO_4 , dan $650\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi cincin ganda (Mozgawa, dkk., 2011). Ketiga daerah bilangan gelombang tersebut merupakan puncak tidak sensitif terhadap perubahan struktur (Goncalves, dkk., 2008). Jalinan internal pada zeolit muncul pada daerah serapan sekitar $1250\text{--}950\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri dari Si-O dan Al-O dari kerangka alumino silikat. Vibrasi ulur simetri Si-O dan Al-O muncul pada daerah serapan sekitar $720\text{--}650\text{ cm}^{-1}$, dan tekukan Si-O dan Al-O pada $500\text{--}420\text{ cm}^{-1}$ (Mozgawa, dkk., 2011).

Pengembangan senyawa antikanker pada zeolit NaY bertujuan untuk mengetahui pengaruh senyawa antikanker terhadap perubahan gugus fungsi yang terjadi pada zeolit NaY yang diembankan. Penelitian sebelumnya menyebutkan bahwa pengembangan obat antikanker CHC dalam Zeolit NaY tidak mengubah gugus fungsi dan struktur dari zeolit. Spektra FTIR dari zeolit NaY, CHC, dan CHC/zeolit NaY dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Spektra FTIR dari sampel: (a) Zeolit NaY, (b) CHC-Zeolit NaY dan (c) CHC (Vilaca, dkk. 2011)

Spektra yang muncul pada 3308 (νOH), 2224 (νCN), 1669 ($\nu\text{C=O}$) dan 1567–1295 cm^{-1} ($\nu\text{ C-C}$ dan C-H) merupakan spektra dari dari senyawa antikanker. Munculnya puncak di daerah sekitar 2300 – 2000 cm^{-1} dan 1600 – 1200 cm^{-1} yang merupakan puncak CHC pada spektra CHC-Zeolit NaY, menunjukkan bahwa zeolit NaY tidak menyerap obat antikanker dan berada pada zeolit NaY. Hal ini menunjukkan bahwa *framework* zeolit tidak mengganggu absorpsi IR dari obat antikanker tersebut. Data FTIR yang didapat juga dapat menunjukkan bahwa zeolit dapat mempertahankan struktur molekul dari obat (Vilaca dkk, 2011).

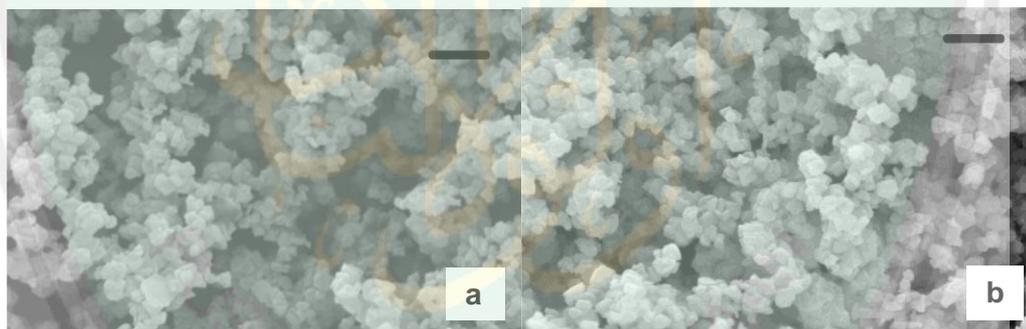
2.5.3 Analisis Menggunakan *Scanning Elektron Microscopy* (SEM)

SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Syarat agar SEM dapat menghasilkan gambar yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang memiliki sifat demikian adalah logam. Jika permukaan logam diamati di bawah SEM maka profil permukaan akan tampak dengan jelas. Agar profil permukaan bukan logam bisa diamati dengan jelas maka permukaan material tersebut harus dilapisi dengan logam (Abdullah dan Khairurrijal, 2009).

Karakterisasi zeolit dengan SEM bertujuan untuk mengetahui bentuk permukaan, keseragaman partikel dan ukuran dari zeolit. SEM juga digunakan sebagai data pendukung dari karakterisasi menggunakan XRD yang dilakukan untuk mengetahui kristalinitas zeolit. Bentuk kristalin zeolit dari hasil SEM akan

menghasilkan gambar yang jelas dan tajam, sedangkan bentuk zeolit yang amorf akan menghasilkan gambar SEM yang tidak jelas (Rahman, dkk, 2009).

Obat antikanker berupa CHC (*α -cyano-4-hydroxycinnamic acid*) yang diimbangkan pada zeolit NaY menunjukkan bahwa foto hasil SEM dari zeolit NaY tidak ada perubahan pada struktur dan morfologi zeolit NaY karena morfologi yang dihasilkan sama sebelum dan sesudah diimbangkan (Amorim dkk, 2012). Obat antikanker yang diimbangkan pada zeolit berada pada permukaan dari zeolit dan tidak mengubah morfologi dari zeolit yang diimbangkan (Rimoli dkk, 2007). Foto SEM zeolit NaY sebelum dan sesudah diimbangkan dengan obat antikanker CHC dapat dilihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Hasil SEM dari: (a) Zeolit NaX dan (b) Ketoprofen/Zeolit NaX (Rimoli, dkk, 2007)

Hasil SEM zeolit NaY dan CHC-Zeolit NaY menunjukkan kristal zeolit memiliki ukuran partikel yang kecil. Rata-rata diameter partikel zeolit sebelum dan sesudah diimbangkan memiliki ukuran yang tetap yaitu 0,4-1,0 μm (Amorim, dkk., 2012). Pori zeolit pada Gambar 2.9 (a) akan tertutupi oleh obat antikanker CHC, dibuktikan dengan semakin tidak terlihat celah antar partikel zeolit.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret – Juli 2016 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang dan Laboratorium Sentral Material Maju Universitas Negeri Malang (UM).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, seperangkat alat gelas, *magnetic stirrer* (pengaduk magnet), *hot plate*, oven, botol akuades, pH universal, botol *polypropylene* plastik, *X-Ray Diffraction* (Merk Panalytical Type: E'xpert Pro), *Scanning Electron Microscopy* (Merk FEI, Type: Inspect S 50), dan *Fourier Transform Infrared* (Varian type FT 1000).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah akuabides, Natrium hidroksida (NaOH, 98 % Merck), Aluminium oksida (Al_2O_3 , 99 %, Merck), Tetraetilortosilikat (TEOS, 99%, Merck), etanol 80 %, senyawa antikanker ekstrak etanol akar rumput bambu

3.3 Rancangan Penelitian

Sintesis zeolit NaY dilakukan dengan komposisi molar: $10 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 15 \text{ SiO}_2 : 300 \text{ H}_2\text{O}$ dengan variasi molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2$ dan 3. Reaktan dicampurkan dan diaduk selama 45 menit, kemudian dieramkan pada suhu 40°C

selama 24 jam, dan dilanjutkan kristalisasi pada suhu 80 °C selama 48 jam. Padatan yang terbentuk dikeringkan suhu 120 °C selama 3 jam. Sebanyak 2 gram zeolit NaY hasil sintesis diembankan dengan 200 mg senyawa antikanker hasil ekstrak etanol akar rumput bambu dalam 60 mL etanol 80 % dan diaduk selama 48 jam. Padatan antikanker-zeolit yang terbentuk dikeringkan suhu 80 °C selama 5 jam. Zeolit NaY hasil sintesis dan hasil pengembanan dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM pada hasil terbaik.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

1. Sintesis zeolit NaY dengan variasi molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 dan 3
2. Karakterisasi zeolit NaY menggunakan:
 - a. *X-Ray Diffraction (XRD)*
 - b. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*
 - c. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*
3. Pengembanan senyawa antikanker pada zeolit NaY
4. Karakterisasi senyawa antikanker-zeolit menggunakan:
 - a. *X-Ray Diffraction (XRD)*
 - b. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*
 - c. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*
5. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis Zeolit NaY

Sintesis zeolit yang dilakukan sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Sang dkk, (2005) dengan beberapa modifikasi menggunakan komposisi gel:

10 Na₂O : x Al₂O₃ :15 SiO₂ : 300 H₂O. Prekursor awal disiapkan dengan membuat larutan natrium aluminat dengan mencampurkan bahan berupa akuades, NaOH dan Al₂O₃ sesuai dengan komposisi variasi rasio molar SiO₂/Al₂O₃ yang dapat dilihat pada Tabel 3.1. Selanjutnya ditambah TEOS sedikit demi sedikit pada larutan natrium aluminat yang terbentuk sesuai volume yang dibutuhkan pada masing-masing rasio molar SiO₂/Al₂O₃ yang digunakan.

Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis zeolit NaY dengan rasio molar SiO₂/Al₂O₃

| Rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ | NaOH (gr) | TEOS (mL) | Al ₂ O ₃ (gr) | H ₂ O (mL) |
|--|-----------|-----------|-------------------------------------|-----------------------|
| 2 | 8,081 | 33,8 | 7,724 | 53,6 |
| 3 | 8,081 | 33,8 | 5,150 | 53,6 |

Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai campuran menjadi homogen. Selanjutnya campuran dipindahkan ke dalam botol *polypropylene* plastik tertutup dan dieramkan dalam oven pada suhu 40 °C selama 24 jam kemudian dilanjutkan kristalisasi pada suhu 80 °C selama 48 jam. Kristal zeolit yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat 7 – 8, kemudian padatan zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 5 jam. Selanjutnya produk sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan FTIR.

3.5.2 Pengembangan Senyawa Antikanker pada Zeolit NaY

Pengembangan senyawa antikanker pada zeolit NaY dilakukan dengan metode impregnasi yang mengacu pada penelitian Vilaca, dkk., (2013). Zeolit NaY sebelum digunakan, dikeringkan terlebih dahulu pada suhu 120 °C selama 3 jam. Selanjutnya, 2 gram zeolit NaY dengan variasi rasio molar SiO₂/Al₂O₃

masing-masing dicampurkan dengan 60 mL etanol yang mengandung 200 mg senyawa antikanker (hasil ekstrak etanol akar rumput bambu). Campuran selanjutnya di aduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu kamar selama 48 jam. Selanjutnya padatan dipisahkan dari filtratnya dengan disaring. Padatan berupa antikanker-zeolit dikeringkan pada suhu 80 °C selama 5 jam. Produk yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, dan FTIR.

3.5.3 Karakterisasi Zeolit NaY dan Antikanker-Zeolit NaY

3.5.3.1 Analisis Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada sampel zeolit NaY hasil sintesis dan senyawa antikanker-zeolit. Sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk halus kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α pada $\lambda = 1,541 \text{ \AA}$ dengan sudut 2θ sebesar $2 - 50^\circ$, kecepatan scan 0,02 %/detik, voltase 40 kV, dan arus 30 mA.

3.5.3.2 Analisis Gugus Fungsi dengan Fourier Transform Infrared (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan pada zeolit NaY hasil sintesis dan senyawa antikanker-zeolit. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan mortal batu *agate* dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk *pellet*. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisa menggunakan instrumen FTIR.

3.5.3.3 Analisis dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi dengan SEM dilakukan pada sampel zeolit NaY hasil sintesis terbaik dan senyawa antikanker-zeolit NaY terbaik dengan menempatkan

sebanyak 50 mg sampel ditempatkan pada sampel *holder*. Sampel holder selanjutnya ditempatkan pada instrumen SEM dan dilakukan pengamatan mikrografnya mulai perbesaran 5.000 – 50.000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.6 Analisis Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah difraktogram menggunakan XRD, mikrograf menggunakan SEM, dan spektra bilangan gelombang dengan menggunakan FTIR. Data dianalisis dengan cara membandingkan difraktogram dan spektra bilangan gelombang zeolit NaY hasil sintesis dengan zeolit NaY standar. Selanjutnya dilakukan pengembanan senyawa antikanker ekstrak etanol akar rumput bambu pada zeolit NaY hasil sintesis, dan dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan XRD dan FTIR. Karakterisasi dengan SEM dilakukan pada hasil sintesis zeolit NaY dan antikanker-zeolit terbaik. Hasil data karakterisasi yang dihasilkan dari antikanker/zeolit, selanjutnya dibandingkan dengan hasil data karakterisasi sintesis zeolit NaY.

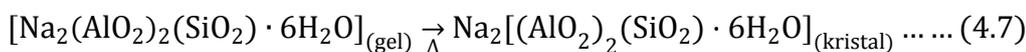
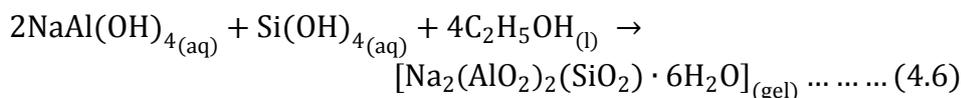
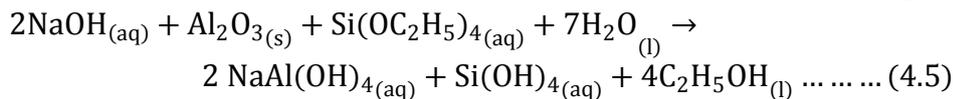
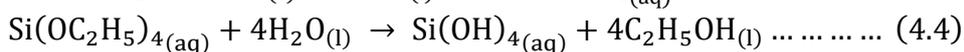
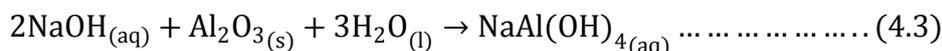
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Zeolit NaY

Zeolit NaY pada penelitian ini dilakukan dengan metode sol-gel hidrotermal yang mengacu pada penelitian Sang, dkk. (2006) dengan beberapa modifikasi. Komposisi molar zeolit NaY sebesar $10 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 15 \text{ SiO}_2 : 300 \text{ H}_2\text{O}$ dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 dan 3. Sumber silika yang digunakan adalah *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS) dan sumber alumina yang digunakan adalah Aluminium oksida (Al_2O_3).

Sintesis zeolit NaY dengan metode sol-gel pada penelitian ini diawali dengan reaksi hidrolisis yang akan membentuk suatu sol (koloid padatan yang tersuspensi dalam larutan). Reaksi hidrolisis dilakukan dengan mencampurkan larutan NaOH, Al_2O_3 dan TEOS sehingga warna larutannya menjadi putih dan kekentalannya bertambah, yang menandakan bahwa sol sudah terbentuk pada tahap ini. Reaksi total yang terjadi pada saat sintesis adalah (Zhely dan Widiatuti, 2012):

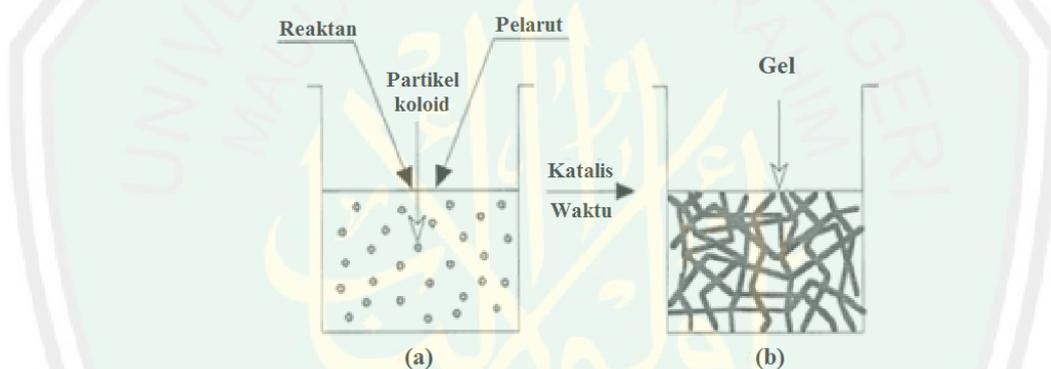


Spesi Si(OH)_4 dan anion Al(OH)_4^- yang terbentuk pada Persamaan 4.5 merupakan spesi pembentuk zeolit yang terjadi pada pH basa (Hamdan, 1992 dan Aryanto, 2001). Terbentuknya spesi ini merupakan tanda bahwa sol sudah mulai terbentuk. Anion Al(OH)_4^- akan terbentuk pada $\text{pH} > 6$, sedangkan Si(OH)_4 terbentuk pada $\text{pH} > 9$. Pada pH asam, kation alumunium oktahedral $[\text{Al(H}_2\text{O)}_6]^{3+}$ merupakan spesi dominan yang terbentuk dan tidak berkaitan dengan pembentukan polimer silika alumina, sehingga menghambat laju pembentukan zeolit. Sintesis yang dilakukan pada pencampuran bahan dilakukan pada pH 14, sehingga diharapkan reaksi pembentukan zeolit dapat berjalan secara optimum.

Penambahan NaOH berfungsi sebagai kondisi basa pada saat sintesis zeolit NaY, dan juga untuk membentuk garam natrium alumina yang mudah larut sehingga dapat dikonversi menjadi zeolit. Kation Na^+ dari NaOH digunakan untuk menstabilkan muatan ion Al^{3+} dalam kerangka zeolit, selain itu juga dibutuhkan untuk sintesis zeolit dalam kondisi hidrotermal.

Setelah terjadi reaksi hidrolisis dilanjutkan dengan reaksi kondensasi yang akan terjadi transisi dari sol menjadi gel yang ditunjukkan dalam Persamaan 4.6. Proses kondensasi ini terjadi pada saat proses pemeraman yang dilakukan pada suhu $40\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam. Pemeraman yang dilakukan bertujuan untuk proses pembentukan inti dari zeolit, sehingga memegang peranan penting dalam proses sintesis zeolit. Pada tahap ini gel akan mengalami perubahan menjadi lebih kaku dan kuat yang selanjutnya dikristalisasi untuk membentuk kristal zeolit. Pada proses pemeraman diperoleh hasil berupa gel berwarna putih.

Perubahan sol menjadi gel akan tercapai ketika terbentuknya polimer yang terus menerus, sehingga kekentalan cairan menjadi lebih tinggi. Hal ini berkaitan dengan gaya antar molekul. Semakin kuat gaya antar molekul, maka kekentalan zat akan semakin meningkat (Effendy, 2008). Natrium aluminium hidroksida dan silikon hidroksida yang terbentuk pada reaksi hidrolisis, akan mengalami kondensasi yang membentuk suatu polimer-polimer. Polimer tersebut akan membentuk ikatan M–O–M dimana M adalah atom Si atau Al. Proses perubahan sol menjadi gel diilustrasikan pada Gambar 4.1 berikut (Pierre dan Pajonk, 2002):



Gambar 4.1 Proses perubahan sol menjadi gel (a) Sol (b) Gel

Kristalisasi zeolit NaY pada penelitian ini dilakukan dengan proses hidrotermal. Proses hidrotermal bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal zeolit (Warsito, dkk., 2008). Kristalisasi dilakukan pada suhu 80 °C selama 48 jam. Penelitian sebelumnya yang mensintesis zeolit NaY dengan variasi suhu kristalisasi 60, 80, dan 100 °C dan didapatkan suhu kristalisasi terbaik pada 80 °C dengan kristalinitas dan kemurnian yang paling tinggi (Tyas, 2016). Pada tahap pembentukan kristal, fase gel akan mengalami perubahan struktur menjadi lebih teratur (kristal) akibat adanya pemanasan yang ditunjukkan dalam Persamaan 4.7.

Adanya pemanasan yang dilakukan ini akan mengubah gel yang terbentuk menjadi struktur kristal yang lebih kuat dengan kekentalan cairan yang berkurang. Perubahan bentuk yang terjadi ini akibat adanya kenaikan temperatur yang akan memperbesar jarak antara molekul-molekul sehingga kekuatan gaya antar molekul berkurang dan kekentalan cairan juga berkurang (Effendy, 2008). Kristal yang terbentuk merupakan ikatan antara atom Si – O – Al dengan atom O sebagai penghubungnya.

Padatan yang terbentuk pada proses kristalisasi berwarna putih, yang merupakan kristal zeolit NaY hasil sintesis. Kristal zeolit dipisahkan dari filtratnya dan dicuci hingga pH netral untuk menghilangkan material yang tidak menjadi bagian dari pembentukan zeolit. Pengeringan dilakukan pada suhu 120 °C yang bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori zeolit.

4.2 Pengembanan Senyawa Antikanker pada Zeolit

Pengembanan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol akar rumput bambu pada zeolit NaY hasil sintesis dilakukan dengan metode impregnasi. Metode impregnasi merupakan metode penempelan suatu bahan pada material yang memiliki pori dan luas permukaan yang besar dalam suatu pelarut. Impregnasi yang dilakukan pada penelitian ini termasuk dalam impregnasi basah dengan volume pelarut lebih besar dari volume pori pengembannya.

Sebelum dilakukan impregnasi, zeolit NaY hasil sintesis dikeringkan untuk menghilangkan air yang terdapat pada pori zeolit. Adanya air dalam pori zeolit akan mengganggu proses penempelan senyawa antikanker pada zeolit. Zeolit NaY yang bebas air diimpregnasi dengan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol

akar rumput bambu dalam pelarut etanol 80 % dan dilakukan pengadukan untuk memaksimalkan interaksi antara zeolit dengan senyawa antikanker. Pelarut etanol digunakan karena adanya kesesuaian sifat kepolaran dengan ekstrak senyawa antikankernya.

Hasil pengembanan dapat dilihat secara fisik dari perubahan warna zeolit yang terjadi. Zeolit yang diimpregnasi dengan senyawa antikanker akan berubah warna dari warna putih menjadi warna coklat mengikuti warna ekstrak antikankernya yang dapat dilihat pada Lampiran 6. Padatan antikanker-zeolit yang terbentuk dipisahkan dari pelarutnya dengan disaring. Padatan yang didapat dikeringkan untuk menghilangkan sisa-sisa pelarut etanol yang masih ada pada antikanker-zeolit.

Filtrat hasil penyaringan yang diperoleh masih berwarna coklat, sehingga tidak semua ekstrak etanol akar rumput bambu dapat terembankan pada zeolit. Hal ini mengindikasikan bahwa dengan menggunakan metode impregnasi basah, efisiensi pengembanannya kecil. Adanya sisa ekstrak etanol akar rumput bambu pada filtrat hasil pengembanan ini dapat mengurangi perbandingan massa ekstrak senyawa dan zeolit NaY yang digunakan.

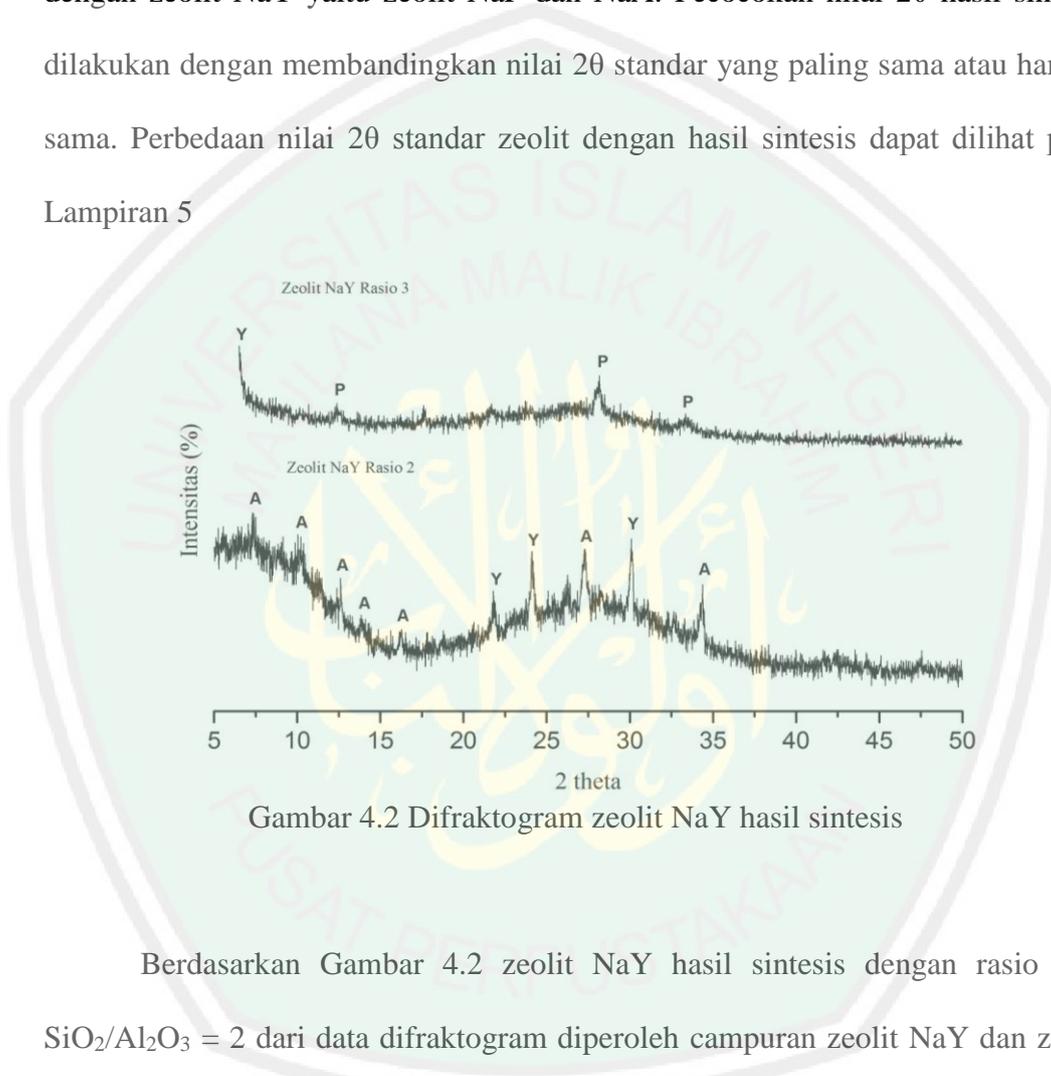
4.3 Karakterisasi Zeolit NaY dan Antikanker-Zeolit

4.3.1 Analisis menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

4.3.1.1 Hasil Sintesis Zeolit NaY

Kemurnian zeolit NaY hasil sintesis dapat diketahui dengan membandingkan nilai sudut 2θ dan intensitasnya dengan zeolit NaY standar dari *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites* (Lampiran 6). Difraktogram zeolit NaY hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.2. Pencocokan

puncak peak difraktogram zeolit NaY dengan standar zeolit secara kualitatif dilakukan dengan mencari kemungkinan zeolit yang memiliki framework yang sama dengan zeolit NaY yaitu zeolit NaX atau dengan zeolit yang kompetitor dengan zeolit NaY yaitu zeolit NaP dan NaA. Pecocokan nilai 2θ hasil sintesis dilakukan dengan membandingkan nilai 2θ standar yang paling sama atau hampir sama. Perbedaan nilai 2θ standar zeolit dengan hasil sintesis dapat dilihat pada Lampiran 5



Gambar 4.2 Difraktogram zeolit NaY hasil sintesis

Berdasarkan Gambar 4.2 zeolit NaY hasil sintesis dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2$ dari data difraktogram diperoleh campuran zeolit NaY dan zeolit NaA. Zeolit NaY hanya muncul pada $2\theta = 21,87^\circ$, $24,11^\circ$, dan $30,12^\circ$, sedangkan pada rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3$ hanya muncul pada $2\theta = 5,87^\circ$. Zeolit NaP dan NaA merupakan zeolit kompetitor saat dilakukan sintesis zeolit NaY. Adanya zeolit NaP ini disebabkan karena zeolit NaP lebih stabil secara termodinamika dibandingkan dengan zeolit NaY.

Faktor yang penyebabnya munculnya zeolit NaP pada sintesis zeolit NaY pada penelitian ini dapat disebabkan karena lamanya waktu kristalisasi yang digunakan. Menurut penelitian Khanbuanchalad, dkk., (2008) menyatakan bahwa sintesis zeolit NaY dengan variasi waktu pemeraman 1-3 hari dan waktu kristalisasi 1-5 hari dengan suhu kristalisasi 100 °C, dihasilkan zeolit NaY murni pada waktu pemeraman 1 hari dan waktu kristalisasi 1 hari. Perubahan zeolit NaY menjadi zeolit NaP mulai terbentuk pada waktu kristalisasi dan waktu pemeraman 2 hari. Jumlah zeolit NaP semakin bertambah dengan bertambahnya waktu kristalisasi, sehingga merupakan pengaruh yang signifikan terhadap perubahan zeolit NaY menjadi NaP.

Terbentuknya zeolit NaP juga disebabkan karena pengaruh suhu pada proses kristalisasi. Suhu merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi pertumbuhan kristal. Semakin tinggi suhu kristalisasi pada proses sintesis zeolit NaY, maka zeolit NaP semakin mudah terbentuk. Penelitian Nouri, dkk., (2012) menyatakan bahwa pertumbuhan kristal zeolit NaY pada suhu yang berbeda yaitu 80, 90, 100, dan 110 °C selama 8 jam menghasilkan spektra XRD dengan kristalisasi yang meningkat dengan meningkatnya suhu kristalisasi, akan tetapi juga semakin terbentuk zeolit NaP. Zeolit NaY murni diperoleh pada suhu kristalisasi 100 °C, dan campuran zeolit NaY dan NaP terbentuk pada suhu 110°C.

Pengaruh waktu pemeraman dan waktu kristalisasi pada sintesis zeolit NaY juga dilaporkan oleh Rosman, dkk., (2013), dengan variasi waktu pemeraman 8, 12, 24 jam dan waktu kristalisasi 8 dan 12 jam pada suhu 100 °C. pada waktu pemeraman 24 jam dengan waktu kristalisasi 8 jam diperoleh campuran zeolit NaY dan NaA, sedangkan pada pada waktu kristalisasi 12 jam

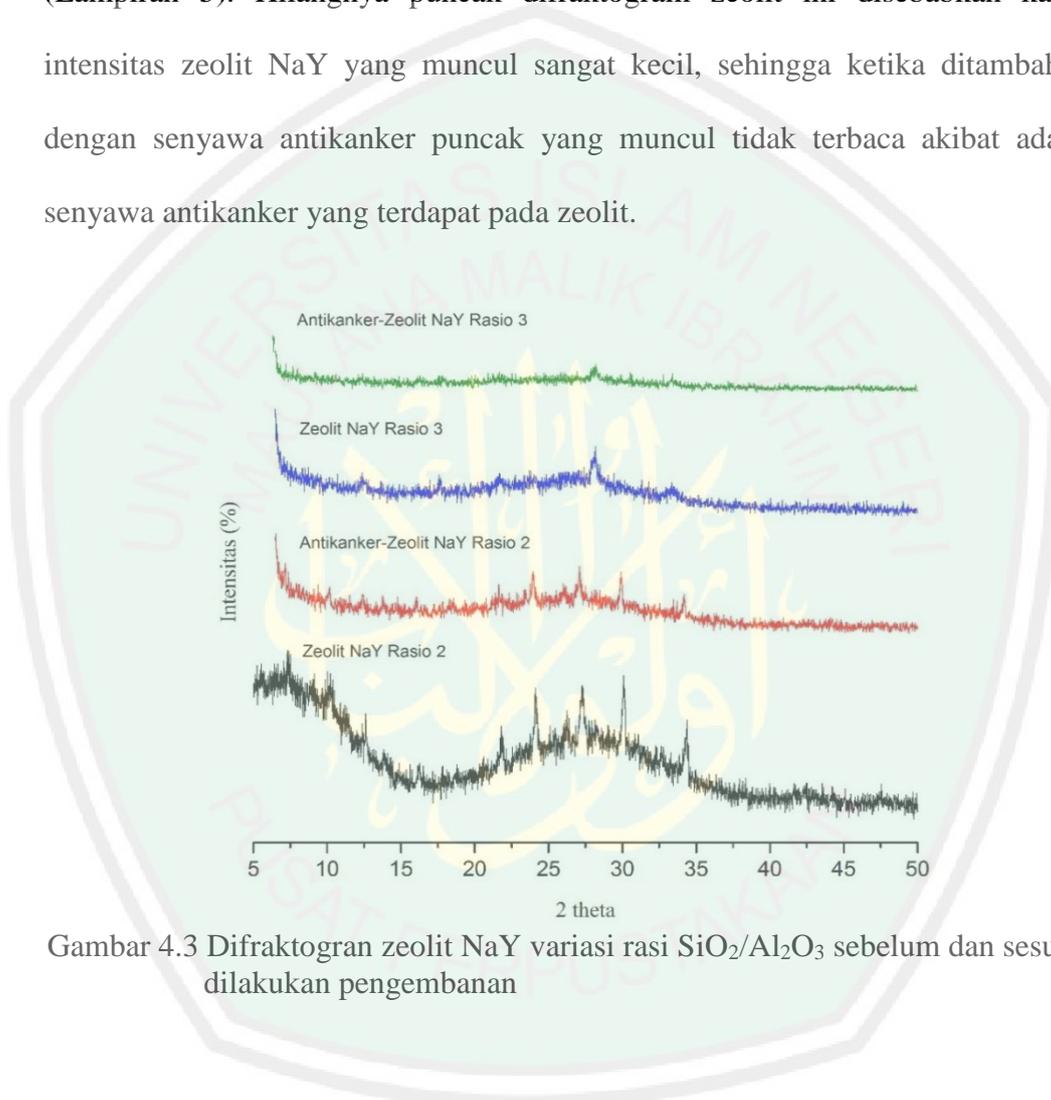
terbentuk campuran zeolit NaY dan NaP. Zeolit NaA lebih mudah terbentuk pada waktu kristalisasi yang rendah, dan akan menjadi zeolit NaP dengan memperpanjang waktu kristalisasinya.

Keberhasilan dalam sintesis zeolit NaY dipengaruhi oleh beberapa faktor, seperti reaktan yang digunakan, waktu pemeraman, waktu kristalisasi dan suhu kristalisasinya. Zeolit NaA dan NaP yang terbentuk pada sintesis zeolit NaY ini dapat disebabkan karena kondisi sintesis yang masih belum optimal, yang dilakukan pada suhu kristalisasi 80 °C dan waktu kristalisasi selama 2 hari. Suhu kristalisasi memegang peranan penting dalam pembentukan inti dan pertumbuhan kristal dari zeolit, sehingga dapat mempengaruhi jenis zeolit yang dihasilkan. Selain itu, tidak semua reaktan yang digunakan bereaksi sempurna, sehingga dapat mempengaruhi hasil sintesis zeolit yang dihasilkan. Perubahan komposisi silika, alumina, atau NaOH pada proses sintesis zeolit akan membentuk zeolit jenis lain, seperti yang dilaporkan oleh Conato, dkk., (2015) yang menyatakan bahwa pada sintesis zeolit LTA, dengan bertambahnya jumlah silika pada pertumbuhan zeolit akan membentuk *framework* faujasit.

4.3.1.2 Hasil Pengembangan Senyawa Antikanker-Zeolit

Zeolit NaY hasil sintesis setelah dilakukan pengembangan mengalami penurunan intensitas. Penurunan intensitas ini disebabkan karena adanya senyawa yang diembankan pada zeolit NaY. Penurunan intensitas disebabkan karena sinar yang dipantulkan oleh bidang kristal zeolit terhalang oleh senyawa antikanker yang menempel pada zeolit. Intensitas yang turun ini akan menyebabkan kristalinitas zeolit juga menurun. Difraktogram hasil pengembangan senyawa antikanker pada zeolit NaY hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Terdapat puncak difraktogram zeolit NaY rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 yang hilang setelah diembankan dengan senyawa antikanker yaitu pada $2\theta = 10,23^\circ$, $16,22^\circ$, dan $21,87^\circ$, sedangkan pada zeolit NaY rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3 pada $2\theta = 12,44^\circ$ (Lampiran 5). Hilangnya puncak difraktogram zeolit ini disebabkan karena intensitas zeolit NaY yang muncul sangat kecil, sehingga ketika ditambahkan dengan senyawa antikanker puncak yang muncul tidak terbaca akibat adanya senyawa antikanker yang terdapat pada zeolit.



Gambar 4.3 Difraktogram zeolit NaY variasi rasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebelum dan sesudah dilakukan pengembanan

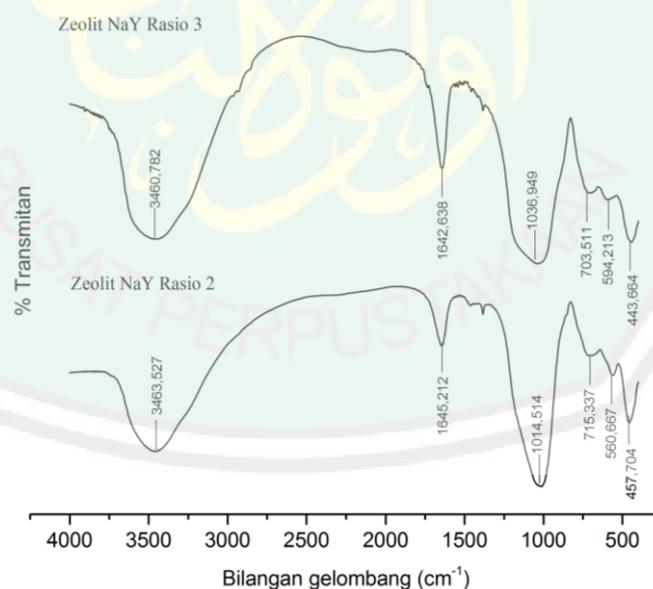
Pengembanan ekstrak etanol akar rumput bambu pada zeolit NaY hasil sintesis pada penelitian ini terjadi pergeseran nilai 2θ pada zeolit (Lampiran 5). Pergeseran yang terjadi pada material kristalin seperti zeolit dapat disebabkan terjadinya *strain* atau karena perubahan komposisi kimianya (Cullity, 1978). Pergeseran yang terjadi pada penelitian ini berbeda dengan penelitian sebelumnya, Vilaca, dkk., (2011) yang menyatakan bahwa pengembanan obat antikanker

berupa CHC pada zeolit NaY hanya akan menurunkan intensitas puncak yang muncul pada difraktogram zeolit dan tidak menggeser nilai 2θ nya. Penelitian lain juga dilaporkan oleh Rimoli, dkk., (2007) bahwa zeolit X dan zeolit AX yang diembankan dengan obat ketoprofen tidak mengubah difraktogram zeolit dan hanya menurunkan kristalinitasnya. Penelitian lebih lanjut tentang efek pengembanan ekstrak etanol akar rumput bambu pada zeolit perlu dilakukan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap kestabilan struktur zeolit.

4.3.2 Analisis menggunakan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR)

4.3.2.1 Hasil Sintesis Zeolit NaY

Hasil spektra FTIR sintesis zeolit NaY variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Spektra FTIR Zeolit NaY hasil sintesis

Berdasarkan Gambar 4.4, Serapan yang muncul dapat diketahui bahwa pada zeolit NaY rasio 2 dan 3 telah membentuk kerangka zeolit, yang ditunjukkan

oleh semua zeolit hasil sintesis . Puncak absorpsi yang muncul pada daerah sekitar 1100-1000 cm^{-1} merupakan puncak khas adanya zeolit. Semakin tajam intensitas serapan menunjukkan semakin banyak vibrasi dari suatu gugus fungsi yang terbentuk, sehingga dimungkinkan semakin banyak zeolit yang terbentuk. (Purbaningtyas dan Prasetyoko, 2010). Data FTIR menunjukkan zeolit NaY rasio 2 serapan yang muncul lebih tajam dari pada rasio 3. Hasil ini sesuai dengan analisis menggunakan XRD yang menunjukkan sintesis zeolit NaY rasio 2 lebih baik dari pada rasio 3 dalam hal kristalinitasnya. Interpretasi spektra dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Interpretasi spektra FTIR zeolit NaY sintesis rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 dan 3

| No | Bil. gelombang (cm^{-1}) | | Bil. gelombang (cm^{-1}) Referensi | Keterangan |
|----|-------------------------------------|------|--|--|
| | Zeolit NaY Sintesis Variasi Rasio | | | |
| | 2 | 3 | | |
| 1 | 3463 | 3460 | 3600 – 3100 | O-H uluran |
| 2 | 1645 | 1642 | 1650 – 1600 | Vibrasi molekul air/pita penguraian O-H uluran |
| 4 | 1014 | 1036 | 1100 – 1000 | Uluran asimetri internal O-Si-O/O-Al-O |
| 5 | 715 | 703 | 720 – 650 | Uluran simetri internal O-Si-O/O-Al-O |
| 6 | 560 | 594 | 650 – 500 | Cincin ganda |
| 7 | 457 | 443 | 540 – 440 | Tekukan Si-O/Al-O |

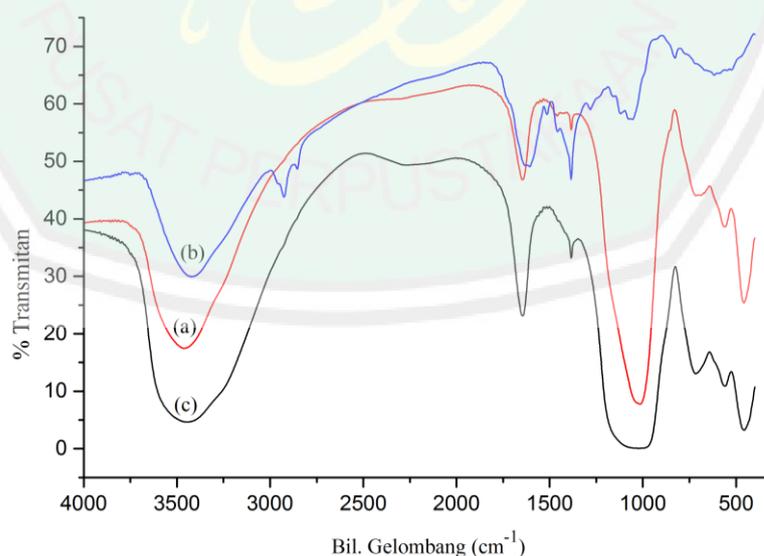
Cincin ganda merupakan karakter spesifik zeolit yang muncul pada daerah 650-500 cm^{-1} yang merupakan vibrasi dari *secondary building unit* (SBU) dari zeolit *framework* faujasit yaitu D6R (*double 6 rings*) dan D4R (*double 4 rings*). Serapan pada daerah ini ditunjukkan oleh semua zeolit hasil sintesis. Vibrasi

uluran dan tekukan yang muncul pada zeolit hasil sintesis menunjukkan telah terbentuknya kerangka aluminosilikat pada setiap zeolit hasil sintesis. Adanya air yang terabsorpsi secara fisika ditunjukkan pada daerah 3460 cm^{-1} dan 1640 cm^{-1} .

Penelitian sebelumnya pada sintesis zeolit NaY, serapan yang muncul pada 1025 dan 710 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tetrahedral asimetri dan simetri dari SiO_4 (atau AlO_4), dan pada 578 cm^{-1} menunjukkan cincin ganda dari struktur faujasit. Serapan pada 456 cm^{-1} merupakan serapan tekukan Si-O atau Al-O (Sang, 2006). Pita pada 1000 dan 720 cm^{-1} menunjukkan vibrasi uluran asimetri dan simetri tetrahedral SiO_4 , sedangkan pada 500 cm^{-1} merupakan cincin ganda dan pada 450 cm^{-1} merupakan vibrasi tekukan ikatan Si-O (Liu, dkk., 2003).

4.3.2.2 Hasil Pengembangan Senyawa Antikanker-Zeolit

Spektra Zeolit NaY rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 sebelum dan setelah dilakukan pengembangan dapat dilihat pada Gambar 4.5 berikut,



Gambar 4.5 Spektra FTIR (a) NaY rasio 2, (b) senyawa antikanker, (c) antikanker-zeolit NaY rasio 2

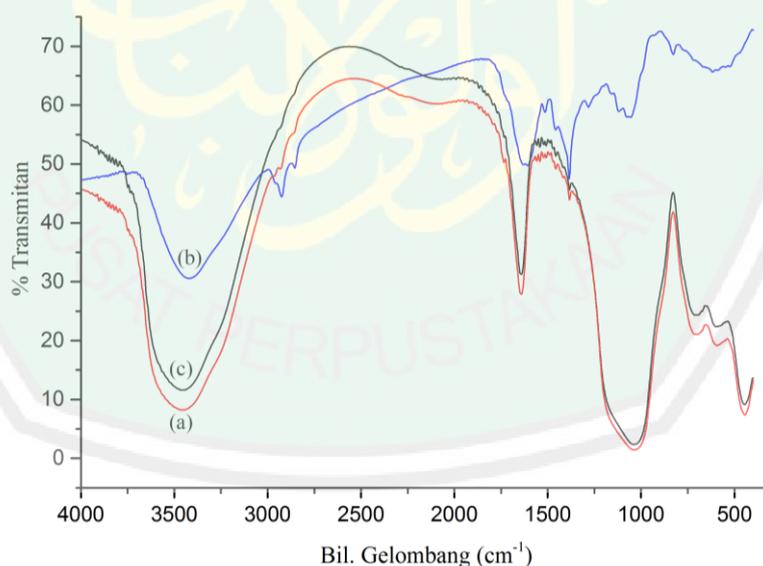
Spektra FTIR senyawa antikanker-zeolit (Gambar 4.5c) menunjukkan spektra yang muncul didominasi oleh vibrasi zeolit NaY. Pita vibrasi khas zeolit NaY pada bilangan gelombang 1020 cm^{-1} setelah dilakukan pengembanan mengalami pelebaran, sehingga diindikasikan struktur zeolit mengalami perubahan. Hasil ini sesuai dengan data hasil XRD yang menunjukkan pengembanan yang dilakukan menyebabkan zeolit NaY mengalami pergeseran nilai 2θ .

Serapan gugus -OH pada zeolit NaY rasio 2 muncul pada bilangan gelombang 3463 cm^{-1} dan mengalami pelebaran pita absorpsi serta intensitas serapan yang meningkat setelah dilakukan pengembanan. Intensitas serapan yang meningkat menunjukkan terdapat pengaruh gugus -OH dari senyawa aktif pada ekstrak etanol akar rumput bambu pada zeolit. Hal ini diasumsikan adanya interaksi antara senyawa aktif dengan zeolit NaY sehingga menambah intensitas serapannya.

Pergeseran bilangan gelombang gugus -OH dari zeolit NaY rasio 2 pada bilangan gelombang 3463 cm^{-1} menjadi 3446 cm^{-1} pada zeolit NaY setelah diembankan disebabkan karena adanya ikatan hidrogen. Ikatan hidrogen yang terjadi merupakan ikatan hidrogen intermolekul yang terjadi antara atom O dari zeolit dengan atom H dari senyawa aktif. Ikatan hidrogen ini akan menyebabkan pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih kecil. Pengaruh ikatan hidrogen terhadap pergeseran bilangan gelombang dilaporkan oleh Gonjo, dkk., (2011) yang menyatakan bahwa ikatan hidrogen antara fenol dengan 4 pelarut yang berbeda yaitu n-heksan, CCl_4 , CHCl_3 , dan CH_2Cl_2 akan menggeser bilangan gelombang ke arah yang lebih kecil akibat adanya ikatan hidrogen.

Puncak serapan baru setelah dilakukan pengembanan muncul pada bilangan gelombang 2270 cm^{-1} , yang diasumsikan serapan dari gugus $\text{C}\equiv\text{C}$ terkonjugasi atau konjugasi dengan $\text{C}=\text{C}$. Serapan ini muncul pada bilangan gelombang $2270\text{--}2200\text{ cm}^{-1}$ (Socrates, 1994). Hal ini diindikasikan adanya gugus tersebut dalam senyawa aktif yang terdapat dalam ekstrak etanol akar rumput bambu.

Spektra FTIR zeolit NaY rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3 hasil pengembanannya berbeda dengan zeolit NaY rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2. Spektra yang didapat antara zeolit NaY setelah dilakukan pengembanan mengalami penurunan nilai absorbansi. Spektra FTIR zeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembanan dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektra FTIR (a) NaY rasio 3, (b) senyawa antikanker, (c) antikanker-zeolit NaY rasio 2

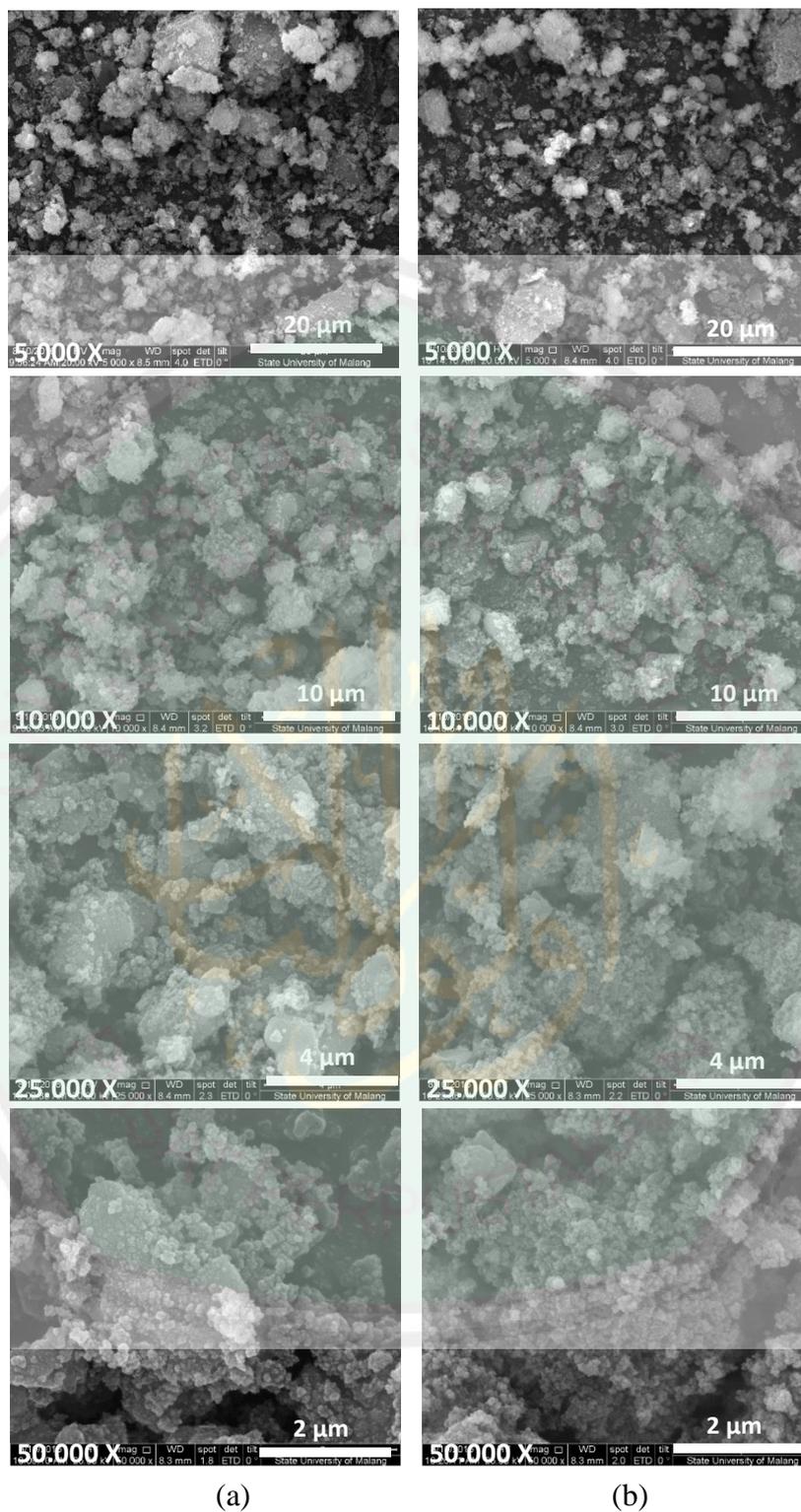
Gambar 4.6 menunjukkan penurunan nilai absorbansi spektra antikanker-zeolit pada gugus -OH (3460 cm^{-1}) menunjukkan pengembanan yang dilakukan

mengurangi jumlah gugus –OH dalam sampel. Berbeda dengan zeolit NaY rasio 2 yang telah diembankan, serapan –OH mengalami kenaikan intensitas akibat adanya interaksi dengan senyawa aktif. Hasil ini disebabkan karena pada zeolit NaY rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3 dari data XRD menunjukkan bentuknya lebih amorf dibandingkan dengan zeolit NaY rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2, sehingga tidak dapat mengemban senyawa antikanker lebih banyak.

4.3.3 Analisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Morfologi permukaan zeolit NaY hasil sintesis dan antikanker-zeolit dapat dilihat dari foto mikrograf hasil SEM. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui karakter morfologi zeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembanan. Analisis ini juga merupakan data pendukung hasil karakterisasi menggunakan XRD. Hasil SEM zeolit NaY rasio 2 sebelum dan sesudah dilakukan pengembanan disajikan pada Gambar 4.7.

Foto SEM pada Gambar 4.7a menunjukkan ukuran partikel tidak seragam dengan morfologi bersegi banyak (*multifaceted shape*). Distribusi ukuran butir pada zeolit NaY rasio 2 dengan perbesaran 10.000X adalah 2 – 4,8 μm (Lampiran 4). Ukuran butir yang dihitung merupakan bagian terbesar, yang bisa jadi merupakan gabungan beberapa partikel. Batas butir (*grain boundary*) zeolit NaY pada perbesaran 25.000X dan 50.000X terlihat lebih jelas dibandingkan dengan Zeolit NaY yang sudah diembankan dengan perbesaran yang sama. Hal ini dapat membuktikan bahwa senyawa antikanker berada pada permukaan zeolit yang dapat menutupi partikel-partikel zeolit.



Gambar 4.7 Foto SEM (a) Zeolit NaY rasio SiO₂/Al₂O₃ 2 (b) Antikanker-Zeolit NaY rasio SiO₂/Al₂O₃ 2

Campuran zeolit NaA pada sintesis zeolit NaY rasio 2 dari data XRD juga dapat dikuatkan dari foto SEM yang dihasilkan. Adanya campuran zeolit ini ditunjukkan oleh bentuk partikel yang tidak seragam. Morfologi zeolit NaA adalah bola (*spheroidal morphology*) (Conato, 2015), sedangkan zeolit NaY adalah kubus. Perbedaan morfologi kedua zeolit ini menyebabkan foto SEM yang dihasilkan tidak seragam. *Peak* hasil XRD pada sintesis zeolit NaY rasio 2 setelah diembankan mengalami penurunan intensitas, sehingga kristalinitasnya juga turun. Hal ini juga ditunjukkan dari foto SEM partikel zeolit yang terlihat tidak begitu jelas dibandingkan dengan zeolit NaY rasio 2 sebelum diembankan, yang juga dapat membuktikan bahwa senyawa antikankernya telah terembankan.

4.4 Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Al-Quran merupakan kalam Allah yang diturunkan kepada Nabi Muhammad SAW yang merupakan inti dari semua kitab-kitab Allah. Al-Quran sejatinya merupakan inti dari segala ilmu pengetahuan yang ada di muka bumi ini. Hal ini tertuang dalam Q.S Al-An'am ayat 38:

..... مَا فَرَّطْنَا فِي الْكِتَابِ مِنْ شَيْءٍ ثُمَّ إِلَىٰ رَبِّهِمْ يُحْشَرُونَ ﴿٣٨﴾

Artinya: “..... Tiadalah Kami alpakkan sesuatupun dalam Al-Kitab, kemudian kepada Tuhanlah mereka dihimpunkan.

Al-Kitab yang dimaksud adalah Al-Qur'an, sebagaimana telah dijelaskan dalam tafsir An-Nuur bahwasannya kitab Allah ini berisi ilmu Allah yang meliputi segala sesuatu. Selain itu, dalam Al-Qur'an juga berisikan petunjuk, pokok-pokok hukum, politik, ekonomi, peraturan, dan petunjuk dasar hukum bagi agama seperti sunnah, qias, dan ijma'.

Kita sebagai umat manusia dianjurkan untuk mencari ilmu Allah, yang salah satunya dengan melihat, memahami dan berpikir akan semua ciptaan Allah yang ada di langit dan di bumi. Segala sesuatu ciptaan Allah yang ada di langit dan di bumi tidaklah sia-sia, melainkan mengandung hikmah bagi umat manusia, seperti dalam firman Allah QS. Shaad ayat 27,

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا.....

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah.....”.

Salah satu ciptaan Allah yang bermanfaat adalah material anorganik berupa zeolit yang banyak digunakan sebagai adsorben, katalis suatu reaksi, dan penukar ion pada pemurnian air. Adanya manfaat yang cukup luas dari zeolit ini, menjadikan kita untuk berpikir dan memahami zeolit tentang sifat dan kandungannya. Proses berpikir tentang zeolit ini dapat dilakukan dengan mensistesis zeolit yang nantinya dalam penelitian ini dapat digunakan sebagai pengemban obat yang bermanfaat bagi manusia.

Pengembanan obat pada zeolit dimaksudkan untuk meningkatkan efektifitasnya dalam penyembuhan penyakit. Obat sintetis saat ini merupakan obat yang banyak digunakan dalam proses penyembuhan penyakit. Sebelum adanya obat sintetis, dahulu banyak masyarakat yang menggunakan tanaman-tanaman yang berpotensi dalam penyembuhan penyakit. Hal ini karena tanaman-tanaman yang tumbuh di muka bumi ini memiliki manfaat bagi manusia, dan Allah menegaskan dalam firmanNya Q.S Asy-Syu'ara ayat 7 – 8,

أُولَئِكَ يَرْوُونَ إِلَى الْأَرْضِ كَمَا أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً ط وَمَا كَانَ أَكْثَرُهُمْ

مُؤْمِنِينَ ﴿٨﴾

Artinya: “Dan Apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu pelbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat suatu tanda kekuasaan Allah. dan kebanyakan mereka tidak beriman”.

Tumbuhan yang baik yang dimaksud dalam ayat ini adalah tumbuhan yang memiliki manfaat sebagaimana dalam tafsir Muyassar. Allah menumbuhkan berbagai macam tumbuhan dan buah-buahan dengan beragam warna dan bentuk yang merupakan tanda kekuasaan Allah. Salah satu tanaman yang memiliki manfaat adalah tanaman rumput bambu, khususnya pada bagian akarnya mengandung senyawa triterpenoid yang memiliki fungsi sebagai antikanker (A'ilah, 2015). Dalam fungsinya sebagai antikanker, tanaman ini dimaksimalkan fungsinya dengan dilakukan pengembanan dengan zeolit NaY hasil sintesis. Pemaksimalan fungsi tanaman ini ditujukan untuk dimanfaatkan dalam aplikasinya sebagai obat antikanker.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Hasil karakterisasi XRD sintesis zeolit NaY rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 diperoleh campuran zeolit NaY dan NaA, sedangkan pada rasio 3 diperoleh campuran zeolit NaY dan NaP. Karakterisasi FTIR zeolit sintesis menunjukkan spektra yang muncul merupakan serapan dari zeolit. Hasil karakterisasi SEM zeolit NaY rasio 2 morfologi permukaan diperoleh ukuran dan bentuk partikel yang tidak seragam.
2. Karakterisasi XRD zeolit NaY sintesis yang diimbangkan dengan senyawa antikanker ekstrak etanol akar rumput bambu (*Lophaterum gracile* Brongn) menunjukkan penurunan intensitas dan terjadi pergeseran nilai 2θ . Hasil FTIR menunjukkan spektra pengembangan pada zeolit NaY rasio 2 terjadi penambahan nilai absorbansi dan muncul serapan baru pada 2270 cm^{-1} (serapan $\text{C}\equiv\text{C}/\text{C}=\text{C}$ terkonjugasi), sedangkan pada rasio 3 mengalami penurunan absorbansi. Hasil SEM menunjukkan senyawa antikanker menutupi permukaan zeolit.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan kajian variasi mol NaOH, waktu dan suhu kristalisasi, sehingga dapat diketahui kondisi optimum pada saat sintesis zeolit NaY.
2. Perlu dilakukan metode lain pada saat proses pengembangan ekstrak etanol akar rumput bambu pada zeolit, sehingga efisiensi pengembangannya bisa lebih baik.
3. Perlu dilakukan variasi massa senyawa antikanker yang diimbangkan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap stabilitas struktur zeolit NaY.

DAFTAR PUSTAKA

- A'ilah A. F. 2015. Uji Aktivitas Antikanker terhadap Sel Kanker Payudara T47D dan Identifikasi Golongan Senyawa Aktif dari Ekstrak dan Fraksi Akar Rumpun Bambu (*Lophatherum gracile* Brongn). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Maliki Malang.
- Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 2(1).
- Akbar, F., Zahrina, I., dan Yemilda, A. 2011. Sintesis ZSM-5 dari Natrium Silikat yang Berasal dari Abu Sawit. *Jurnal Sains dan Teknologi*, 10 (1): 8-11.
- Ali, S. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Suhu Hidrotermal Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Maliki Malang.
- Al-Qarni, A. 2007. *Tafsir Muyassar*. Jakarta: Qisthi Press.
- Amorim, R., dkk. 2012. Zeolite Structure Loading with an Anticancer Compound As drug Delivery Systems. *The Journal of Physical Chemistry C*, 116: 25642-25650.
- Arryanto, Y. 2001. Fenomena dalam Proses Pertukaran Ion. *Seminar Kelompok Material Anorganik Jurusan Kimia*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Ash-Shiddieqy, T. M. H. 2000. *Tafsir Al-Qur'anul Majid An-Nuur 2*. Semarang: PT. Pustaka Rizki Putra.
- Attama, A. A., Momoh, M. A., dan Builders, P. F. 2012. *Lipid Nanoparticulate Drug Delivery Systems: A Revolution in Dosage Form Design and Development*. Nigeria: Intech. Dari Intech, (Online), (<http://creativecommons.org/licenses/by/3.0>), diakses 10 Nopember 2015.
- Conato, M. T., Oleksiak, M. D., McGrail, P., Motkuri, R. K., dan Rimer, J. D. 2015. Framework Stabilization of Si-rich LTA Zeolite Prepared in Organic-Free Media. *Chem. Commun*, 51: 269-272.
- Cronquist, A. 1981. *An Integrated System of Classification of Flowering Plants*. New York: Columbia University Press.
- Cullity B. D. 1978. *Elements of X-ray Diffraction, 2nd Edition*. Addison-Wesley: Publishing Co. Menlo Park, CA.
- Cundy, C.S., dan Cox, P.A. 2003. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites : Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism. *Journal Microporous and Mesoporous Materials*, 82: 1-78.

- Effendy. 2008. *Teori VSEPR, Kepolaran dan Gaya Antarmolekul*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Fathizadeh, M., dan Ordou, N. 2011. Controlling Yield of NaY Zeolite Synthesis by Hydrothermal Method. *International Journal of Industrial Chemistry*, 2 (4): 190-195.
- Fernandez, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Makalah Program Studi Kimia. Padang: Universitas Andalas.
- Ghazi, N. A., Hussain, K. I. A., dan Malek, N. A. N. N. 2012. The Effects of Zeolite X and Y on Cancer Cell Lines. *Journal of Science and technology*.
- Ginting, Ilias dkk. 2005. Pembuatan Perangkat Lunak Analisis Kualitatif Difraksi Sinar-X dengan Metode Hanawalt. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknik Nuklir P3TkN – BATAN Bandung*, 14 – 15 Juni 2005.
- Gonjo, T., Futami, Y., Morisawa, Y., Wojcik, M. J., dan Ozaki, Y. 2011. Hydrogen Bonding Effect on the Wavenumbers and Absorption Intensities of the OH Fundamental and the First, Second, and Third Overtones of Phenol and 2,6-Dihalogenated Phenols Studied by Visible/Near-Infrared/Infrared Spectroscopy. *Journal of Physical Chemistry A*, 115: 9845-9853.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization and Modifications*. Malaysia: Universitas Teknologi Malaysia.
- Indrawati, Lina. 2009. Aktivasi Abu Layang Batubara dan Aplikasinya pada Proses Adsorpsi Ion Logam Cr dalam Limbah Elektroplating. *Tugas Akhir II*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang.
- Jing, Z., Ying, W., Xiao-Qi, Z., Qing-Wen, Z., dan Wen-Cai, Y. 2009. Chemical Constituents from the Leaves of *Lophatherium gracile*. *Chinesse Journal of Natural Medicines*, 7(6): 428-431.
- Kasmui, M. Z., dan Sumarni, W. 2008. *Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler*.
- Khabuanchalad, S., Khemthong, P., Prayoonpokarach, S., dan Wittayakun, J. 2008. Transformation of zeolite NaY Synthesized from Rice Husk Silica to NaP During Hydrothermal Synthesis. *Suranaree J. Sci. Technol*, 15(3): 225-231.
- Kiti, E. V. 2012. Synthesis of Zeolites and Their Application to the Desalination of Seawater. *Tesis*. Kumasi: Kwame Nkrumah University of Science and Technology Kumasi.

- Koller, H., dkk. 1997. ^{13}C and ^{23}Na - Solid-State NMR Study on Zeolite Y Loaded with $\text{Mo}(\text{CO})_6$. *Journal Physical Chemistry*. Netherlands: Eindhoven University of Technology.
- Krisnandi, Y. K., Anggraningrum, I. T., dan Tovina, H. 2011. Synthesis of Na-Y Nanozeolite on Glassy Carbon by Seeding Method. *Makara Sains*, 15(1): 43-47.
- Kusumawati, I., Djatmiko, W., dan Rahman, A. 2003. Eksplorasi Keanekaragaman dan Kandungan Kimia Tumbuhan Obat di Hutan tropis Gunung Arjuno. *Jurnal bahan Alam Indonesian*, 2 (3).
- Kwakye-Awuah, B. 2008. Production of Silver-Loaded Zeolites and Investigation of Their Antimicrobial Activity. *Thesis*. U.K: University of Wolverhampton.
- Liu, X., Yan, Z., Wang, H., dan Luo, Y. 2003. In-Situ Synthesis of NaY Zeolite with Coal-Based Kaolin. *Journal of Natural Chemistry*, 12: 63-70.
- Moore, D. M. dan Reynolds R. C. 1989. *X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals*. Oxford: Oxford University Press.
- Mozgawa, W., Krol, M., dan Barczyk, K. 2011. FT-IR Studies of Zeolites from Different Structural Groups. *CHEMIK*, 65 (7):667-674.
- Nouri, A., Jafari, M., Kazemimoghadam, M., dan Mohammad, T. 2012. Effects of Hydrothermal Parameters on the Synthesis of Nanocrystalline Zeolite NaY. *Clays and Clay Minerals*, 6 (60): 610-615.
- Oye, G., Sjoblon J. dan Stoker M. 2011. Synthesis and Characterization of Siliceous and Aluminum-Containing Mesoporous Materials from Different Surfactant Solution, *Micropor. Mesopor. Mater*, 27: 171-180.
- Pierre, A. C., dan Pajonk, M. 2002. Chemistry of Aerogel and Their Applications. *Chem Rev*, 102:4243-4265.
- Rahman, M. M., Hasnida, N., dan Wan Nik, W. B. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal of Scientific Research*, 1 (2): 285-291.
- Ramimoghadam, D., Hussein, M.Z.B. dan Yap, Y.H.T. 2012. The Effect of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) and Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) on The 10 Properties of ZnO Synthesize by Hydrothermal Method. *Int J Mol Sci*. 13:13275-13293.

- Rimoli, M. G., Rabaioli, M. R., dan Melisi, D. 2007. Synthetic Zeolite as a New Tool for Drug Delivery. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 156-153.
- Rosman, N., Harun, Z., Wahab, M.S., Hubaidillah, S. K., dan Aminuddin, N. N. 2013. Phase Transformation of Rice Husk Ash in the Synthesis of NaY Zeolite: Effect of Ageing in Short Crystalline Duration. *Australian Journal of Basic and Applied Science*, 8 (4): x-x.
- Sang, S., Liu, Z., Tian, P., Liu, Z., Qu, L., Zhang, Y. 2005. Synthesis of small crystals zeolite NaY. *Materials Letters*, 60: 1131–1133.
- Saputra, R. 2006. Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. *Jurnal kimia Unair*.
- Schubert, U., dan Housing, E. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Federal Republic of German: Wiley-VCH.
- Shihab, Quraish, M. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sibilia, P. 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, 2nd Edition*. New York: John Willey-VCH.
- Sinko, K. 2010. Influence of Chemical Conditions on the Nanoporous Structure of Silicate Aerogels. *Material*, 3: 704-740.
- Spanakis, M., Bouropoulos, N., Theodoropoulos, D., Sygellou, L. 2013. Controlled Release of 5-fluorouracil From Microporous Zeolites. *Nanomedicine: Nanotechnology, biology, and medicine*.
- Treacy, M.M.J., dan Higgins, J.B. 2001. Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites Structure. *Commision of the International Zeolite Association, Fourth Revised Edition*.
- Trentler, T.J., Denler, T.E., Bertone, J.F., Agrawal, A., Colvin, V.L. 1999. Synthesis of TiO₂ Nanocrystals by Nonhydrolytic Solution-based Reactions. *J. Am. Chem. Soc.*, 121: 1613–1614.
- Tyas, U. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Suhu Hidrotermal Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Maliki Malang.
- Vilaca, N., dkk. 2011. Encapsulation of α -Cyano-4-Hydroxycinnamic Acid into a NaY Zeolite. *J. Mater Sci*, 46: 7511-7516.

Vilaca, N., dkk. 2013. Potentiation of 5-fluorouracil Encapsulation in Zeolite as Drug Delivery Systems for In Vitro Models of Colorectal Carcinoma. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 112 (2013): 237-244.

Warsito, S., Sariatun, Taslimah. 2010. *Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit-Y.*

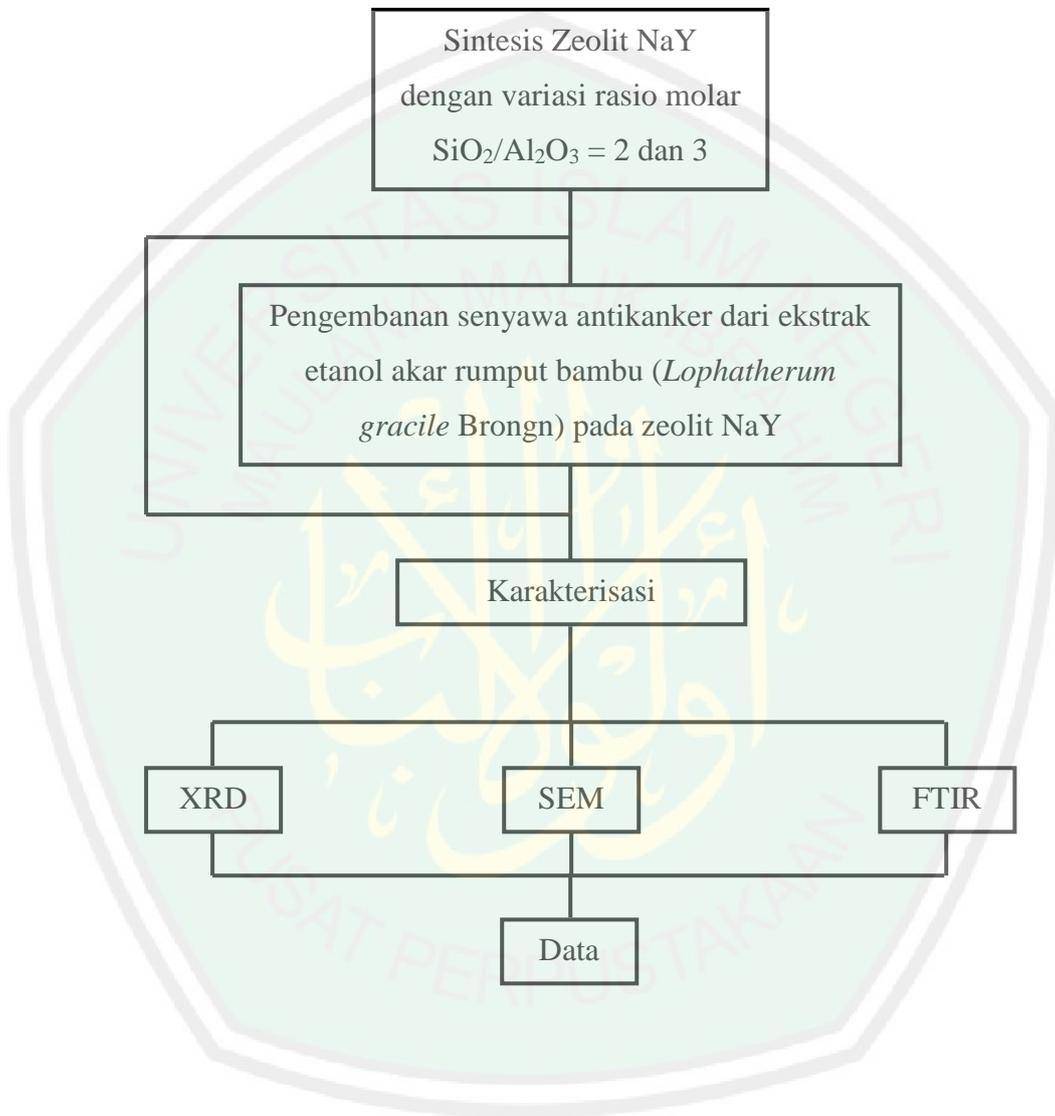
Wijayakusuma, H. 2008. *Pengobatan Herbal dengan Ramuan Tionghoa.* Jakarta: Niaga Swadaya.

Zhely N.H.M., dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding KIMIA FMIPA – ITS.* Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.



Lampiran 1

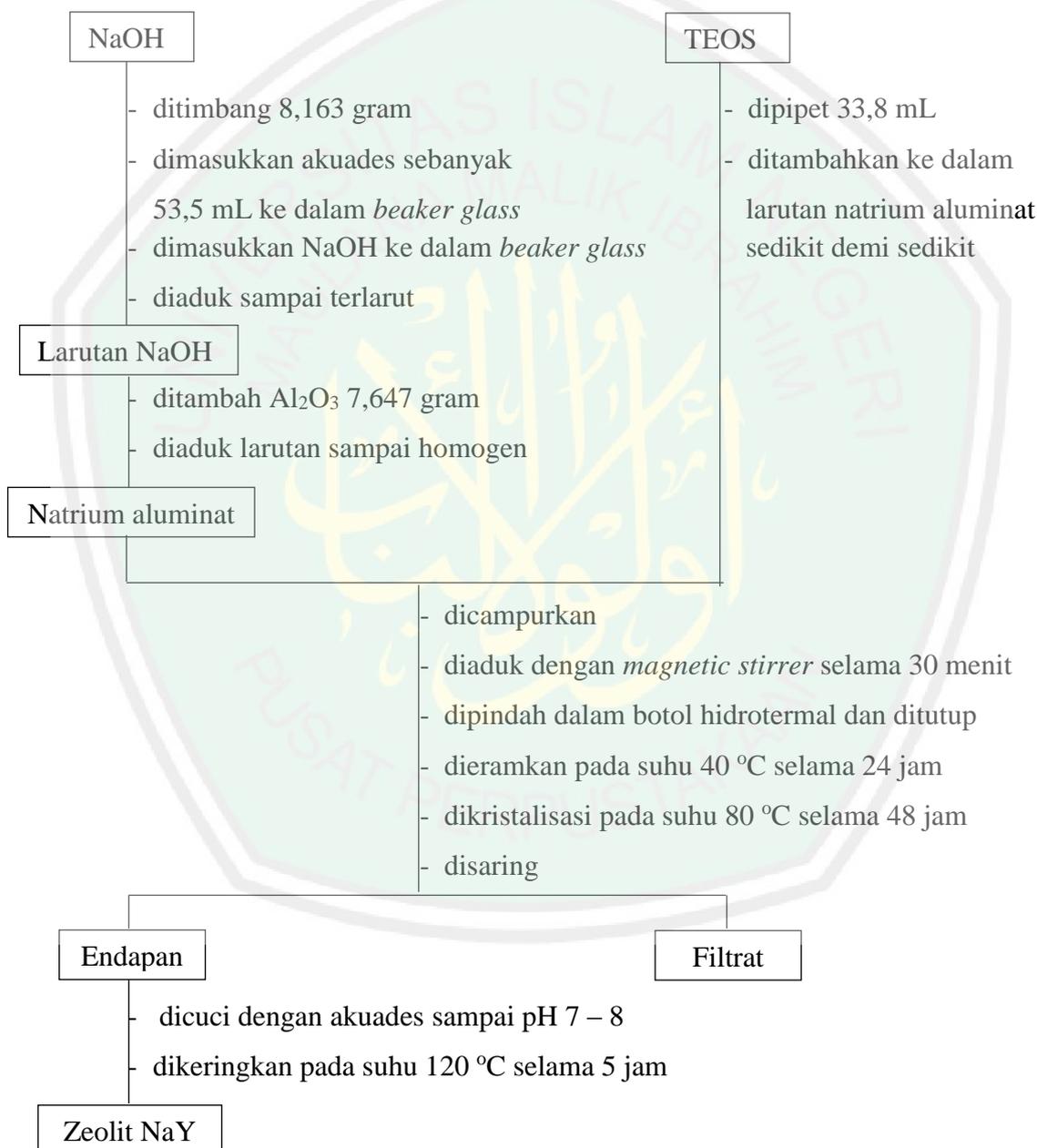
RANCANGAN PENELITIAN



Lampiran 2

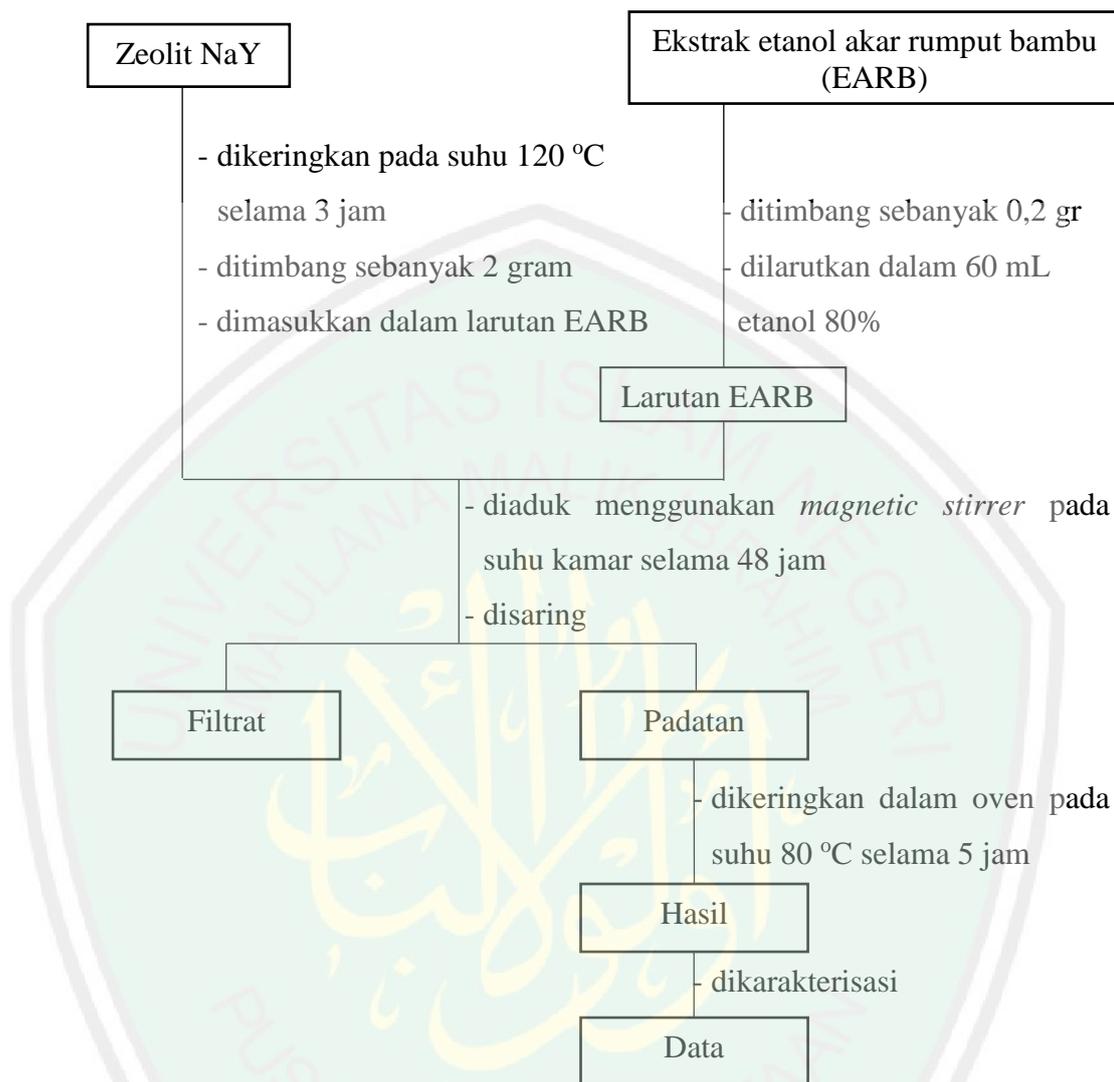
DIAGRAM ALIR

L.2.1 Sintesis Zeolit NaY

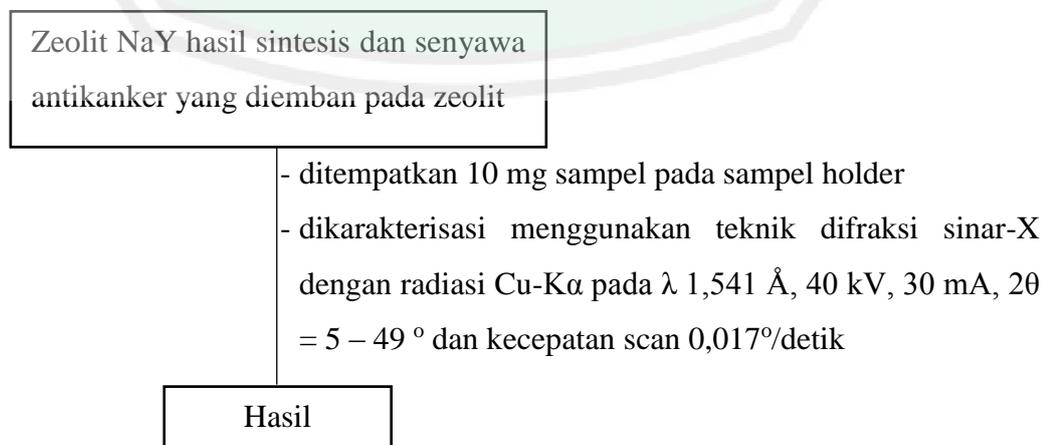
(Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2$)

NB : Langkah kerja diulang untuk sintesis zeolit NaY dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3$ dengan komposisi bahan sesuai dengan Tabel 3.1.

L.2.2 Pengembangan Senyawa Antikanker Pada Zeolit



L.2.3 Karakterisasi dengan XRD



L.2.4 Karakterisasi dengan FTIR

Zeolit Y hasil sintesis dan senyawa antikanker yang diemban pada zeolit

- dihaluskan 10 mg sampel hingga menjadi serbuk dalam mortal batu *agate*
- ditambahkan padatan KBr
- dicampurkan sampai merata
- ditempatkan pada preparat
- dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pelet
- ditempatkan pada sampel holder
- dianalisis menggunakan FTIR

Hasil

L.2.5 Karakterisasi dengan SEM

Zeolit Y hasil sintesis dan senyawa antikanker yang diemban pada

- ditempatkan 10 mg serbuk sampel di atas sampel holder SEM yang telah dilapisi karbon
- ditempatkan pada mesin pelapis emas jika sampel tidak konduktif
- ditempatkan pada instrumen SEM
- diamati mikrofornya mulai perbesaran 2500 – 50.000 X hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas

Hasil

Lampiran 3

PERHITUNGAN

L.3.1 Sintesis Zeolit NaY

Komposisi zeolit yang diinginkan adalah $10 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 15\text{SiO}_2 : 300 \text{ H}_2\text{O}$

1. $\text{Na}_2\text{O} \rightarrow 10 \text{ mol}$



Dibuat dari NaOH dan massa yang dibutuhkan adalah

$$\begin{aligned} \text{Mol Na}_2\text{O} &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \\ 10 \text{ mol} &= \frac{\text{massa}}{40 \text{ gr/mol}} \\ \text{Massa} &= 400 \text{ gram} \end{aligned}$$

Karena ada dua mol Na dalam Na_2O maka NaOH yang dibutuhkan adalah

$$\text{Massa NaOH} = 400 \text{ gr} \times 2 = 800 \text{ gr}$$

Kadar NaOH adalah 98%, sehingga massa NaOH nya adalah

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= \frac{100\%}{98\%} \times 800 \text{ gr} \\ &= 816,326 \text{ gram} \end{aligned}$$

2. $\text{Mol SiO}_2 \rightarrow 15 \text{ mol} \rightarrow \text{dari TEOS (SiC}_3\text{H}_{20}\text{O}_4)$

$$\begin{aligned} \text{Mol SiO}_2 &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr TEOS}} \\ 15 \text{ mol} &= \frac{\text{massa}}{208,33 \text{ gr/mol}} \\ \text{Massa} &= 3124,95 \text{ gr} \end{aligned}$$

Kadar TEOS adalah 99%, sehingga massa yang dibutuhkan adalah

$$\begin{aligned} \text{Massa SiO}_2 &= \frac{100\%}{99\%} \times 3124,8 \text{ gr} \\ &= 3156,5151 \text{ gr} \end{aligned}$$

ρ TEOS = 0,934 gr/mL (25°C) sehingga volume yang dibutuhkan adalah

$$\rho = \frac{m}{V}$$

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{3156,5151 \text{ gr}}{0,934 \text{ gr.mL}^{-1}} = 3379,5665 \text{ mL}$$

3. $\text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Rasio Si/Al} = 2$

$$\begin{aligned} \text{Mol Al}_2\text{O}_3 &= \frac{1}{2} \times \text{mol SiO}_2 \\ &= \frac{1}{2} \times 15 = 7,5 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Al}_2\text{O}_3 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 7,5 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gr/mol} \\ &= 764,7 \text{ gr}\end{aligned}$$

4. Al₂O₃ → Rasio Si/Al = 3

$$\begin{aligned}\text{Mol Al}_2\text{O}_3 &= \frac{1}{3} \times \text{mol SiO}_2 \\ &= \frac{1}{3} \times 15 = 5 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Al}_2\text{O}_3 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 5 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gr/mol} \\ &= 509,8 \text{ gr}\end{aligned}$$

5. H₂O → 300 mol

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 300 \text{ mol} \times 18 \text{ gr/mol} \\ &= 5400 \text{ gr}\end{aligned}$$

Massa air total dalam campuran rasio molar SiO₂/Al₂O₃ = 2 dan 3

$$\begin{aligned}&= \text{H}_2\text{O dalam NaOH} + \text{H}_2\text{O dalam TEOS} \\ &= 2 \% \times 816,326 \text{ gr} + (1\% \times 3156,5151 \text{ gr}) \\ &= 16,326 \text{ gr} + 31,5651 \text{ gr} \\ &= 47,8911 \text{ gr}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa total H}_2\text{O} &= 5400 \text{ gr} - 39,6459 \text{ gr} \\ &= 5352,1089 \text{ gr}\end{aligned}$$

Karena densitas (ρ) air = 1 gr.cm⁻³ (25 °C), sehingga volume air yang dibutuhkan adalah :

$$\begin{aligned}\text{massa jenis H}_2\text{O} &= \frac{\text{massa}}{\text{Volume}} \\ 1 \text{ gr/cm}^3 &= \frac{5352,1089 \text{ gr}}{\text{Volume}} \\ \text{Volume} &= 5352,1089 \text{ cm}^3 \\ &= 5352,1089 \text{ mL}\end{aligned}$$

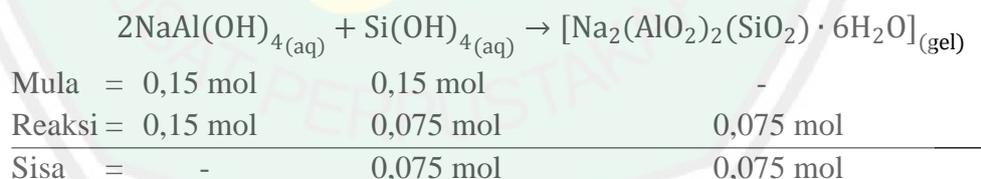
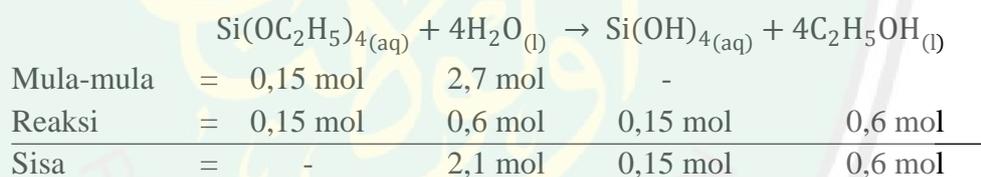
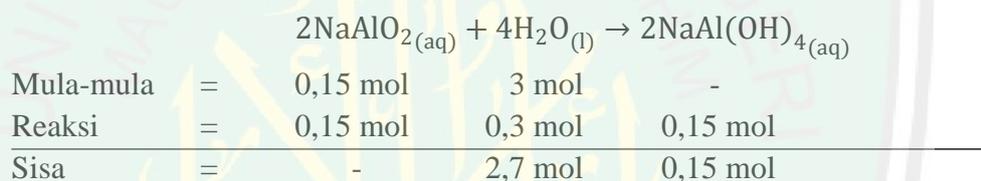
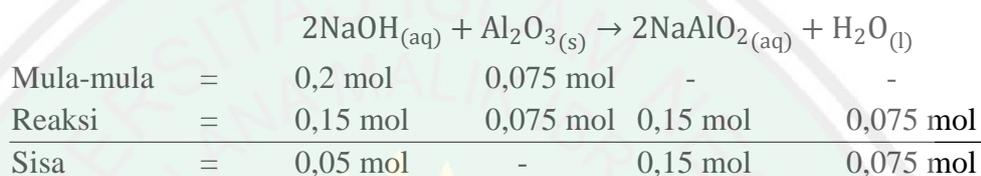
Pada penelitian akan menggunakan 1/100 resep.

Jadi massa reaktan yang ditambahkan ialah 1/100 resep, yaitu:

| | | |
|---|--------------------|--------------|
| 1. NaOH | = 816,326 gram/100 | = 8,163 gram |
| 2. TEOS | = 3379,5665 mL/100 | = 33,8 mL |
| 3. Al₂O₃ rasio 2 | = 764,7 gram/100 | = 7,647 gram |
| 4. Al₂O₃ rasio 3 | = 509,8 gram/100 | = 5,098 gram |
| 5. H₂O | = 5352,1089mL/100 | = 53,5 mL |

Pembuatan Zeolit dengan 1/100 resep, massa yang dibutuhkan adalah

| Rasio Si/Al | NaOH (gr) | TEOS (mL) | Al ₂ O ₃ (gr) | H ₂ O (mL) |
|-------------|-----------|-----------|-------------------------------------|-----------------------|
| 2 | 8,163 | 33,8 | 7,647 | 53,5 |
| 3 | 8,163 | 33,8 | 5,098 | 53,5 |

L.3.2 Perhitungan % Hasil**1. Sintesis zeolit NaY rasio Si/Al 2**

$$\text{RM zeolit} = \text{Na}_2(\text{AlO}_2)_2(\text{SiO}_2) \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ (asumsi)}$$

$$\text{Mr zeolit} = 332 \text{ gr.mol}^{-1}$$

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

$$= 0,075 \text{ mol} \times 332 \text{ gr.mol}^{-1}$$

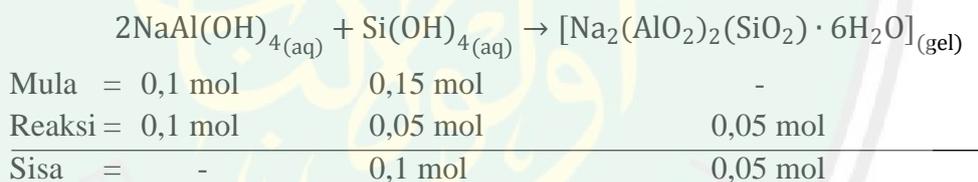
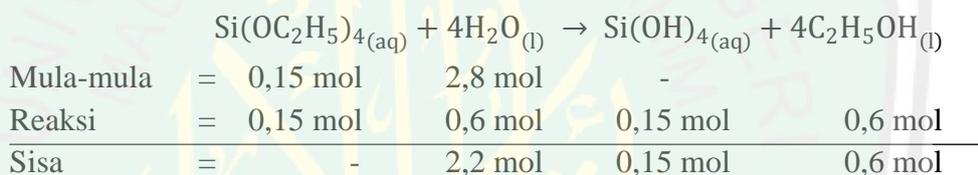
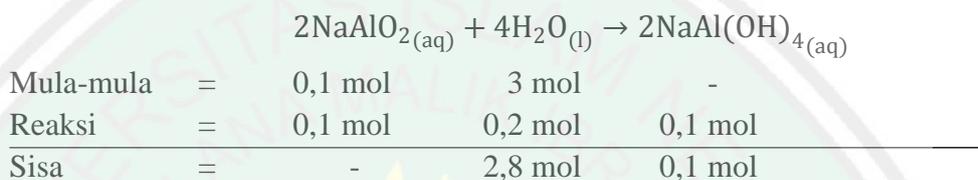
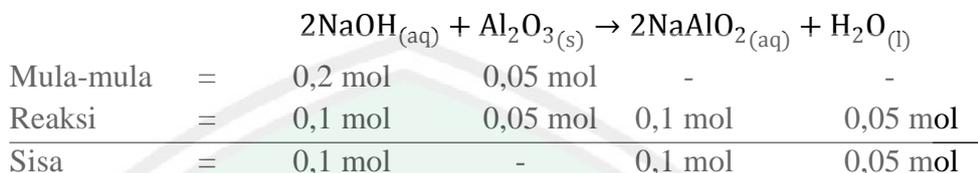
$$= 24,9 \text{ gr (massa teoritis)}$$

$$\% \text{ Hasil} = \frac{\text{massa percobaan}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{5,0347 \text{ gr}}{24,9 \text{ gr}} \times 100\%$$

$$= 20,22 \%$$

2. Sintesis zeolit NaY rasio Si/Al 3



$$\text{RM zeolit} = \text{Na}_2(\text{AlO}_2)_2(\text{SiO}_2) \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ (asumsi)}$$

$$\text{Mr zeolit} = 332 \text{ gr.mol}^{-1}$$

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

$$= 0,05 \text{ mol} \times 332 \text{ gr.mol}^{-1}$$

$$= 16,6 \text{ gr (massa teoritis)}$$

$$\% \text{ Hasil} = \frac{\text{massa percobaan}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{3,3697 \text{ gr}}{16,6 \text{ gr}} \times 100\%$$

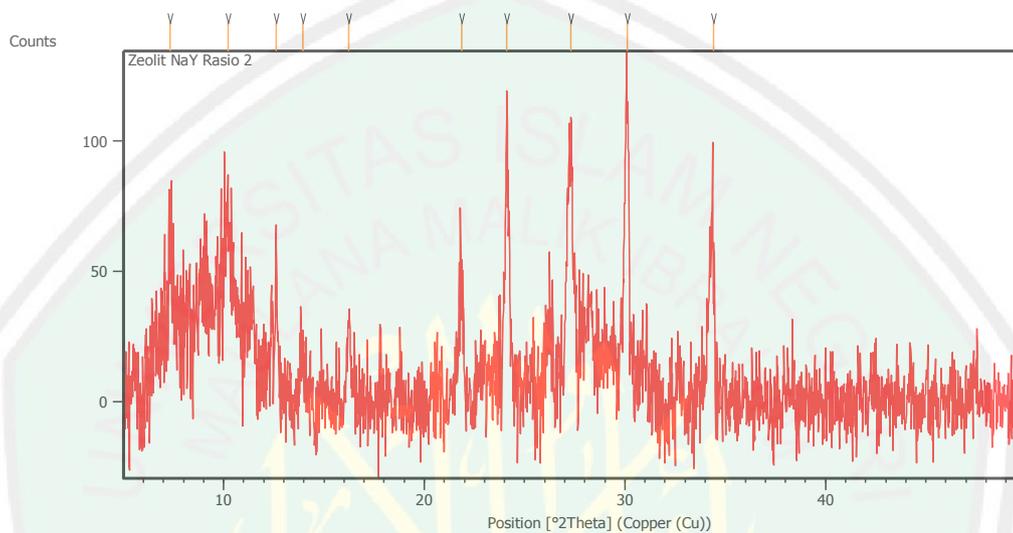
$$= 20,29 \%$$

Lampiran 4

HASIL KARAKTERISASI

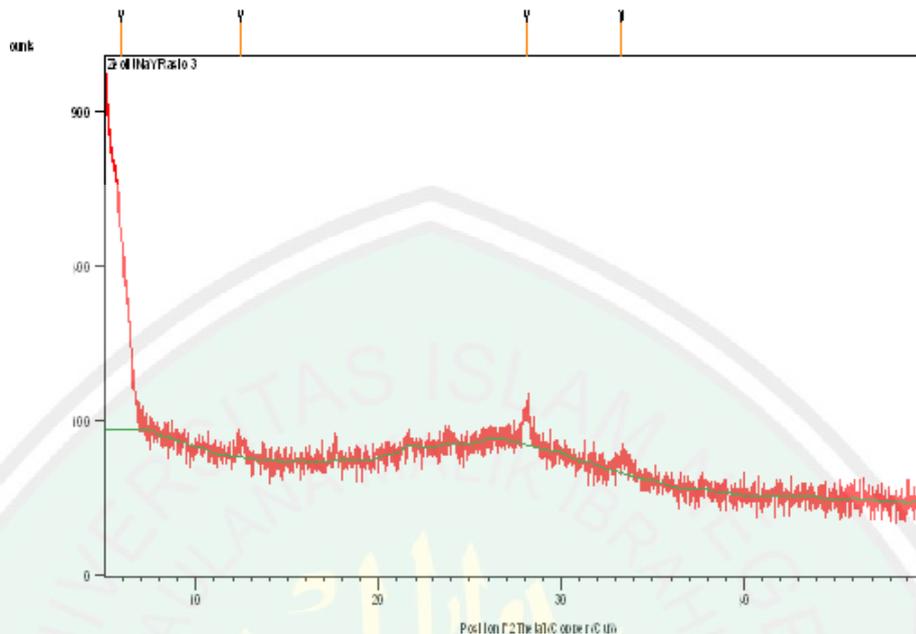
L.4.1 Hasil Karakterisasi XRD

L.4.1.1 Zeolit NaY Hasil Sintesis dengan Rasio Si/Al = 2



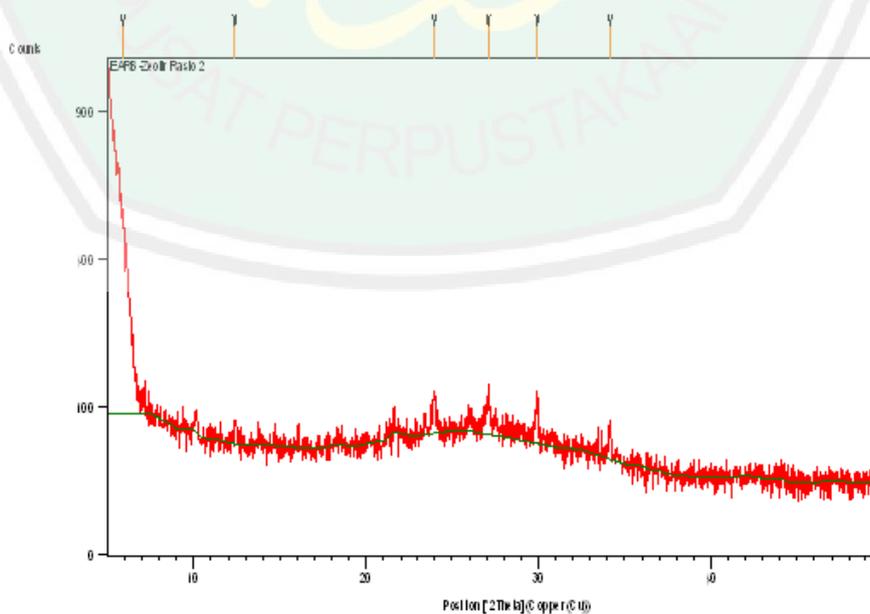
| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 7.3353 | 54.20 | 0.4015 | 12.05183 | 48.56 |
| 10.2290 | 67.31 | 0.4015 | 8.64796 | 60.30 |
| 12.6341 | 54.40 | 0.1338 | 7.00658 | 48.74 |
| 13.9505 | 16.28 | 0.4015 | 6.34827 | 14.59 |
| 16.2177 | 30.04 | 0.2007 | 5.46553 | 26.91 |
| 21.8689 | 43.38 | 0.2342 | 4.06429 | 38.86 |
| 24.1143 | 109.99 | 0.1673 | 3.69068 | 98.54 |
| 27.3093 | 102.22 | 0.3011 | 3.26573 | 91.57 |
| 30.1255 | 111.63 | 0.1673 | 2.96655 | 100.00 |
| 34.4039 | 51.59 | 0.2342 | 2.60680 | 46.22 |

L.4.1.2 Zeolit NaY Hasil Sintesis dengan Rasio Si/Al = 3



| Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] | Height [cts] | FWHM [$^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-------------------------|--------------|-------------------------|---------------|---------------|
| 5.8724 | 412.85 | 0.4723 | 15.05039 | 100.00 |
| 12.4392 | 16.37 | 0.4723 | 7.11595 | 3.96 |
| 28.1034 | 46.19 | 0.3936 | 3.17523 | 11.19 |
| 33.3058 | 12.14 | 0.9446 | 2.69019 | 2.94 |

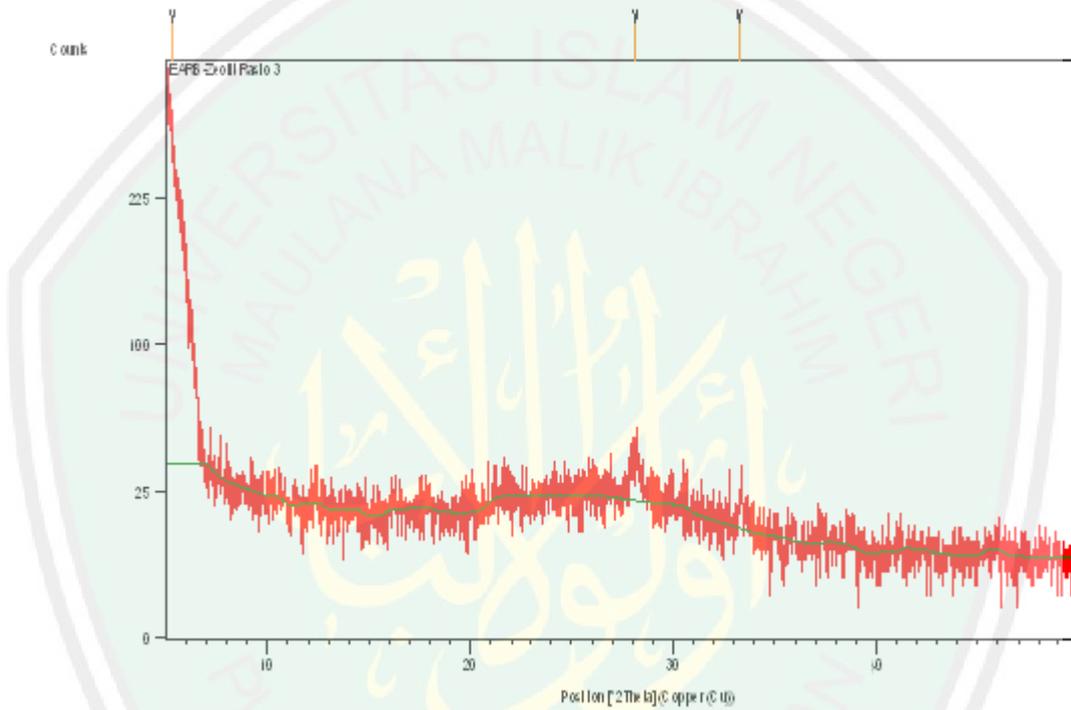
L.4.1.3 Senyawa Antikanker-Zeolit NaY dengan Rasio Si/Al = 2



| Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] | Height [cts] | FWHM [$^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-------------------------|--------------|-------------------------|---------------|---------------|
|-------------------------|--------------|-------------------------|---------------|---------------|

| | | | | |
|---------|--------|--------|----------|--------|
| 5.8932 | 411.52 | 0.4723 | 14.99722 | 100.00 |
| 12.3945 | 17.31 | 0.4723 | 7.14151 | 4.21 |
| 23.9606 | 50.25 | 0.1181 | 3.71401 | 12.21 |
| 27.0693 | 44.59 | 0.2362 | 3.29413 | 10.84 |
| 29.9254 | 47.24 | 0.1574 | 2.98593 | 11.48 |
| 34.1410 | 24.96 | 0.4723 | 2.62627 | 6.07 |

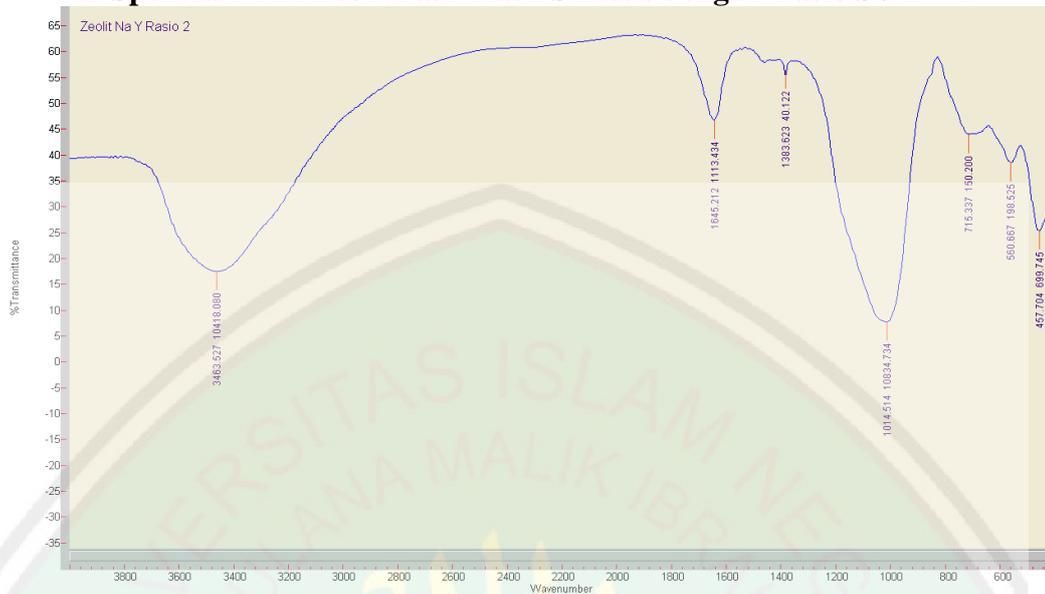
L.4.1.4 Senyawa Antikanker-Zeolit NaY dengan Rasio Si/Al = 3



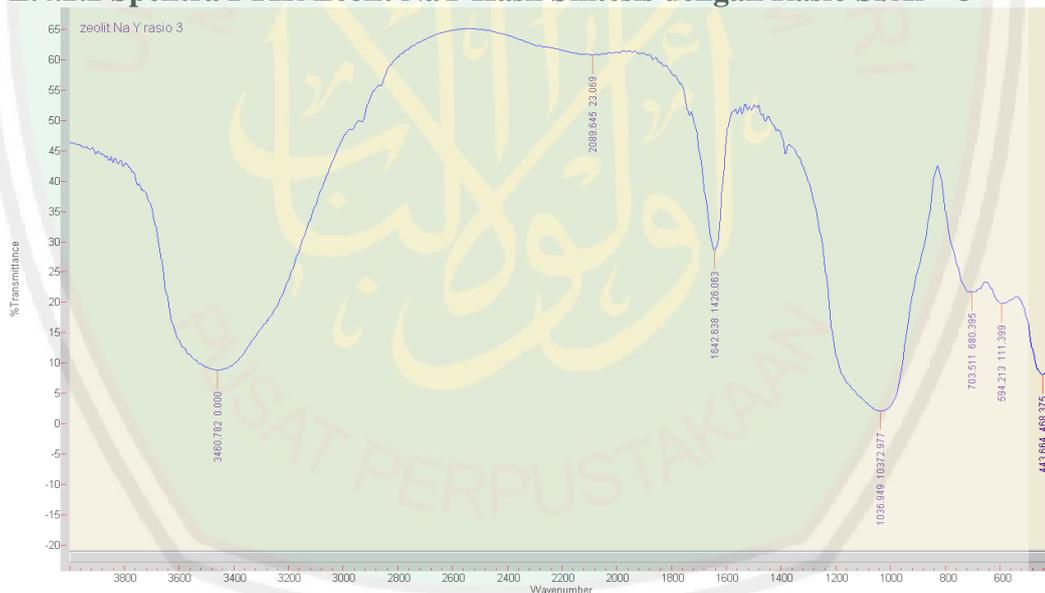
| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|--------------|---------------|---------------|
| 5.3300 | 250.82 | 0.6298 | 16.58063 | 100.00 |
| 28.1344 | 18.13 | 0.4723 | 3.17180 | 7.23 |
| 33.2299 | 4.59 | 0.9446 | 2.69617 | 1.83 |

L.4.2 Hasil Karakterisasi FTIR

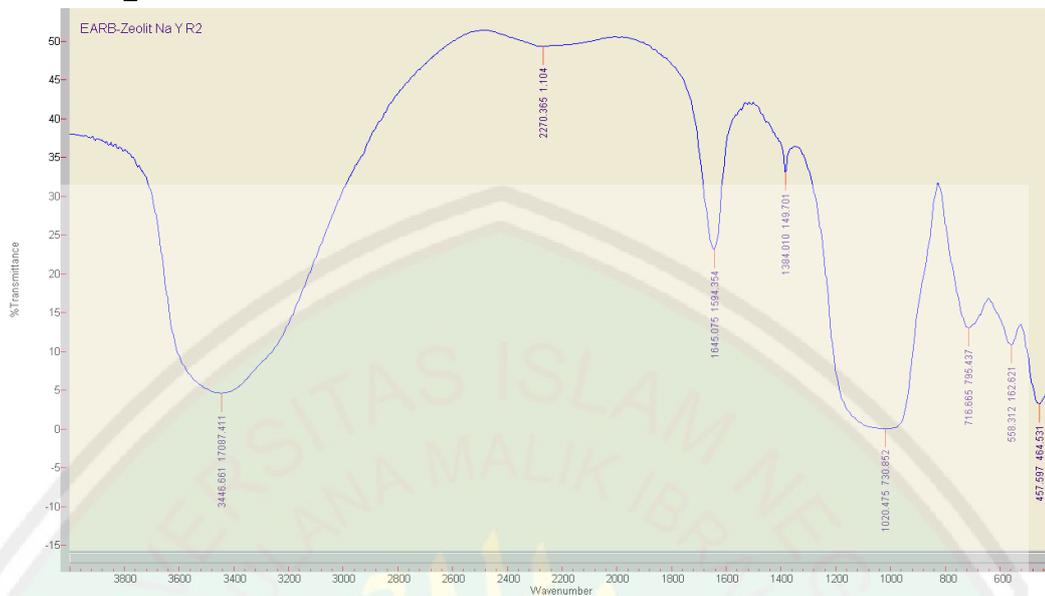
L.4.2.1 Spektra FTIR Zeolit NaY Hasil Sintesis dengan Rasio Si/Al = 2



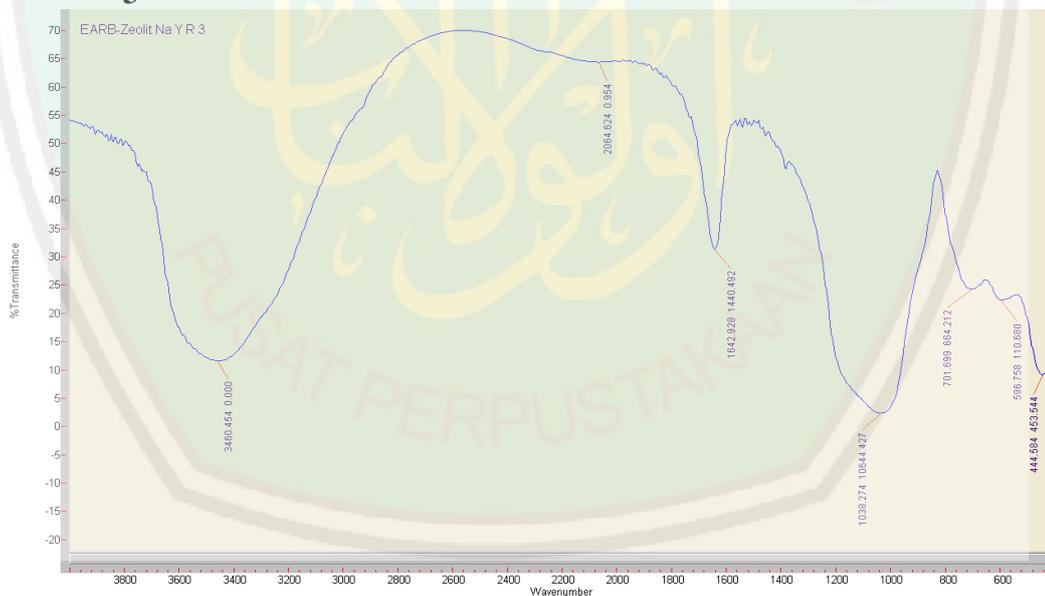
L.4.2.2 Spektra FTIR Zeolit NaY Hasil Sintesis dengan Rasio Si/Al = 3



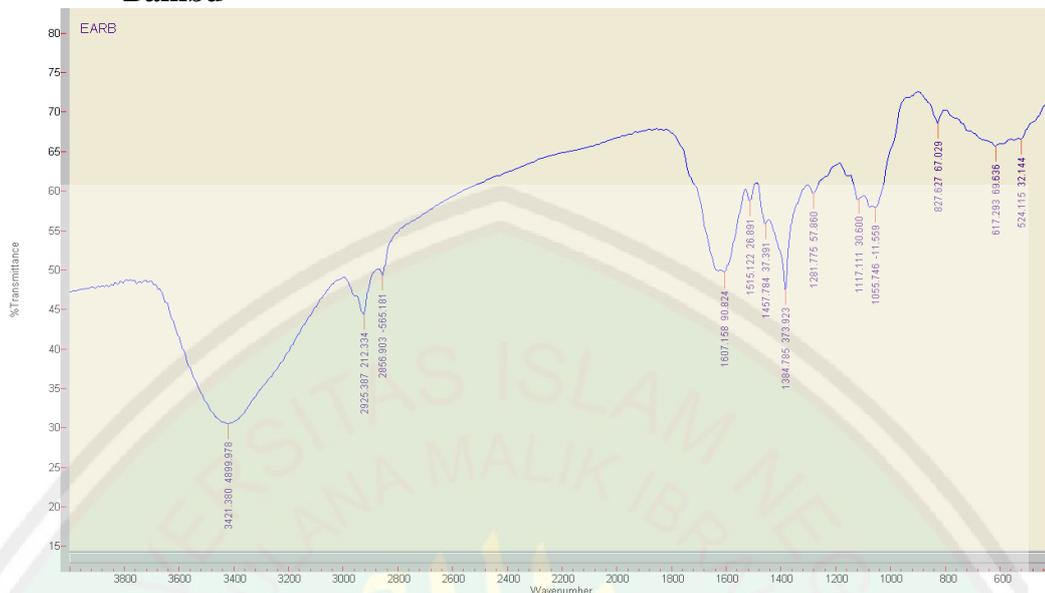
L.4.2.3 Spektra FTIR Senyawa Antikanker-Zeolit NaY dengan Rasio Si/Al = 2



L.4.2.4 Spektra FTIR Senyawa Antikanker-Zeolit NaY dengan Rasio Si/Al = 3

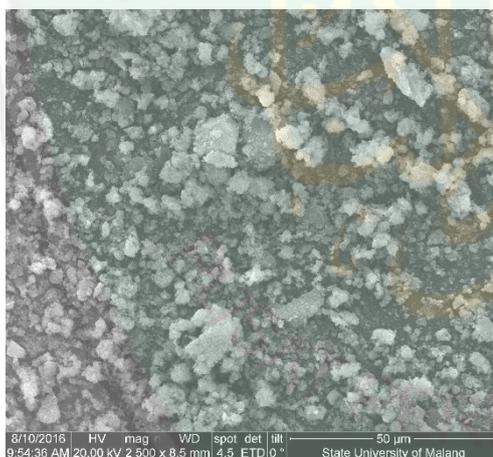


L.4.2.5 Spektra FTIR Senyawa Antikanker Ekstrak Etanol Akar Rumpun Bambu

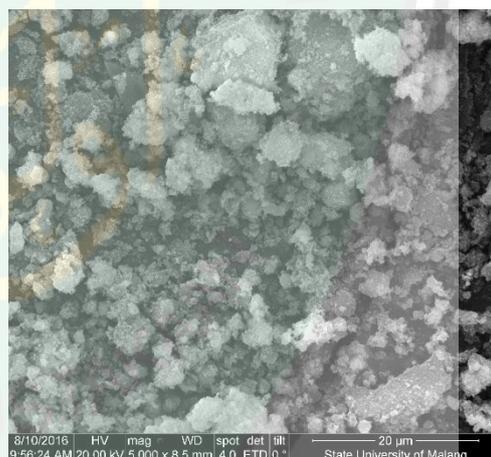


L.4.3 Hasil Karakterisasi SEM

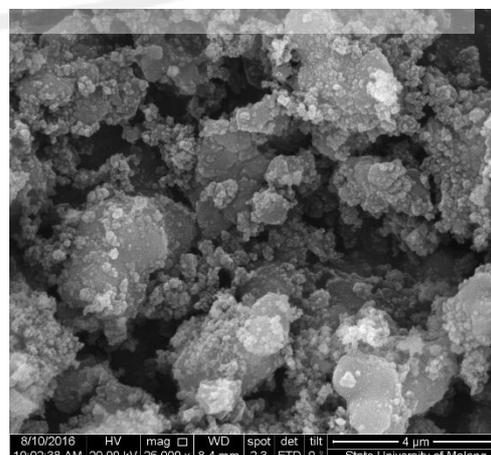
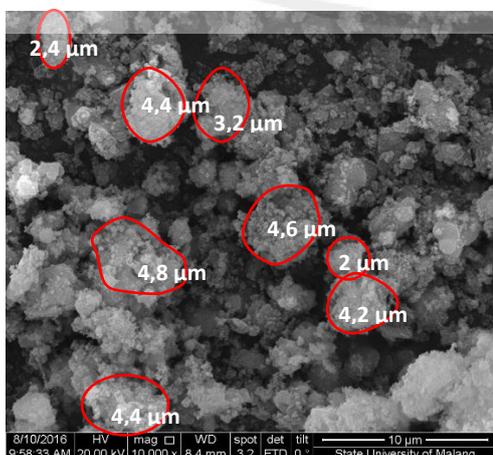
L.4.3.1 Mikrograf Zeolit NaY Hasil Sintesis dengan Rasio Si/Al = 2



Perbesaran 2500X

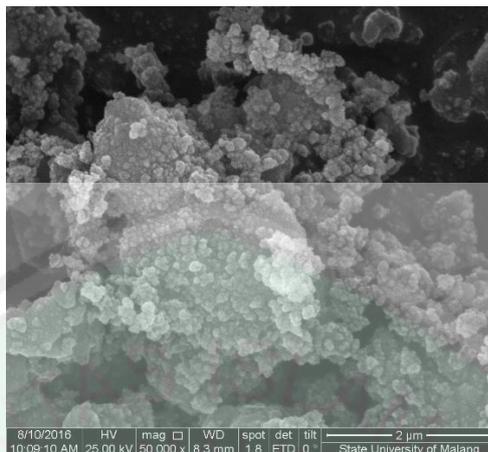


Perbesaran 5000X



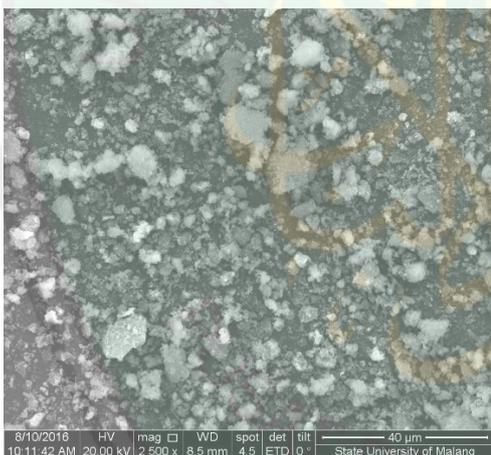
Perbesaran 10000X

Perbesaran 25000X

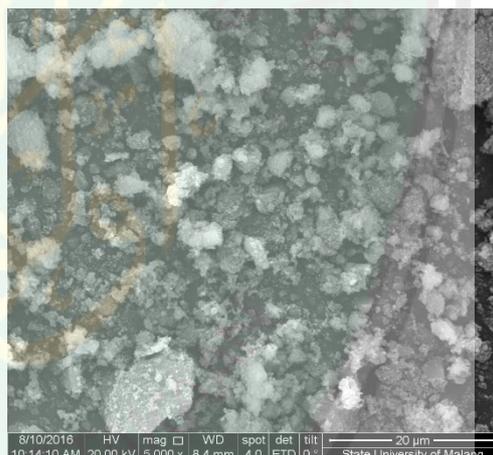


Perbesaran 50000X

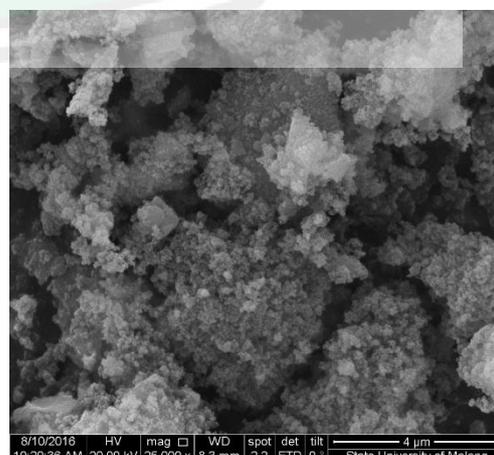
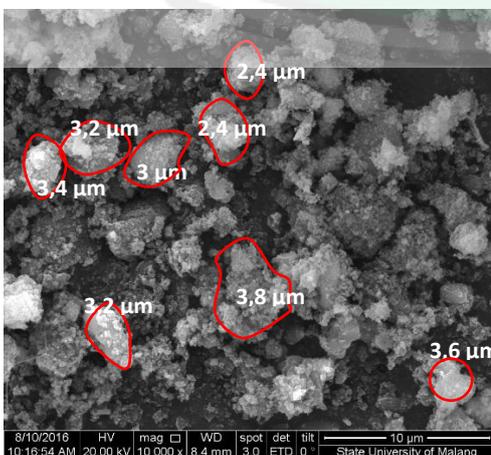
L.4.3.2 Mikrograf Senyawa Antikanker-Zeolit NaY dengan Rasio Si/Al₂ = 2



Perbesaran 2500X

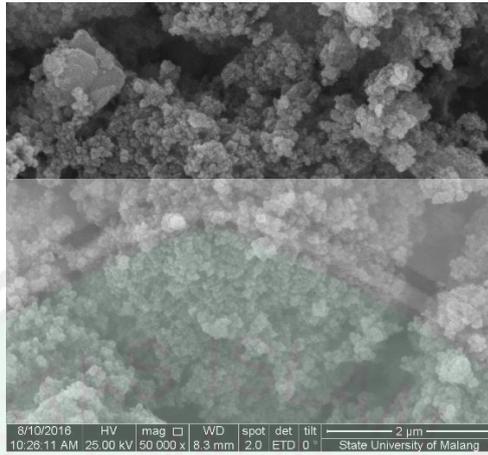


Perbesaran 5000X



Perbesaran 10000X

Perbesaran 25000X



Perbesaran 50000X



Lampiran 5

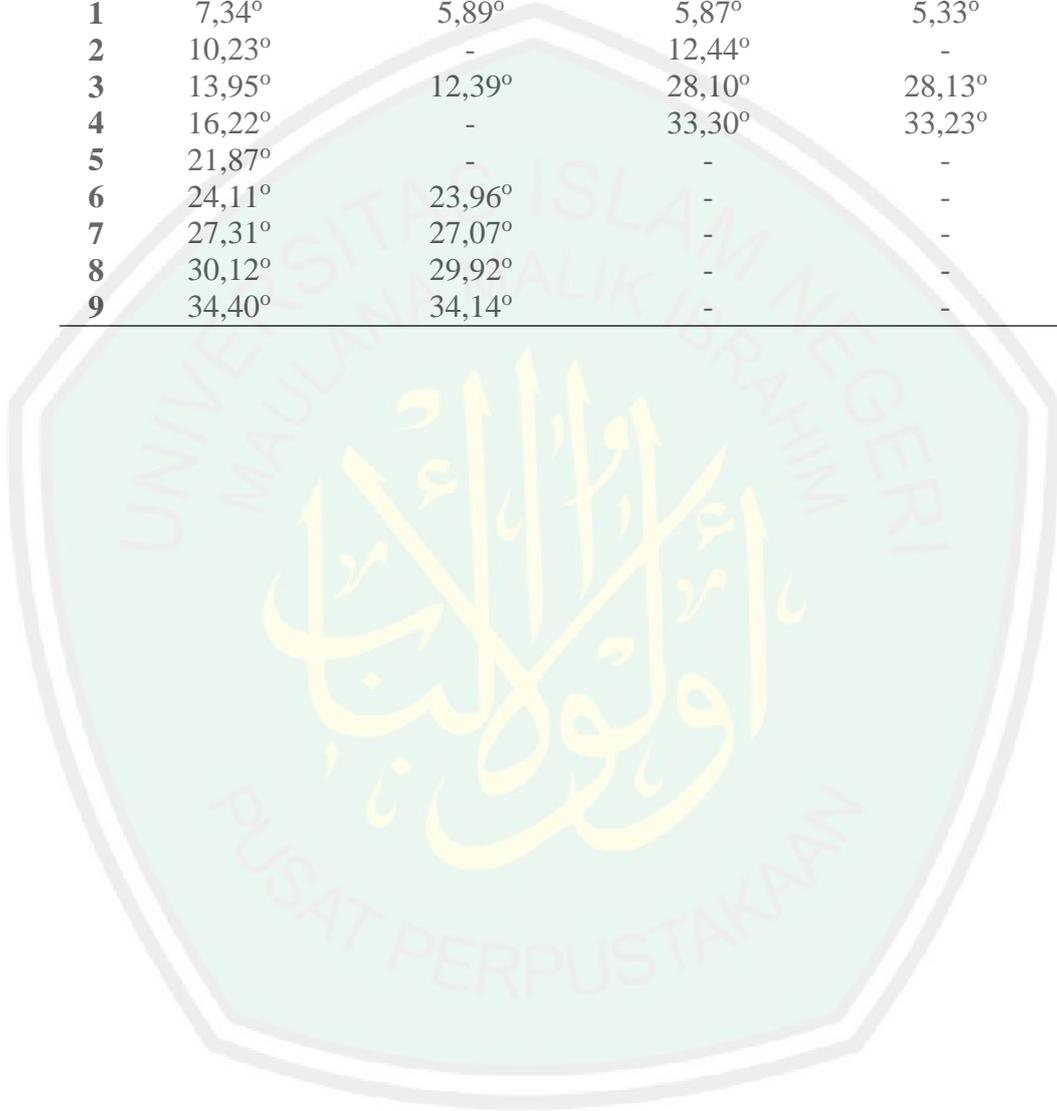
Hasil Perhitungan dan Pengolahan Data

L.5.1 Hasil pencocokan zeolit NaY sintesis dengan standar zeolit

| Nama Sampel | 2 θ ($^{\circ}$) | | | | | | | |
|-------------|---------------------------|------------------|------------------|------------------|-----|---------|-------|---------|
| | NaY | NaY Std | NaP | NaP Std | NaX | NaX Std | NaA | NaA Std |
| Zeolit NaY | - | 6,31 | - | - | - | 6,12 | 7,34 | 7,18 |
| Rasio 2 | - | 10,31 | - | - | - | 10,00 | 10,22 | 10,17 |
| | - | 12,10 | - | 12,46 | - | 12,25 | 12,63 | 12,46 |
| | - | 14,61 | - | - | - | 15,43 | 13,95 | 14,40 |
| | - | 15,92 | - | 17,66 | - | 17,36 | 16,22 | 16,11 |
| | - | 19,01 | - | - | - | 18,42 | - | 17,65 |
| | - | 20,71 | - | - | - | 20,07 | - | 20,41 |
| | 21,87 | 21,98 | - | 21,67 | - | 21,00 | - | 21,36 |
| | 24,11 | 24,06 | - | 25,08 | - | 24,61 | - | 23,99 |
| | - | 27,52 | - | 28,10 | - | 26,65 | 27,31 | 27,11 |
| | 30,12 | 30,16 | - | - | - | 30,30 | - | 30,83 |
| | - | 31,95 | - | 33,38 | - | 31,98 | - | 31,70 |
| | - | 34,69 | - | 35,76 | - | 34,17 | 34,40 | 34,18 |
| Zeolit NaY | 5,87 $^{\circ}$ | 6,31 $^{\circ}$ | - | - | - | 6,12 | - | 7,18 |
| Rasio 3 | - | 10,31 $^{\circ}$ | - | - | - | 10,00 | - | 10,17 |
| | - | 12,10 $^{\circ}$ | 12,44 $^{\circ}$ | 12,46 $^{\circ}$ | - | 12,25 | - | 12,46 |
| | - | 14,61 $^{\circ}$ | - | - | - | 15,43 | - | 14,40 |
| | - | 15,92 $^{\circ}$ | - | 17,66 | - | 17,36 | - | 16,11 |
| | - | 19,01 | - | - | - | 18,42 | - | 17,65 |
| | - | 20,71 | - | - | - | 20,07 | - | 20,41 |
| | - | 21,98 $^{\circ}$ | - | 21,67 | - | 21,00 | - | 21,36 |
| | - | 24,06 $^{\circ}$ | - | 25,08 | - | 24,61 | - | 23,99 |
| | - | 28,26 $^{\circ}$ | - | - | - | 26,65 | - | 27,11 |
| | - | 30,16 $^{\circ}$ | 28,10 $^{\circ}$ | 28,10 | - | 30,30 | - | 30,83 |
| | - | 31,95 | - | 30,84 | - | 31,98 | - | 31,70 |
| | - | 34,69 $^{\circ}$ | 33,30 $^{\circ}$ | 33,38 | - | 34,17 | - | 34,18 |

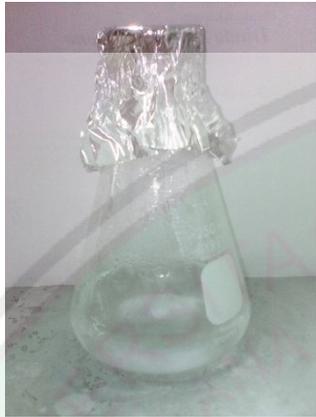
L.5.2 Hasil Perbandingan nilai 20 zeolit NaY sebelum dan sesudah diembankan

| No | Posisi 20 | | | |
|----|--------------------|-------------------------------|--------------------|-------------------------------|
| | Zeolit NaY Rasio 2 | Antikanker-zeolit NaY Rasio 2 | Zeolit NaY Rasio 3 | Antikanker-zeolit NaY Rasio 3 |
| 1 | 7,34° | 5,89° | 5,87° | 5,33° |
| 2 | 10,23° | - | 12,44° | - |
| 3 | 13,95° | 12,39° | 28,10° | 28,13° |
| 4 | 16,22° | - | 33,30° | 33,23° |
| 5 | 21,87° | - | - | - |
| 6 | 24,11° | 23,96° | - | - |
| 7 | 27,31° | 27,07° | - | - |
| 8 | 30,12° | 29,92° | - | - |
| 9 | 34,40° | 34,14° | - | - |



Lampiran 6

DOKUMENTASI



1. Pembuatan larutan NaOH



2. Penambahan Al_2O_3 pada larutan NaOH (Na aluminat)



3. Penambahan TEOS pada Na Aluminat



4. Sampel dalam botol hidrotermal



5. Pemeraman dan kristalisasi dalam oven



6. Zeolit NaY setelah pencucian



7. Pelarutan ekstrak etanol akar rumput bambu (EARB) dalam etanol 80 %



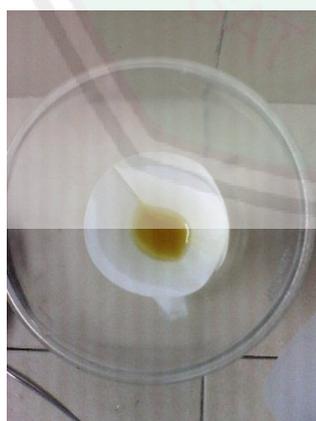
8. Penambahan zeolit NaY dalam EARB



9. Penambahan zeolit NaY dalam EARB (1 hari)



10. Penambahan zeolit NaY dalam EARB (2 hari)



11. Proses penyaringan EARB-Zeolit



12. Filtrat Hasil Penyaringan EARB-Zeolit



13. Residu EARB-Zeolit NaY



14. Produk : a) EARB-Zeolit NaY
b) Zeolit NaY



15. Ekstrak etanol akar rumput bambu

Lampiran 7

DATA STANDAR ZEOLIT

L.7.1 Zeolit NaY

FAU

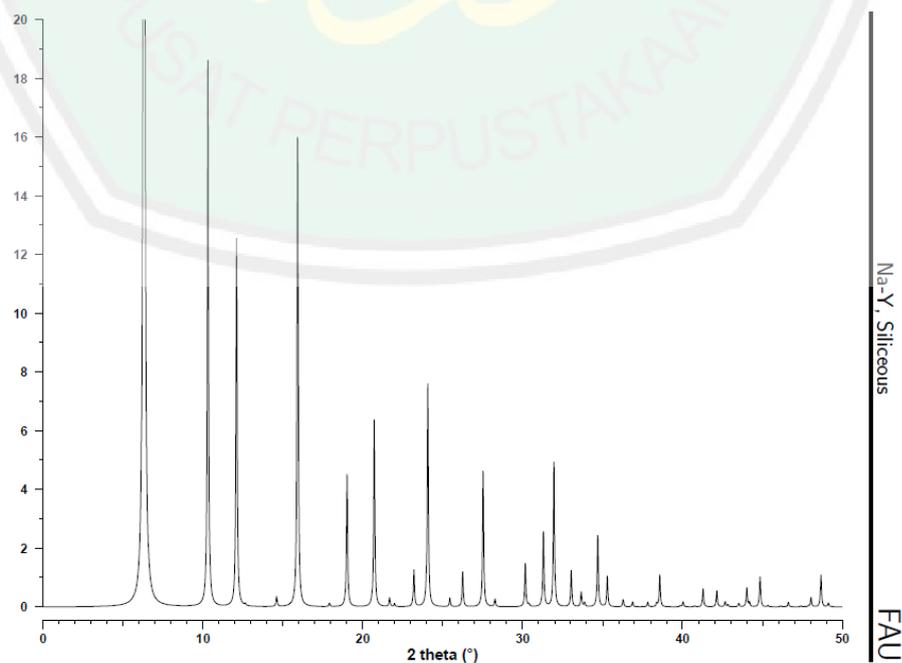
Na-Y, Siliceous

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Si}_{192}\text{O}_{384}]$ REFINED COMPOSITION: $[\text{Si}_{188.16}\text{O}_{384}]$

CRYSTAL DATA: $Fd\bar{3}m$ (No. 227) origin at centre ($\bar{3}m$)
 $a = 24.2576 \text{ \AA}$ $b = 24.2576 \text{ \AA}$ $c = 24.2576 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
 Neutron Rietveld refinement, $R_{\text{exp}} = 0.022$, $R_{\text{wp}} = 0.031$

REFERENCE: J. J. Hriljac, M. M. Eddy, A. K. Cheetham, J. A. Donohue and G. J. Ray,
J. Solid State Chem. **106** 66–72 (1993).

| <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | |
|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|--|
| 1 | 1 | 1 | 6.31 | 14.005 | 8 | 100.0 | 7 | 3 | 1 | 28.26 | 3.158 | 48 | 0.2 | 8 | 6 | 4 | 40.03 | 2.252 | 48 | 0.2 | |
| 2 | 2 | 0 | 10.31 | 8.576 | 12 | 18.6 | 7 | 3 | 3 | 30.16 | 2.964 | 24 | 1.5 | 11 | 1 | 1 | 41.28 | 2.187 | 24 | 0.4 | |
| 3 | 1 | 1 | 12.10 | 7.314 | 24 | 12.5 | 8 | 2 | 2 | 31.29 | 2.859 | 24 | 0.7 | 7 | 7 | 5 | 41.28 | 2.187 | 24 | 0.2 | |
| 4 | 0 | 0 | 14.61 | 6.064 | 6 | 0.3 | 6 | 6 | 0 | 31.29 | 2.859 | 12 | 1.9 | 8 | 8 | 0 | 42.14 | 2.144 | 12 | 0.6 | |
| 3 | 3 | 1 | 15.92 | 5.565 | 24 | 16.0 | 7 | 5 | 1 | 31.95 | 2.801 | 48 | 0.5 | 9 | 7 | 1 | 42.66 | 2.119 | 48 | 0.1 | |
| 4 | 2 | 2 | 17.91 | 4.952 | 24 | 0.1 | 5 | 5 | 5 | 31.95 | 2.801 | 8 | 4.4 | 10 | 6 | 0 | 43.51 | 2.080 | 24 | 0.1 | |
| 5 | 1 | 1 | 19.01 | 4.668 | 24 | 4.3 | 8 | 4 | 0 | 33.03 | 2.712 | 24 | 1.2 | 9 | 7 | 3 | 44.01 | 2.058 | 48 | 0.1 | |
| 3 | 3 | 3 | 19.01 | 4.668 | 8 | 0.2 | 7 | 5 | 3 | 33.66 | 2.663 | 48 | 0.5 | 11 | 3 | 3 | 44.01 | 2.058 | 24 | 0.5 | |
| 4 | 4 | 0 | 20.71 | 4.288 | 12 | 6.4 | 8 | 4 | 2 | 33.87 | 2.647 | 48 | 0.1 | 10 | 6 | 2 | 44.18 | 2.050 | 48 | 0.2 | |
| 5 | 3 | 1 | 21.67 | 4.100 | 48 | 0.3 | 6 | 6 | 4 | 34.69 | 2.586 | 24 | 2.4 | 12 | 0 | 0 | 44.84 | 2.021 | 6 | 0.3 | |
| 4 | 4 | 2 | 21.98 | 4.043 | 24 | 0.1 | 9 | 3 | 1 | 35.29 | 2.543 | 48 | 1.0 | 8 | 8 | 4 | 44.84 | 2.021 | 24 | 0.7 | |
| 6 | 2 | 0 | 23.19 | 3.835 | 24 | 1.3 | 8 | 4 | 4 | 36.28 | 2.476 | 24 | 0.3 | 9 | 7 | 5 | 46.61 | 1.948 | 48 | 0.1 | |
| 5 | 3 | 3 | 24.06 | 3.699 | 24 | 7.6 | 7 | 5 | 5 | 36.87 | 2.438 | 24 | 0.2 | 12 | 4 | 2 | 48.03 | 1.894 | 48 | 0.1 | |
| 4 | 4 | 4 | 25.44 | 3.501 | 8 | 0.3 | 8 | 6 | 2 | 37.82 | 2.379 | 48 | 0.2 | 8 | 8 | 6 | 48.03 | 1.894 | 24 | 0.2 | |
| 5 | 5 | 1 | 26.24 | 3.397 | 24 | 1.2 | 9 | 5 | 1 | 38.38 | 2.345 | 48 | 0.1 | 10 | 8 | 2 | 48.65 | 1.872 | 48 | 1.1 | |
| 6 | 4 | 2 | 27.52 | 3.242 | 48 | 4.6 | 6 | 6 | 6 | 38.57 | 2.334 | 8 | 1.1 | | | | | | | | |



L.7.2 Zeolit NaP

GIS

Na-P1

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_6(\text{H}_2\text{O})_{12}] [\text{Si}_{10}\text{Al}_6\text{O}_{32}]$

REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_{5.92}(\text{H}_2\text{O})_{11.28}] [\text{Si}_{9.92}\text{Al}_{6.08}\text{O}_{32}]$

CRYSTAL DATA: $\bar{1}4$ (No. 82)

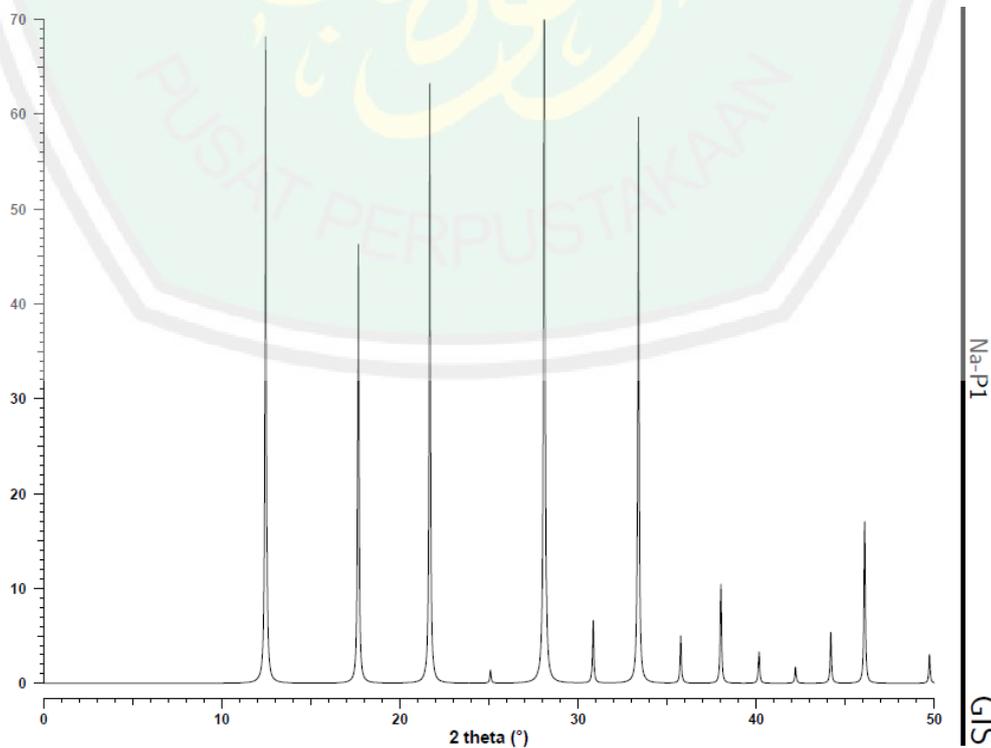
$a = 10.043 \text{ \AA}$ $b = 10.043 \text{ \AA}$ $c = 10.043 \text{ \AA}$

$\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$

X-ray twinned crystal refinement, $R = 0.05$

REFERENCE: Ch. Baerlocher and W. M. Meier,
Z. Kristallogr. **135** 339-354 (1972).

| <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | |
|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 1 | 12.46 | 7.101 | 8 | 92.1 | 2 | 3 | 1 | 33.38 | 2.684 | 8 | 11.5 | 2 | 4 | 2 | 44.18 | 2.050 | 8 | 0.5 | |
| 1 | 1 | 0 | 12.46 | 7.101 | 4 | 1.0 | 1 | 3 | 2 | 33.38 | 2.684 | 8 | 12.7 | 2 | 2 | 4 | 44.18 | 2.050 | 8 | 0.4 | |
| 2 | 0 | 0 | 17.66 | 5.022 | 4 | 60.6 | 1 | 2 | 3 | 33.38 | 2.684 | 8 | 7.5 | 1 | 4 | 3 | 46.08 | 1.970 | 8 | 0.2 | |
| 0 | 0 | 2 | 17.66 | 5.022 | 2 | 2.7 | 0 | 0 | 4 | 35.76 | 2.511 | 2 | 6.8 | 3 | 1 | 4 | 46.08 | 1.970 | 8 | 0.1 | |
| 2 | 1 | 1 | 21.67 | 4.100 | 8 | 13.3 | 3 | 0 | 3 | 38.01 | 2.367 | 8 | 0.4 | 5 | 0 | 1 | 46.08 | 1.970 | 8 | 3.3 | |
| 1 | 1 | 2 | 21.67 | 4.100 | 8 | 66.1 | 4 | 1 | 1 | 38.01 | 2.367 | 8 | 0.6 | 5 | 1 | 0 | 46.08 | 1.970 | 4 | 2.2 | |
| 1 | 2 | 1 | 21.67 | 4.100 | 8 | 7.0 | 1 | 1 | 4 | 38.01 | 2.367 | 8 | 1.0 | 1 | 3 | 4 | 46.08 | 1.970 | 8 | 11.1 | |
| 2 | 0 | 2 | 25.08 | 3.551 | 8 | 0.8 | 3 | 3 | 0 | 38.01 | 2.367 | 4 | 0.3 | 4 | 3 | 1 | 46.08 | 1.970 | 8 | 0.9 | |
| 2 | 2 | 0 | 25.08 | 3.551 | 4 | 1.1 | 1 | 4 | 1 | 38.01 | 2.367 | 8 | 12.0 | 1 | 0 | 5 | 46.08 | 1.970 | 8 | 1.6 | |
| 3 | 1 | 0 | 28.10 | 3.176 | 4 | 1.6 | 4 | 0 | 2 | 40.15 | 2.246 | 8 | 1.4 | 4 | 1 | 3 | 46.08 | 1.970 | 8 | 2.0 | |
| 3 | 0 | 1 | 28.10 | 3.176 | 8 | 100.0 | 2 | 0 | 4 | 40.15 | 2.246 | 8 | 0.9 | 3 | 4 | 1 | 46.08 | 1.970 | 8 | 1.8 | |
| 1 | 0 | 3 | 28.10 | 3.176 | 8 | 34.9 | 4 | 2 | 0 | 40.15 | 2.246 | 4 | 2.3 | 2 | 5 | 1 | 49.72 | 1.834 | 8 | 0.2 | |
| 2 | 2 | 2 | 30.84 | 2.899 | 8 | 9.0 | 3 | 2 | 3 | 42.20 | 2.141 | 8 | 1.0 | 5 | 1 | 2 | 49.72 | 1.834 | 8 | 2.9 | |
| 2 | 1 | 3 | 33.38 | 2.684 | 8 | 3.5 | 2 | 3 | 3 | 42.20 | 2.141 | 8 | 0.3 | 2 | 1 | 5 | 49.72 | 1.834 | 8 | 0.7 | |
| 3 | 1 | 2 | 33.38 | 2.684 | 8 | 45.0 | 3 | 3 | 2 | 42.20 | 2.141 | 8 | 1.0 | 1 | 5 | 2 | 49.72 | 1.834 | 8 | 0.3 | |
| 3 | 2 | 1 | 33.38 | 2.684 | 8 | 1.2 | 4 | 2 | 2 | 44.18 | 2.050 | 8 | 6.5 | | | | | | | | |



L.7.3 Zeolit NaA

LTA

Linde Type A, Hydrated

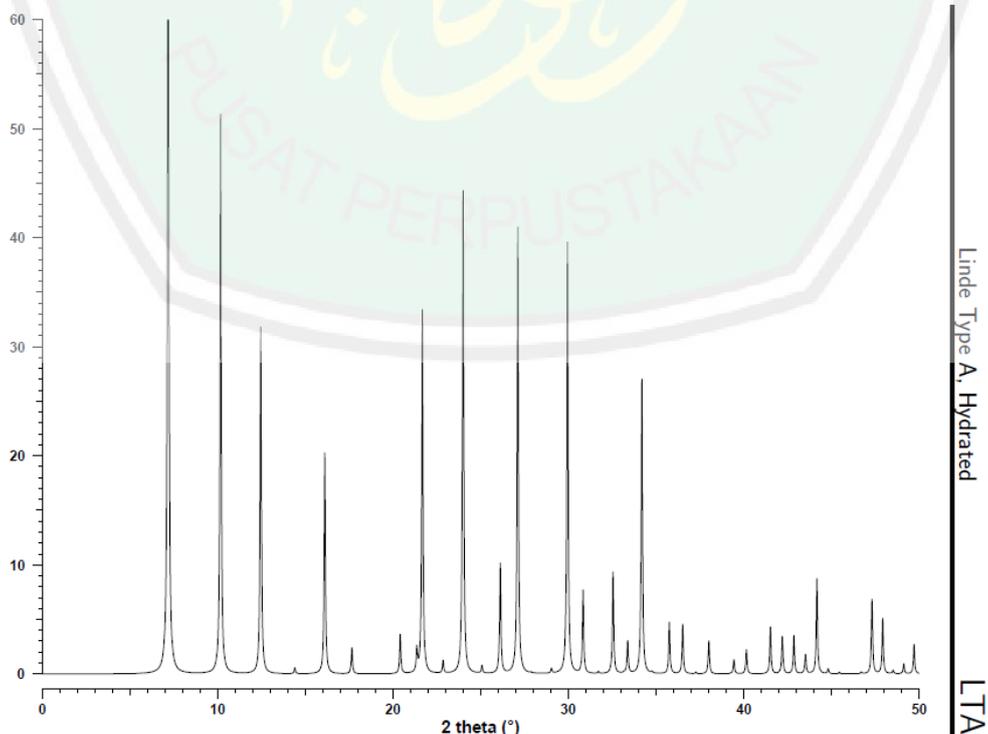
CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_{96}(\text{H}_2\text{O})_{216}] [\text{Si}_{96}\text{Al}_{96}\text{O}_{384}]$

REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_{64}(\text{H}_2\text{O})_{326.71}] [\text{Si}_{96}\text{Al}_{96}\text{O}_{384}]$

CRYSTAL DATA: $Fm\bar{3}c$ (No. 226)
 $a = 24.61 \text{ \AA}$ $b = 24.61 \text{ \AA}$ $c = 24.61 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
 X-ray single crystal refinement, $R_w = 0.04$

REFERENCE: V. Gramlich and W. M. Meier,
Z. Kristallogr. **133** 134-149 (1971).

| <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} |
|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|
| 2 | 0 | 0 | 7.18 | 12.305 | 6 | 100.0 | 8 | 2 | 2 | 30.83 | 2.900 | 24 | 5.4 | 8 | 6 | 6 | 42.85 | 2.110 | 24 | 2.3 |
| 2 | 2 | 0 | 10.17 | 8.701 | 12 | 51.3 | 6 | 6 | 0 | 30.83 | 2.900 | 12 | 2.3 | 10 | 6 | 0 | 42.85 | 2.110 | 24 | 1.2 |
| 2 | 2 | 2 | 12.46 | 7.104 | 8 | 31.8 | 6 | 6 | 2 | 31.70 | 2.823 | 24 | 0.2 | 10 | 6 | 2 | 43.51 | 2.080 | 48 | 1.8 |
| 4 | 0 | 0 | 14.40 | 6.153 | 6 | 0.5 | 8 | 4 | 0 | 32.54 | 2.751 | 24 | 9.3 | 8 | 8 | 4 | 44.16 | 2.051 | 24 | 0.9 |
| 4 | 2 | 0 | 16.11 | 5.503 | 24 | 20.3 | 8 | 4 | 2 | 33.37 | 2.685 | 48 | 3.0 | 12 | 0 | 0 | 44.16 | 2.051 | 6 | 7.8 |
| 4 | 2 | 2 | 17.65 | 5.023 | 24 | 2.4 | 6 | 6 | 4 | 34.18 | 2.623 | 24 | 27.1 | 12 | 2 | 0 | 44.80 | 2.023 | 24 | 0.5 |
| 4 | 4 | 0 | 20.41 | 4.350 | 12 | 3.6 | 9 | 3 | 1 | 34.77 | 2.580 | 48 | 0.1 | 12 | 2 | 2 | 45.44 | 1.996 | 24 | 0.1 |
| 5 | 3 | 1 | 21.36 | 4.160 | 48 | 2.1 | 8 | 4 | 4 | 35.75 | 2.512 | 24 | 4.7 | 12 | 4 | 0 | 46.69 | 1.946 | 24 | 0.2 |
| 6 | 0 | 0 | 21.67 | 4.102 | 6 | 10.6 | 10 | 0 | 0 | 36.51 | 2.461 | 6 | 4.1 | 10 | 8 | 0 | 47.30 | 1.922 | 24 | 2.3 |
| 4 | 4 | 2 | 21.67 | 4.102 | 24 | 22.8 | 8 | 6 | 0 | 36.51 | 2.461 | 24 | 0.4 | 8 | 8 | 6 | 47.30 | 1.922 | 24 | 4.2 |
| 6 | 2 | 0 | 22.85 | 3.891 | 24 | 1.2 | 10 | 2 | 0 | 37.26 | 2.413 | 24 | 0.1 | 12 | 4 | 2 | 47.30 | 1.922 | 48 | 0.3 |
| 6 | 2 | 2 | 23.99 | 3.710 | 24 | 44.3 | 10 | 2 | 2 | 38.00 | 2.368 | 24 | 1.6 | 10 | 8 | 2 | 47.91 | 1.899 | 48 | 5.1 |
| 4 | 4 | 4 | 25.07 | 3.552 | 8 | 0.7 | 6 | 6 | 6 | 38.00 | 2.368 | 8 | 1.4 | 10 | 6 | 6 | 48.51 | 1.876 | 24 | 0.3 |
| 6 | 4 | 0 | 26.11 | 3.413 | 24 | 10.1 | 8 | 6 | 4 | 39.43 | 2.285 | 48 | 1.0 | 12 | 4 | 4 | 49.11 | 1.855 | 24 | 0.9 |
| 6 | 4 | 2 | 27.11 | 3.289 | 48 | 41.0 | 10 | 4 | 0 | 39.43 | 2.285 | 24 | 0.3 | 10 | 8 | 4 | 49.70 | 1.834 | 48 | 1.8 |
| 8 | 0 | 0 | 29.03 | 3.076 | 6 | 0.4 | 10 | 4 | 2 | 40.14 | 2.247 | 48 | 2.2 | 12 | 6 | 0 | 49.70 | 1.834 | 24 | 0.9 |
| 6 | 4 | 4 | 29.94 | 2.984 | 24 | 19.7 | 8 | 8 | 0 | 41.51 | 2.175 | 12 | 4.3 | | | | | | | |
| 8 | 2 | 0 | 29.94 | 2.984 | 24 | 19.9 | 10 | 4 | 4 | 42.19 | 2.142 | 24 | 3.4 | | | | | | | |



L.7.4 Zeolit NaX

FAU

Na-X, Hydrated

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_{88}(\text{H}_2\text{O})_{220}] [\text{Si}_{104}\text{Al}_{88}\text{O}_{384}]$

REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_{40.32}(\text{H}_2\text{O})_{171.84}] [\text{Si}_{103.68}\text{Al}_{88.32}\text{O}_{384}]$

CRYSTAL DATA: $Fd\bar{3}$ (No. 203) origin at centre ($\bar{3}$)
 $a = 25.028 \text{ \AA}$ $b = 25.028 \text{ \AA}$ $c = 25.028 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
 X-ray single crystal refinement, $R = 0.09$

REFERENCE: D. H. Olson,
J. Phys. Chem. **74** 2758–2764 (1970).

| <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 2θ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> _{rel} |
|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|
| 1 | 1 | 1 | 6.12 | 14.450 | 8 | 100.0 | 6 | 6 | 0 | 30.30 | 2.950 | 12 | 1.0 | 11 | 1 | 1 | 39.95 | 2.257 | 24 | 0.2 |
| 2 | 2 | 0 | 10.00 | 8.849 | 12 | 10.4 | 8 | 2 | 2 | 30.30 | 2.950 | 24 | 1.7 | 7 | 7 | 5 | 39.95 | 2.257 | 24 | 0.3 |
| 3 | 1 | 1 | 11.73 | 7.546 | 24 | 3.8 | 7 | 1 | 5 | 30.94 | 2.890 | 24 | 0.4 | 8 | 8 | 0 | 40.79 | 2.212 | 12 | 1.1 |
| 2 | 2 | 2 | 12.25 | 7.225 | 8 | 0.2 | 7 | 5 | 1 | 30.94 | 2.890 | 24 | 0.4 | 11 | 1 | 3 | 41.29 | 2.187 | 24 | 0.3 |
| 3 | 3 | 1 | 15.43 | 5.742 | 24 | 6.5 | 5 | 5 | 5 | 30.94 | 2.890 | 8 | 5.7 | 11 | 3 | 1 | 41.29 | 2.187 | 24 | 0.3 |
| 4 | 2 | 2 | 17.36 | 5.109 | 24 | 0.1 | 6 | 6 | 2 | 31.15 | 2.871 | 24 | 0.2 | 9 | 5 | 5 | 41.29 | 2.187 | 24 | 0.1 |
| 3 | 3 | 3 | 18.42 | 4.817 | 8 | 0.3 | 8 | 0 | 4 | 31.98 | 2.798 | 12 | 1.6 | 9 | 7 | 1 | 41.29 | 2.187 | 24 | 0.2 |
| 5 | 1 | 1 | 18.42 | 4.817 | 24 | 1.3 | 8 | 4 | 0 | 31.98 | 2.798 | 12 | 1.8 | 9 | 1 | 7 | 41.29 | 2.187 | 24 | 0.2 |
| 4 | 4 | 0 | 20.07 | 4.424 | 12 | 2.0 | 7 | 3 | 5 | 32.59 | 2.747 | 24 | 0.1 | 8 | 8 | 2 | 41.45 | 2.178 | 24 | 0.1 |
| 5 | 3 | 1 | 21.00 | 4.231 | 24 | 0.6 | 9 | 1 | 1 | 32.59 | 2.747 | 24 | 0.1 | 11 | 3 | 3 | 42.59 | 2.123 | 24 | 0.6 |
| 6 | 2 | 0 | 22.47 | 3.957 | 12 | 1.1 | 7 | 5 | 3 | 32.59 | 2.747 | 24 | 0.4 | 8 | 8 | 4 | 43.38 | 2.086 | 24 | 0.3 |
| 6 | 0 | 2 | 22.47 | 3.957 | 12 | 0.2 | 8 | 4 | 2 | 32.80 | 2.731 | 24 | 0.1 | 9 | 9 | 1 | 46.31 | 1.960 | 24 | 0.2 |
| 5 | 3 | 3 | 23.31 | 3.817 | 24 | 6.2 | 8 | 2 | 4 | 32.80 | 2.731 | 24 | 0.1 | 12 | 4 | 2 | 46.46 | 1.954 | 24 | 0.3 |
| 6 | 2 | 2 | 23.58 | 3.773 | 24 | 0.5 | 6 | 6 | 4 | 33.59 | 2.668 | 24 | 3.4 | 12 | 2 | 4 | 46.46 | 1.954 | 24 | 0.2 |
| 4 | 4 | 4 | 24.64 | 3.612 | 8 | 0.2 | 9 | 3 | 1 | 34.17 | 2.624 | 24 | 0.5 | 10 | 8 | 2 | 47.06 | 1.931 | 24 | 0.4 |
| 5 | 5 | 1 | 25.41 | 3.505 | 24 | 0.2 | 9 | 1 | 3 | 34.17 | 2.624 | 24 | 0.6 | 10 | 2 | 8 | 47.06 | 1.931 | 24 | 0.2 |
| 6 | 2 | 4 | 26.65 | 3.345 | 24 | 2.4 | 8 | 4 | 4 | 35.13 | 2.554 | 24 | 0.5 | 12 | 4 | 4 | 48.24 | 1.887 | 24 | 0.2 |
| 6 | 4 | 2 | 26.65 | 3.345 | 24 | 3.2 | 8 | 2 | 6 | 36.61 | 2.454 | 24 | 0.1 | 9 | 7 | 7 | 48.67 | 1.871 | 24 | 0.2 |
| 7 | 3 | 1 | 27.37 | 3.258 | 24 | 0.1 | 10 | 2 | 2 | 37.34 | 2.408 | 24 | 0.2 | 13 | 3 | 3 | 49.82 | 1.830 | 24 | 0.1 |
| 7 | 3 | 3 | 29.21 | 3.058 | 24 | 1.2 | 6 | 6 | 6 | 37.34 | 2.408 | 8 | 1.2 | 9 | 9 | 5 | 49.82 | 1.830 | 24 | 0.2 |

