

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
DAUN SIRSAK (*Annona Muricata* Linn)**

SKRIPSI

OLEH :
AHMAD FADHOL
NIM. 12630069



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
DAUN SIRSAK (*Annona Muricata* Linn)**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD FADHOL
NIM. 12630069



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
DAUN SIRSAK (*Annona Muricata Linn*)**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD FADHOL
NIM. 12630069

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 NANOZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
DAUN SIRSAK (*Annona Muricata Linn*)**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD FADHOL
NIM. 12630069

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal, 31 Oktober 2016



Pembimbing I


Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP.19810811200801 2 010

Pembimbing II


Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 200312 1 004

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT NaY SEBAGAI
PENGEMBAN SENYAWA ANTIKANKER HASIL EKSTRAK ETANOL
DAUN SIRSAK (*Annona Muricata Linn*)**

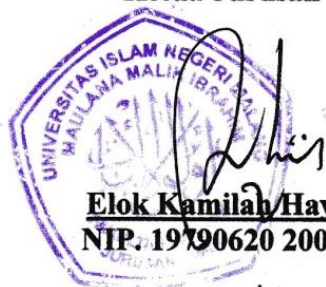
SKRIPSI

Oleh:
AHMAD FADHOL
NIM. 12630069

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 31 Oktober 2016

Penguji Utama	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007	(.....)
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 Abtokhi, M.Pd NIP. 19761003 200312 1 004	(.....)

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ahmad Fadhol

NIM : 12630069

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit NaY Sebagai Pengembangan Senyawa Antikanker Hasil Ekstrak Etanol Daun Sirsak

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, 3 November 2016
Yang membuat pernyataan,



Ahmad Fadhol
NIM. 12630069

MOTTO

“ لا يكلف الله نفسا الا وسئها ”

“Jika kau menginginkan sesuatu, kau hanya butuh sekuat mungkin untuk meraihnya hingga ke titik maksimum, selebihnya adalah kuasa Tuhan”



HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur saya ucapkan pada Allah SWT, tanpa kehendak-Nya penulis tidak akan dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Tulisan ini saya persembahkan kepada :

1. Aba dan Umi tercinta yang selalu memberikan cinta dan dukungan moral serta materi kepada saya dalam penyelesaian Studi S-1 dan penulisan naskah skripsi.
2. Kakakku tercinta yang turut serta memberi dukungan.
3. Bapak/Ibu dosen dengan penuh kesabaran dalam membimbing penyusunan naskah skripsi.
4. Seluruh teman-teman Chemist 2012 dan Abah Yai, Umik, santri paseduluran Pondok Pesantren Sabilurrosyad Gasek Malang.

KATA PENGANTAR

Assalamua'alaikum Wr. Wb.

Syukur alhamdulillah penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian ini. Sholawat serta salam tak lupa penulis panjatkan kepada baginda besar nabi Muhammad SAW yang telah memberikan penulis pencerahan tentang memaknai apa arti kehidupan.

Selanjutnya penulis haturkan banyak terimakasih terhadap orang-orang paling berjasa bagi penulis dalam menyelesaikan naskah skripsi ini, baik berupa materi, tenaga, pengetahuan, saran, do'a, ataupun lainnya. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada :

1. Ibu Dr. drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Susi Nurul Kholifah, M.Si selaku dosen konsultan, Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku pembimbing I, Bapak Ahmad Abtokhi, M.Pd selaku pembimbing II, dan Ibu Suci Amalia, M.Sc selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan pengarahan dan pencerahan baik pengetahuan maupun motivasi yang sangat berharga dalam menyelesaikan naskah penelitian ini.

4. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, terimakasih atas segenap ilmu dan bimbingannya.
5. Aba dan Ummi tercinta yang menjadi sumber semangat, yang menjadi cahaya bagi penulis, dan yang telah menjadikan penulis sebagai tumpuan harapan mereka dalam meniti masa depan kelak.
6. Kakak penulis yang selalu memberikan nasihat dan semangat, seluruh keluarga besar penulis Bani Abdussalam dan Bani Sukipan.
7. Teman-teman semua yang telah mengisi kehidupan penulis, baik yang di pesantren, di Jurusan Kimia, di organisasi, warung kopi, dan lainnya yang tidak bisa disebutkan satu persatu sehingga penulis tidak merasa kesepian dan menjadi semangat dalam menyelesaikan penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan naskah penelitian ini pasti tidak pernah lepas dari kekurangan maupun kesalahan. Sehingga penulis berharap ada masukan baik berupa kritik maupun saran yang dapat membangun kesempurnaan dari naskah penelitian ini. Dan selain itu semoga bisa memberikan manfaat bagi para pembaca maupun penulis secara pribadi. *Amin Ya Rabbal Alamin .*

Wassalamualaikum, Wr. Wb.

Malang, Oktober 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Zeolit NaY	8
2.2 Sintesis Nanozeolit NaY	11
2.3 Metode Sintesis Nanozeolit NaY	15
2.4 Senyawa Antikanker yang Diembangkan Pada Zeolit.....	16
2.5 Daun Sirsak.....	18
2.6 Karakterisasi Nanozeolit NaY	20
2.6.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	20
2.6.2 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	24
2.6.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	26
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan.....	28
3.2.1 Alat-alat	28
3.2.2 Bahan-bahan	28
3.3 Rancangan Penelitian.....	28
3.4 Tahapan Penelitian.....	28
3.5 Prosedur Penelitian	28
3.5.1 Sintesis Nanozeolit NaY.....	30
3.5.1.1 Sintesis Nanozeolit NaY Menggunakan Templat Organik	30
3.5.1.2 Sintesis Nanozeolit NaY Tanpa Templat	30
3.5.2 Senyawa Antikanker Diembangkan Pada Nanozeolit	31
3.5.3 Karakterisasi	31
3.5.4.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	31

3.5.4.2 <i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	32
3.5.4.3 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	32

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Nanozeolit NaY	33
4.1.1 Sintesis Nanozeolit NaY Menggunakan Templat	33
4.1.2 Sintesis Nanozeolit NaY Tanpa Templat	36
4.2 Pengembangan Senyawa Antikanker Pada Nanozeolit NaY	38
4.3 Karakterisasi	40
4.3.1 Analisis Menggunakan <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	40
4.3.1.1 Hasil Sintesis Nanozeolit NaY	40
4.3.1.2 Hasil Pengembangan Senyawa Antikanker dengan Nanozeolit NaY	43
4.3.2 Analisis Menggunakan <i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	46
4.3.2.1 Hasil Sintesis Nanozeolit NaY	46
4.3.2.2 Hasil Pengembangan Senyawa Antikanker dengan Nanozeolit NaY	48
4.3.3 Analisis Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	50
4.4 Hikmah Sintesis Nanozeolit NaY Sebagai Pengembangan senyawa Antikanker	51

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran	56

DAFTAR PUSTAKA	57
-----------------------------	----

LAMPIRAN	62
-----------------------	----

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Templat organik yang digunakan untuk sintesis nanozeolit	13
Tabel 4.1. Ukuran partikel nanozeolit NaY hasil sintesis	41
Tabel 4.2. Parameter sel satuan nanozeolit NaY sintesis dengan templat dan tanpa templat menggunakan progam Rietica dengan metode Le Bail.....	42
Tabel 4.3 Perbedaan posisi 2θ nanozeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembanan.....	44
Tabel 4.4 Parameter sel satuan nanozeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembanan menggunakan progam Rietica dengan metode Le Bail.....	45
Tabel 4.5 Interpretasi spektra FTIR nanozeolit NaY menggunakan templat dan tanpa templat	47



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Penggabungan satuan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$	7
Gambar 2.2 (a) kerangka dasar faujasit (b) pori faujasit (c) <i>window</i> faujasit	8
Gambar 2.3 <i>Secondary Building Unit</i> dalam Zeolit	9
Gambar 2.4 Unit struktur dari zeolit A, Sodalit dan Faujasit	10
Gambar 2.5 Skema pembentukan zeolit dengan templat organik	11
Gambar 2.6 Simulasi <i>5-fluorouracil</i> dalam kerangka zeolit a) BEA, b) NaX	16
Gambar 2.7 Skema difraksi sinar X	21
Gambar 2.8 Pola difraktogram zeolit Y	22
Gambar 2.9 (a) Difraktogram zeolit X (b) Difraktogram ketoprofen/zeolit X	23
Gambar 2.10 Spektra FTIR zeolit Y	25
Gambar 2.11 Spektra FTIR a) zeolit NaY, b) CHC-zeolit NaY, dan c) CHC	25
Gambar 2.12 Hasil SEM nanozeolit NaY 50 nm	27
Gambar 2.13 Hasil analisis SEM zeolit NaY a) sebelum b) sesudah diimpregnasi <i>Temozolomide</i>	27
Gambar 4.1 Pembentukan nanozeolit NaY dengan templat TMAOH	36
Gambar 4.2 Perubahan sol menjadi gel	37
Gambar 4.3 Nanozeolit NaY (a) sebelum dan (b) sesudah diimbaskan senyawa antikanker	39
Gambar 4.4 Difraktogram nanozeolit NaY hasil sintesis	40
Gambar 4.5 Difraktogram nanozeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembangan	43
Gambar 4.6 Spektra FTIR nanozeolit NaY hasil sintesis	46
Gambar 4.7 Spektra FTIR (a) antikanker-nanozeolit NaY dengan templat, (b) nanozeolit NaY dengan templat, dan (c) senyawa antikanker	48
Gambar 4.8 Spektra FTIR (a) antikanker-nanozeolit NaY tanpa templat, (b) nanozeolit NaY tanpa templat, dan (c) senyawa antikanker	49
Gambar 4.9. Hasil analisa SEM nanozeolit NaY (a) sebelum dan (b) sesudah dilakukan pengembangan	50

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Kerangka Penelitian	62
Lampiran 2. Skema Kerja	63
Lampiran 3. Perhitungan	66
Lampiran 4. Perhitungan Data dan Hasil Analisis Data	70
Lampiran 5. Data Hasil penelitian	77
Lampiran 6. Standar XRD Zeolit NaY	83
Lampiran 7. Dokumentasi	85



ABSTRAK

Fadhol, A. 2016. **Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit NaY sebagai Pengemban Senyawa Antikanker Hasil Ekstrak Etanol Daun Sirsak (*Annona Muricata* Linn)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M. Si; Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M.Pd; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M. Si.

Kata Kunci: *Nanozeolit NaY, Pengemban senyawa antikanker, Ekstrak etanol daun sirsak (Annona Muricata Linn)*

Nanozeolit merupakan mineral zeolit yang memiliki ukuran partikel dalam skala nanometer. Ukuran yang lebih kecil membuat luas permukaan nanozeolit bertambah besar sehingga dapat meningkatkan kinerjanya. Aplikasi nanozeolit salah satunya dapat digunakan sebagai pengemban senyawa antikanker. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakter hasil sintesis nanozeolit NaY dan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol daun sirsak (*Annona Muricata* Linn) yang diemban pada nanozeolit NaY

Nanozeolit NaY disintesis dengan metode menggunakan templat dan tanpa templat. Hasil sintesis nanozeolit dilakukan pengembanan dengan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol daun sirsak dengan metode impregnasi. Perbandingan berat senyawa antikanker:nanozeolit NaY yang digunakan adalah 1:10. Hasil sintesis nanozeolit NaY dan hasil pengembanan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan nanozeolit NaY hasil sintesis dengan templat dan tanpa templat menghasilkan puncak dari zeolit NaY. Efek pengembanan senyawa antikanker pada nanozeolit NaY sintesis dengan templat mengakibatkan penurunan intensitas, sedangkan pada nanozeolit NaY tanpa templat mengakibatkan pemunculan puncak baru. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan nanozeolit NaY dengan templat setelah pengembanan memunculkan serapan baru pada bilangan gelombang 1380 cm^{-1} (C-CH₃). Hasil karakterisasi SEM menunjukkan senyawa antikanker menutupi permukaan nanozeolit dan membuat bentuk kristal semakin tidak teratur.

ABSTRACT

Fadhol, A. 2016. **Synthesis and Characterization of Nanozeolite NaY for Loading Anticancer Compound from Extract Ethanol of Soursop Leafs (*Annona Muricata* Linn)**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M. Si; Supervisor II: Ahmad Abtokhi, M.Pd; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M. Si.

Keywords: *NaY Nanozeolite, Loader, Acticancer compounds, Extract Ethanol of Soursop leafs (*Annona Muricata* Linn)*

Nanozeolite is a zeolite which has a particle size in the nanometer scale. The smaller size increases surface area of nanozeolite, so it can improves its performance. The one of aplication from nanozeolite can be used as matrix for loading anticancer compound. The research aims to determine the character of synthesized nanozeolite NaY and anticancer compounds from extract ethanol of soursop leafs (*Annona muricata* Linn) that loading on nanozeolite NaY.

Nanozeolite NaY synthesized by using organic template and without template. Nanozeolite synthesis was loaded with extract ethanol of soursop leafs by impregnation method. The weight ratio of anticancer compound:nanozeolite NaY was 1:10. The result of nanozeolite NaY synthesis and its loading characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared (FTIR) and Scanning Electron Microscopy (SEM).

XRD characterization show the synthesized nanozeolite NaY by using template and without template give the peaks of zeolite NaY. Effect of loading on nanozeolite NaY synthesis by using template decrease the intesity, whereas on nanozeolite NaY synthesis without template give new peaks. FTIR characterization show the synthesis nanozeolite NaY both give appear peaks that is a functional group of zeolites. Loading anticancer compound on nanozeolite NaY resulting appearance new absorption at wavenumber 1380 cm^{-1} ($-\text{CH}_3$). SEM characterization show the effect of loading make shape of nanozeolite is not uniform and anticancer compound trapped on its surface.

الملخص

فضل، أ. ٢٠١٦. اصطناع و توصيف نانوالزيوليت NaY لمحمل المركب المضاد للسرطان من استخراج الإيتانول اوراق قشطة شائكة (*Annona Muricata* Linn). أطروحة. شعبة الكيمياء، كلية العلوم و التكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الاسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الاولى: رحمواتي نيغسيه الماجستير، المشرف الثاني: أحمد ابطخي الماجستير، المستشار: سوسي نور الخليفة الماجستير.

الكلمات الاساسية : نانوالزيوليت NaY, محمل, المركب المضاد للسرطان, استخراج الإيتانول, اوراق قشطة شائكة (*Annona Muricata* Linn)

نانوالزيوليت هي الزيوليت تملك حجم الجسيمة في نانومتر. جعلت الحجم الصغيرة مساحة سطحها كبيرة ورفع أدائها. وأحد تطبيقاتها كونها محمل دواء المضاد للسرطان. وأما الهدف في هذا البحث هو لتعريف صفة الاصطناع نانوالزيوليت NaY ومركب المضاد للسرطان من استخراج الإيتانول اوراق قشطة شائكة المحمل بنانوالزيوليت NaY.

نانوازيوليت NaY تصطنع باستخدام قالب و بلا قالب. وتحمل نانوالزيوليت الاصطناعية مع المركب المضاد للسرطان من استخراج الإيتانول اوراق قشطة شائكة بطريق التلقيح. وأما نسبة الوزن بين المركب المضاد للسرطان ونانوالزيوليت هي ١٠:١. وتوصف نانوالزيوليت الاصطناعية ونتيجة الإحمال ب FTIR, XRD و SEM.

ظهرت النتيجة من توصيف XRD أنها قد حصل اصطناع نانوالزيوليت باستخدام قالب وبلا قالب فمما من الزيوليت NaY. ويسبب حضور المحمل في نانو الزيوليت الاصطناعية باستخدام قالب على تنقيص كثافتها، و في نانوالزيوليت الاصطناعية بلا قالب على وجود القمة الجديدة. وظهرت النتيجة من توصيف FTIR أنها قد حصل اصطناع نانوالزيوليت على وجود الامتصاص الخاص للزيوليت. ويسبب حضور المحمل في نانو الزيوليت الاصطناعية على وجود الامتصاص الجديد في عدد موج 1380 cm^{-1} ($-\text{CH}_3$). وظهرت النتيجة من توصيف SEM أن حضور المحمل في نانوالزيوليت يسبب على صورة الجسيمة غير منتظم و أن المركب المضاد للسرطان يستر سطح نانوالزيوليت.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah berfirman dalam Al-Qur'an surat Shad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۖ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ
كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, Maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka” (QS. Shaad: 27).

Menurut tafsir Al-Mishbah, ayat ini merupakan petunjuk Allah kepada manusia bahwa langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya seperti udara, tanah, bebatuan, mineral dan lain-lain tidak ada yang sia-sia tanpa hikmah. Pernyataan itu adalah hanya anggapan orang kafir belaka (Syihab, 2002). Melalui ayat ini jelas bahwa segala ciptaan Allah pasti memiliki manfaat. Sehingga sudah menjadi tugas manusia untuk selalu berfikir dan mengeksplorasikan segala ciptaan Allah. Termasuk yang perlu diteliti lebih lanjut pemanfaatannya salah satu ciptaan Allah adalah zeolit.

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi (Bekkum, dkk., 1991). Secara garis besar zeolit terdiri dari dua macam yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam merupakan zeolit yang diambil langsung dari alam sedangkan zeolit sintetis merupakan zeolit yang dibuat dengan cara sintesis. Zeolit sintesis memiliki aktivitas lebih besar daripada zeolit alam (Breck, 1974)

Berbagai jenis zeolit sintesis yang telah ditemukan memiliki ciri-ciri dan kegunaan yang berbeda-beda salah satunya ialah zeolit NaY. Zeolit NaY merupakan zeolit jenis faujasit dengan rumus $\text{Na}_j[(\text{AlO}_2)_j(\text{SiO}_2)_{192-j}]\cdot z\text{H}_2\text{O}$. Ada 2 jenis zeolit faujasit yaitu zeolit NaY yang mempunyai rasio Si/Al antara 1,5 – 3 dan zeolit NaX yang mempunyai rasio Si/Al antara 1 – 1,5 (Kasmui, dkk., 2008).

Dewasa ini banyak zeolit yang disintesis dalam bentuk ukuran nanopartikel karena memiliki kinerja yang lebih tinggi daripada zeolit pada biasanya. Hal utama yang membuat nanopartikel memiliki kinerja lebih tinggi yaitu karena ukurannya yang kecil maka nanopartikel memiliki luas permukaan yang lebih besar sehingga membuat nanopartikel lebih reaktif pemanfaatannya dan lebih efisien (Rohatin, 2011). Zeolit berukuran nanopartikel dapat disebut dengan nanozeolit. Dikatakan nanozeolit apabila memiliki ukuran partikel antara 5-200 nm. Nanozeolit tipe faujasit umumnya disintesis dengan penambahan templat organik kation *Tetramethylammonium* (TMA^+), baik berupa *Tetramethylammonium Hydroxide* (TMAOH) maupun *Tetramethylammonium Bromide* (TMABr) (Mintova, dkk., 2013). Muhammad, dkk. (2007) telah melakukan sintesis nanozeolit NaY menggunakan dua templat campuran yaitu TMAOH dan TMABr. Hasilnya diketahui nanozeolit NaY yang disintesis dengan templat TMAOH saja memiliki kristalinitas lebih tinggi dan ukurannya lebih kecil yaitu 119 nm daripada nanozeolit NaY yang disintesis menggunakan dua templat TMAOH dan TMABr yaitu 268 nm. Hal ini menunjukkan bahwa TMAOH merupakan templat organik yang lebih efektif dalam mensintesis nanozeolit NaY.

Beberapa penelitian sintesis nanozeolit NaY menggunakan templat TMAOH yang telah dilakukan adalah dari Moamen, dkk. (2015) dengan hasil

ukuran partikel nanozeolit NaY sebesar 20-50 nm dan Rasouli, dkk. (2011) dengan ukuran partikel nanozeolit NaY sebesar 20 nm. Namun di sisi lain ada penelitian yang telah berhasil melakukan sintesis nanozeolit NaX yang sama tipe faujasit akan tetapi tanpa penambahan templat organik, yaitu dari Fathizadeh dan Aroujalian (2011) dengan nanozeolit berukuran 40-150 nm. Hal ini menunjukkan bahwa dalam mensintesis nanozeolit khususnya tipe faujasit juga bisa tidak menggunakan templat organik.

Zeolit memiliki karakteristik yang unik karena memiliki kemampuan sebagai adsorben, katalis, dan penukar kation. Eksploitasi dari kemampuan zeolit tersebut dewasa ini telah dimanfaatkan secara komersial pada berbagai aplikasi biomedis yaitu diantaranya sebagai agen antibakteri, agen antidiare, detoksikasi, dekontaminasi, perawatan *diabetes mellitus*, agen pengontrol pelepasan obat, dan sebagai sistem pembawa obat (*Drug Delivery System*). Adanya pori, saluran, dan rongga dalam struktur zeolit, menyebabkan zeolit dapat digunakan sebagai sistem pembawa obat dan agen pengontrol pelepasan 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 (Pavelić, dkk., 2003).

Ghazi, dkk. (2012) telah melakukan penelitian tentang efek dari zeolit X dan Y terhadap sel kanker tumor pankreas (AsPC-1). Hasilnya menunjukkan bahwa zeolit saja dapat menghambat pertumbuhan sel antikanker. Zeolit yang ditambahkan 50 mg/mL terhadap sel kanker AsPC-1 menyebabkan penghambatan sel kanker hingga 62,8 % untuk zeolit Y dan penghambatan sel kanker hingga 53% untuk zeolit X. Hal ini menunjukkan adanya pengaruh dari

jenis zeolit yang dipakai dan zeolit sendiri tidak berbahaya dalam aplikasi biomedis, bahkan juga ikut berpengaruh dalam reaksi penghambatan sel kanker.

Zeolit yang dapat digunakan dalam aplikasi biomedis salah satunya adalah zeolit NaY, karena zeolit NaY memiliki stabilitas yang sangat baik dari struktur kristalnya serta jumlah pori dan luas permukaan yang besar (Kwakyee, 2008). Beberapa penelitian telah dilaporkan tentang penggunaan zeolit NaY sebagai sistem pembawa obat, yaitu untuk mengemban *α -Cyano-4-hydroxycinnamic acid* (CHC) yang merupakan obat antikanker. Molekul obat yang diemban pada zeolit NaY menyebabkan penghambatan sel kanker hingga 110 kali lipat jika dibandingkan dengan zeolit NaY yang tidak diemban dengan obat. Hasil ini menunjukkan potensi zeolit NaY sebagai pembawa obat sel antikanker (Vilaca, dkk., 2011). Di tahun berikutnya Vilaca, dkk., 2013 melaporkan telah berhasil menggunakan nanozeolit NaY dengan ukuran partikel 150 nm sebagai pengemban senyawa antikanker *5-fluorouracil*, hasilnya nanozeolit NaY yang diemban dengan *5-fluorouracil* mempunyai potensi menghambat sel kanker HCT-15 sebesar 2,9 kali lipat dan sel kanker RKO 1,6 kali lipat dibandingkan dengan *5-fluorouracil* yang tidak diemban terhadap nanozeolit NaY.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, belum ada yang menggunakan hasil ekstrak dari tanaman yang memiliki potensi sebagai antikanker yang selanjutnya diemban pada zeolit. Salah satu tanaman yang bermanfaat sebagai antikanker yaitu daun sirsak. Sirsak (*Annona Muricata* Linn) digunakan sebagai tanaman obat karena mengandung alkaloid, tannin, dan beberapa kandungan kimia lainnya termasuk *Acetogenin* yang diduga memiliki potensi sitotoksik dan antikanker. *Acetogenin* merupakan inhibitor kuat dari

kompleks I mitokondria atau *NADH dehidrogenase*. Senyawa ini dapat mengakibatkan penurunan produksi ATP yang akan menyebabkan kematian sel kanker (Retnani, 2011).

Rachmani (2012) melaporkan bahwa ekstrak etanol daun sirsak memiliki aktivitas sitotoksik terhadap sel kanker payudara T47D dengan IC_{50} sebesar 17,149 $\mu\text{g/mL}$. Penelitian lain dari Gavamukulya (2014) juga melakukan penelitian tentang daun ekstrak sebagai antikanker yang hasilnya juga positif menunjukkan bahwa ekstrak daun sirsak mempunyai sifat sitotoksik pada sel kanker carcinoma dan payudara dengan nilai IC_{50} sebesar 335,85 $\mu\text{g/mL}$ dan 248,77 $\mu\text{g/mL}$. Hasil tersebut menunjukkan adanya potensi yang cukup kuat untuk tanaman daun sirsak ini sebagai antikanker.

Penelitian ini akan mempelajari tentang profil senyawa antikanker yaitu hasil ekstrak etanol tanaman daun sirsak yang diimbangkan pada nanozeolit NaY. Ekstrak tanaman daun sirsak diperoleh dari kelompok penelitian Kimia Analitik UIN Malang. Sintesis nanozeolit NaY akan dilakukan dengan dua cara yaitu menggunakan templat TMAOH dan tanpa templat. Hasil sintesis nanozeolit NaY digunakan sebagai pengemban senyawa antikanker hasil ekstrak etanol tanaman daun sirsak. Senyawa antikanker/zeolit selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui keberhasilan sintesis zeolit dan profil senyawa antikanker yang diimbangkan pada zeolit. FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) untuk menganalisa gugus fungsi ekstrak etanol akar tanaman daun sirsak/zeolit. Analisa detail arsitektur permukaan zeolit sebelum dan sesudah diimbangkan dengan ekstrak etanol tanaman daun sirsak menggunakan SEM (*Scanning Electronic Microscopy*).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang dipaparkan, rumusan masalah pada penelitian ini antara lain:

1. Bagaimana karakter hasil sintesis nanozeolit NaY yang menggunakan templat organik TMAOH dan yang tanpa templat?
2. Bagaimana profil senyawa antikanker ekstrak etanol daun sirsak yang diimbangkan pada nanozeolit NaY hasil sintesis menggunakan templat organik TMAOH dan yang tanpa templat?

1.3 Tujuan

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah, tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui karakter hasil sintesis nanozeolit NaY yang menggunakan templat organik TMAOH dan yang tanpa templat.
2. Untuk mengetahui profil senyawa antikanker ekstrak etanol daun sirsak yang diimbangkan pada nanozeolit NaY hasil sintesis menggunakan templat organik TMAOH dan yang tanpa templat.

1.4 Batasan Masalah

1. Senyawa antikanker yang digunakan berasal dari ekstrak etanol daun sirsak yang berasal dari kelompok penelitian Kimia Analitik UIN Malang.
2. Sintesis nanozeolit NaY dilakukan dengan dua cara yaitu menggunakan templat organik TMAOH dengan rasio molar $\text{SiO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 3 dan tanpa templat organik dengan rasio molar $\text{SiO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 3.
3. Hasil sintesis nanozeolit sebelum dan sesudah diimbangkan senyawa antikanker dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD, SEM dan FTIR

1.5 Manfaat Penelitian

Dapat mengetahui hubungan langsung antara ilmu kimia teoritis dan praktis, serta gambaran nyata aplikasi ilmu kimia khususnya pada proses sintesis nanozeolit NaY dan juga memberikan informasi bahwa nanozeolit NaY memiliki multifungsi salah satunya sebagai pengemban senyawa antikanker.

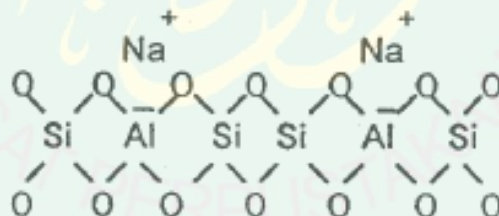


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit NaY

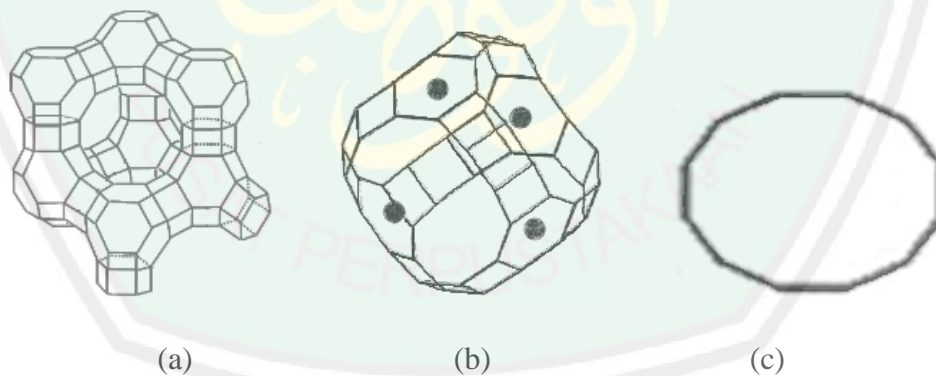
Zeolit adalah kristal aluminosilikat yang mempunyai kerangka tiga dimensi yang tersusun dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang bergabung melalui atom oksigen (Siswodiharjo, 2006). Kerangka struktur tiga dimensi aluminosilikat terdiri dari dua bagian yakni bagian netral dan bagian bermuatan. Bagian netral dibangun oleh silikon dan oksigen dengan jenis bervariasi antara $[\text{SiO}_4]^{4-}$ sampai SiO_2 dengan perbandingan Si:O dari 1:4 sampai 1:2. Sedangkan bagian bermuatan dibangun oleh ion aluminium dan oksigen. Penggabungan satuan tetrahedral satu dengan lainnya terjadi dengan adanya pemakaian bersama satu atom oksigen oleh dua tetrahedral, seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Penggabungan satuan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ (Siswodiharjo, 2006).

Tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ bermuatan negatif, sehingga memerlukan ion logam alkali atau alkali tanah yang monovalen atau setengah ion logam divalen, seperti: Na^+ , K^+ , Ca^+ , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , dan lain-lain untuk menetralkan muatannya (Lestari, 2010).

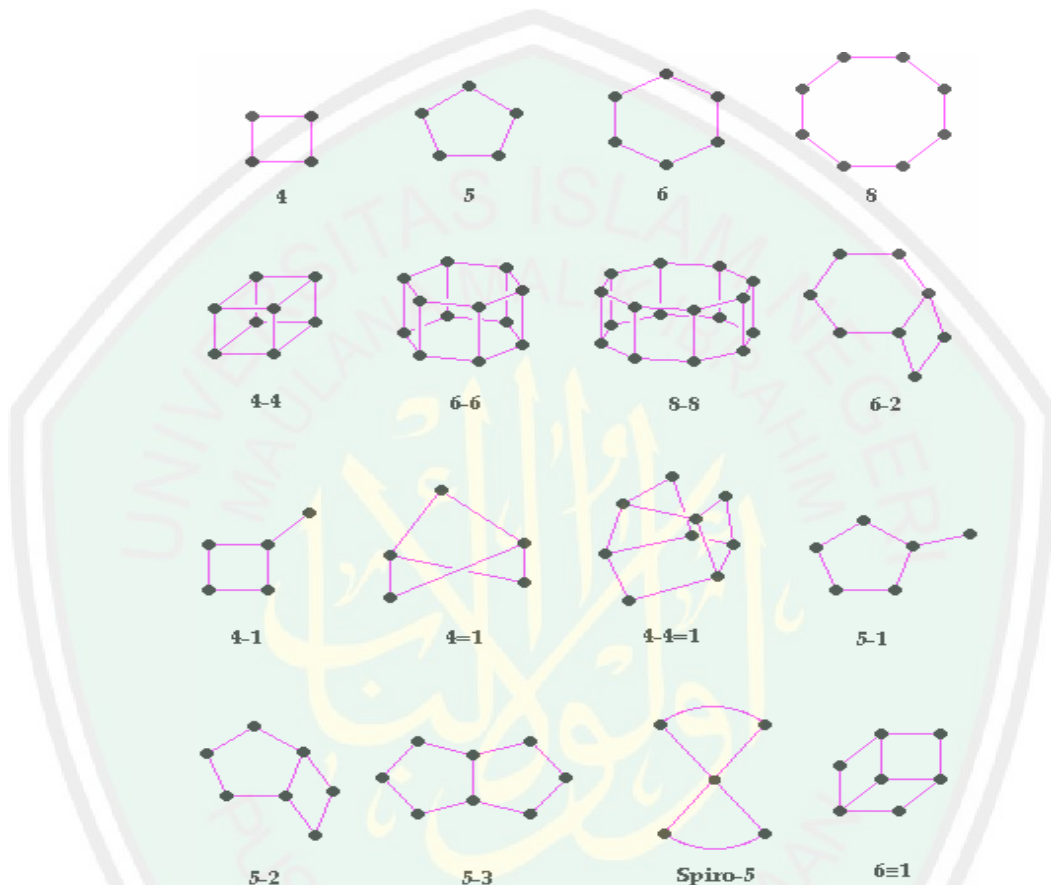
Struktur zeolit berdasar pada *Secondary Building Unit* (SBU) terdiri dari 24 silika dan/atau alumina tetrahedral membentuk struktur seperti bola basket yang disebut sangkar sodalit. Jenis zeolit ditentukan dari pola penggabungan sangkar sodalit (SOD) (Trisunaryanti, 2009). Faujasit merupakan jenis zeolit yang tersusun dari 10 unit sangkar beta (β) sebagai unit pembangun sekundernya (Gambar 2.2.a). Perbedaan faujasit dengan jenis zeolit yang lain adalah pada komposisi dan distribusi kation, rasio Si/Al dan keteraturan Si/Al pada pusat tetrahedral. Setiap unit sangkar β penyusun faujasit dihubungkan melalui cincin S6R (*single six ring*) membentuk rongga yang berbentuk seperti atom karbon dalam intan (*diamond*) (Gambar 2.2.b). Rongga faujasit tersusun dari delapan belas unit S4R (*single four ring*), empat unit S6R dan empat unit segi dua belas yang merupakan *window* rongga (Gambar 2.2.c) (Salaman, 2004).



Gambar 2.2 (a) kerangka dasar faujasit (b) pori faujasit (c) *window* faujasit (Salaman, 2004)

Salah satu jenis faujasit ialah zeolit NaY. Zeolit NaY dibuat dari *Secondary Building Units* (SBU) yaitu unit 4-4 dan 6-6 (Kasmui, dkk., 2008). *Secondary Building Units* (SBU) dalam zeolit disajikan pada Gambar 2.3. Zeolit NaY berbentuk Na-zeolit dengan rumus kimia $\text{Na}_{56}(\text{AlO}_2)_{56}(\text{SiO}_2)_{136} \cdot 25\text{H}_2\text{O}$,

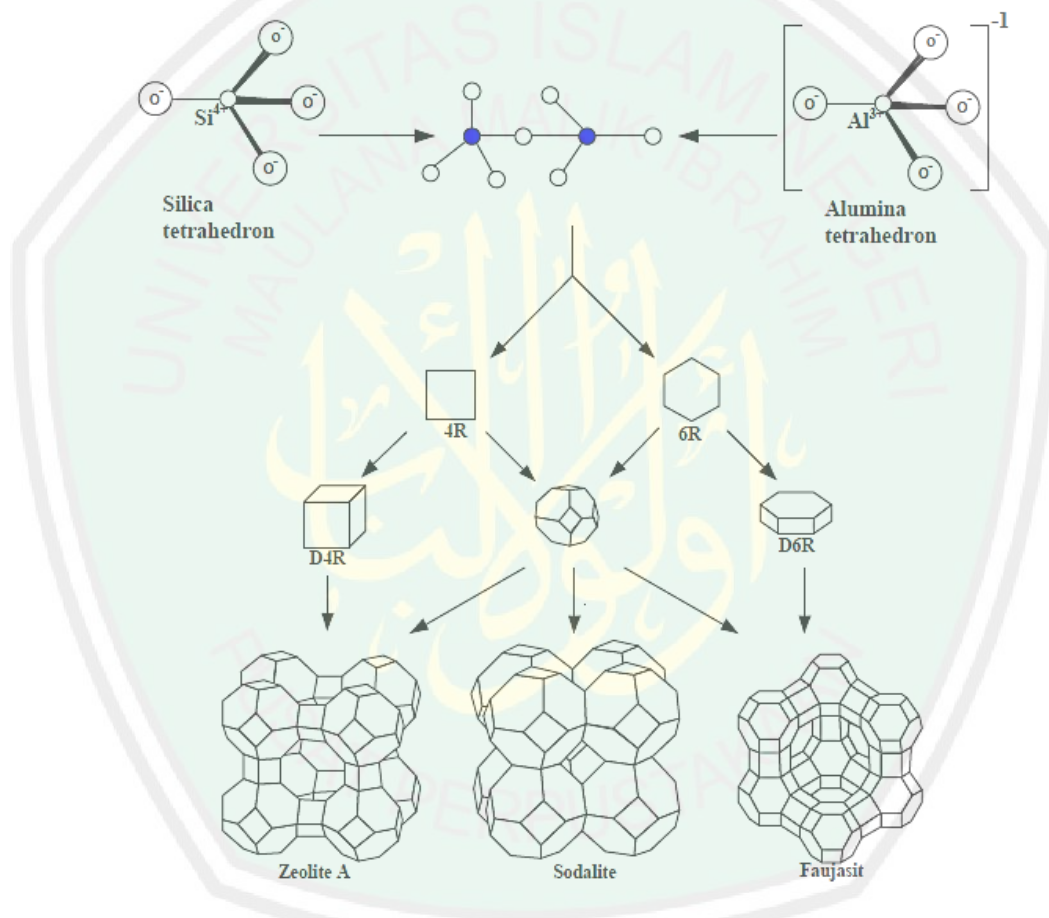
mempunyai simetri kubik dengan panjang sisi unit sel sebesar 24.345 Å. Sel satuan adalah sel terkecil yang masih menunjukkan sistem kristalnya (Hwang, dkk., 2000).



Gambar 2.3 *Secondary Building Unit* dalam Zeolit (Baerlocher, 2001)

Struktur zeolit NaY memiliki kerangka tiga dimensi tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk oktahedral terpancung (Sodalit). Jika 6 buah Sodalit terhubung oleh prisma heksagonal akan membentuk tumpukan tetrahedral. Jenis tumpukan ini membentuk lubang besar (*supercages*) dan berdiameter 13Å. Lubang-lubang (*supercages*) dapat terbentuk dari 4 kristal tetrahedral yang tersebar, yang masing-masing mempunyai 12 cincin oksigen dan berdiameter 7,4 Å. Lubang-lubang tersebut bila saling bersambung (12) maka

akan membentuk sistem pori-pori yang besar dari zeolit. Setiap atom aluminium di koordinat tetrahedral dalam kerangka membawa muatan negatif. Muatan negatif dalam kerangka ini digantikan oleh kation yang berada di posisi kerangka non spesifik (Szostak, 1989). Proses penyusunan kerangka zeolit ialah seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4.



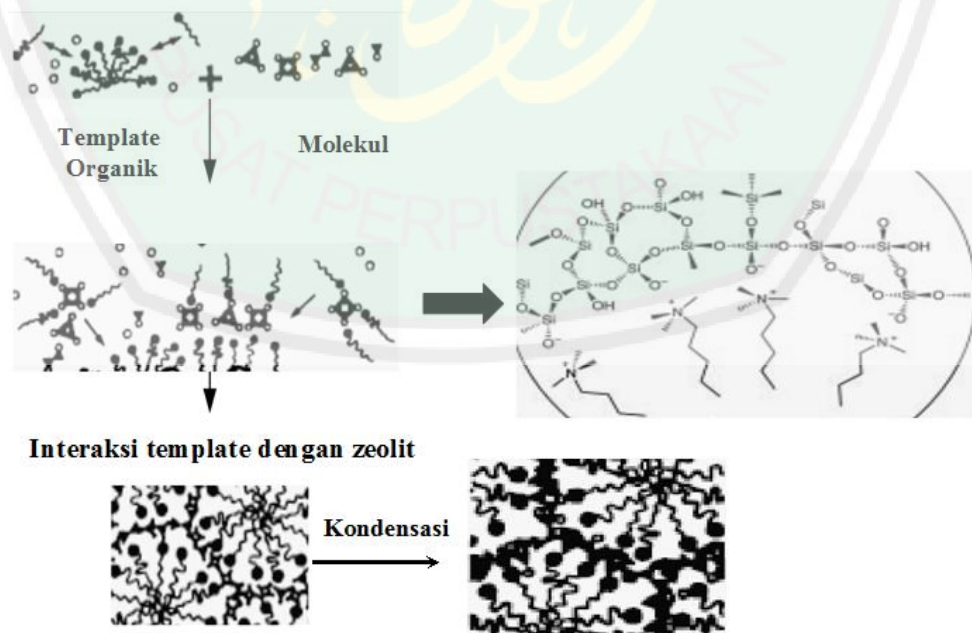
Gambar 2.4 Unit struktural dari zeolit A, Sodalit dan Faujasit (Wang, dkk., 2013)

2.2 Sintesis Nanozeolit NaY

Zeolit yang mempunyai ukuran partikel dalam kisaran 5 – 1000 nm disebut zeolit nanopartikel (nanozeolit) (Mintova, dkk., 2013). Dibandingkan dengan zeolit pada umumnya yang mempunyai diameter partikel dalam skala

mikrometer, nanozeolit tentu memiliki ukuran yang jauh lebih kecil. Sebab itu yang menguntungkan dari nanozeolit yakni memiliki luas permukaan eksternal yang lebih besar. Permukaan eksternal menjadi faktor yang sangat penting dari aktivitas zeolit, karena berbagai proses reaksi zeolit terjadi pada permukaan (Rohatin, 2011).

Pada umumnya dalam mensintesis nanozeolit digunakan templat organik sebagai agen yang mengarahkan dalam pembentukan struktur kristal nanozeolit. Dalam hal ini templat organik merupakan kation surfaktan yang difungsikan seperti kation untuk menetralkan kerangka yang anionik ($[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$). Adanya surfaktan kation dalam campuran akan bereaksi cepat dengan kerangka anionik untuk proses perakitan struktur yang membentuk suatu embrio zeolit (Mazak, 2006). Skema pembentukan zeolit dengan templat organik disajikan dalam Gambar 2.5 :



Gambar 2.5 Skema pembentukan zeolit dengan templat organik (Holmes, 1998)

Berdasarkan Tabel 2.1 nanozeolit tipe faujasit (FAU) disintesis dengan penambahan templat organik kation *Tetramethylammonium* (TMA^+). TMA^+ dapat berupa *Tetramethylammonium Hydroxide* (TMAOH) maupun *Tetramethylammonium Bromide* (TMABr) (Mintova, dkk., 2013). Akan tetapi menurut Muhammad, dkk. (2007) yang telah melakukan sintesis nanozeolit NaY menggunakan dua templat campuran TMAOH dan TMABr, menjelaskan bahwa TMAOH merupakan templat organik yang lebih efektif dalam mensintesis nanozeolit NaY. Sebab nanozeolit NaY yang disintesis dengan templat TMAOH saja ukurannya lebih kecil yaitu 119 nm dan kristalinitasnya lebih besar daripada nanozeolit NaY yang disintesis menggunakan dua templat campuran TMAOH dan TMABr yang mempunyai ukuran partikel 268 nm.

Tabel 2.1. Templat organik yang digunakan untuk sintesis nanozeolit

No	Templat Organik	Fase Kristal
1	<i>Tetramethyl ammonium</i> , TMA^+	<i>Linde type A, Faujasite, Sodalite, Gismondine, Offretite</i>
2	<i>Tetraethyl ammonium</i> , TEA^+	<i>Aluminophospate number eighteen, Aluminophospate number five, Chabazite, Beta</i>
3	<i>Tetrapropyl ammonium</i> , TPA^+	<i>Mobile number five, Aluminophospate number five</i>
4	<i>Tetrabutyl ammonium</i> , TBA^+	<i>Aluminophospate number five, Mobile number eleven</i>
5	<i>1-Ethyl-2,3-dimethylimidazolium</i> , Edmim ⁺	<i>Aluminophospate number five</i>
6	<i>4,4'-Trimethylenebis(N-methyl,N-benzylpiperidinium)</i> , TMP^{2+}	<i>Beta</i>

Sumber: Mintova, dkk., 2013

Beberapa penelitian sintesis nanozeolit NaY menggunakan templat TMAOH yang telah dilakukan adalah dari Rasouli, dkk. (2011) yang mensintesis nanozeolit NaY dengan komposisi molar 0,72 (TMA)₂O : 0,0094 Na₂O : 0,29 Al₂O₃ : 1 SiO₂ : 108,82 H₂O. Hasil nanozeolit NaY yang diperoleh memiliki ukuran partikel 20 nm. Moamen, dkk. (2015) juga melakukan sintesis nanozeolit NaY dengan komposisi molar 1,5 TMAOH : 0,044 NaOH : 1,0 Al₂O₃ : 3,6 SiO₂ : 236 H₂O : 0,88 EtOH. Nanozeolit NaY yang dihasilkan memiliki ukuran partikel 20-50 nm. Selain itu Sharma, dkk. (2015) telah mensintesis nanozeolit NaY dengan sumber silika yang berbeda yaitu TMAS (Tetramethylammonium Silicate), CSS (colloidal silica suspension), dan TEOS (Tetraethylorthosilicate). Komposisi molar yang digunakan 0.06 Na₂O : 5 TMAOH : 1 Al₂O₃ : 3.4 SiO₂ : 350 H₂O. Hasilnya nanozeolit NaY yang terbentuk secara berurutan memiliki ukuran 40 nm, 70 nm, dan 85 nm.

Namun di sisi lain Fathizadeh dan Aroujalian (2011) telah berhasil melakukan sintesis nanozeolit NaX yang sama-sama tipe faujasit akan tetapi tanpa penambahan templat organik. Suhu kristalisasi yang digunakan cukup rendah sebesar 60°C selama 96 jam. Komposisi molar bahan adalah 5,5 Na₂O : 1,0 Al₂O₃ : 4,0 SiO₂ : 190 H₂O. Hasil yang diperoleh nanozeolit yang dihasilkan memiliki ukuran 40-150 nm. Mastropietro, dkk. (2014) juga telah melakukan sintesis nanozeolit NaY tanpa penambahan templat menggunakan *seeding method*. Komposisi molar yang digunakan 4,3 SiO₂ : 1 Al₂O₃ : 15,2 NaOH : 321,4 H₂O dengan kristalisasi pada suhu rendah 30°C selama 24 jam. Hal ini menjelaskan dalam mensintesis nanozeolit khususnya tipe faujasit tidak harus menggunakan templat organik, tanpa templat organik juga bisa terbentuk nanozeolit.

2.3 Metode Sintesis Zeolit

Metode sintesis zeolit yang umum digunakan adalah metode sol-gel yang dilanjutkan dengan cara pemanasan secara hidrotermal. Proses sol-gel didefinisikan sebagai perubahan larutan prekursor menjadi padatan anorganik melalui reaksi polimerisasi yang diinduksi oleh air. (Trentler dkk, 1999). Sedangkan metode hidrotermal merupakan teknik kristalisasi suatu material dengan kondisi suhu dan tekanan tinggi (Agustinus, 2009).

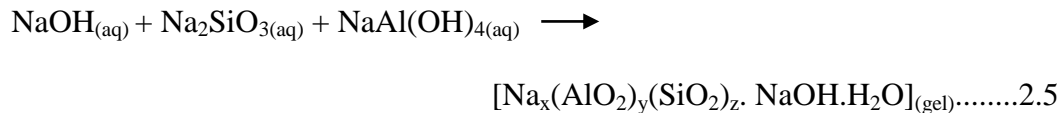
Beberapa penelitian sintesis zeolit yang menggunakan metode sol-gel dilanjutkan pemanasan hidrotermal adalah Zhely dan Widiastuti (2012) yang mensintesis zeolit X-karbon dari abu dasar batubara. Sintesis zeolit dilakukan dengan cara mencampurkan SiO_2 dan Al_2O_3 dengan NaOH sehingga terbentuk natrium silikat dan natrium aluminat yang mudah larut dalam air. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



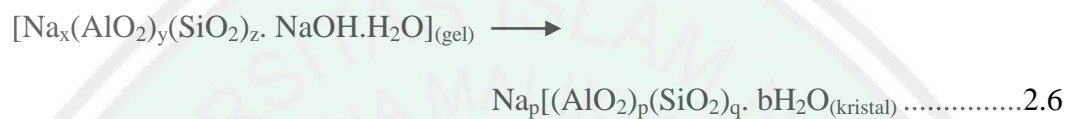
Selanjutnya ketika sodium silikat dan sodium aluminat ini larut dalam air akan mengalami proses hidrolisis membentuk sol. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Setelah mengalami proses hidrolisis, berlanjut pada proses pemeraman. Pada proses pemeraman ini larutan dibiarkan pada suhu ruang. Proses pemeraman terjadi reaksi kondensasi pembentukan gel. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Setelah terbentuk gel, kemudian dilanjutkan pemanasan secara hidrotermal untuk terjadinya proses kristalisasi. Pemanasan secara hidrotermal ini dilakukan dalam bejana tertutup yang tahan terhadap tekanan dan suhu tinggi. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



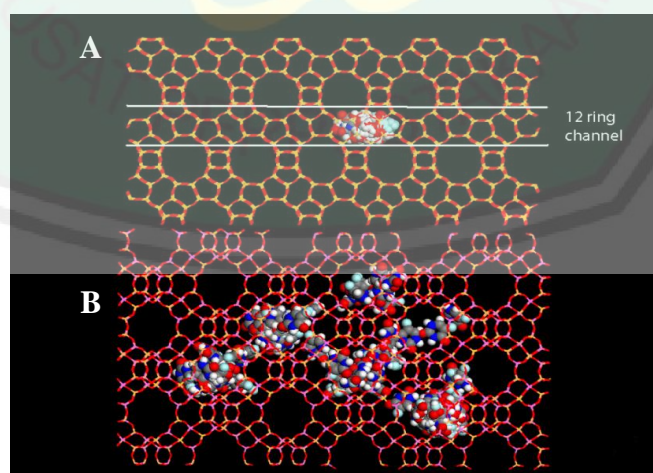
Setelah terbentuk kristal zeolit, maka selanjutnya proses penyelesaian akhir. Proses penyelesaian akhir berupa perlakuan pencucian kristal zeolit yang terbentuk dan pengeringan agar dapat menghilangkan zat-zat sisa hasil sintesis, seperti air dan lain-lain.

2.4 Senyawa Antikanker yang Diembankan Pada Zeolit

Zeolit dapat digunakan sebagai sistem pembawa obat (*Drug Delivery System (DDS)*). Hal ini dipengaruhi oleh sifat zeolit yang memiliki arsitektur dan komposisi pori yang teratur dengan rongga dan saluran (Baerlocher, dkk., 2007). 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, dkk., 2003). Adanya pori, saluran, dan rongga, menyebabkan zeolit dapat digunakan sebagai pengemban molekul obat. Molekul obat yang terdapat didalam pori maupun menempel pada permukaan, dapat berdifusi keluar dari sistem saluran secara perlahan, sehingga dapat mengontrol

laju pelepasan obat. Pelepasan obat yang terkontrol dapat meningkatkan efisiensi obat dan mengurangi efek samping.

Beberapa penelitian yang telah dilakukan dalam pemanfaatan zeolit sebagai sistem pembawa obat seperti Vilaca, dkk. (2011) yang melaporkan tentang penggunaan zeolit NaY untuk mengemban *α -Cyano-4-hydroxycinnamic acid* (CHC) yang merupakan obat antikanker. Hasilnya Molekul obat yang diemban pada zeolit NaY menyebabkan penghambatan sel kanker HCT-15 hingga 110 kali lipat jika dibandingkan dengan zeolit NaY yang tidak diemban dengan obat. Kemudian dari Vilaca, dkk. (2013) juga telah menggunakan nanozeolit NaY dengan ukuran partikel 150 nm sebagai pengemban senyawa antikanker *5-fluorouracil*. Hasilnya nanozeolit NaY yang diemban dengan *5-fluorouracil* mempunyai potensi menghambat sel kanker HCT-15 sebesar 2,9 kali lipat dan sel kanker RKO 1,6 kali lipat dibandingkan dengan *5-fluorouracil* yang tidak diemban terhadap nanozeolit NaY.



Gambar 2.6 Simulasi *5-fluorouracil* dalam kerangka zeolit a) BEA, b) NaX (Spanakis, dkk., 2013)

Simulasi senyawa *5-fluorouracil* dalam kerangka zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.6. Molekul obat yang berdifusi ke dalam maupun ke luar dari zeolit NaX lebih mudah dibandingkan dengan zeolit BEA, sehingga molekul obat yang dapat dibawa oleh zeolit NaX lebih banyak dibandingkan zeolit BEA. Hal ini disebabkan karena situs aktif berupa ion Na^+ dalam zeolit NaX lebih banyak dibandingkan dengan zeolit BEA. 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).

2.5 Daun Sirsak

Bahan-bahan alam telah banyak dimanfaatkan sebagai pengobatan etnomedis. Umumnya bahan alam yang digunakan untuk pengobatan berasal dari tumbuhan. Sebagaimana tercantum dalam surat *Asy-syua'raa'* ayat 7 bahwasanya Allah SWT menciptakan tumbuhan-tumbuhan yang baik yaitu tumbuhan yang dapat dimanfaatkan manusia, salah satunya untuk pengobatan. Adapun ayatnya sebagai berikut:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ (٧)

Artinya : “dan Apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu pelbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?” (QS. Asy-Syua'raa': 7)

Kalimat “*tumbuh-tumbuhan yang baik*” dalam ayat tersebut menunjukkan bahwa Allah SWT menciptakan berbagai macam tumbuhan dengan beberapa manfaat sebagai bukti atas kuasa-Nya. Tumbuhan tersebut tumbuh subur di bumi dengan memiliki manfaat masing-masing (Shihab, 2002). Tumbuhan yang baik

salah satunya adalah tanaman sirsak, disamping buahnya mengandung beberapa vitamin yang menyehatkan, Tanaman sirsak juga dapat diaplikasikan dalam bidang pengobatan.

Menurut Sunarjono (2005) klasifikasi ilmiah atau taksonomi tanaman sirsak (*annona muricata*) adalah sebagai berikut :

Kingdom	: <i>Plantae</i> (tumbuhan)
Subkingdom	: <i>tracheobionta</i> (tumbuhan berpembuluh)
Divisi	: <i>Spermatophyta</i> (menghasilkan biji)
Sub divisi	: <i>Angiospermae</i> (tumbuhan berbunga)
Kelas	: <i>Dicotyledonae</i> (berkeping dua/dikotil)
Ordo	: <i>Polycarpiceae</i>
Familia	: <i>Annonaceae</i>
Genus	: <i>Annona</i>
Spesies	: <i>Annona muricata</i> Linn.

Morfologi dari daun sirsak adalah berbentuk bulat dan panjang, dengan bentuk daun menyirip dengan ujung daun meruncing, permukaan daun mengkilap, serta berwarna hijau muda sampai hijau tua. Terdapat banyak putik di dalam satu bunga sehingga diberi nama bunga berpistil majemuk. Sebagian bunga terdapat dalam lingkaran, dan sebagian lagi membentuk spiral atau terpenjar, tersusun secara hemisiklis. Mahkota bunga yang berjumlah 6 sepalum yang terdiri dari dua lingkaran, bentuknya hampir segitiga, tebal, dan kaku, berwarna kuning keputih-putihan, dan setelah tua mekar dan lepas dari dasar bunganya. Bunga umumnya keluar dari ketiak daun, cabang, ranting, atau pohon bentuknya sempurna (hermaprodit) (Sunarjono, 2005).

Daun sirsak mengandung alkaloid, tanin, dan beberapa kandungan kimia lainnya termasuk *Annonaceous acetogenins*. *Acetogenins* merupakan senyawa yang memiliki potensi sitotoksik. Senyawa sitotoksik adalah senyawa yang dapat bersifat toksik untuk menghambat dan menghentikan pertumbuhan sel kanker

(Mardiana, 2011). *Acetogenins* merupakan inhibitor kuat dari kompleks I mitokondria atau *NADH dehidrogenase*. Zat ini akan mengakibatkan penurunan produksi ATP yang akan menyebabkan kematian sel kanker, lalu kemudian memicu terjadinya aktivasi jalur apoptosis serta mengaktifkan p53 yang dapat menghentikan siklus sel untuk mencegah terjadinya proliferasi tak terkendali (Retnani, 2011).

Penelitian tentang daun sirsak juga telah banyak dilakukan salah satunya yang telah dilakukan Rachmani (2012) tentang aktivitas daun sirsak pada sel kanker T47D. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa ekstrak etanol daun sirsak memiliki aktivitas sitotoksik pada sel kanker T47D dengan IC_{50} sebesar 17,149 $\mu\text{g/ml}$ dan fraksinasi menggunakan etil asetat memiliki potensi sitotoksik sebesar 31,268 $\mu\text{g/ml}$. Gavamukulya (2014) juga melakukan penelitian tentang daun ekstrak sebagai antikanker dan antioksidan yang hasilnya juga positif menunjukkan bahwa ekstrak daun sirsak mempunyai sifat sitotoksik pada sel kanker carcinoma dan payudara dengan nilai IC_{50} sebesar 335,85 $\mu\text{g/ml}$ dan 248,77 $\mu\text{g/ml}$.

2.6 Karakterisasi Nanozeolit NaY

2.6.1 X-Ray Diffraction (XRD)

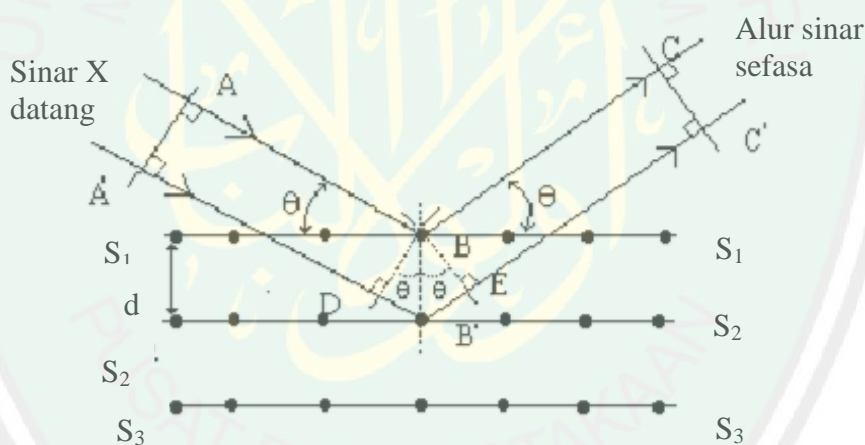
Difraksi sinar-X merupakan metode yang penting untuk karakterisasi zeolit, baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Metode ini memberikan informasi tentang kemurnian atau perubahan parameter kisi dari suatu kristal (Atkins, 1999). Sinar-X yang didifraksikan oleh setiap kristal mineral bersifat spesifik, dan bergantung bagaimana atom menyusun kisi kristal mineral tersebut

serta bagaimana atom sejenis tersusun. Ketika sinar-X menumbuk sampel dan terdifraksi, maka jarak antar atom pada lapisan permukaan kristal dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg seperti persamaan 2.1 (Tan, 1991). Sedangkan skema dari berkas sinar-X yang dipantulkan oleh suatu kristal dengan mengikuti hukum Bragg disajikan pada Gambar 2.7.

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad \dots\dots\dots (2.4)$$

keterangan :

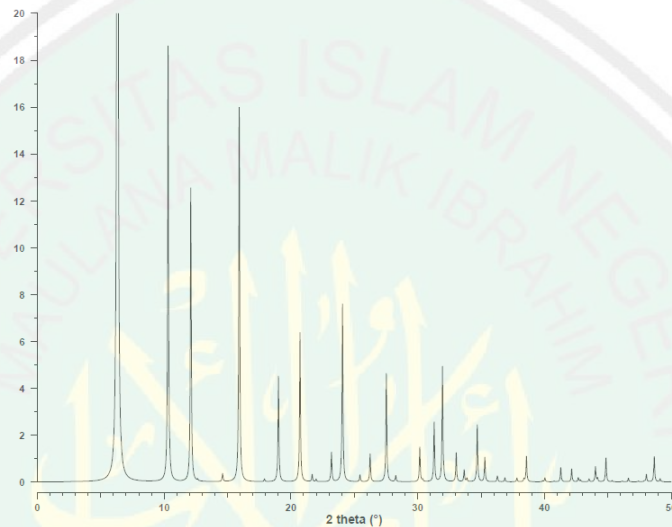
- n = orde sinar
- θ = sudut difraksi
- d = jarak antar bidang
- λ = panjang gelombang sinar



Gambar 2.7 Skema difraksi sinar X (Hayati, 2007)

Analisis kualitatif jenis mineral zeolit dengan menggunakan difaktogram standard dari JCPDS (*Join Commite on Powder Diffraction Standard*) dalam bentuk *Powder Diffraction File*. Setiap senyawa dengan struktur kristal yg sama akan menghasilkan difaktogram yang identik. Oleh karena itu, pola difraksi dapat digunakan sebagai sidik jari suatu senyawa dengan membandingkan difaktogram yang identik. Sehingga dengan membandingkan difaktogram suatu mineral yang tidak diketahui dengan difaktogram dalam *Powder Diffraction File* dapat

ditentukan mineral yang tidak diketahui tersebut (Nelson, 2003) Analisis kuantitatif dari campuran memerlukan perbandingan intensitas puncak difraksi dengan material lain, intensitas yang dinyatakan sebagai I/I_1 (Wong dkk, 2001). Hasil difraktogram zeolit NaY standar dapat dilihat pada Gambar 2.8 berikut ini:



Gambar 2.8 Pola difraktogram zeolit Y (Treacy dan Higgins, 2001)

Melalui hasil XRD, ukuran kristal dari sampel juga dapat diperkirakan. Ukuran kristal dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer, yaitu (Fathizadeh dan Aroujalian, 2011) :

$$r = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_B} \dots\dots\dots (2.5)$$

Keterangan :

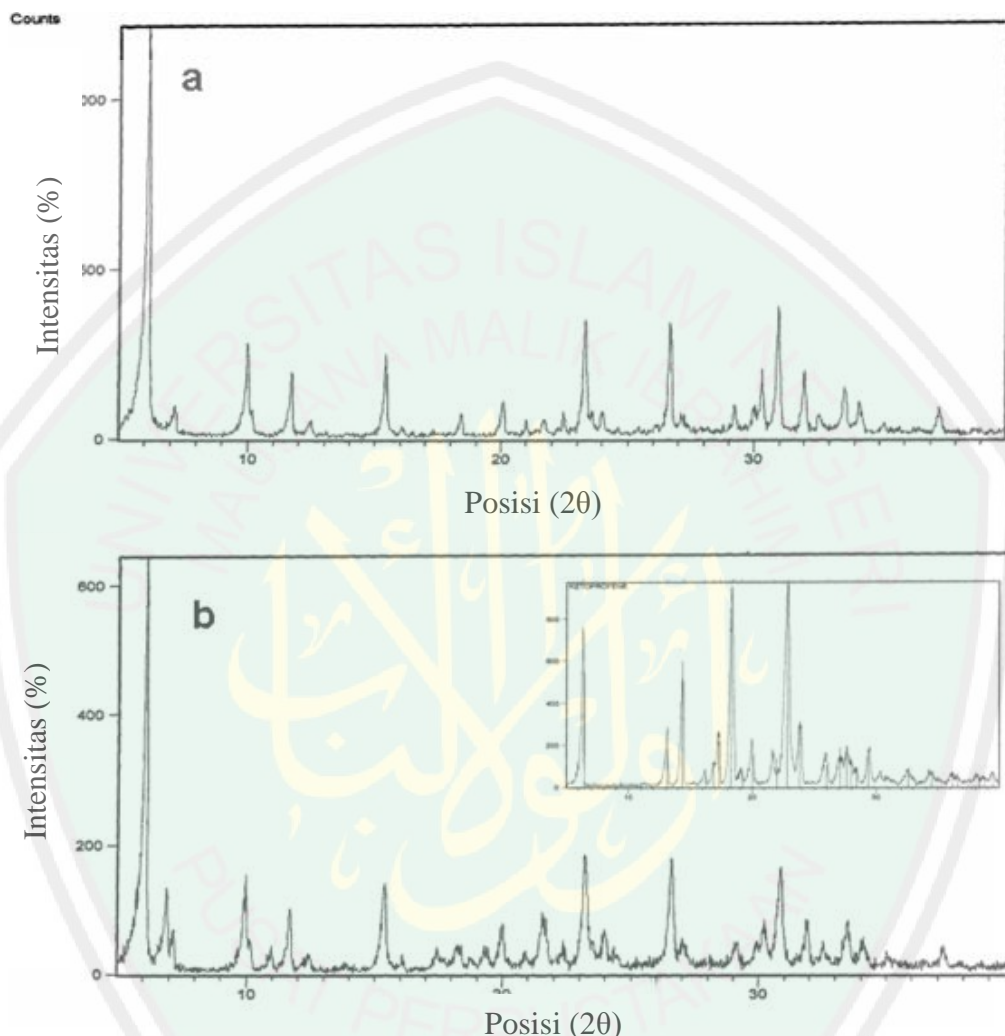
r = ukuran kristal

k = konstanta (0.9)

λ = panjang gelombang berkas sinar X

β = FWHM (*full width half maximum*)

θ = besar sudut dari puncak dengan intensitas tinggi



Gambar 2.9 (a) Difraktogram zeolit X (b) Difraktogram ketoprofen/zeolit X (Rimoli dkk, 2007)

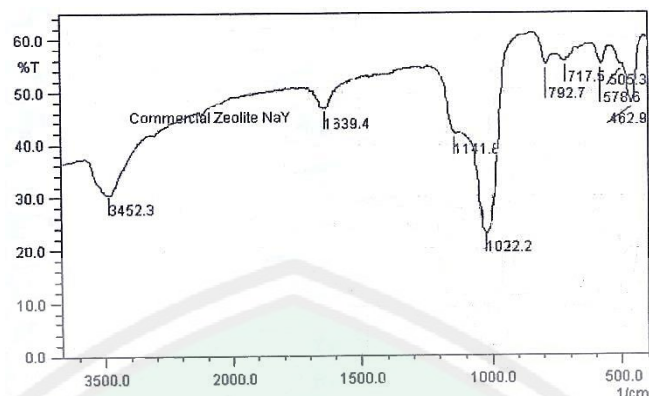
Berdasarkan penelitian Rimoli, dkk (2007) dengan hasil XRD yang disajikan pada Gambar 2.9, menyatakan bahwa zeolit X dan zeolit A yang diimbangkan dengan obat antikanker berupa ketoprofen tidak mengubah difraktogram zeolit yang dihasilkan, akan tetapi menurunkan kristalinitas dari zeolit akibat adanya senyawa baru yang masuk berupa obat antikanker itu sendiri. Ketoprofen yang diimbangkan pada zeolit muncul pada $2\theta = 15 - 25^\circ$. 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.

2.6.2 *Fourier Transform- Infrared (FT-IR)*

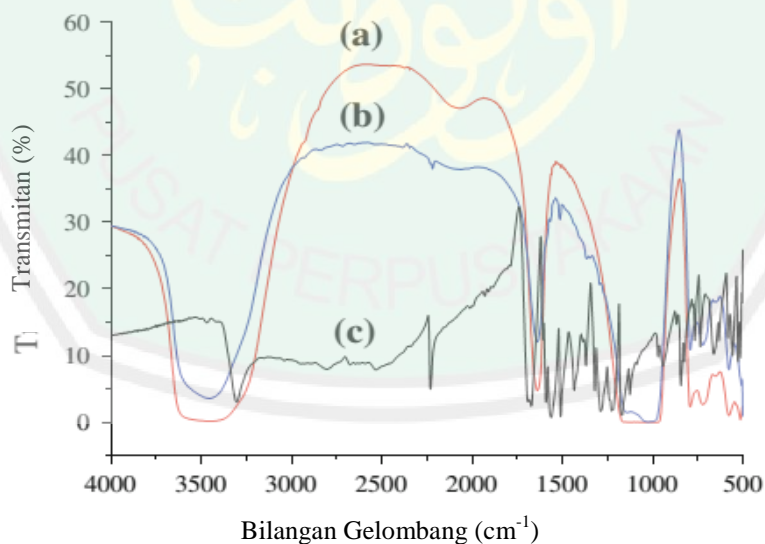
Spektroskopi inframerah atau *fourier transform infrared* (FTIR) adalah metode analisis yang digunakan untuk identifikasi jenis senyawa dengan berdasarkan spektra absorpsi sinar inframerahnya. Metode ini dapat menentukan komposisi gugus fungsi dari senyawa sehingga dapat membantu memberikan informasi untuk penentuan struktur molekulnya. Sampel yang digunakan dapat berupa padatan, cairan ataupun gas. Analisa dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi (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 1.100 cm^{-1} dan 700 cm^{-1} merupakan *finger print* dari zeolit yang menunjukkan adanya vibrasi Si-O dan Al-O. Jalinan internal pada zeolit muncul pada daerah serapan sekitar $1250 - 950 \text{ cm}^{-1}$ 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 $820 - 650 \text{ cm}^{-1}$ (Warsito, 2010).



Gambar 2.10 Spektra FTIR zeolit Y (Rahman, dkk., 2009)

Hasil FTIR dari penelitian Rahman, dkk. (2009) yang disajikan pada Gambar 2.10 merupakan spektra FTIR dari zeolit NaY yang menunjukkan bahwa adanya serapan kuat di daerah bawah 1200 cm^{-1} . Vibrasi frekuensi zeolit yang hasil dari jenis *stretching* dan *bending* unit T-O diamati pada rentang daerah $300 - 1300\text{ cm}^{-1}$. Hal ini menunjukkan bahwa adanya SiO_4 atau AlO_4 .



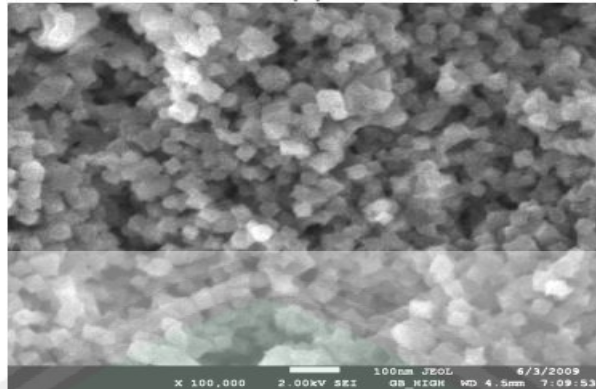
Gambar 2.11 Spektra FTIR a) zeolit NaY, b) CHC-zeolit NaY, dan c) CHC (Vilaca, dkk., 2011)

Penelitian sebelumnya dari Vilaca, dkk. (2011) memperlihatkan hasil FTIR zeolit NaY sebelum dan sesudah pengembanan dengan senyawa antikanker

α-cyano-4-hydroxycinnamic (CHC) seperti yang disajikan pada Gambar 2.11. Pita vibrasi zeolit CHC/NaY dari spektra FTIR yang dihasilkan tidak mengalami pergeseran atau perluasan. Selain itu, zeolit NaY tidak menyerap obat antikanker dan obat antikanker hanya melekat pada zeolit, yang berarti bahwa *framework* zeolit tidak mengganggu absorpsi IR dari senyawa antikanker tersebut. Data FTIR yang didapat juga menunjukkan bahwa zeolit mempertahankan struktur molekul dari senyawa antikanker. Spektra yang muncul pada 3308 (νOH), 2224 (νCN), 1669 (νC=O) dan 1567 – 1295 cm⁻¹(ν C–C dan C–H) merupakan spektra dari senyawa antikanker.

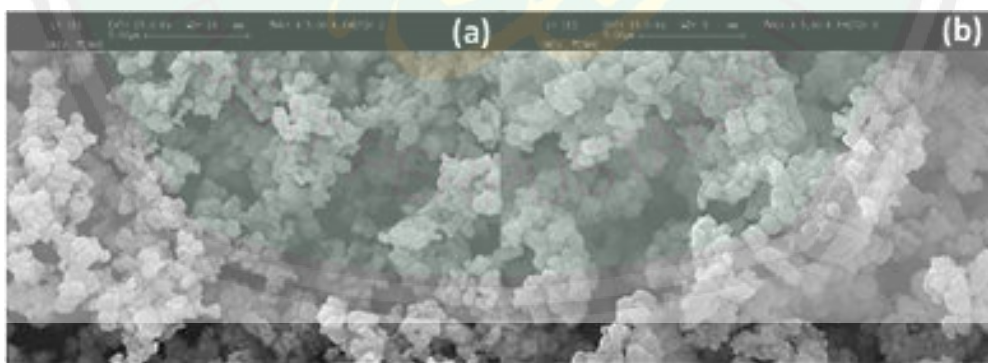
2.6.3 Scanning Elektron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda, berfungsi untuk mengetahui morfologi permukaan dari sampel padat (Abdullah dan Khairurrijal, 2009). Prinsip kerjanya ialah Suatu berkas elektron dilewatkan pada permukaan sampel dan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda. Pancaran elektron yang dihasilkan dapat menghasilkan sinyal yang memodulasi berkas tersebut, sehingga akan menghasilkan gambar ke dalam bidang 300 – 600 kali lebih baik dari pada mikroskop optik dan juga dapat menghasilkan gambar tiga dimensi. Kebanyakan alat SEM mempunyai jangkauan magnifikasi dari 20 – 100.000 kali (Whyman, 1996). Hasil SEM nanozeolit NaY dengan ukuran partikel sekitar 200 nm disajikan pada Gambar 2.12 (Taufiqurrahmi, dkk., 2010).



Gambar 2.12 Hasil SEM nanozeolit NaY 50 nm (Taufiqurrahmi, dkk.,2010)

Menurut Martinho, dkk. (2015), hasil karakterisasi SEM zeolit NaY sesudah diimpregnasi dengan senyawa antikanker *Temozolomide*, tidak mengubah terhadap struktur dan morfologi dari zeolit. Hasil SEM disajikan pada Gambar 2.13. gambar tersebut memperlihatkan antara zeolit NaY sebelum dan sesudah diimpregnasi dengan *Temozolomide* mempunyai morfologi yang mirip, struktur tipe faujasit, dengan ukuran kristal kecil.



Gambar 2.13 Hasil analisis SEM zeolit NaY a) sebelum b) sesudah diimpregnasi *Temozolomide* (Martinho, dkk., 2015)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret 2015 – Juli 2016 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Fisika, Laboratorium Instrumentasi, Laboratorium Bioteknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, dan Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, neraca analitik, pengaduk magnet, spatula, *hot plate*, oven, tanur, pH universal, botol akuades corong *buchner*, botol *polypropylene* plastik, *centrifuge*, *X-Ray Diffraction* (Phillip tipe X'Pert MPD), *Scanning Electron Microscopy* (Zeiss EVO tipe MA 10), dan *Fourier Transform Infra Red* (Varian tipe FT 1000).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Akuabides, Natrium Hidroksida (NaOH, 97%, Sigma-Aldrich), Alumina (Al₂O₃, 99%, Merck), *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS, 99%, Sigma-Aldrich), senyawa antikanker ekstrak etanol daun sirsak, Etanol (C₂H₅OH, 99,8%, Sigma-Aldrich), dan *Tetramethylammonium hydroxide* (TMAOH, 25%, Sigma-Aldrich).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini adalah untuk mengetahui metode sintesis nanozeolit NaY yang terbaik antara yang menggunakan templat TMAOH rasio molar $\text{SiO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3 dan tanpa templat organik rasio molar $\text{SiO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3 dengan mengetahui karakteristik hasil sintesis. Selain itu untuk mengetahui profil senyawa antikanker yang diimbangkan pada nanozeolit NaY. komposisi molar untuk sintesis nanozeolit NaY menggunakan TMAOH adalah 0,72 $(\text{TMA})_2\text{O}$: 0,0094 Na_2O : 0,33 Al_2O_3 : 1,0 SiO_2 : 108,82 H_2O (Rasouli, dkk., 2011). Sedangkan komposisi molar untuk sintesis nanozeolit NaY tanpa templat adalah 5,5 Na_2O : 1,33 Al_2O_3 : 4,0 SiO_2 : 190 H_2O (Fathizadeh, dkk., 2011).

Setelah nanozeolit NaY berhasil disintesis, selanjutnya senyawa antikanker diimbangkan pada nanozeolit hasil sintesis dengan metode impregnasi. Produk yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan FTIR. Produk yang terbentuk meliputi nanozeolit NaY hasil sintesis sebelum dan sesudah diimbangkan senyawa antikanker.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

1. Sintesis nanozeolit NaY
2. Senyawa antikanker diimbangkan pada nanozeolit NaY
3. Karakterisasi nanozeolit NaY menggunakan:
 - a. *X-Ray Diffraction (XRD)*
 - b. FT-IR
 - c. SEM
4. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis Nanozeolit NaY

3.5.1.1 Sintesis Nanozeolit NaY Menggunakan Templat Organik (Rasouli, dkk., 2011)

Komposisi molar yang digunakan 0,72 (TMA)₂O : 0,0094 Na₂O : 0,33 Al₂O₃ : 1,0 SiO₂ : 108,82 H₂O dengan rasio SiO₂/Al₂O₃ 3. Perlakuan awal membuat campuran A dan campuran B sesuai yang disajikan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi campuran A dan B pada sintesis menggunakan templat

Campuran	TEOS	Al ₂ O ₃	TMAOH	NaOH	H ₂ O
A	-	2,833 gr	21,553 mL	0,063 gr	65,12 mL
B	18,7955 mL	-	21,553 mL	-	65,12 mL

Kemudian diaduk dengan *stirrer* sampai homogen. Lalu campuran B dituangkan ke campuran A secara perlahan dan diaduk dengan *stirrer* sampai homogen. Selanjutnya dipindahkan ke dalam botol *polypropylene* plastik dan dieramkan pada suhu ruang selama 3 hari dan dilanjutkan kristalisasi dalam oven pada suhu 100 °C selama 48 jam. Kristal nanozeolit dicuci sampai pH filtrat 7–8 dan dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 8 jam. Produk yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRD, SEM, dan FTIR.

3.5.1.2 Sintesis Nanozeolit NaY Tanpa Templat (Fathizadeh, dkk., 2011)

Sintesis nanozeolit NaY dilakukan dengan rasio molar SiO₃/Al₂O₃ 3 menggunakan komposisi molar 5,5 Na₂O : 1,33 Al₂O₃: 4,0 SiO₂ : 190 H₂O. Prekursor awal dibuat dengan mencampur 18,043 mL TEOS, 9,072 gr NaOH, 2,72 gr Al₂O₃ dan 67,96 mL H₂O. Selanjutnya diaduk dengan *stirrer* selama 30 menit sampai campuran homogen. Selanjutnya dipindahkan ke dalam botol

polypropylene plastik dan dieramkan pada suhu ruang selama 3 hari dan dilanjutkan kristalisasi dalam oven pada suhu 100 °C selama 48 jam. Kristal nanozeolit dicuci sampai pH filtrat 7–8 dan dikalsinasi pada suhu 100 °C selama 8 jam. Produk yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD, SEM, dan FTIR.

3.5.2 Senyawa Antikanker Diembankan Pada Nanozeolit NaY (Amorim, dkk., 2012)

Pengembanan senyawa antikanker pada nanozeolit menggunakan metode impregnasi. Nanozeolit NaY hasil sintesis dikeringkan pada suhu 120°C selama 3 jam. Sebanyak 2 gram zeolit dimasukkan ke dalam 60 mL etanol 96% yang mengandung 200 mg senyawa antikanker hasil ekstrak etanol daun sirsak. Campuran diaduk pada suhu kamar selama 48 jam dan ditutup. Campuran disaring dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 5 jam. Produk yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD, SEM, dan FTIR.

3.5.3 Karakterisasi

3.5.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada nanozeolit NaY hasil sintesis dan senyawa antikanker yang telah diembankan pada zeolit. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang 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 λ sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2θ sebesar 5–50° dan kecepatan scan 0,02°/detik.

3.5.3.2 Fourier Transform InfraRed (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap nanozeolit NaY hasil sintesis dan senyawa antikanker yang telah diimbangkan pada nanozeolit. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan mortal batu agate dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipres dengan alat pengepres untuk membentuk pelet. Selanjutnya ditempatkan pada *sampel holder* dan dianalisa menggunakan FTIR.

3.5.3.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi dengan SEM dilakukan terhadap nanozeolit NaY hasil sintesis dan senyawa antikanker yang telah diimbangkan pada nanozeolit. Analisa SEM dapat mengetahui topografi dan morfologi sampel. Sebanyak 5 mg sampel dihaluskan dengan mortar batu agate, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipres dengan alat pengepres untuk membentuk pelet. . Selanjutnya ditempatkan pada *sampel holder* dan dianalisis dengan SEM dengan diamati gambar *scanning* elektronnya.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Nanozeolit NaY

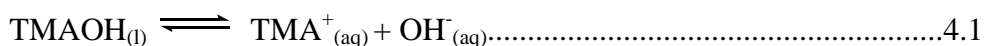
Sintesis ini dilakukan dengan dua metode, yaitu sintesis nanozeolit NaY menggunakan templat dan tanpa templat. Penggunaan dua metode tersebut bertujuan untuk membandingkan karakter hasil sintesis nanozeolit NaY yang menggunakan templat dan tanpa templat. Selanjutnya setelah hasilnya dibandingkan dapat diketahui metode yang paling baik dalam mensintesis nanozeolit NaY.

4.1.1 Sintesis Nanozeolit NaY Menggunakan Templat Organik

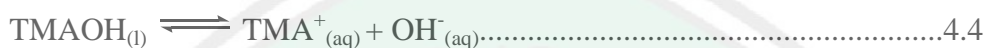
Setiap nanozeolit disintesis menggunakan templat yang berbeda-beda. Nanozeolit tipe faujasit biasa disintesis menggunakan templat TMAOH. Komposisi molar yang digunakan mengacu pada penelitian Rasouli, dkk. (2011), yaitu $0,72 (\text{TMA})_2\text{O} : 0,125 \text{Na}_2\text{O} : 0,33 \text{Al}_2\text{O}_3 : 1,0 \text{SiO}_2 : 108,82 \text{H}_2\text{O}$ dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 3.

Sintesis nanozeolit diawali dengan reaksi hidrolisis. Dalam penelitian ini reaksi hidrolisis terjadi pada campuran A dan campuran B. Campuran A mengandung Al_2O_3 , TMAOH, NaOH, dan H_2O , sedangkan campuran B mengandung TEOS sebagai sumber Silika, TMAOH, dan H_2O . Tujuan dilakukan pemisahan campuran agar proses hidrolisis dapat dicapai secara maksimal di masing-masing campuran. Dugaan reaksi hidrolisis yang terjadi mengacu pada penelitian Zhely dan Widiastuti (2012) yang mensintesis zeolit X-karbon dari abu dasar batubara adalah sebagai berikut :

Campuran A



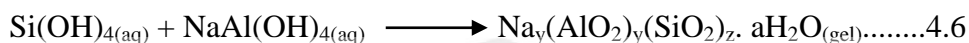
Campuran B



Berdasarkan reaksi 4.1, 4.2, dan 4.3, pada campuran A terdapat pembentukan garam aluminat. Pembentukan garam aluminat ini agar alumina dapat terhidrolisis. Penambahan NaOH berfungsi sebagai aktivator dalam membentuk garam aluminat. Sedangkan pada campuran B tidak ada pembentukan garam yang dapat dilihat pada reaksi 4.4 dan 4.5. TEOS sebagai sumber silika langsung mengalami hidrolisis dengan dibantu katalis basa. Penambahan TMAOH dalam reaktan akan membentuk kation surfaktan TMA^+ yang berfungsi sebagai templat organik dan anion OH^- sebagai katalis basa. Templat organik merupakan agen yang mengarahkan dalam pembentukan struktur kristal nanozeolit. Sehingga dengan penambahan templat, diharapkan kristal nanozeolit yang terbentuk memiliki ukuran yang lebih seragam.

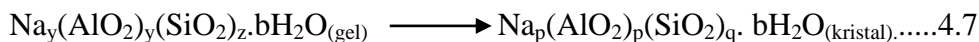
Penggabungan campuran A dan campuran B akan membentuk gel. Terbentuknya gel adalah awal dari pembentukan inti dan pertumbuhan kristal yang merupakan hal penting dalam proses sintesis nanozeolit. Gel yang terbentuk dieramkan (*aging*) untuk pembentukan inti kristal (Warsito, dkk., 2008). Menurut Widiawati (2005) pemeraman (*aging*) terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang kaku, kuat dan menyusut dalam larutan. Hal itu diperkuat dalam penelitian

ini terdapat padatan, yang diduga itu adalah awal mula pembentukan nanozeolit yang terdispersi dalam larutan. Pemeraman tersebut memungkinkan terjadi reaksi sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012) :



Sintesis nanozeolit juga dipengaruhi oleh ion-ion yang ada dalam campuran tersebut. Pada pH basa akan terbentuk spesies Si(OH)_4 dan anion Al(OH)_4^- yang berinteraksi membentuk polimer alumina silikat, sehingga mempengaruhi laju nukleisasi dan pertumbuhan kristal (Hamdan, 1992 dan Arryanto, 2001). Hal ini dikarenakan pada tingkat pH yang berbeda akan ditemukan spesies yang berbeda. Apabila sintesis nanozeolit dilakukan pada larutan asam dengan pH 1 sampai 4, maka kation alumunium oktahedral $[\text{Al(H}_2\text{O)}_6]^{3+}$ merupakan spesies yang dominan. Kation tersebut tidak berkaitan dengan pembentukan polimer alumina silikat, sehingga menghambat laju pembentukan nanozeolit. Pada $\text{pH} > 6$ akan terbentuk anion Al(OH)_4^- atau AlO_2^- yang merupakan anion pembentuk nanozeolit. Sedangkan untuk mendapatkan spesies Si(OH)_4 harus berada pada $\text{pH} > 12$ (Warsito, dkk., 2008). Pada penelitian ini pH yang digunakan pada saat pencampuran bahan adalah 13, sehingga diharapkan reaksi pembentukan nanozeolit dapat berjalan secara optimum.

Kristalisasi dilakukan setelah pemeraman dengan proses hidrotermal. Proses hidrotermal bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal nanozeolit (Warsito, dkk., 2008). Pada tahap pembentukan kristal, fase gel mengalami perubahan struktur menjadi lebih teratur dengan adanya pemanasan. Reaksi yang terjadi selama proses hidrotermal adalah sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012) :



Selama proses kristalisasi, TMAOH mengambil peran dalam mengarahkan struktur kristal nanozeolit. Kation surfaktan TMA^+ akan bereaksi dengan cepat untuk menetralkan kerangka anionik pada nanozeolit. Proses ini merupakan proses perakitan struktur suatu embrio nanozeolit. Ilustrasi pembentukan nanozeolit NaY dengan templat TMAOH dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pembentukan nanozeolit NaY dengan templat TMAOH

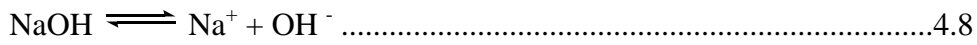
Padatan yang terbentuk pada proses kristalisasi berwarna putih, yang merupakan kristal nanozeolit NaY hasil sintesis. Perlakuan kalsinasi membuat templat keluar dari kerangka nanozeolit dan membentuk pori-pori nanozeolit.

4.1.2 Sintesis Nanozeolit NaY Tanpa Templat Organik

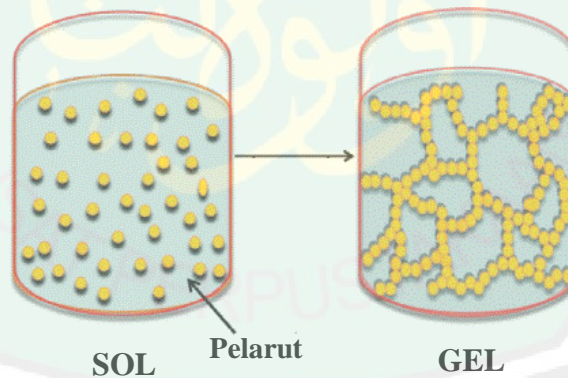
Sintesis nanozeolit NaY juga bisa tanpa menggunakan templat. Umumnya untuk mendapatkan zeolit ukuran nanometer, sintesis dilakukan pada suhu rendah (di bawah $100\text{ }^{\circ}\text{C}$). Pada penelitian ini mengacu penelitian dari Fathizadeh dan Aroujalian (2011) yang tanpa menggunakan templat pada suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan komposisi molar $5,5\text{ Na}_2\text{O} : 1,33\text{ Al}_2\text{O}_3 : 4,0\text{ SiO}_2 : 190\text{ H}_2\text{O}$ dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 3.

Sintesis nanozeolit NaY diawali dengan adanya proses hidrolisis membentuk sol. Proses hidrolisis terjadi pada saat pencampuran semua bahan ke dalam aquabides. Proses hidrolisis menyebabkan terbentuknya garam aluminat

dalam campuran. Reaksi yang terjadi dalam campuran adalah sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012) :



Berdasarkan reaksi diatas NaOH menjadi aktivator dalam membentuk garam aluminat. Selain itu juga menjadi katalis basa dalam reaksi hidrolisis. Campuran tersebut membentuk gel setelah pengadukan selama 30 menit,. Pembentukan gel menunjukkan awal mula terjadinya proses pembentukan inti dan pertumbuhan kristal yang merupakan hal penting dalam proses sintesis nanozeolit. Perubahan sol menjadi gel diilustrikan seperti Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Perubahan sol menjadi gel

Pemeraman dilakukan setelah pencampuran bahan. Pemeraman bertujuan untuk proses pembentukan inti dari nanozeolit. Reaksi yang terjadi selama proses pemeraman adalah sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012) :



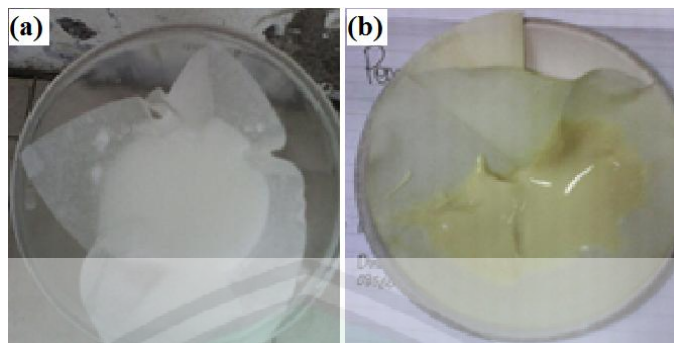
Kristalisasi dilakukan setelah pemeraman. Kristalisasi ini bertujuan untuk proses pembentukan kristal nanozeolit. Selama kristalisasi terjadi proses polikondensasi membentuk kerangka nanozeolit. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012) :



Padatan yang terbentuk pada proses kristalisasi berwarna putih, yang merupakan kristal nanozeolit NaY hasil sintesis. Kristal nanozeolit dipisahkan dari filtratnya dan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan material lain selain nanozeolit yang merupakan produk samping dalam sintesis nanozeolit. Pengeringan pada suhu 120 °C setelah pencucian bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori nanozeolit.

4.2 Pengembanan Senyawa Antikanker Pada Nanozeolit NaY

Pengembanan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol daun sirsak pada nanozeolit NaY dilakukan dengan metode impregnasi. Metode impregnasi merupakan metode penempelan suatu bahan pada material yang memiliki pori dan luas permukaan yang besar dalam suatu pelarut. Pengembanan ini dimulai dengan pengeringan nanozeolit NaY untuk menghilangkan air yang ada pada pori nanozeolit. Sebab adanya air akan mengganggu proses penempelan senyawa antikanker pada nanozeolit NaY. Nanozeolit NaY yang sudah kering diimpregnasi dengan senyawa antikanker hasil ekstrak etanol daun sirsak dalam pelarut etanol 95%. Menggunakan pelarut etanol 95% karena memiliki sifat kepolaran yang sama dengan senyawa antikankernya.



Gambar 4.3 Nanozeolit NaY (a) sebelum dan (b) sesudah diimbaskan senyawa antikanker

Proses pengembunan secara fisik mengakibatkan perubahan warna pada nanozeolit. Nanozeolit NaY yang putih akan berubah menjadi hijau kecokelatan menyesuaikan dengan warna senyawa antikanker seperti yang disajikan pada Gambar 4.3. Sisa etanol dalam sampel dapat diuapkan dengan proses pemanasan pada suhu 70 °C selama 8 jam.

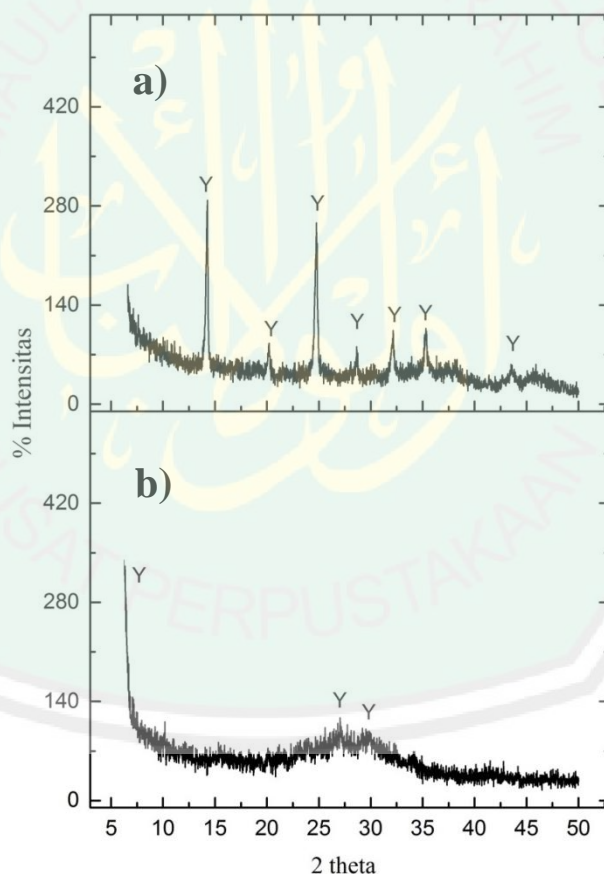
Kemungkinan interaksi yang terjadi antara senyawa antikanker dengan nanozeolit adalah gaya tarik antarmolekul berupa interaksi ion-dipol dan ikatan hidrogen. Interaksi ion-dipol terjadi karena nanozeolit memiliki ion Na^+ yang menyeimbangkan AlO_2^- dalam kerangka nanozeolit. Pada saat proses impregnasi, ion Na^+ dan AlO_2^- akan berinteraksi dengan gugus polar dari senyawa antikanker. Sedangkan ikatan hidrogen dapat terjadi karena nanozeolit memiliki gugus Si-OH dan Al-OH yang mempunyai pasangan elektron bebas dari atom O sehingga dapat berinteraksi dengan atom H dari senyawa antikanker.

4.3 Karakterisasi

4.3.1 Analisis Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

4.3.1.1 Hasil Sintesis Nanozeolit NaY

Kristalinitas nanozeolit NaY hasil sintesis dapat diketahui dari pengukuran XRD dan kemurniannya dapat diketahui dengan cara membandingkan puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ dengan puncak zeolit NaY standar dari *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. Difraktogram nanozeolit NaY hasil sintesis disajikan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Difraktogram nanozeolit NaY a) dengan templat suhu sintesis 100°C , b) tanpa templat suhu sintesis 60°C

Kristalinitas suatu material dapat diamati dari intensitas puncak yang dihasilkan pada difraktogram. Puncak yang terlihat jelas, tajam, dan memiliki

intensitas yang tinggi menandakan susunan kristal yang semakin teratur sehingga memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi. Apabila suatu material tersebut memiliki keteraturan rendah (amorf) maka intensitas puncak yang muncul pada difraktogram terlihat rendah, kurang jelas, dan melebar. Berdasarkan Gambar 4.4 nanozeolit NaY yang disintesis menggunakan templat dengan suhu hidrotermal 100°C memiliki puncak yang terlihat jelas, tinggi dan tajam dibandingkan dengan nanozeolit NaY disintesis tanpa templat dengan suhu hidrotermal 60°C, sehingga dapat dikatakan nanozeolit NaY sintesis menggunakan templat dengan suhu hidrotermal 100°C memiliki tingkat kristalinitas lebih tinggi.

Data hasil analisis XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal. Ukuran kristal dari nanozeolit NaY sintesis berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan *Debye Scherrer* disajikan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Ukuran partikel nanozeolit NaY hasil sintesis

Sampel	2 θ (°)	Ukuran Kristal (nm)
Nanozeolit NaY dengan templat (100°C)	14,255	81,43
	24,768	68,91
	35,286	35,31
Nanozeolit NaY tanpa templat (60°C)	6,036	16,85
	27,026	8,65
	29,599	8,70

Berdasarkan Tabel 4.1 nanozeolit NaY hasil sintesis memiliki ukuran kristal dalam kisaran 1-100 nm yang memenuhi syarat material dalam skala nanometer. Nanozeolit NaY sintesis dengan templat memiliki ukuran lebih besar daripada yang tanpa templat, akan tetapi ukuran yang lebih besar itu membuat nanozeolit NaY sintesis dengan templat tingkat kristalinitasnya lebih tinggi.

Sebagai analisis lanjut, dilakukan analisis *refinement* (penghalusan struktur) untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dan struktur

nanozeolit yang disintesis. *Refinement* dilakukan dengan metode Le Bail menggunakan program Rietica. Parameter sel satuan standar yang digunakan sebagai pembanding diperoleh dari Baerlocher (2007) dengan nilai parameter sel zeolit NaY $a=b=c=24,3 \text{ \AA}$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ dan grup ruang Fd-3m. Data analisis *refinement* nanozeolit NaY dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Parameter sel satuan nanozeolit NaY sintesis dengan templat dan tanpa templat menggunakan program Rietica dengan metode Le Bail

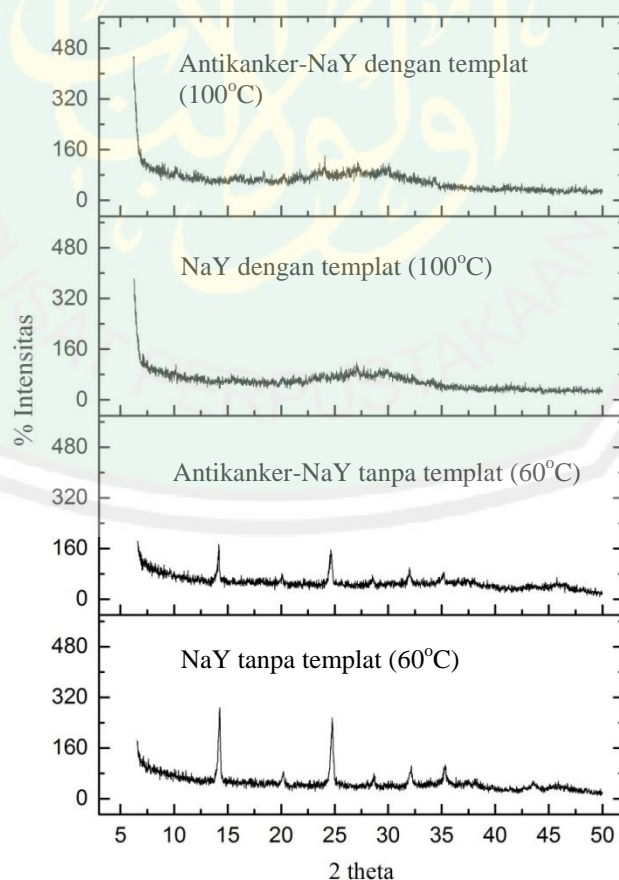
Parameter	Standar Zeolit NaY	Nanozeolit NaY Hasil Sintesis	
		Dengan Templat (100°C)	Tanpa Templat (60°C)
Grup ruang	Fd-3m	Fd-3m	Fd-3m
Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik
a (Å)	24,300	24.1773	24.2380
b (Å)	24,300	24.1773	24.2380
c (Å)	24,300	24.1773	24.2380
α	90,00°	90,00°	90,00°
β	90,00°	90,00°	90,00°
γ	90,00°	90,00°	90,00°
Rp (%)	-	16,20	18,14
Rwp (%)	-	19,68	16,41
GoF (χ^2)	-	0,212	0,133

Berdasarkan Tabel 4.2 nilai parameter kisi antara data standar dengan data nanozeolit NaY hasil sintesis mengalami sedikit perubahan, hal ini disebabkan adanya pergeseran atau perbedaan sudut difraksi (Istiqomah, dkk., 2014). Hasil penghalusan struktur menghasilkan derajat kesesuaian antara data dan hasil eksperimen. Hal ini ditunjukkan dengan nilai kesesuaian *Goodness of Fit* (GoF) dibawah 1%. Widodo dan Darminto (2010) menyatakan bahwa secara umum pencocokan (*fitting*) dengan metode Le Bail bisa dinyatakan bisa diterima

(*acceptable*) apabila nilai GoF kurang dari 4%. Selain itu parameter keberhasilan juga ditunjukkan dengan nilai Rp (faktor profil) dan Rwp (faktor profil terbobot) yang merupakan nilai residu kesalahan. Jika nilai nilai Rp dan Rwp mendekati 0 menunjukkan semakin miripnya kurva intensitas hasil penelitian dengan kurva intensitas teoritis, nilai ini bisa diterima jika $\leq 20\%$ (Yashinta, 2011).

4.3.1.2 Hasil Pengembangan Senyawa Antikanker dengan Nanozeolit NaY

Pengaruh pengembangan senyawa antikanker terhadap nanozeolit NaY akan mengubah pola difraktogramnya. Pengembangan yang baik tidak akan terjadi perubahan struktur nanozeolit, melainkan hanya menurunkan intensitas puncak atau memunculkan puncak baru milik senyawa antikanker. Difraktogram nanozeolit NaY sebelum dan setelah pengembangan ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Difraktogram nanozeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembangan

Berdasarkan Gambar 4.5 difraktogram nanozeolit NaY setelah dilakukan pengembunan mengalami penurunan intensitas dan juga pergeseran nilai 2θ . Penurunan intensitas dan pergeseran nilai 2θ dikarenakan adanya senyawa antikanker yang diembankan pada nanozeolit NaY. Penurunan intensitas disebabkan karena sinar yang dipantulkan oleh bidang kristal nanozeolit terhalang oleh senyawa antikanker yang menempel pada kerangka nanozeolit. Penurunan intensitas tersebut menunjukkan kristalinitas dari nanozeolit NaY menurun.

Difraktogram nanozeolit NaY tanpa templat (suhu sintesis 60°C) didapat hasil yang berbeda. Setelah dilakukan pengembunan terjadi pemunculan puncak baru pada nilai $2\theta = 18,15^{\circ}$ dan $23,78^{\circ}$ yang merupakan puncak dari zeolit X. Munculnya puncak baru ini menandakan nanozeolit tidak dapat mempertahankan strukturnya.

Tabel 4.3 Perbedaan posisi 2θ nanozeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembunan

No	Posisi (2θ)			
	Nanozeolit NaY Dengan Templat	Antikanker-Nanozeolit NaY Dengan Templat	Nanozeolit NaY Tanpa Templat	Antikanker-Nanozeolit NaY Tanpa Templat
1	-	-	$6,036^{\circ}$	$6,068^{\circ}$
2	$14,255^{\circ}$	$14,181^{\circ}$	-	-
3	-	-	-	$18,153^{\circ}$
4	$20,165^{\circ}$	$20,015^{\circ}$	-	-
5	-	-	-	$23,785^{\circ}$
6	$24,767^{\circ}$	$24,648^{\circ}$	-	-
7	-	-	$27,026^{\circ}$	-
8	$28,657^{\circ}$	-	-	-
9	-	-	$29,599^{\circ}$	$29,647^{\circ}$
10	$32,105^{\circ}$	$31,999^{\circ}$	-	-
11	$35,256^{\circ}$	$35,059^{\circ}$	-	-
12	$43,595^{\circ}$	-	-	-

Berdasarkan Tabel 4.3 pergeseran nilai 2θ pada nanozeolit NaY disebabkan karena adanya senyawa antikanker yang diembankan. Senyawa antikanker akan mempengaruhi terhadap struktur kerangka dari nanozeolit sehingga mengakibatkan pergeseran nilai 2θ . Akan tetapi pergeseran 2θ yang terjadi tidak terlalu signifikan, sehingga kecil kemungkinan *framework* nanozeolit NaY berubah.

Pergeseran 2θ akibat pengembangan tidak mengubah *framework* nanozeolit NaY diperkuat dengan analisis *refinement*. Berdasarkan Tabel 4.4 Pengembangan menyebabkan nilai a,b,c atau parameter kisi menjadi lebih besar. Perubahan parameter kisi tersebut berpengaruh terhadap derajat kesesuaian yaitu nilai Rp, Rwp, dan GoF yang juga mengalami perubahan. Akan tetapi perubahan nilai Rp, Rwp, dan GoF masih memenuhi standar yang diperbolehkan, yakni nilai Rp dan Rwp $\leq 20\%$ dan nilai GoF $< 4\%$. sehingga dipastikan pengembangan senyawa antikanker tidak sampai mengubah *framework* dari nanozeolit NaY.

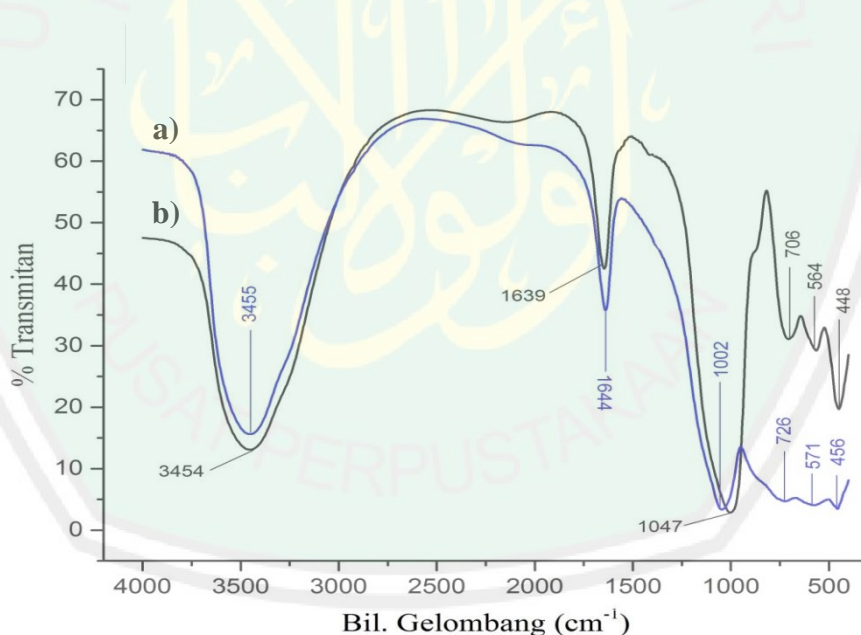
Tabel 4.4 Parameter sel satuan nanozeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembangan menggunakan progam Rietica dengan metode Le Bail

Parameter	Nanozeolit NaY Dengan Templat (100°C)		Nanozeolit NaY Tanpa Templat (60°C)	
	Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah
Grup ruang	Fd-3m	Fd-3m	Fd-3m	Fd-3m
Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik	Kubik
a (Å)	24.1773	24.1464	24.2380	24.3402
b (Å)	24.1773	24.1464	24.2380	24.3402
c (Å)	24.1773	24.1464	24.2380	24.3402
A	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
B	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
Γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
Rp (%)	16,20	15,15	18,14	11,37
Rwp (%)	19,68	20,08	16,41	12,71
GoF (χ^2)	0,212	0,283	0,133	0,156

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

4.3.2.1 Hasil Sintesis Nanozeolit NaY

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi kerangka nanozeolit. Analisis ini dilakukan dengan cara membandingkan puncak serapan nanozeolit hasil sintesis dengan standar. Zeolit secara umum mempunyai daerah serapan inframerah yang khas di sekitar bilangan gelombang 1200-300 cm^{-1} karena pada daerah tersebut memuat vibrasi fundamental kerangka tetrahedral ($\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$) yang merupakan satuan pembangun kerangka zeolit (Murni dan Helmawati, 2006). Setelah dilakukan pengujian didapatkan spektra FTIR nanozeolit NaY hasil sintesis seperti Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektra FTIR nanozeolit NaY a) dengan templat (100°C), b) tanpa templat (60°C)

Berdasarkan Gambar 4.6 terdapat absorpsi kuat pada bilangan gelombang 1002 cm^{-1} dan 1047 cm^{-1} yang merupakan puncak vibrasi rentangan asimetris internal O-Si-O atau O-Al-O dari kerangka nanozeolit. Puncak spektra pada bilangan gelombang 706 cm^{-1} dan 726 cm^{-1} menunjukkan rentangan simetris

internal O-Si-O atau O-Al-O (Flanigen, 1991). Puncak spektra pada bilangan gelombang 448 cm^{-1} dan 455 cm^{-1} menunjukkan ikatan internal tetrahedral yaitu tekukan O-Si-O atau O-Al-O. Puncak spektra pada bilangan gelombang 564 cm^{-1} dan 571 cm^{-1} menunjukkan vibrasi eksternal dari cincin ganda (D4R/D6R) dalam struktur kerangka zeolit. Pita absorpsi sekitar 1100 - 700 cm^{-1} dan 470 - 450 cm^{-1} ini merupakan puncak yang tidak sensitif terhadap perubahan struktur (Goncalves, dkk., 2008).

Serapan juga muncul pada daerah bilangan gelombang 1644 cm^{-1} dan 1639 cm^{-1} . Serapan tersebut merupakan vibrasi deformasi ikatan H-O-H dari molekul air yang terserap nanozeolit (Isernia, 2013). Sedangkan vibrasi rentangan Si-O-H dan Al-O-H pada nanozeolit muncul pada bilangan gelombang 3455 cm^{-1} dan 3454 cm^{-1} dengan puncak melebar (Socrates, 1994). Secara terperinci serapan pada bilangan gelombang yang khas untuk zeolit disajikan pada Tabel 4.5.

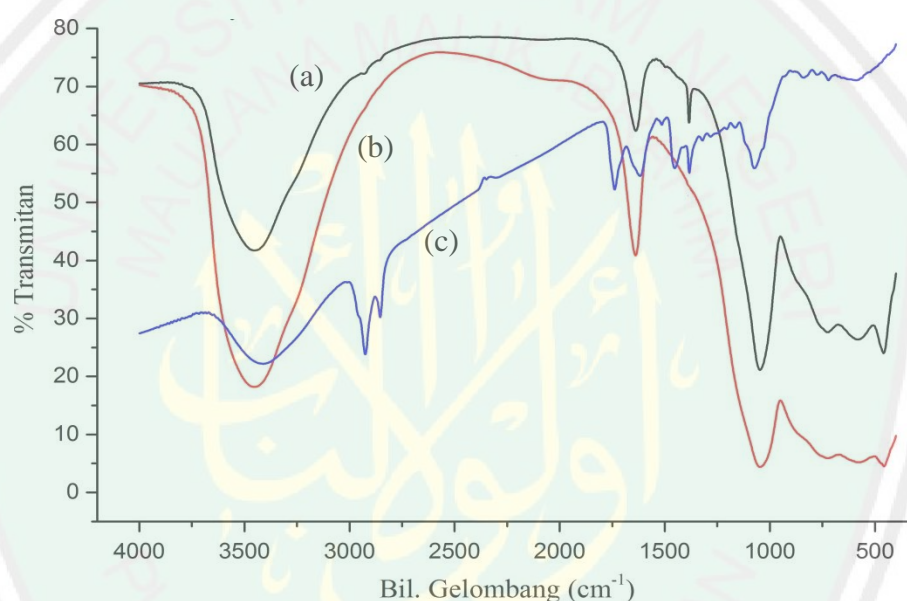
Tabel 4.5 Interpretasi spektra FTIR nanozeolit NaY menggunakan templat dan tanpa templat

No	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Bilangan Gelombang (cm^{-1}) Referensi*	Interpretasi
	Nanozeolit Dengan Templat	Nanozeolit Tanpa Templat		
1	455	448	540 - 440	Tekukan O-T-O (T = Si atau Al)
2	571	564	650 - 500**	Cincin ganda (D4R/D6R)
3	726	706	760 - 686**	Rentangan simetris T-O-T internal
4	1047	1002	1120 - 1000**	Rentangan asimetris T-O-T internal
5	1639	1644	1650 - 1600	deformasi H-O-H
6	3454	3455	3600 - 3100	rentangan T-O-H

*Socrates (1994) dan **Flanigen, dkk (1971)

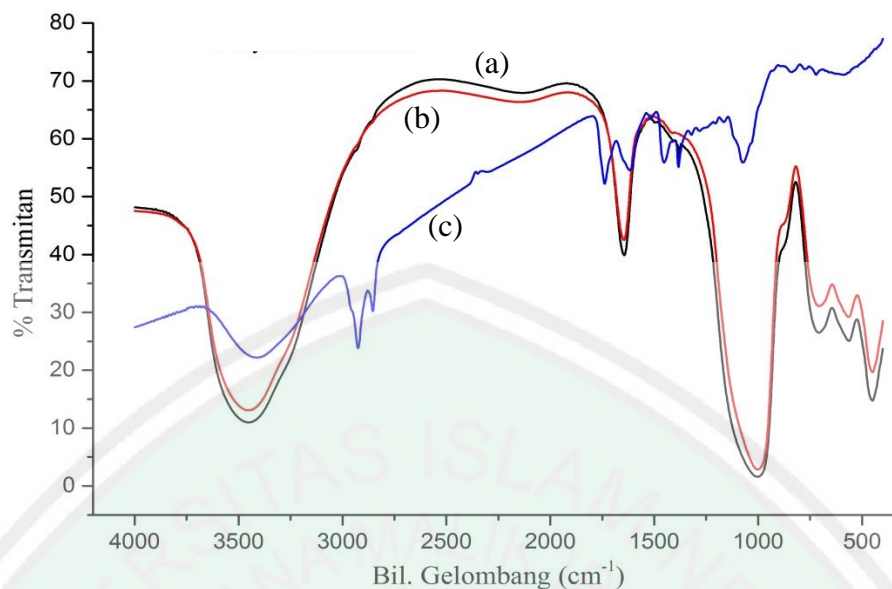
4.3.2.1 Hasil Pengembangan Senyawa Antikanker-Nanozeolit NaY

Analisis FTIR ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pengembangan terhadap gugus fungsi nanozeolit NaY. Pengaruh pengembangan dapat dilihat dengan cara membandingkan spektra FTIR nanozeolit sebelum dan sesudah diimbankan senyawa antikanker seperti yang disajikan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Spektra FTIR (a) antikanker-nanozeolit NaY dengan templat (100°C), (b) nanozeolit NaY dengan templat (100°C), dan (c) senyawa antikanker

Hasil FTIR pada Gambar 4.7 menunjukkan spektra yang muncul didominasi oleh gugus-gugus fungsi dari nanozeolit NaY. Spektra nanozeolit setelah dilakukan pengembangan muncul serapan baru pada bilangan gelombang 1380 cm^{-1} yang merupakan serapan gugus alkil $-\text{CH}_3$. Serapan baru tersebut diduga adalah serapan dari senyawa antikanker pada daerah bilangan gelombang yang sama.



Gambar 4.8 Spektra FTIR (a) antikanker-nanozeolit NaY tanpa templat (60°C), (b) nanozeolit NaY tanpa templat (60°C), dan (c) senyawa antikanker

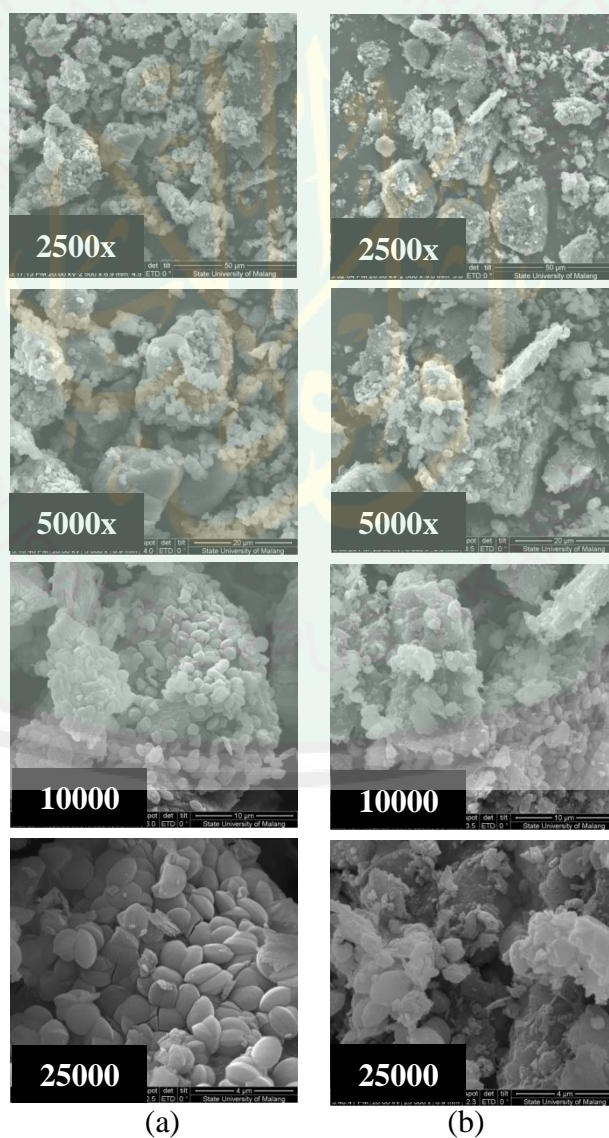
Berdasarkan Gambar 4.8 hasil spektra FTIR pada nanozeolit NaY tanpa templat sebelum dan sesudah pengembanan tidak mengalami perubahan yang signifikan. Hasil tersebut berbeda dengan nanozeolit NaY dengan templat yang memunculkan puncak baru milik senyawa antikanker. Hal ini disebabkan pada nanozeolit NaY tanpa templat dari data XRD menunjukkan bentuknya lebih amorf dibandingkan dengan nanozeolit NaY dengan templat, sehingga tidak dapat mengemban senyawa antikanker lebih banyak.

Metode pengembanan yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode impregnasi basah yang mana volume larutan lebih besar dari volume pori pengemban. Penggunaan metode impregnasi basah ini dinyatakan kurang baik untuk proses pengembanan senyawa antikanker terhadap nanozeolit NaY. Hal itu dikarenakan setelah dilakukan proses penyaringan masih banyak senyawa antikanker yang lolos ikut dengan filtrat sehingga senyawa antikanker yang teremban pada nanozeolit NaY lebih sedikit. Dibuktikan pada spektra FTIR

nanozeolit NaY setelah pengembangan, serapan baru dari senyawa antikanker yang muncul cenderung lemah.

4.3.3 Analisis Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Analisis menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui sifat morfologi dari nanozeolit NaY sebelum dan sesudah dilakukan pengembangan. Sampel berupa hasil sintesis nanozeolit NaY menggunakan templat yang kemudian diembankan dengan senyawa antikanker. Hasil analisa SEM ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9. Hasil analisa SEM nanozeolit NaY dengan templat (100°C) (a) sebelum dan (b) sesudah dilakukan pengembangan

Berdasarkan Gambar 4.9 nanozeolit sebelum dilakukan pengembangan pada perbesaran 2500x dan 5000x terlihat memiliki bentuk kristal mendekati kubik. Hal itu sesuai dengan hasil analisis rietica, nilai kesesuaian dengan standar (bentuk kubik) memiliki Rp dan Rwp sebesar 16,20% dan 19,68% yang hampir mendekati batas maksimum. Kemudian pada perbesaran 10000x dan 25000x tampak permukaan kristal dari nanozeolit memiliki bentuk pori slit.

Setelah dilakukan pengembangan, bentuk nanozeolit NaY semakin tidak teratur karena senyawa antikanker menutupi permukaan nanozeolit. Sesuai dengan hasil analisis rietica nanozeolit NaY dengan templat setelah dilakukan pengembangan, memiliki nilai kesesuaian Rp dan Rwp sebesar 15,15% dan 20,08% sehingga semakin tidak sesuai dengan standar. Hal itu dikarenakan perlakuan pengembangan dapat menurunkan kristalinitas nanozeolit. Diinterpretasikan dengan hasil XRD bahwasanya pengembangan juga dapat menurunkan intensitas puncak nanozeolit yang menyebabkan tingkat kristalinitasnya menurun.

4.4 Hikmah Sintesis Nanozeolit NaY Sebagai Pengembangan Senyawa Antikanker

Alam beserta isinya sebagai *sunnatullah* telah ditetapkan “ukurannya” yang mengandung makna ilmiah yaitu sebagai bilangan dengan sifat serta ketelitian yang terkandung di dalamnya (Shiddieqy, 2000). Allah berfirman dalam Al-Qur’an surat Al-Qamar ayat 49 :

إِنَّا كُلَّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ (٤٩)

Artinya: “Sesungguhnya Kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran” (QS. Al-Qamar: 49).

Sebagaimana zeolit juga memiliki ukuran seperti mikrometer maupun nanometer. Zeolit yang berukuran nanometer (nanozeolit) memiliki keistimewaan yaitu luas permukaan yang lebih besar dibandingkan zeolit pada umumnya. Luas permukaan yang besar ini dapat digunakan sebagai matriks pengemban senyawa antikanker seperti pada penelitian ini.

Berdasarkan hasil penelitian yang telah didapatkan, produk hasil sintesis nanozeolit NaY menggunakan templat mempunyai kristalinitas lebih besar dibandingkan dengan yang tanpa templat. Hal itu diketahui dari yang telah ditunjukkan pada hasil difraktogramnya. Proses untuk mensintesis nanozeolit NaY membutuhkan perlakuan seperti pencampuran reaktan dengan komposisi tertentu, pengadukan, pemeraman dan pemanasan dalam beberapa hari. Allah berfirman dalam surat Al-A'la ayat 2-3 yang berbunyi:

الَّذِي خَلَقَ فَسَوَّى (٢) وَالَّذِي قَدَّرَ فَهَدَى (٣)

Artinya: “yang Menciptakan, dan menyempurnakan (penciptaan-Nya) (2) dan yang menentukan kadar (masing-masing) dan memberi petunjuk (3).” (Q.S. Al-A'la : 2-3)

Ayat 2-3 menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan segala ciptaan-Nya termasuk menyempurnakannya pun memberikan suatu takaran yang sesuai. Pernyataan ini menegaskan bahwa Allah SWT tidak secara asal-asalan menciptakan sesuatu sebab penciptaan-Nya tersebut bersesuaian dengan kadar yang telah Allah kehendaki.

Menurut bahasa, kata *qadar* pada ayat tersebut berarti takdir yang ditetapkan ukuran atau batasan-Nya. Ayat ini menyangkut ketetapan hukum Allah SWT yang bersifat universal terhadap seluruh makhluk yang bersifat sepanjang

masa dan tidak dapat diubah-ubah. Artinya manusia diberi hak untuk menetapkan tetapi tetap Allah SWT yang berhak memutuskan hasil dari terlaksananya kehendak tersebut (Gulen, 2005).

Senyawa antikanker yang digunakan pada penelitian ini berasal dari tumbuhan alami ekstrak etanol daun sirsak. Daun sirsak merupakan tumbuhan yang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai obat. Sebelumnya Allah telah mengisyaratkan pada manusia dalam Al-Qur'an untuk memikirkan segala sesuatu yang tumbuh di bumi ini, termasuk daun sirsak. Sebab di dalam setiap penciptaan-Nya pasti mengandung hikmah dan tanda kekuasaan-Nya. Seperti yang difirmankan pada surat An-Nahl ayat 11 :

يُنْبِتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ (١١)

Artinya: "Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman; zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan" (QS. An-Nahl: 11)

Ayat tersebut menjelaskan tentang alasan Allah SWT menumbuhkan beberapa tanaman-tanaman di bumi dengan air hujan. Bahwa sesungguhnya segala ciptaan-Nya memiliki hikmah masing-masing. Termasuk tumbuhan sirsak, telah diteliti berpotensi sebagai obat antikanker terutama pada bagian daunnya. Berdasarkan hasil penelitian ini proses pengembangan paling baik diperoleh dari pengembangan senyawa ekstrak etanol daun sirsak pada nanozeolit NaY yang disintesis dengan templat. Sehingga ke depannya diharapkan dapat diteliti untuk uji aktivitasnya dalam menghambat sel kanker dan memiliki kinerja yang baik

sehingga dapat diaplikasikan sebagai obat. Petunjuk untuk mencari 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 (رواه
مسلم)

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)

Hadits tersebut menjelaskan bahwa setiap penyakit pasti ada obatnya. Tugas manusia hanyalah mencari obat yang sesuai untuk penyakit tersebut. Apabila telah ditemukan obat yang sesuai maka orang yang menderita penyakit tersebut akan sembuh atas izin Allah SWT. Sintesis nanozeolit NaY kemudian diembankan dengan senyawa ekstrak etanol daun sirsak merupakan salah satu bentuk usaha mengamalkan perintah Rasulullah SAW untuk tetap mencari obat antikanker yang sesuai untuk menyembuhkan penyakit kanker. *Wallahu a'lam.*

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Hasil karakterisasi nanozeolit NaY dengan templat (suhu 100°C) dari data XRD diperoleh kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan nanozeolit NaY tanpa templat (suhu 60°C). Ukuran kristal kedua nanozeolit tersebut berada pada kisaran 8-80 nm. Hasil uji FTIR menunjukkan nanozeolit NaY masing-masing memunculkan serapan dari zeolit. Hasil uji SEM menunjukkan nanozeolit NaY dengan templat (suhu 100°C) memiliki bentuk kristal mendekati kubik dan bentuk pori berupa slit.
2. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan nanozeolit NaY dengan templat (suhu 100°C) setelah pengembunan mengalami penurunan intensitas, sedangkan nanozeolit NaY tanpa templat (suhu 60°C) setelah pengembunan memunculkan puncak baru pada nilai $2\theta = 18,15^\circ$ dan $23,78^\circ$ yang merupakan puncak dari zeolit X. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan nanozeolit NaY dengan templat (suhu 100°C) setelah pengembunan memunculkan serapan baru pada 1380 cm^{-1} (C-CH₃), sedangkan spektra FTIR nanozeolit NaY tanpa templat (suhu 60°C) setelah pengembunan tidak mengalami perubahan. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan senyawa antikanker menutupi permukaan nanozeolit dan membuat bentuk kristal semakin tidak teratur.

5.2 Saran

1. Pada sintesis nanozeolit NaY tanpa templat perlu dilakukan variasi suhu dan waktu pemeraman untuk mengetahui kondisi optimum terbentuknya nanozeolit NaY dan pengaruhnya terhadap kristalinitas.
2. Perlu dilakukan pengembanan dengan metode impregnasi kering untuk mengetahui metode yang lebih baik dalam proses pengembanan.
3. Perlu dilakukan analisis kuantitatif dengan FTIR untuk mengetahui pengaruh pengembanan terhadap besar absorbansi nanozeolit NaY.



DAFTAR PUSTAKA

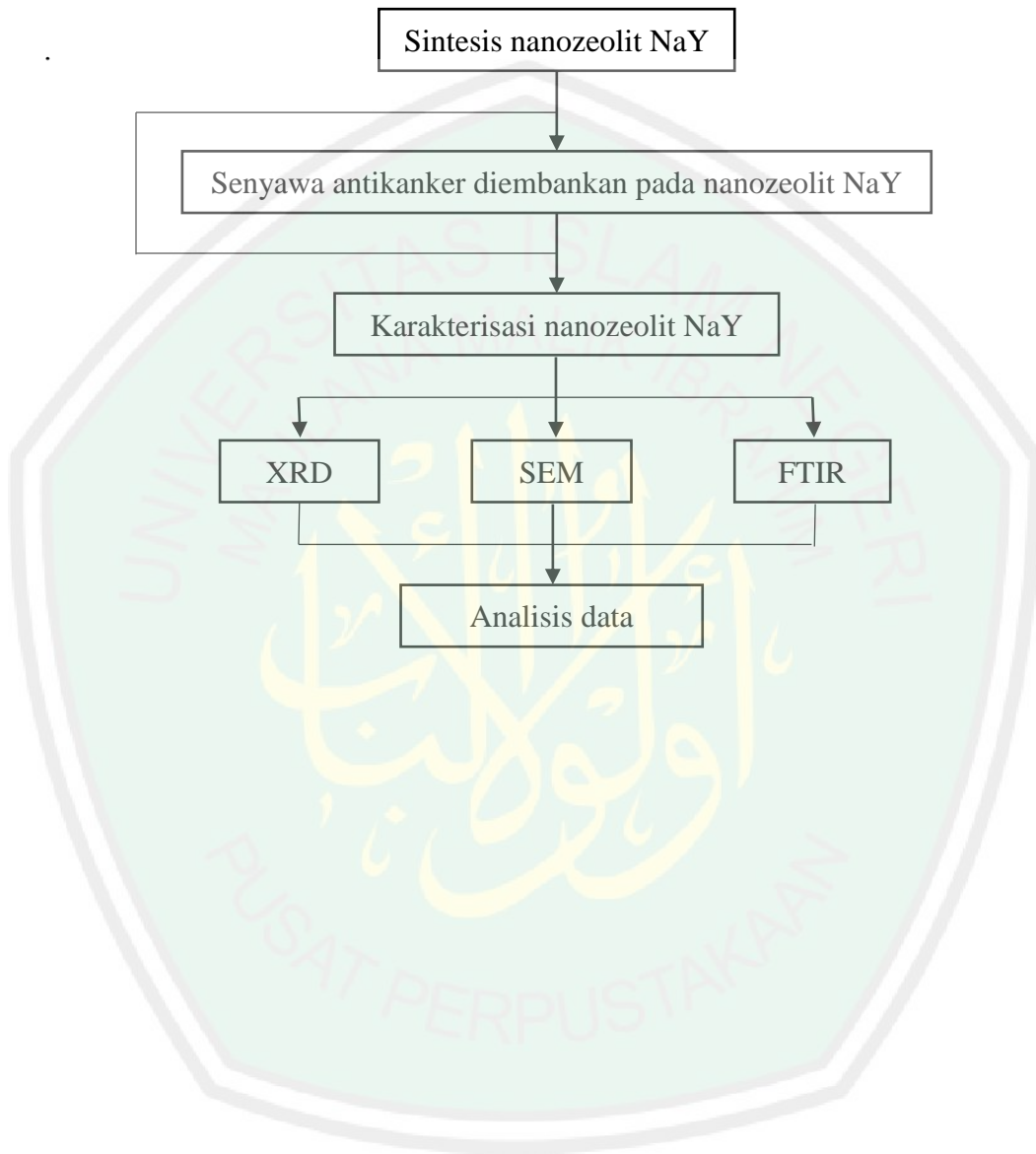
- Abdullah, M. dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. ISSN 1979-0880 Vol. 2 No.1, Februari 2009.
- Agustinus, E.T.S. 2009. *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) : Perbedaan Perlakuan Statis dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas Dan Kualitas Kristal*. Bandung: Puslit Geoteknologi Komplek LIPI.
- Amorim, R., Vilaca, N., Martinho, O., Reis, R.M., sardo, M., Rocha, J., Fonseca, A.M., Baltazar, F., and Neves, I.C., 2012. "Zeolite Structure Loading With An Anticancer Compound As drug Delivery Systems" *The Journal Of Physical Chemistry*, Vol. 116, hal, 25642-25650.
- Atkins, P.W., 1999, *Kimia Fisika*, ed-4; Erlangga, Jakarta.
- Baerlocher, Ch., Meiser, W. M., Olson, D.H. 2001. *Atlas of Zeolite Framework Types Fifth Revised Edition*. Elsevier.
- Bekkum, H, E., Flanigen, M., and Jansen, J.C. 1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice*. Amsterdam: Elsevier.
- Breck, D. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*, John Wiley and Sons, New York
- Cundy, C.S., dan Cox, P.A. (2005), "The Hydrothermal Synthesis of Zeolites : Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism", *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 82, hal. 1-78.
- Fathizadeh, M., dan Araujalian, A. 2011. Synthesis and Characterization of Nano Particle Crystals of NaX Zeolite. *Int. J. Ind. Chem.* Vol. 2, No. 3, h. 140-143.
- Flanigen, E.M., 1991 *Zeolites dan molecular sieves an Historical Perspective*, Newyork Elseviar Science Publisher B.V.
- Flanigen, E.M., Szymanski, H.A., dan Khatami, H. 1971. *Infrared Structural Studies of Zeolites Framework in Molecular Sieve Zeolites I, Advances in Chemistry Series 101*. Washington DC: Gould ed.
- Gavamukulya, Y. Elella, F. A. Wamunyokoli, F. Shemy, H. E. 2014. Photochemical Screening, Anti-Oxidant Activity and In vitro Anticancer Potential Of Etanolic and Water Leaves Extract Of *Annona Muricata* (Graviola). *Asian Pac J Trop Med* 2014. Vol. 7, No.1, h. 355-363.

- Ghazi, N.A. Hussain, K.I.A. Malek, N.A.N.N. Hamdasn,S. 2013. The Effect Of Zeolite X and Y on Cancer Cell Lines. *Journal of Science and Technology*. Malaysia: Universiti Teknologi Malaysia.
- Goncalves, M.L., Dimitrov, L.D., Jorda, M.H., Wallau, M., Ernesto, A., dan Gonzalez, U. 2008. Synthesis of Mesopori ZSM-5 by Crystallisation of Aged Gels in The Presence of Cetyltrimethylammonium Cations. *Catalysis Today*. Vol. 133-135: 69-79.
- Holmes S. M. 1998. In Situ FTIR Study of the Formation of MCM-41”, *Faraday*. Chemistry Department, UMIST : Manchester.
- Hwang, Y.J., Kim, S.J., Park, S., Yang, J.H., Kim, H. dan Choy, J.H. (2000). *Photoactivity of CdS Particles Grown in Pt loaded Zeolite Y*. *Bull. Korean Chem. Soc.* 2000. Vol. 21, No. 2. Korea: Department of Chemistry, Ewha Womans University.
- Hayati, E.K. 2007. *Buku Ajar Dasar-dasar Analisa Spektroskopi*. Malang: UIN-Press.
- Isernia, L.F. 2013. FTIR Study of the Relation, between Extra-framework Aluminum Species and the Adsorbed Molecular Water, and its Effect on the Acidity in ZSM-5 Steamed Zeolite. *Materials Research*. Venezuela: Universidad de Oriente
- Istiqomah, M., Anif, J., dan Yofentina,1. 2014. Pembuatan Material Feroelektrik Barium Titanat (BaTiO_3) Menggunakan Metode Solid State Reaction. *Jurnal Fisika Indonesia* No: 53, Vol XVIII. ISSN : 1410-2994
- Kasmui, Muhlisin, 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. *Jurnal Kimia: Universitas Negeri Semarang*.
- Kwakyee-Awuah, B. 2008. Production of Silver-Loaded Zeolites and Investigation of Their Antimicrobial Actitivity. *Thesis*. United Kingdom: University of Wolverhampton.
- Lestari, D. Y.. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia UNY*. 30 Oktober 2010.
- Mardiana, L. 2011. *Kanker pada Wanita Pencegahan dan Pengobatan dengan Tanaman Obat*. Bogor : Penerbit Swadaya.
- Martinho, dkk. 2015. In Vitro and in Vivo Studies of Temozolomide Loading in Zeolite Structures as Drug Delivery Systems for Glioblastoma. *The Royal Society of Chemistry*. No. 5. h. 28219–28227

- Mazak, M. A. 2006. Modified Zeolite Beta As Catalysts In Friedel-Crafts Alkylation Of Resorcinol. *Thesis Chemistry*. UTM : Malaysia.
- Mintova, S., dkk. 2013. *Zeolite Nanoparticles*. Universite ´ de Caen. France
- Moamen, A.O.A., Ismail ,I.M., Abdelmonem, N., Rahman, A.R.O., 2015. Factorial design analysis for optimizing the removal of cesium and strontium ions on synthetic nano-sized zeolite. *The Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*. h. 1-16.
- Muhammad, S. dan Munawar E. 2007. Nanocrystalline Zeolite Y: Synthesis and Heavy Metal Removal. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. Vol. 6, No. 2, hal. 55-62. Universitas Syiah Kuala : Banda Aceh
- Murni, D., dan Helmawati. 2006. Studi Pemanfaatan Abu Sabut Sawit sebagai Sumber Silika pada Sintesis Zeolit 4A. *Laporan Penelitian*. Program Studi Sarjana Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Riau. Pekanbaru: Riau.
- Pavelic, M. dan Mirko Hadzija. 2003. *Medical Applications of Zeolites*. Ruder Boskovic Institute, Zagreb. Croatia
- Rachmani, E.P.N. Afityono, R.W. 2012. The Breast Of Anticancer From Leaf Extract Of *Annona Muricata* Againsts Cell Line In T47D. *International Journal of Applied Science and Technology*. Vol. 2, No. 1, h. 157-164. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Rahman, M. M., hasnida, N., dan Nik, W. B. W. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Hush as a Silica Source. *J. Sci. Res.* 1 (2), 285-291. *Journal Of Scientific Research*. Malaysia: University of Malaysia
- Rasouli, M., Yaghoobi, N., Chitsazan, S., dan Sayyar, M.H. 2011. Effect of Nanocrystalline Zeolite Na-Y on Meta-xylene Separation. *Microporous and Mesoporous Materials*. h. 141-147
- Retnani V. 2011. Pengaruh suplementasi ekstrak daun *Annona muricata* terhadap kejadian displasia epitel kelenjar payudara tikus *Sprague dawley* yang di induksi 7,12 dimetilbenz[α]anthracene. *Skripsi*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- 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.
- Sharma, P., dkk. 2014. Influence of Silica Precursors on Octahedron Shaped Nano NaY Zeolite Crystal Synthesis. *Journal of The Taiwan Institute of Chemical Engineers*. 000 (2015) 1-7.

- Salaman, S. (2004). Persepsi Karakterisasi dan Modifikasi Katalis Ni₃-Pd₁/Zeolit-Y untuk Hidrorengkah Fraksi Aspaten dari Aspal Buton dengan Sistem Reaktor Semi Batch. *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Shihab, Quraish, M. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Siswodiharjo. 2006. Reaksi Hidrorengkah Katalis Ni/Zeolit, Mo/Zeolit, NiMo/Zeolit terhadap Parafin. *Tugas Akhir/Skripsi Tidak Diterbitkan*. Surakarta: Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.
- Sibilia, P. 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, 2nd Edition*. New York: John Willey-VCH.
- Spanakis, M., Bouropoulos, N., Theodoropoulos, D., Sygellou, L., (2013), “*Controlled Release of 5-fluorouracil From Microporous Zeolites*”, *Nanomedicine: Nanotechnology, biology, and medicine*.
- Sunarjono, H. 2005. *Sirsak Srikaya*. Bogor: Swadaya.
- Szostak, R. 1989. *Molecular Sieves Principles of Synthesis and Identification*. Van Nostrand Reinhold Catalysis Series. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willyey & Sons Ltd.
- Tan, K.H. 1991. *Dasar-dasar Kimia Tanah*. Gadjah Mada University Press: Yogyakarta.
- 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
- Taufiqurrahmi, N., Mohamed, A.R., Bhatia, S. 2011. Nanocrystalline Zeolite Y: Synthesis and Characterization. *Material Science and Engineering*. Malaysia: Univesity Sains Malaysia.
- Trisunaryanti, W.. 2009. *Zeolit Alam Indonesia: Sebagai Absorben Dan Katalis dalam Mengatasi Masalah Lingkungan dan Krisis Energi*. Yogyakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada.
- Vilaca, Natalia, dkk. 2011. Encapsulation of α -Cyano-4-Hydroxycinnamic Acid into a NaY Zeolite. *Journal of Material Science*. No. 46 h. 7511-7516

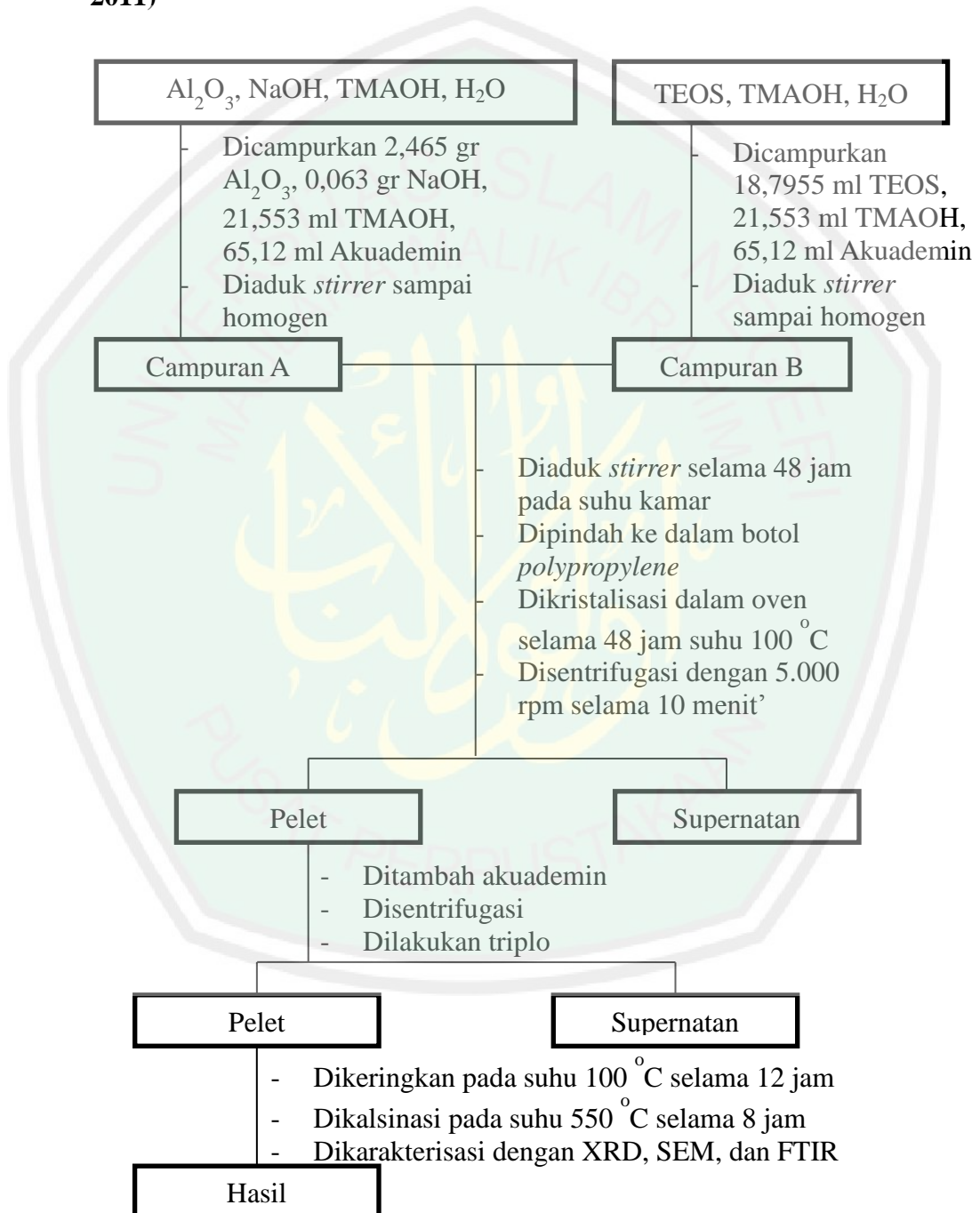
- Vilaca, Natalia, dkk. 2013. Potentiation of 5-fluorouracil encapsulated in zeolites as drug delivery systems for in vitro models of colorectal carcinoma. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. h. 237-234
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., dan Meng, C. (2013). *Synthesis of Zeolite X From Low-Grade Bauxite*. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. 88: 1350–1357.
- Warsito, S., Sriatun, Taslimah. 2010. *Pengaruh penambahan Surfaktan Cethyltrimethylammonium bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit Y*.
- Whyman, R. 1996. *Applied Organometallic Chemistry and Catalyst*. New York: Oxford University Press
- Widodo, H dan Darminto. 2010. Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$ dan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+6}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28, h. 6-19.
- Yashinta, M. 2011. Analisis Struktur kristalin Hematite yang Disubstitusi ion Manganes dan IonTitanium. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro.
- Zhely, M., dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Jurnal prosiding Kimia FMIPA*. Surabaya: ITS.

Lampiran 1. Kerangka Penelitian

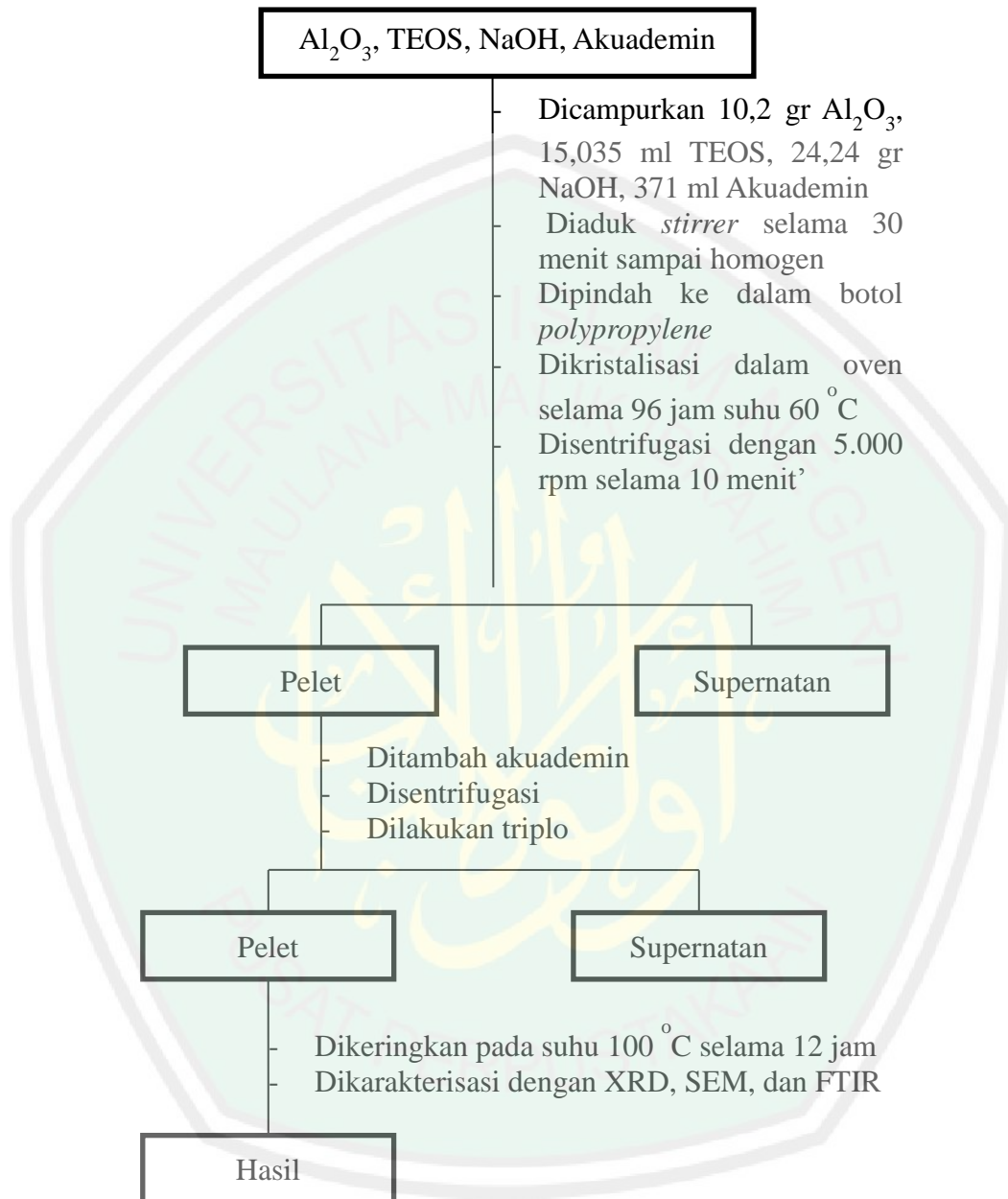
Lampiran 2.

Skema Kerja

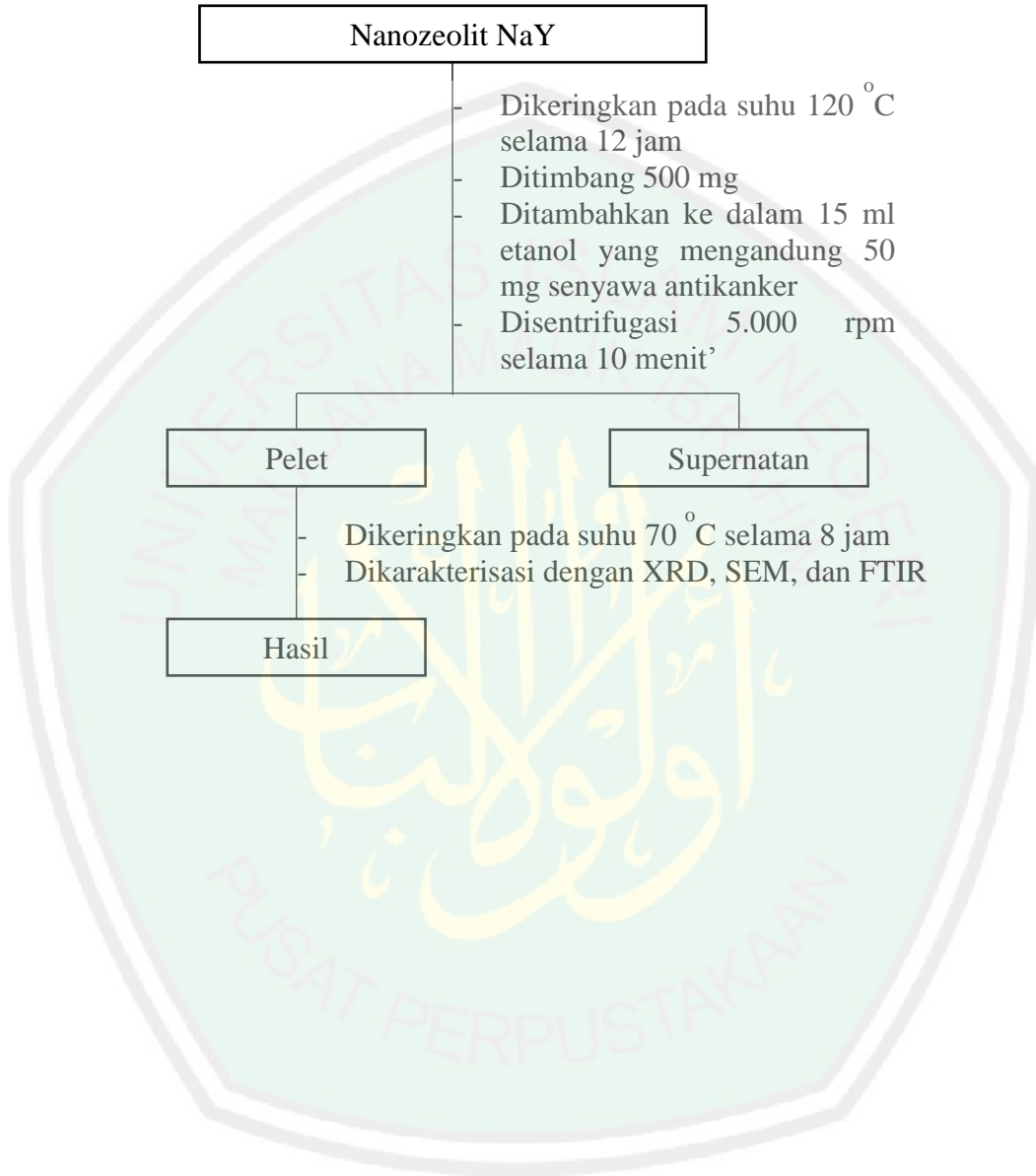
1. Sintesis Nanozeolit NaY Menggunakan Template Organik (Rasouli, dkk., 2011)



2. Sintesis Nanozeolit NaY Tanpa Template Organik (Fathizadeh, dkk., 2011)



3. Senyawa Antikanker Diimbangkan Terhadap Nanozeolit NaY (Amorim, dkk., 2012)



Lampiran 3

Perhitungan

1. Sintesis Nanozeolit NaY Menggunakan Template Organik (Moamen, dkk., 2015)

1. $(\text{TMA})_2\text{O}$ 

0,72 mol $(\text{TMA})_2\text{O}$ dari TMAOH

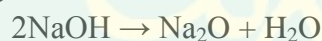
$$\begin{aligned} 0,72 \text{ mol } (\text{TMA})_2\text{O} &= \text{massa}/M_r \\ \text{massa} &= 0,72 \text{ mol} \times 91,15 \text{ gr/mol} \\ &= 65,628 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\text{massa } (\text{TMA})_2\text{O} \text{ dari TMAOH} = 65,628 \text{ gr} \times 2 = 131,256 \text{ gr}$$

TMAOH 25%

$$\begin{aligned} \text{massa TMAOH} &= \frac{100}{25} \times 131,256 \text{ gr} \\ &= 525,024 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{densitas } (\rho) \text{ TMAOH} &= \text{massa}/\text{volume} \\ \text{volume} &= 525,024 \text{ gr} / 1,015 \text{ gr/ml} \\ &= 517,265 \text{ ml} \end{aligned}$$

2. Na_2O 

0,0094 mol Na_2O dari NaOH

$$\begin{aligned} 0,0094 \text{ mol } \text{Na}_2\text{O} &= \text{massa}/M_r \\ \text{massa} &= 0,0094 \text{ mol} \times 40 \text{ gr/mol} \\ &= 0,376 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\text{massa } \text{Na}_2\text{O} \text{ dari NaOH} = 0,376 \text{ gr} \times 2 = 0,752 \text{ gr}$$

NaOH 97%

$$\begin{aligned} \text{massa NaOH} &= \frac{100}{97} \times 0,752 \text{ gr} \\ &= 0,76 \text{ gr} \end{aligned}$$

3. SiO_2

$$\begin{aligned} 1,0 \text{ mol TEOS} &= \text{massa}/M_r \\ \text{massa} &= 1,0 \times 208,33 \text{ gr/mol} \\ &= 208,33 \text{ gr} \end{aligned}$$

TEOS 99%

$$\begin{aligned} \text{massa TEOS} &= \frac{100}{99} \times 208,33 \text{ gr} \\ &= 210,434 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{densitas } (\rho) \text{ TEOS} &= \text{massa}/\text{volume} \\ \text{volume} &= 210,434 \text{ gr} / 0,933 \text{ gr/ml} \\ &= 225,546 \text{ ml} \end{aligned}$$

4. Al₂O₃

$$\begin{aligned} 0,33 \text{ mol Al}_2\text{O}_3 &= \text{massa}/M_r \\ \text{massa} &= 0,33 \text{ mol} \times 102 \text{ gr/mol} \\ &= 34 \text{ gr} \end{aligned}$$

5. H₂O

$$\begin{aligned} 108,82 \text{ mol H}_2\text{O} &= 108,82 \text{ mol} \times 18 \text{ gr/mol} \\ &= 1958,76 \text{ gram} \end{aligned}$$

massa total dalam campuran = dalam TMAOH + dalam TEOS + dalam NaOH + dalam etanol

$$\begin{aligned} \text{dalam TMAOH} &= \frac{75}{100} \times 525,024 \text{ gr} \\ &= 393,768 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{dalam TEOS} &= \frac{1}{100} \times 210,434 \text{ gr} \\ &= 2,104 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{dalam NaOH} &= \frac{3}{100} \times 0,752 \text{ gr} \\ &= 0,0225 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa dalam campuran} &= 393,768 \text{ gr} + 2,104 \text{ gr} + 0,0225 \text{ gr} \\ &= 395,8946 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa yang harus ditambahkan} &= 1958,76 \text{ gr} - 395,8946 \text{ gr} \\ &= 1562,865 \text{ gr} \end{aligned}$$

Karena densitas air (H₂O) ialah 1 gram/ml, maka volume air yang ditambahkan ialah 1562,865 ml.

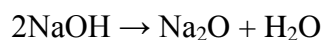
Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

1. TMAOH = 517,265 ml
2. TEOS = 225,546 ml
3. Al₂O₃ = 34 gr
4. NaOH = 0,76 gr
5. H₂O = 1562,865 ml

❖ Perhitungan 1/12 resep

Massa komposisi reaktan yang ditambahkan menjadi :

1. TMAOH = 43,1054 ml
2. TEOS = 18,7955 ml
3. Al₂O₃ = 2,833 gr
4. NaOH = 0,063 gr
6. H₂O = 130,239 ml

2. Sintesis Nanozeolit NaY Tanpa Templat (Fathizadeh, dkk., 2011)**5.5 Na₂O : 1,16 Al₂O₃ : 4.0 SiO₂ : 190 H₂O****1. Na₂O**

5,5 mol Na₂O dari NaOH

$$5,5 \text{ mol Na}_2\text{O} = \text{massa}/M_r$$

$$\begin{aligned}
 \text{massa} &= 5,5 \text{ mol} \times 40 \text{ gr/mol} \\
 &= 220 \text{ gr} \\
 \text{massa Na}_2\text{O dari NaOH} &= 220 \text{ gr} \times 2 = 440 \text{ gr} \\
 \text{NaOH 97\%} \\
 \text{massa NaOH} &= \frac{100}{97} \times 440 \text{ gr} \\
 &= 453,61 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

2. SiO₂

$$\begin{aligned}
 4 \text{ mol TEOS} &= \text{massa}/M_r \\
 \text{massa} &= 4 \times 208,32 \text{ gr/mol} \\
 &= 833,28 \text{ gr} \\
 \text{TEOS 99\%} \\
 \text{massa TEOS} &= \frac{100}{99} \times 833,28 \text{ gr} \\
 &= 841,697 \text{ gr} \\
 \text{densitas } (\rho) \text{ TEOS} &= \text{massa}/\text{volume} \\
 \text{volume} &= 841,697 \text{ gr} / 0,933 \text{ gr/ml} \\
 &= 902,14 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

3. Al₂O₃

$$\begin{aligned}
 1,33 \text{ mol Al}_2\text{O}_3 &= \text{massa}/M_r \\
 \text{Massa} &= 1,33 \text{ mol} \times 102 \text{ gr/mol} \\
 &= 136 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

4. H₂O

$$\begin{aligned}
 190 \text{ mol H}_2\text{O} &= 190 \text{ mol} \times 18 \text{ gr/mol} \\
 &= 3420 \text{ gram} \\
 \text{Massa dalam campuran} &= \text{dalam TEOS} + \text{dalam NaOH} \\
 \text{dalam TEOS} &= \frac{1}{100} \times 841,697 \text{ gr} \\
 &= 8,417 \text{ gr} \\
 \text{dalam NaOH} &= \frac{3}{100} \times 453,61 \text{ gr} \\
 &= 13,6 \text{ gr} \\
 \text{massa total dalam campuran} &= 8,417 \text{ gr} + 13,6 \text{ gr} \\
 &= 22,017 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa yang harus ditambahkan} &= 3420 \text{ gr} - 22,017 \text{ gr} \\
 &= 3397,983 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

Karena densitas air (H₂O) ialah 1 gram/ml, maka volume air yang ditambahkan ialah 3397,983 ml.

Jadi massa reaktan yang ditambahkan:

$$\begin{aligned}
 \mathbf{1. TEOS} &= 902,14 \text{ ml} \\
 \mathbf{2. Al}_2\mathbf{O}_3 &= 136 \text{ gr} \\
 \mathbf{3. NaOH} &= 453,61 \text{ ml} \\
 \mathbf{4. H}_2\mathbf{O} &= 3397,983 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

❖ Perhitungan 1/50 resep

Massa komposisi reaktan yang ditambahkan menjadi :

1. TEOS = 18,043 ml
2. Al₂O₃ = 2,72 gr
3. NaOH = 9,072 gr
4. H₂O = 67,96 ml.



Lampiran 4. Perhitungan Data dan Hasil Analisis Data

1. Ukuran Partikel Nanozeolit NaY Sintesis

Persamaan Debye-Scherrer

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta)$$

D = Ukuran partikel (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi, bidang (101)

1. Nanozeolit NaY dengan templat

a. $2\theta = 14,2553$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$\theta = 7,12765$$

$$\cos \theta = 0,9923$$

$$\beta = \frac{0,0984}{180} \times 3,14 = 0,001716$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,001716 \times 0,9923} = 81,43 \text{ nm}$$

b. $2\theta = 24,7676$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$\theta = 12,3838$$

$$\cos \theta = 0,9767$$

$$\beta = \frac{0,1181}{180} \times 3,14 = 0,00206$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00206 \times 0,9767} = 68,91 \text{ nm}$$

c. $2\theta = 35,2857$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$\theta = 17,64285$$

$$\cos \theta = 0,953$$

$$\beta = \frac{0,2362}{180} \times 3,14 = 0,00412$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00412 \times 0,953} =$$

$$35,31 \text{ nm}$$

2. Nanozeolit NaY tanpa templat

a. $2\theta = 6,0358$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$\theta = 3,0179$$

$$\cos \theta = 0,9986$$

b. $2\theta = 27,0262$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$\theta = 13,5131$$

$$\cos \theta = 0,9723$$


```

RECIPROCAL CELL      = 0.041  0.041  0.041  90.000  90.000
90.000
CELL VOLUME          = *****  1.339363
SCALE * VOLUME       = 141.326355  0.013394
MOLECULAR WEIGHT     = 0.000
DENSITY              = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*ls/R = 0.000000

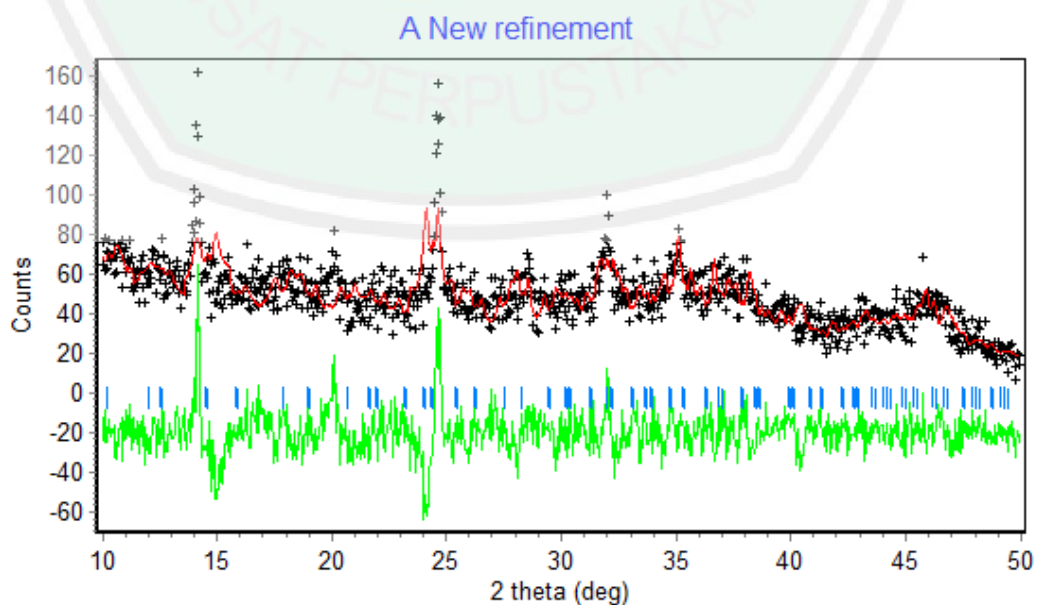
```

```

+-----+
| Hist |  Rp  |  Rwp  |  Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
N-P |
+-----+
|  1  | 16.20 | 19.68 | 42.76 | 1.050 | 1.116 |
988 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.6974E+04 | 0.4306E+05 | 0.4298E+05 | 0.5403E+04 | 0.2117E+00 |
0.2449E+19 |
+-----+
BRAGG R-FACTOR= 7.17

```

2. Antikanker-Nanozeolit NaY Dengan Templat

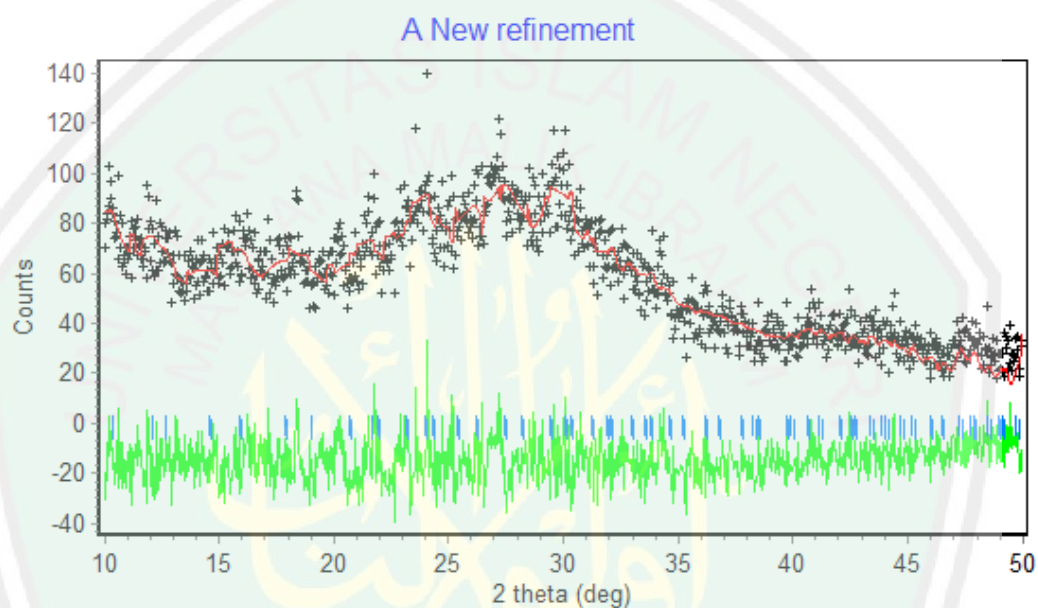



```
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
CONDITION |
```

```
-----+
-----+
| 0.5933E+04| 0.5305E+05| 0.5299E+05| 0.7853E+04| 0.1325E+00|
0.2236E+16 |
```

```
-----+
BRAGG R-FACTOR=          0.98
```

3. Antikanker-Nanozeolit NaY Tanpa Templat



```
-----+
| Phase: 1 |
-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000  0.000000  0.000000
CELL PARAMETERS = 24.340246  0.005713  0.043628
                  24.340246  0.005713  0.043628
                  24.340246  0.005713  0.043628
                  90.000008  0.000000  0.000000
                  90.000008  0.000000  0.000000
                  90.000008  0.000000  0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.041  0.041  0.041  90.000  90.000
90.000
CELL VOLUME = *****  44.768894
SCALE * VOLUME = 144.203201  0.447689
MOLECULAR WEIGHT = 0.000
DENSITY = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
INC*MASS*ls/R = 0.000000
```

```

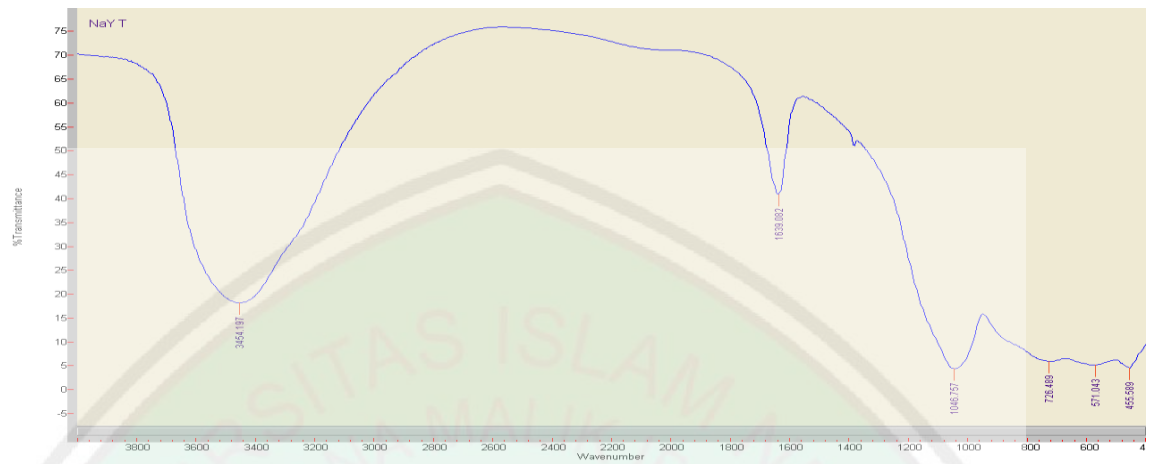
+-----+
+-----+
| Hist |   Rp   |   Rwp   |   Rexp  | Durbin Unwght | Durbin Wght
|  N-P  |         |         |         |                |
+-----+
+-----+
|    1  | 11.37  | 12.71  | 32.22  |      1.640   |      1.816
|  988  |         |         |         |                |
+-----+
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ |   GOF   |
CONDITION |
+-----+
+-----+
| 0.6613E+04 | 0.5816E+05 | 0.5751E+05 | 0.9518E+04 | 0.1557E+00 |
0.3076E+16 |
+-----+
+-----+
BRAGG R-FACTOR=          4.72

```

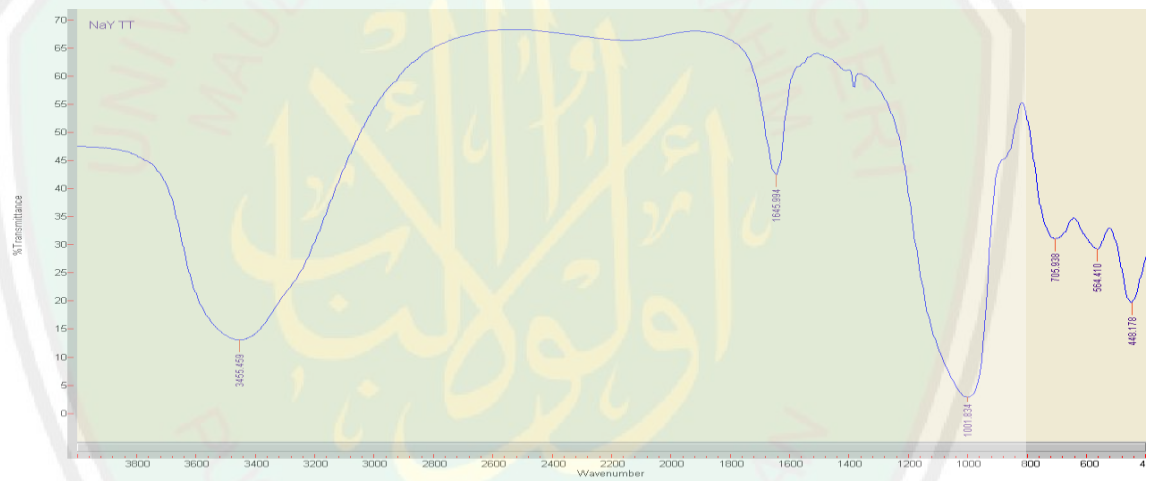


Lampiran 5. Data Hasil penelitian

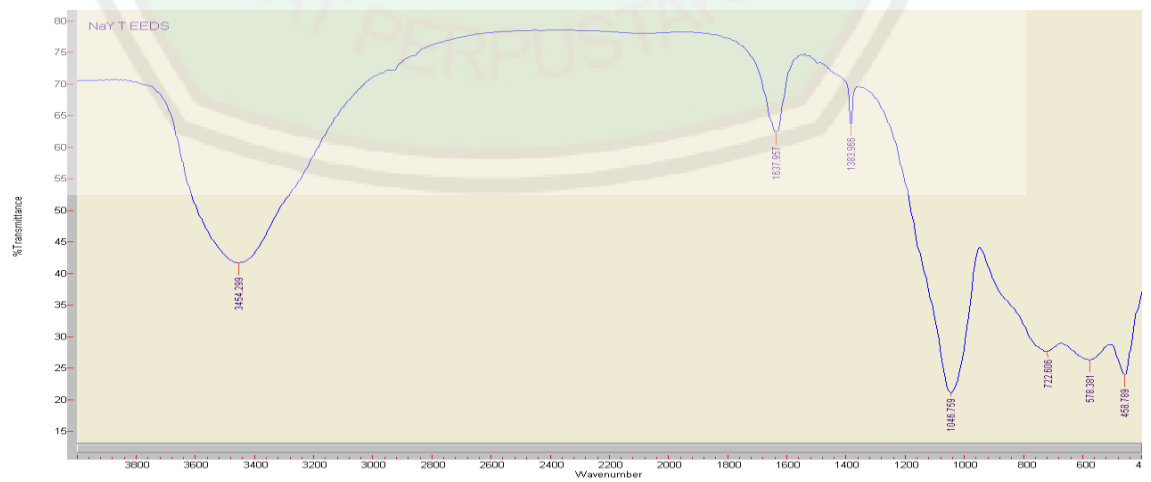
Gambar 1. Hasil FTIR nanozeolit NaY dengan templat



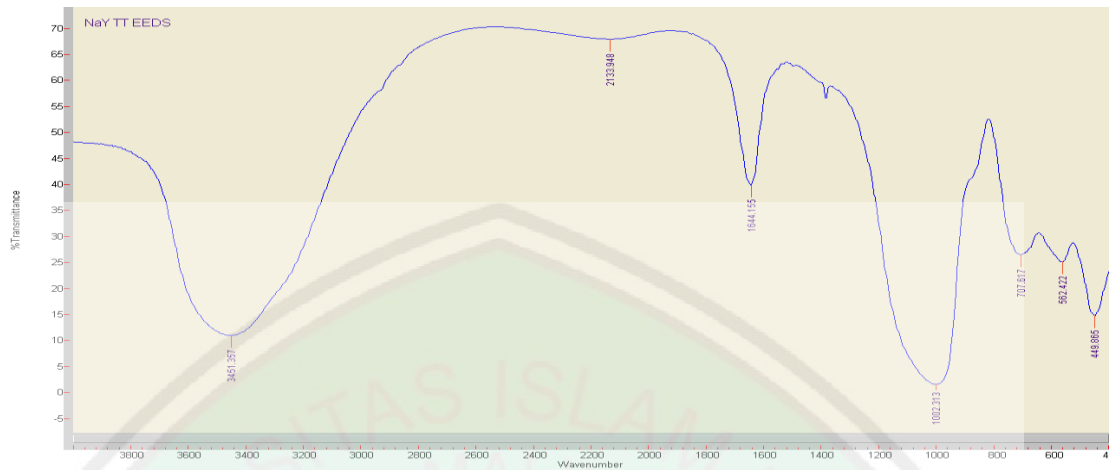
Gambar 2. Hasil FTIR nanozeolit NaY tanpa templat



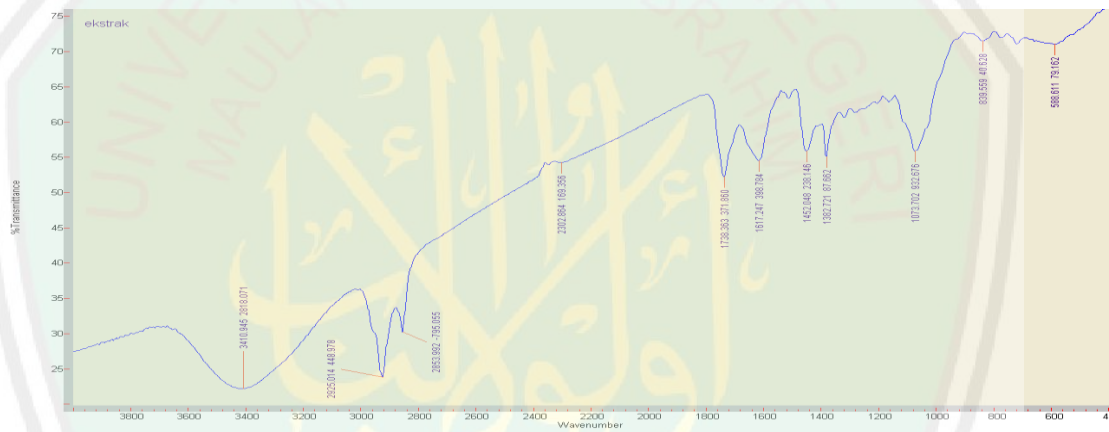
Gambar 3. Hasil FTIR Antikanker-nanozeolit NaY dengan templat



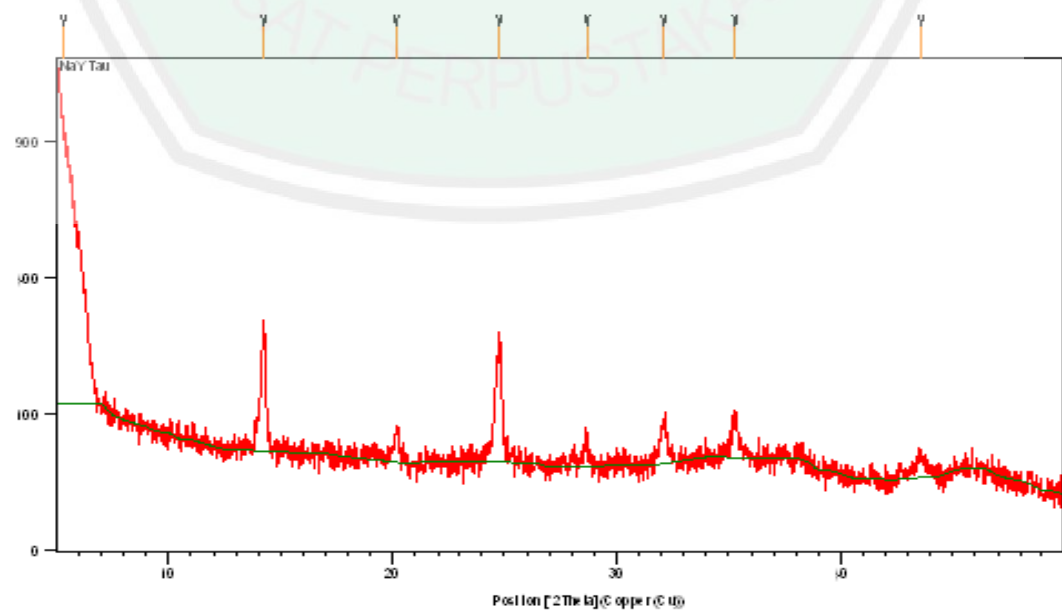
Gambar 4. Hasil FTIR Antikanker-nanozeolit NaY tanpa templat



Gambar 4. Hasil FTIR hasil ekstrak etanol daun sirsak

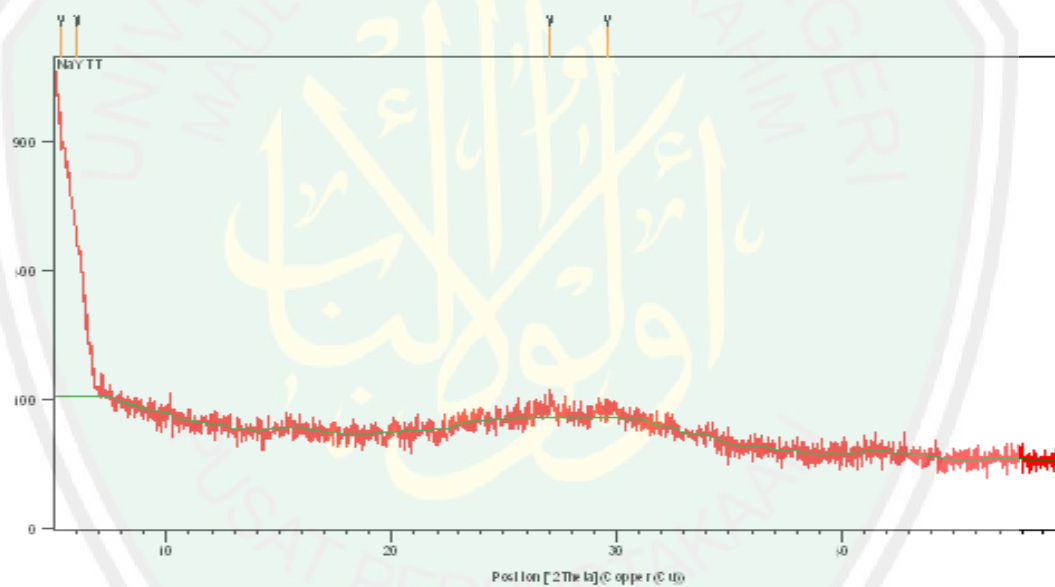


Hasil XRD nanozeolit NaY dengan templat



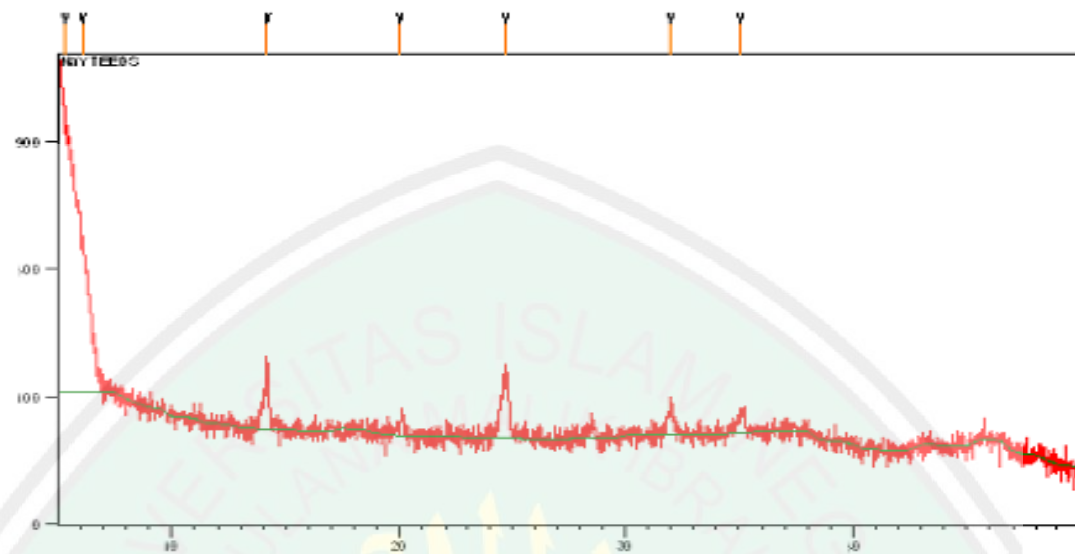
Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.3300	849.75	0.6298	16.58063	100.00
14.2553	223.95	0.0984	6.21322	26.35
20.1650	36.05	0.2362	4.40369	4.24
24.7676	214.53	0.1181	3.59479	25.25
28.6575	30.37	0.2362	3.11508	3.57
32.1050	49.27	0.3149	2.78802	5.80
35.2857	49.79	0.2362	2.54366	5.86
43.5950	18.49	0.5760	2.07445	2.18

Hasil XRD nanozeolit NaY tanpa templat



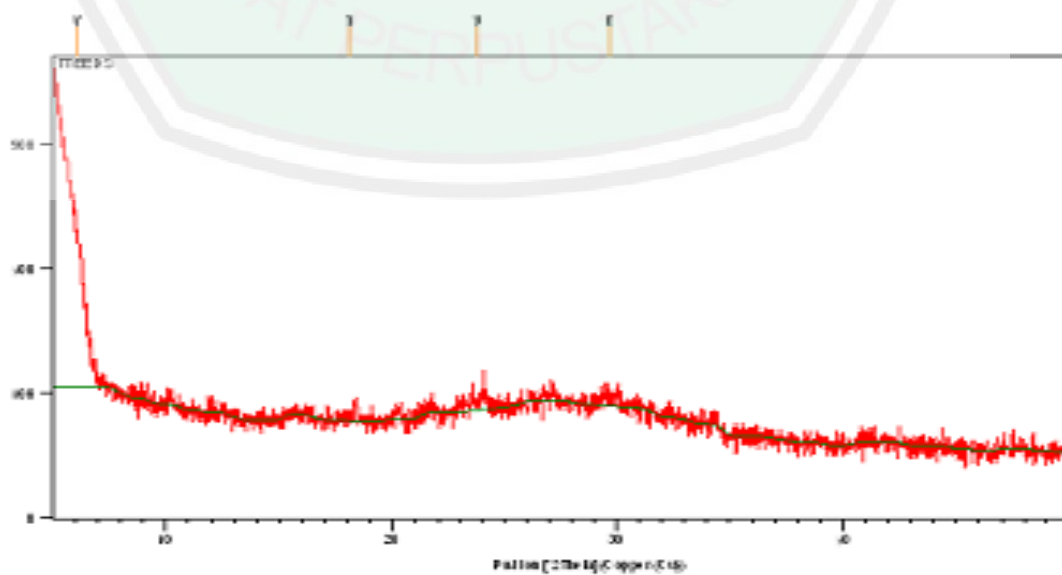
Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.3300	862.87	0.6298	16.58063	100.00
6.0358	394.37	0.4723	14.64315	45.70
27.0262	18.24	0.9446	3.29928	2.11
29.5991	13.19	0.9446	3.01810	1.53

Hasil XRD Antikanker-nanozeolit NaY dengan templat



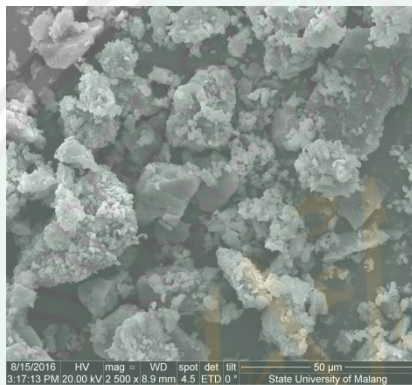
Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.3300	904.88	0.6298	16.58063	100.00
6.0582	399.41	0.4723	14.58928	44.14
14.1806	112.65	0.0787	6.24575	12.45
20.0149	18.45	0.4723	4.43637	2.04
24.6497	99.35	0.3149	3.61172	10.98
31.9997	38.27	0.2362	2.79695	4.23
35.0588	20.75	0.6298	2.55959	2.29

Hasil XRD Antikanker-nanozeolit NaY tanpa templat

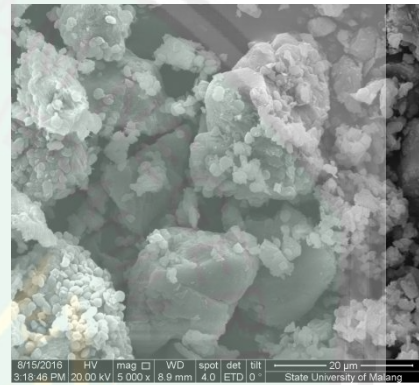


Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.0681	421.94	0.4723	14.56531	100.00
18.1532	10.61	0.9446	4.88692	2.52
23.7854	18.65	0.9446	3.74097	4.42
29.6472	12.96	0.9446	3.01331	3.07

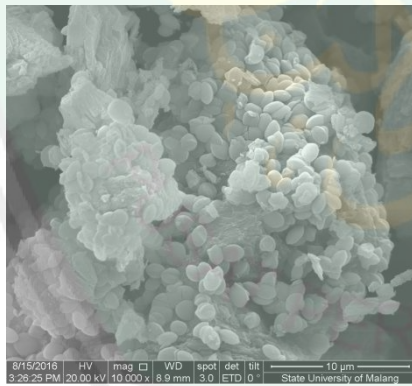
Hasil SEM nanozeolit NaY dengan templat



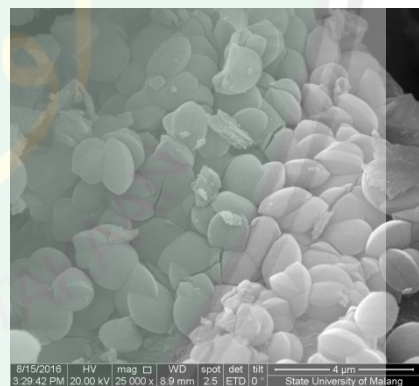
2500X



5000X

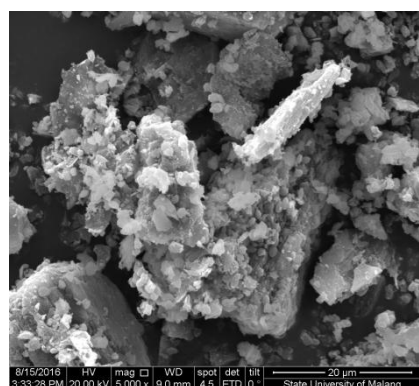
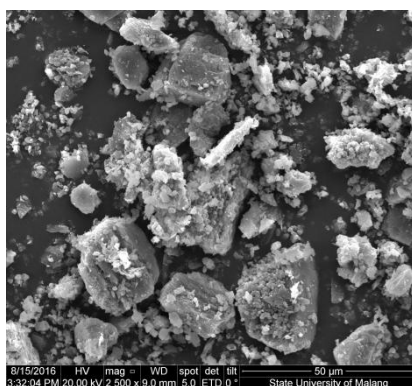


10000X



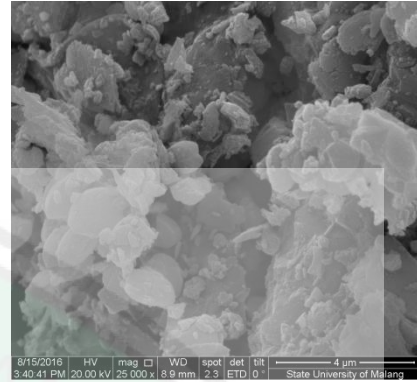
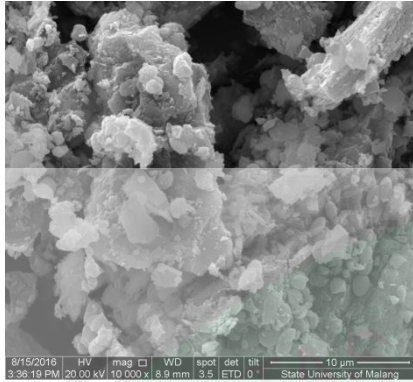
25000X

Hasil SEM Antikanker-nanozeolit NaY dengan templat



2500X

5000X



10000X

25000X



Lampiran 6. Data Standar XRD Zeolit NaY dan NaX

1. Zeolit NaY

FAU

Na-Y, Siliceous

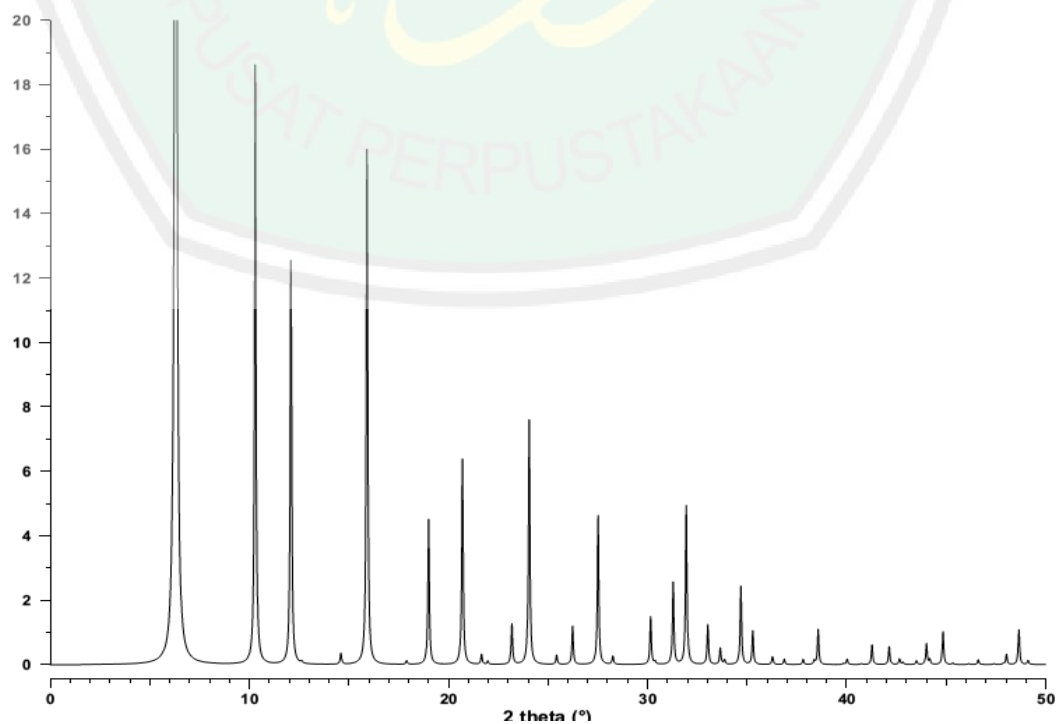
CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Si}_{192}\text{O}_{384}]$

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_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</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							



2. Zeolit NaY

FAU

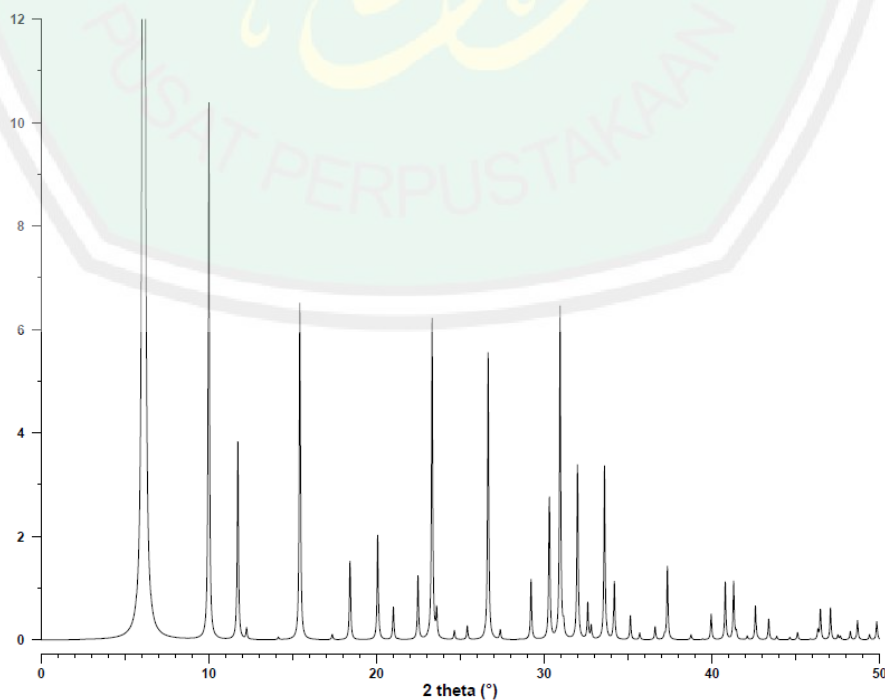
Na-X, Hydrated

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).

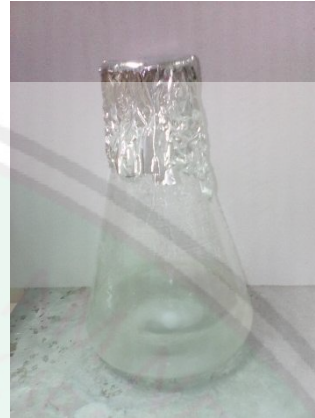
<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}
1	1	1	6.12	14.450	8	100.0	6	6	0	30.30	2.950	12	1.0	11	1	1	39.95	2.257	24	0.2
2	2	0	10.00	8.849	12	10.4	8	2	2	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



Lampiran 7. Dokumentasi



1. Pembuatan larutan NaOH



2. Penambahan Al_2O_3 pada larutan NaOH (Na Aluminat)



3. Penambahan TEOS pada larutan Na Aluminat



4. Sampel dalam botol hidrotermal



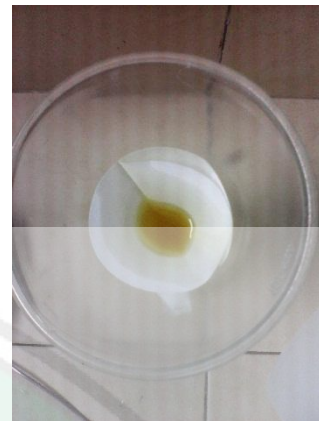
5. Pemeraman dan kristalisasi dalam oven



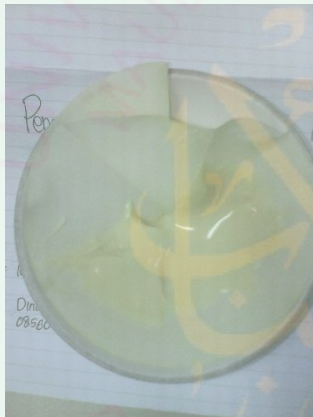
6. Nanozeolit NaY setelah



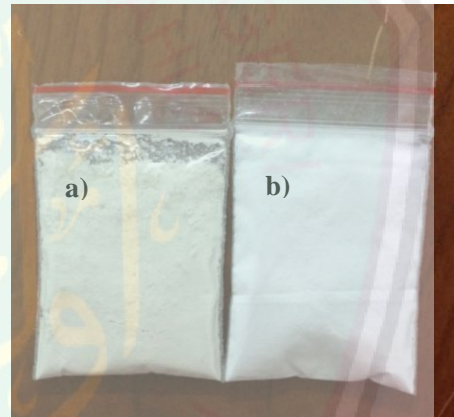
7. Pelarutan ekstrak etanol daun sirsak (EEDS) dalam etanol 95 %



8. Proses penyaringan EEDS-Nanozeolit NaY



9. Residu EEDS-Nanozeolit NaY



10. Produk : a) EEDS-Nanozeolit NaY b) Nanozeolit NaY



11. Ekstrak etanol daun sirsak