

HIBAH PEKERTI



LAPORAN AKHIR
TAHUN I DAN TAHUN II
KEGIATAN PENELITIAN PERGURUAN TINGGI

**MODIFIKASI PORI ZEOLIT ALAM WONOSARI MENGGUNAKAN
MOLEKUL PENGARAH STRUKTUR DAN APLIKASINYA
SEBAGAI PADATAN PENDUKUNG IMOBILISASI SEL KHAMIR
Phaffia rhodozyma PENGHASIL KAROTENOID
UNTUK DIVERSIFIKASI METODE KONSERVASI SEL**

Oleh :
Drs. Ahmad Suseno, Msi
Dr. Endang Kusdiyantini, DEA
Dr. Mudasir, M.Eng, Ph.D
Dr.rer.nat. Karna Wijaya, M.Eng

Dibiayai oleh Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional
sesuai dengan surat Perjanjian Pelaksanaan Penelitian
Tanggal 11 April 2005 Nomer : 031/SPPP/PP/DP3M/IV/2005

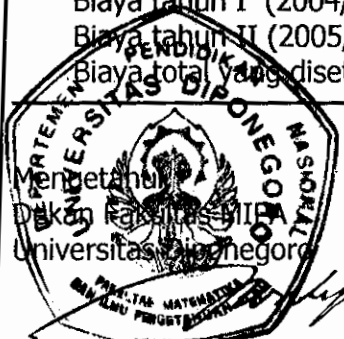
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS DIPONEGORO
2005

UPT-PUSTAK-UNDIP

**LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN
LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN HIBAH PEKERTI**

1. Judul Penelitian : Modifikasi Pori Zeolit Alam Wonosari Menggunakan Molekul Pengarah Struktur dan Aplikasinya Sebagai Padatan Pendukung Imobilisasi Sel Khamir *Phaffia Rhodozyma* Penghasil Karotenoid untuk Diversifikasi Metode Konservasi Sel.
2. Ketua Tim Peneliti Pengusul (TPP)
a. Nama Lengkap & Gelar : Drs. Ahmad Suseno, M.Si
b. Jenis Kelamin : Laki-laki
c. Gol/Pangkat/NIP : III-c/Penata /131 918 802
d. Jabatan Fungsional : Lektor
e. Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
f. Pusat Penelitian : Lembaga Penelitian (LEMLIT) UNDIP Semarang
3. Jumlah Anggota Peneliti : 1 (satu) orang
a. Nama Anggota Peneliti I : Dr. Endang Kusdiyantini, DEA
4. Ketua Tim Peneliti Mitra (TPM) : Drs. Mudasir, M.Eng, Ph.D
5. a. Lokasi Penelitian Pengusul : Laboratorium Kimia Fisika, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro Semarang
b. Lokasi Penelitian Mitra : Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada Yogyakarta
6. Pendanaan dan jangka waktu penelitian
Jangka waktu yang diusulkan : 2 tahun
Biaya tahun I (2004/2005) : Rp 65.000.000,-
Biaya tahun II (2005/2006) : Rp 66.000.000,-
Biaya total yang disetujui : Rp 131.000.000,- (seratus tiga puluh satu juta rupiah)

Semarang, 10 Nopember 2005



Dr. Wahyu Setia Budi, M.S

NIP.131459438

Menyetujui
Ketua Lembaga Penelitian UNDIP

Prof. Dr. Ir. Iq. Rowanjo, Sp.Bd

Nip. 130520437

Ketua TPP

Drs. Ahmad Suseno, M.Si

NIP. 131918802

Ketua TPM

Drs. Mudasir, M.Eng, Ph.D

Nip.131864866

Modifikasi Pori Zeolit Alam Wonosari Menggunakan Molekul Pengarah Struktur dan Aplikasinya Sebagai Padatan Pendukung Imobilisasi Sel Khamir *Phaffia rhodozyma* Penghasil Karotenoid untuk Diversifikasi Metode Konservasi Sel

Ahmad Suseno, Endang Kusdiyantini, Mudasir, Karna Wijaya
2005, 40 halaman

Dalam rangka meningkatkan daya guna zeolit alam indonesia sebagai material berpori maka dalam penelitian ini telah dilakukan modifikasi pori zeolit dari bahan zeolit alam Wonosari-Yogyakarta untuk digunakan sebagai padatan pendukung pada imobilisasi sel Khamir *P. rhodozyma* penghasil pigmen karotenoid. Tujuan khusus penelitian adalah untuk mendapatkan suatu padatan hasil modifikasi zeolit alam serta mempelajari secara langsung pengaruh penambahan molekul pengarah struktur terhadap karakter mikrostruktur yang meliputi jari-jari pori, volume pori, distribusi ukuran pori dan luas permukaan. Diharapkan dengan metode dan kondisi preparasi yang tepat tersebut akan diperoleh padatan pendukung yang mampu mengimobilisasi sel Khamir *P. rhodozyma*.

Untuk mencapai tujuan tersebut, penelitian dilakukan menjadi dua tahap. Tahap pertama merupakan proses modifikasi pori zeolit dengan penambahan molekul pengarah struktur yaitu tetramethylammonium (TMA) and cethyltrimethylammonium (CTMA) secara hidrotermal. Pada tahap ini akan dipelajari pengaruh komposisi molekul pengarah struktur terhadap karakter padatan zeolit. Selain itu pada tahap ini akan dilakukan karakterisasi terhadap zeolit termodifikasi dan tingkat keberhasilan proses modifikasi pori. Uji karakterisasi meliputi beberapa parameter yaitu: jari-jari pori, distribusi pori, volume pori, luas permukaan spesifik, kristalinitas. Pada tahap Kedua, akan dilakukan proses imobilisasi sel khamir *P.rhodozyma* yang selanjutnya diuji viabilitas dan ditentukan produksi karotenoid sel khamir terimobilisasi.

Dari penelitian ini terungkap bahwa untuk memodifikasi pori penambahan molekul pengarah struktur sebagaimana metode pembuatan zeolit sintetik dapat digunakan untuk mensintesis ulang zeolit alam. Hasil penelitian tahun pertama telah diperoleh zeolit hasil modifikasi dengan ukuran pori sebesar 27 Å dan di tahun kedua sebesar 31 Å dari zeolit alam yang semula berukuran pori 16 Å. Hasil uji viabilitas untuk waktu penyimpanan 10 bulan menunjukkan sel khamir *P.rhodozyma* terimobilisasi pada zeolit termodifikasi masih menunjukkan pertumbuhan dengan menghasilkan berat kering sebesar 2,8 gr/L, sedangkan pada zeolit alam teramati adanya kontaminan.

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro Semarang. Penelitian ini dibiayai oleh Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional, dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Penelitian Tanggal 11 April 2005 Nomor : 031/SPPP/PP/DP3M/IV/2005

Pore Modification of Wonosari Natural Zeolite using Structure- Directed Molecule Agents and Its Application as a Material Support for immobilization of *Phaffia rhodozyma* Yeast as Source of Carotenoide pigment for the Diversification Of Sell Conservation Method

Ahmad Suseno, Endang Kusdiyantini, Mudasir, Karna Wijaya
2005, 40 pages

In order to improve the properties of Indonesian natural zeolite as a material porous, in this research pore modification of Wonosari natural zeolite as material support for immobilization of *P. rhodozyma* Yeast as source of carotenoide pigment has been conducted. Special goal of this research is to obtain pore-modification zeolite as supporting materials product and to study the effect of addition of structure-directed molecule agents on the character of microstructure of zeolite. The character studied includes some parameters, i.e.: pore radius, pore volume, and surface area. By appropriate preparation and selective condition, it will be obtained the supporting material that capable to be used for immobilization of *P.rhodozyma* Yeast.

To achieve the target, some experiments that consisted of two steps were conducted. Firstly, the pore modification of natural zeolite with addition of structure-directed molecule agents such as tetramethylammonium (TMA) and cethyltrimethylammonium (CTMA) using hydrothermal reaction was carried out. In this step the effect of structure-directed molecule agent's composition on zeolite modification character has been examined. Characterization of the synthesized product was conducted by gas sorption method to determine pore radius, pore volume, pore size distribution and surface area. XRD method was used for the analysis of crystallinity of the product. Secondly, the performance of modification of zeolite product and carotenoide product for immobilization *P. rhodozyma* Yeast was tested.

It was observed that for the purpose of pore modification, the addition of structure-directed molecule to the preparation method of synthetic zeolite may be applied to re-synthesize natural zeolite. The result of first year, it has been obtained the zeolite modification with the pore size of about 27Å and from it was obtained zeolite of 31Å as compared to pore of natural zeolite of 16 Å. The performance of modification of zeolite product for immobilization *P. rhodozyma* Yeast that has been stored for 10 mounts, showed the good growth giving dry weight production 2,8 grm/L, while for natural zeolite the contamination is observed . This study showed that synthesized product can be used as the supporting material for the immobilization of *P. rhodozyma* Yeast.

Chemistry department, Mathematics and Natural Science Faculty Diponegoro University Semarang. This research was funded by Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional, by Letter of operation research agreement Tanggal 11 April 2005 Nomor : 031/SPPP/PP/DP3M/IV/2005

DAFTAR ISI

LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN.....	i
RINGKASAN	ii
SUMMARY	iii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
I. PENDAHULUAN	1
II. TUJUAN PENELITIAN	3
III. TINJAUAN PUSTAKA	4
IV. METODE PENELITIAN	11
IV.1. Alat dan Bahan Penelitian	11
IV.1.1. Alat yang digunakan	11
IV.1.2. Bahan yang digunakan	11
IV.2. Metodologi	12
IV.2.1. Preparasi Sampel	12
IV.2.2. Modifikasi Zeolit	13
IV.2.3. Karakterisasi zeolit alam dan zeolit hasil modifikasi..	14
A. Penentuan Distribusi ukuran pori.....	14
B. Penentuan Kristalinitas	15
C. Metode Spektrofotometer Inframerah	15

D. Penentuan kandungan Si dan Al	15
IV.2.4. Imobilisasi sel	15
V. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	17
V.1. Analisis Mineral Zeolit Asli	17
V.2. Analisis Karakter Zeolit hasil Modifikasi	20
V.2.1. Geometri Pori	20
V.2.2. Identifikasi Struktur	25
V.3. Hasil Uji Pertumbuhan	31
VI. KESIMPULAN DAN SARAN	40
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel IV.1. Variasi komposisi sampel ZCMA-1 (Tahun I).....	13
Tabel IV.2. Variasi komposisi sampel ZCBA-1 (Tahun I) ...	14
Tabel IV.3. Variasi komposisi sampel ZCMA-2 (Tahun II).....	14
Tabel IV.4. Variasi komposisi sampel ZCBA-3 (Tahun II)	14
Tabel V.1. Hasil Analisa Luas permukaan ,volume pori dan jarijari pori..	21
Tabel V.2. Hasil Analisa Luas permukaan ,volume pori dan jarijari pori..	22
Tabel V.3. Data Difraktogram Zeolit hasil Modifikasi	23
Tabel V.4. Data Difraktogram Zeolit hasil Modifikasi dan Zeolit Sintesis..	27
Tabel V.5. Data Difraktogram Zeolit hasil Modifikasi dan Zeolit lain	28
Tabel V.6. Data Difraktogram Zeolit alam dan Zeolit hasil Modifikasi	30
Tabel V.7. Hasil pertumbuhan sel khamir <i>P. Rhodozyma</i> selama inkubasi 6 hari setelah sel diimobilisasi dengan zeolit alam dan zeolit yang telah dimodifikasi.	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar V.1 Difraktogram Zeolit alam Wonsari.	18
Gambar V.2 Spektra inframerah Zeolit alam Wonosari	20
Gambar V.3 Distribusi ukuran pori Zeolit alam dan Zeolit Modifikasi	21
Gambar V.4 Distribusi ukuran pori Zeolit alam dan Zeolit Modifikasi Tahun I (ZCMA-1) dan Tahun II (ZCMA-2)	23
Gambar V.5 Spektra inframerah (a) Zeolit Alam (b) Zeolit antar (c) Zeolit Modifikasi	24
Gambar V.6 Spektra inframerah Zeolit Modifikasi (a) Rasio 0,01 (b) Rasio 0,05 (c) Rasio 0,1	26
Gambar V.7 Difraktogram (a) Zeolit Alam (b) Zeolit ZCBA (c) Zeolit ZCMA	29
Gambar V.7 Kultur pada agar miring: A. telah disimpan dalam waktu 3 bulan dan masih menunjukkan adanya pertumbuhan, B. Kultur disimpan selama 13 bulan dan menunjukkan agar miring yang telah kering	31
Gambar V.8 Zeolit hasil modifikasi	32
Gambar V.9 Sel khamir <i>P. rhodozyma</i> yang terimobilisasi pada zeolit dan siap disimpan pada suhu rendah (freezer)	32
Gambar V.10 Kultur <i>Phaffia rhodozyma</i> setelah proses imobilisasi dengan zeolit selama 2 minggu dan ditumbuhkan pada erlenmeyer. A = 100 mesh dan B = 20 mesh	33
Gambar V.11 Kultur <i>Phaffia rhodozyma</i> setelah proses imobilisasi dengan zeolit selama 10 bulan dan ditumbuhkan pada erlenmeyer. C =100 mesh dan D = 20 mesh	34
Gambar V.12 Hasil pengamatan mikroskop sel khamir terimobilisasi pada A) zeolit hasil modifikasi B) zeolit alam (terkontaminasi). 34	
Gambar V.13 Kurva pertumbuhan <i>P. rhodozyma</i> hasil imobilisasi dengan zeolit alam pori 20 mesh. A. Tanpa penggojokan. B. Penggojokan	

30 menit. C. Penggojokan 1 jam dan D. Penggojokan 1,5 jam...35

Gambar V.14 Kurva pertumbuhan *P. rhodozyma* hasil imobilisasi dengan zeolit alam pori 100 mesh. A. Tanpa penggojokan. B. Penggojokan 30 menit. C. Penggojokan 1 jam dan D. Penggojokan 1,5 jam...36

Gambar V.15 Kurva pertumbuhan *Phaffia rhodozyma* hasil imobilisasi dengan zeolit sebagai padatan pendukung dan disimpan pada freezer selama 10 bulan 38

Gambar V.16 Kultur *Phaffia rhodozyma* setelah diimobilisasi dengan zeolit termodifikasi dan disimpan dalam freezer selama 10 bulan.... 39

BAB I. PENDAHULUAN

Rekayasa material berpori dengan menggunakan senyawa-senyawa organo-kation sebagai molekul pengarah struktur biasanya dilakukan dengan proses hidrotermal (Barrer,1982). Secara teoritik zeolit alam yang semula mempunyai ukuran pori kecil dimungkinkan dapat dimodifikasi sehingga memiliki ukuran pori yang lebih besar dengan berlandaskan pada pendekatan sebagaimana yang terjadi pada pembuatan zeolit sintetis (Beck, 1991; Beck, 1992; Vansant, 1997; Vansant,2000; Li *et al*, 2000). Tetrametil-ammonium (TMA) dan Tetrabutyl-ammonium (TBA) merupakan kation yang telah banyak digunakan sebagai molekul pengarah dalam modifikasi pori zeolit, sehingga secara spesifik senyawa ini berfungsi mengarahkan terbentuknya struktur tertentu. Konsep pengarahan dimaksudkan sebagai fenomena yang terjadi pada saat proses pembentukan gel atau inti dimana molekul pengarah struktur akan mengatur kerangka tetrahedral ke bentuk bentuk geometri tertentu (Vansant, 1990; Zones,1994; Ishizaki, 1998,Li *et.al*, 1998). Dalam rangka meningkatkan daya guna zeolit alam indonesia sebagai material berpori maka dalam penelitian ini akan dilakukan modifikasi pori zeolit dari bahan zeolit alam khususnya berasal dari Wonosari-Yogyakarta untuk selanjutnya digunakan sebagai padatan pendukung pada imobilisasi sel Khamir *P. rhodozyma* penghasil pigmen karotenoid penting dalam akuakultur. Keterbatasan hampir sebagian besar zeolit alam adalah pada ukuran pori termasuk zeolit alam asal Wonosari, hal ini

memberi peluang bagi dilakukannya riset untuk melakukan perubahan terhadap sifat zeolit dalam rangka lebih mengoptimalkan kegunaannya.

Hasil penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa penyusun mayoritas zeolit alam asal Wonosari adalah zeolit jenis mordenit dengan ukuran pori pada kisaran dibawah 20 \AA (Suseno,2003). Target dari penelitian ini adalah mendapatkan suatu padatan yang merupakan hasil modifikasi zeolit alam serta mempelajari secara langsung pengaruh penambahan senyawa pengarah struktur terhadap karakter mikrostruktur yang meliputi jari-jari pori, volume pori, dan luas permukaan. Untuk mencapai tujuan tersebut, akan dilakukan proses modifikasi pori zeolit dengan penambahan molekul pengarah struktur TMA atau TBA serta waktu proses hidrotermal. Pada tahap ini akan dipelajari pengaruh konsentrasi TMA atau TBA dan waktu hidrotermal terhadap karakter padatan zeolit. Zeolit hasil modifikasi tersebut selanjutnya digunakan sebagai padatan pendukung pada imobilisasi sel mikroorganisme untuk berbagai tujuan (Tampion and Tampion, 1980). Hasil penelitian oleh Kusdiyantini (2001) menunjukkan bahwa pada proses pertumbuhannya sel khamir *P. rhodozyma* tersebut mengalami kendala berupa kontaminasi dan mutasi alami bila pertumbuhan sel diperlukan untuk kepentingan dalam jangka waktu lama (Fang,T.J. and Cheng, Y-S, 1993), sehingga menjadi tidak efisien bila memproduksi pigmen dalam jumlah relatif besar. Pendekatan metode imobilisasi sel dimana sel khamir diimobilkan ke padatan pendukung merupakan upaya dalam mengatasi permasalahan tersebut.