

# Optimasi Kinerja Alat *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Melalui Studi Perbandingan Komposisi dan Ketebalan Sampel-KBr

I Dewa Putu Subamia<sup>a</sup>, Ni Nyoman Widiousih<sup>b</sup>,  
I Gusti Ayu Nyoman Sri Wahyuni<sup>c</sup>, Putu Lilik Pratami Kristiyanti<sup>a</sup>,

<sup>a</sup>Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Ganesha

<sup>b</sup>Jurusan Biologi dan Perikanan Kelautan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Pendidikan Ganesha

<sup>c</sup>Jurusan Fisika dan Pembelajaran IPA Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Pendidikan Ganesha

Corresponding Author: [idewaputsubamia@gmail.com](mailto:idewaputsubamia@gmail.com)

Received: 27<sup>nd</sup> November 2022; Revised: 25<sup>th</sup> January 2023; Accepted: 17<sup>th</sup> July 2023

Available online: 21<sup>th</sup> July 2023; Published regularly: July 2023

## Abstract

Problems often occur in sample testing using the FTIR instrument, one of which is that the spectrum quality of the measurement results is not optimal. This has implications for the accuracy of the test results. This condition indicates that the performance of the tool is not optimal. The non-optimal quality of this spectrum is thought to be influenced by the composition factor and the thickness of the sample-KBr which is measured not in accordance with the legibility limits of the instrument. To overcome this problem, it is important to conduct a study to find out the optimum composition and thickness of the KBr-sample which can be measured properly by the instrument. The purpose of this study was to optimize the performance of the FTIR device through a study of the optimum composition and thickness of the KBr-sample so that a good spectrum was produced in the sample measurement using FT-IR type IRAffinity-1 Shimadzu. This research is an experimental research with infrared spectrophotometry method, using the One Shot Case Study design. The treatment is a measurement of the variation in the composition of the sample-KBr and the thickness of the sample. The spectrum resulting from the reading of the FT-IR spectrophotometer is interpreted to include wave number and transmittance percent. The results of the readings of each variation are compared with the standard spectrum to see the optimization of the measurement results so that the best spectrum is obtained. The results showed that the optimum ratio of the sample-KBr composition was 4% and the optimum thickness was 1/2 pan.

**Key Words** : sample-KBr composition, optimization FTIR, , IR spektrum

## Abstrak

Sering terjadi permasalahan pada pengujian sampel menggunakan instrument FTIR, diantaranya yang terjadi adalah tidak optimalnya kualitas spektrum hasil pengukuran. Hal ini sangat berimplikasi pada akurasi hasil pengujian. Kondisi ini menunjukkan bahwa kinerja alat tidak optimal. Tidak optimalnya kualitas spektrum ini diduga dipengaruhi oleh faktor komposisi dan ketebalan sampel-KBr yang diukur tidak sesuai dengan batas kemampuan keterbacaan alat. Untuk mengatasi masalah tersut, penting dilakukan studi untuk mengetahui komposisi dan ketebalan optimum sampel-KBr yang dapat terukur dengan baik oleh alat. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengoptimasi kinerja alat FTIR melalui studi komposisi dan ketebalan optimum sampel-KBr sehingga dihasilkan spektrum yang baik pada pengukuran sampel menggunakan FT-IR tipe IRAffinity-1 Shimadzu. Penelitian ini

merupakan penelitian eksperimental dengan metode spektrofotometri inframerah, menggunakan desain *One Shot Case Study*. Perlakuannya adalah pengukuran terhadap variasi perbandingan komposisi sampel-KBr dan ketebalan sampel. Spektrum yang dihasilkan dari pembacaan spektrofotometer FT-IR diinterpretasi meliputi bilangan gelombang dan persen transmittansinya. Hasil dari pembacaan masing-masing variasi dibandingkan dengan spektrum standar untuk melihat optimasi hasil pengukuran sehingga didapatkan spektrum yang terbaik. Hasil penelitian menunjukkan perbandingan optimum komposisi sampel-KBr adalah 4% dan ketebalan optimum adalah 1/2 pan.

**Kata Kunci :** komposisi sampel-KBr, optimasi FTIR, spektrum IR

## PENDAHULUAN

Dalam beberapa tahun terakhir, aplikasi inframerah transformasi fourier (FTIR) spektroskopi telah berkembang pesat melampaui karakterisasi struktural sederhana dari molekul (Theakstone et al., 2021). Spektrofotometri *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) merupakan metode pengukuran secara spektroskopi untuk mendeteksi struktur molekul senyawa (Martin Sulistyani, 2018). Pada pengukuran sampel menggunakan instrument Spektrofotometer FT-IR, hasil pengukuran yang diperoleh berupa spektrum. Berdasarkan spektrum tersebut dapat dilakukan identifikasi senyawa baik secara kualitatif maupun kuantitatif (Andriansyah et al., 2021).

Teknik spektrometri IR dapat digunakan dalam dua varian yaitu transmisi dan reflektansi. Transmisi digunakan untuk menguji efek dari penyerapan radiasi IR dalam volume sampel. Hal ini dimungkinkan untuk menguji sampel dalam bentuk padat, cair dan gas dengan menggunakan prosedur yang tepat. Spektrum padatan dapat diukur dengan menggunakan spesimen dalam tablet dari KBr, NaCl, sampel cairan/suspensi dalam parafin cair. Jika objek yang diuji cukup tipis dan transparan, spektrum yang diukur langsung pada sampel (Ferraro, 2014). Terdapat tiga teknik pengukuran sampel yang umum digunakan dalam pengukuran spektrum menggunakan FT-IR yaitu *Photo Acoustic Spectroscopy* (PAS), *Attenuated Total Reflectance* (ATR), dan *Difuse Reflectance Infrared Fourier Transform* (DRIFT). Setiap teknik memiliki karakteristik molekul vibrasi tertentu (Beasley et al., 2014).

Selain teknik pengukuran sampel, teknik preparasi sampel merupakan aspek yang penting untuk diperhatikan dalam pengujian menggunakan FTIR. Preparasi sampel padat dapat dilakukan dengan metode DRS-8000 dan metode Pelet KBr (Kristianingrum, 2016). Menurut Hayati & Hanapi (2017), ada 3 cara umum untuk mengolah cuplikan yang berupa padatan yaitu, lempeng KBr, teknik nujol “mull” dan lapisan tipis. Padatan dapat juga ditetapkan sebagai larutan, tetapi spektrum larutan mempunyai hasil yang berbeda dengan spektrum padatan, karena gaya intermolekul berubah.

Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) tipe IRAffinity-1 Shimadzu) merupakan salah satu alat kategori 3 yang dimiliki lab kimia FMIPA Undiksha. Penggunaan instrument tersebut relatif sering baik pada praktikum maupun penelitian mahasiswa dan dosen. Beberapa mata kuliah praktikum yang menggunakan instrument FT-IR antara lain praktikum kimia instrumentasi, praktikum kimia organik, praktikum biokimia, praktikum kimia anorganik dan praktikum kimia analitik (Lab. Jurusan Kimia FMIPA Undiksha, 2021). Di samping untuk melatih keterampilan mahasiswa mengoperasikan peralatan spektrofotometer inframerah, penggunaan alat ini juga sangat bermanfaat untuk mengidentifikasi gugus fungsi senyawa, berkontribusi sangat besar dalam pengembangan riset mahasiswa maupun dosen. Oleh karena itu, optimasi kinerja instrumen FT-IR sebagai salah satu alat pendukung kegiatan praktikum maupun penelitian sangatlah penting.

Namun dalam pelaksanaannya, belakangan ini sering terjadi permasalahan dalam proses pengujian sampel menggunakan instrument FTIR. Permasalahan yang sering muncul antara lain spektrum hasil

pengukuran sampel tidak bagus. Spektrum vibrasi sampel terhambur tidak optimal, puncak-puncak yang terjadi pada spektra inframerah tidak akurat dan melebar. Konsekuensinya terjadi kesulitan dalam menganalisis sampel, bahkan berpengaruh pada akurasi hasil pengujian. Gejala ini mengindikasikan bahwa kinerja alat FTIR pada kondisi tidak optimum. Di samping karena ada komponen alat sudah aus, hal tersebut juga diduga terjadi karena teknik preparasi sampel tidak tepat, yang mana komposisi sampel-KBr masih menggunakan perbandingan dengan perkiraan saja. Demikian pula ketebalan sampel yang diukur tidak optimum.

Untuk memperoleh hasil pengukuran yang optimum, alat ukur (instrument) yang dipergunakan harus memiliki kemampuan mengukur secara optimal. Ketelitian alat ukur akan memengaruhi hasil pengukuran. Semakin teliti alat ukur yang dipergunakan, hasil pengukuran akan semakin teliti (semakin akurat). Salah satu faktor penyebab kesalahan pengukuran (ketidakpastian) adalah karena adanya kesalahan komponen alat. Adanya kerusakan komponen alat membuat alat tidak bekerja sebagaimana mestinya, sehingga terjadi kesalahan pengukuran. Misalnya, alat sudah lama dan aus, maka akan berpengaruh pada optimasi pengukuran. Selain faktor kerusakan komponen alat dan umur alat, hasil pengukuran/pengujian menggunakan FTIR juga sangat dipengaruhi oleh teknik preparasi sampelnya. Oleh karena itu, pengujian untuk mengetahui kondisi optimum pengukuran oleh suatu alat penting dilakukan secara periodik. Demikian pula halnya pada pengukuran menggunakan spektrofotometer FTIR, sebelum melakukan pengukuran sangat penting diketahui optimasi pengukuran spektrum vibrasi sampel.

Martin Sulistyani (2018) menyebutkan, optimasi pengukuran spektrum vibrasi sampel menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) dipengaruhi perbandingan komposisi pellet sampel-KBr. Di samping itu pada variasi ketebalan pellet sampel-KBr, nilai persen transmitansi spektrum yang dihasilkan juga berbeda. Intensitas puncak berkorelasi dengan konsentrasi (Rohman, 2014), diperoleh hubungan yang linier antara konsentrasi dengan tinggi puncak (Masna Arisah Nasution, 2019). Namun, jika konsentrasi terlalu pekat (jumlah sampel berlebih) berdampak pada kualitas spektrum hasil pengukuran (Sulistiyani & Huda, 2017). Jika sampel yang ditembak dengan sinar inframerah terlalu tebal maka sinar inframerah akan terhambur tidak optimal. Hal ini menyebabkan puncak-puncak yang terjadi pada spektra inframerah tidak akurat dan melebar. Selain itu setiap alat memiliki tingkat sensitifitas tertentu yang dipengaruhi oleh tipe alat dan juga umur (masa pakai) alat.

Berdasarkan uraian di atas, sangat penting dilakukan studi untuk mengetahui komposisi perbandingan optimum sampel-KBr serta ketebalan optimum sampel. Dengan demikian, diharapkan alat FT-IR dapat mengukur secara optimal dan diperoleh optimasi pengukuran spektrum vibrasi sampel. Tujuan penelitian ini untuk mengoptimasi kinerja alat FTIR melalui studi komposisi dan ketebalan optimum sampel-KBr sehingga dihasilkan spektrum yang baik pada pengukuran sampel menggunakan FT-IR tipe IRAffinity-1 Shimadzu dengan metode DRS-8000. Dipilihnya metode DRS-8000 karena selama ini preparasi sampel FT-IR tipe IRAffinity-1 Shimadzu di Lab Kimia FMIPA Undiksha dilakukan dengan metode tersebut.

## **BAHAN DAN METOD**

**Alat dan Bahan.** Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah penggerus berupa lumpang dan alu, neraca analitik, spatula, cawan petri, dan Spektrofotometer FT-IR tipe IRAffinity-1 Shimadzu yang dilengkapi soft ware *IR Solutions*. Sedangkan bahan digunakan dalam peneliti ini adalah sampel padat (asam benzoat), bubuk KBr *spectroscopy*, aseton, tissue pembersih/*kim-wipe*.

**Metode Penelitian.** Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental dengan metode spektrofotometri Inframerah. Dalam pelaksanaannya menggunakan desain perlakuan tunggal (*One Shot*

*Case Study*), dimana sekelompok subjek diberi perlakuan (X) kemudian dilakukan pengamatan (O). Pada desain penelitian ini tidak dilakukan kontrol maupun validitas internal (Dr. Dhian Tyas Untari, S.E., 2018). Pada penelitian eksperimen jenis ini, hanya ada satu kelompok variabel terikat yang dipertimbangkan. Analisis dilakukan setelah memberikan beberapa perlakuan yang sebelumnya dianggap menimbulkan perubahan, sehingga desain ini merupakan suatu posttest study (Salmaa, 2021).

Dalam penelitian ini perlakuannya adalah melakukan variasi perbandingan komposisi sampel-KBr dan ketebalan sampel dengan metode DRS-8000. Kemudian dilakukan analisis terhadap spektrum vibrasi sampel padat yang diukur menggunakan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FT-IR tipe IRAffinity-1 Shimadzu) untuk mengetahui optimasi pengukuran.

Prosedur penelitian diawali dengan preparasi sampel. Sampel padat (Asam Benzoat) ditumbuk menjadi bubuk halus menggunakan lumpang dan alu (batu agate), kemudian ditimbang menggunakan neraca analitik. KBr juga menjadi bubuk halus menggunakan lumpang dan alu (batu agate). Sebagian bubuk KBr dipisahkan untuk dijadikan sebagai background, sebagian lagi dibuat campuran bubuk sampel dan bubuk KBr dengan variasi perbandingan : (1%, 1,5%, 2%, 2,5%, 3%, 4%, 4,5% dan 5% dalam satuan miligram). Masing-masing campuran digerus hingga homogen. Dimasukkan ke dalam pan sampel berbentuk mur, ditempatkan pada tempat sampel (DRS-800). Dilakukan pengukuran dengan FT-IR (IRAffinity-1 Shimadzu). Mengamati spektrum hasil pengukuran dan simpan file spektrum. Selanjutnya dilakukan pengulangan dengan variasi ketebalan sampel-KBr masing-masing (1/3 pan, 1/2 pan dan 1 pan penuh) dan dipadatkan/ditekan dengan spatula. Dilakukan pengukuran terhadap masing-masing sampel. Mengamati spektrum hasil pengukuran dan simpan file spektrum. Pengukuran (pengujian) dilakukan sesuai SOP alat Spektrofotometer FT-IR tipe IRAffinity-1 Shimadzu. Pengukuran sampel parasetamol dilakukan pada panjang gelombang 1630-1530  $\text{cm}^{-1}$  (Moffat, A.C., Osselton, M.D., 2011). Spektrum yang dihasilkan dianalisis menggunakan perangkat lunak *Spektrum Software FT-IR solutions*.

Spektrum yang dihasilkan dari pembacaan spektrofotometer FT-IR, selanjutnya diinterpretasi meliputi bilangan gelombang dan persen transmisinya untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada sampel standar (asam benzoat) dan intensitas serapannya. Hasil dari pembacaan masing-masing variasi dibandingkan dengan spektrum standar untuk melihat optimasi hasil pengukuran dengan variasi perbandingan komposisi sampel-KBr dan ketebalan sampel terhadap spektrum vibrasi yang dihasilkan menggunakan spektrometri FT-IR sehingga didapatkan spektrum yang terbaik pada pengukuran vibrasi molekul menggunakan spektrofotometer FT-IR (IRAffinity-2 Shimadzu).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

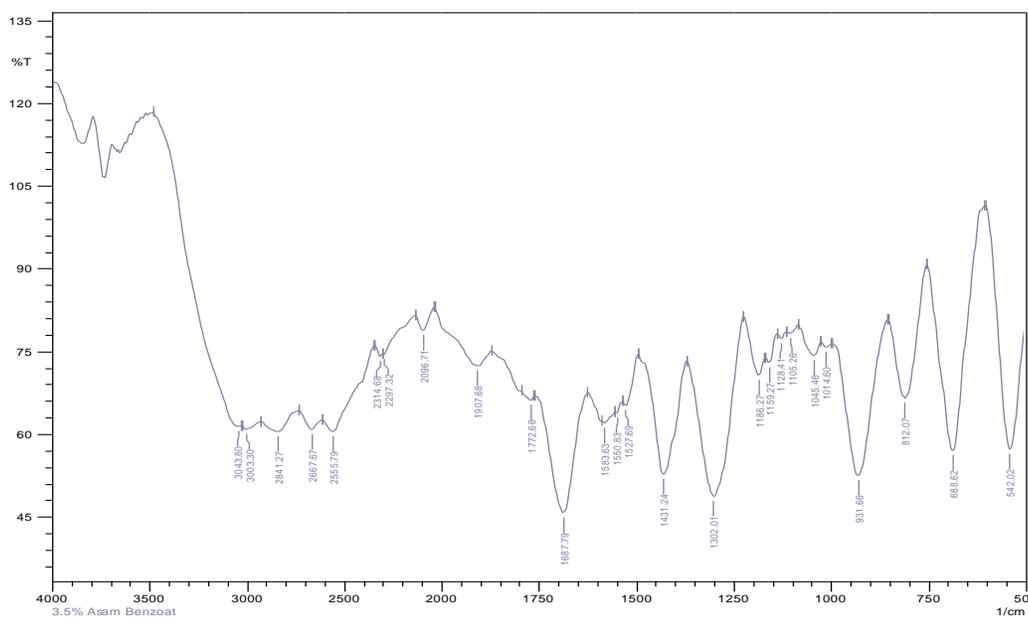
Hasil penelitian ini mencakup gambar dan data spektrum asam benzoat yang diperoleh dari hasil pengukuran sampel asam benzoat pada variasi perbandingan komposisi sampel : KBr = 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 2,5%, 3,0%, 3,5%, 4,0%, 4,5%, 5,0%, dan 6,0%. Namun dalam artikel ini hanya di sajikan dua jenis data saja yaitu hasil pengukuran pada komposisi sampel-KBr 3,50% dan 4,00%. Berikut disajikan data bilangan gelombang dan intensitas peak dan gambar spektrum hasil pengukuiran.

Tabel 1: Data Hasil Pengamatan Bilangan Gelombang dan Intensitas Peak pada Variasi Komposisi Sampel-KBr (3,50% dan 4,00%)

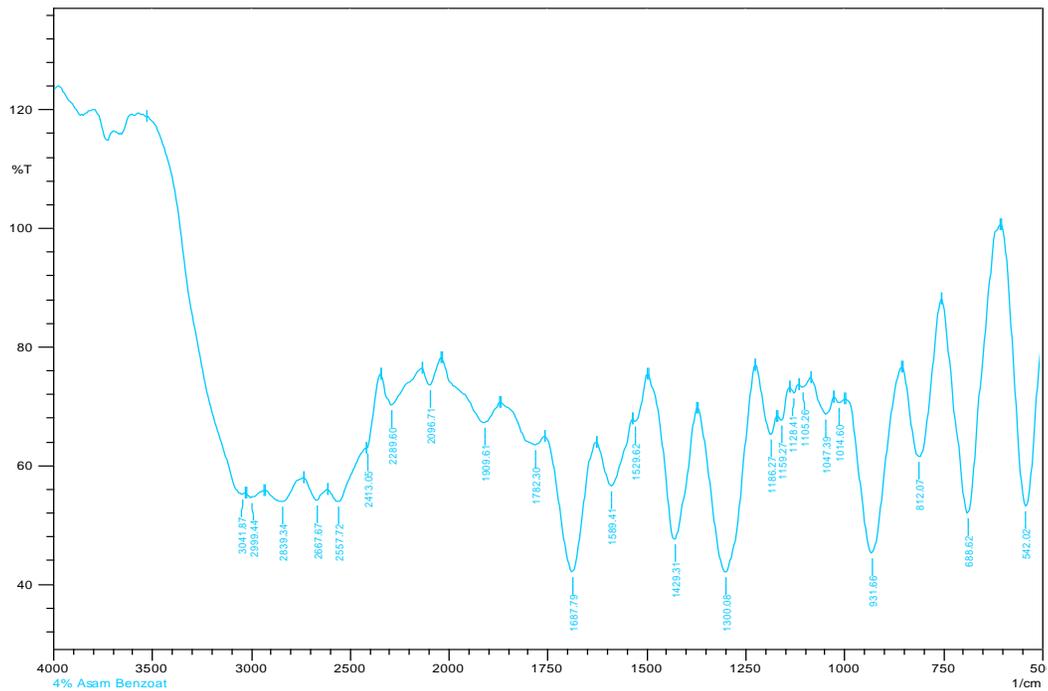
Reference	Perbandingan sampel-KBr (3,50%)			Perbandingan sampel-KBr (4,00%)	
	Bilangan Gelombang $\tilde{\nu}$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	Bilangan Gelombang $\tilde{\nu}$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensitas %T	Bilangan Gelombang $\tilde{\nu}$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensitas %T
Getaran deformasi aril (C-H)	770-690	688,62	57,076	688,62	52,075
Benzena monosubstitusi	>700	812,07	66,707	812,07	61,475
		931,66	52,593	931,66	45,35
C-H (vibrasi ulur aril C-H)	~1100-1000	1014,60	75,886	1014,6	70,630

		1045,46	74,311	1047,39	68,736
		1105,26	78,325	1105,26	73,33
C=O (vibrasi gugus karbonil)	1700 -1680	1687,79	45,82	1687,79	42,178
	1760	1772,66	66,202	1782,3	63,502
O-H (Hidroksi)	~3300-2500	2555,79	60,607	2557,72	53,953
		2667,67	60,896	2667,67	54,202
		2841,27	60,516	2839,34	53,933
		3003,30	60,988	2999,44	54,708
Tumpang tindih -OH dan -C-H	3080-3030	3043,8	61,447	3041,87	55,263
		3535,67	94,986	3043,8	61,447
Puncak vibrasi ulur (-OH)	~3580	3595,47	94,087	3595,47	94,087
		3659,12	91,225	3659,12	91,225

Berikut adalah spektrum asam benzoat pada komposisi sampel-KBr 3,5% dan 4,00%.

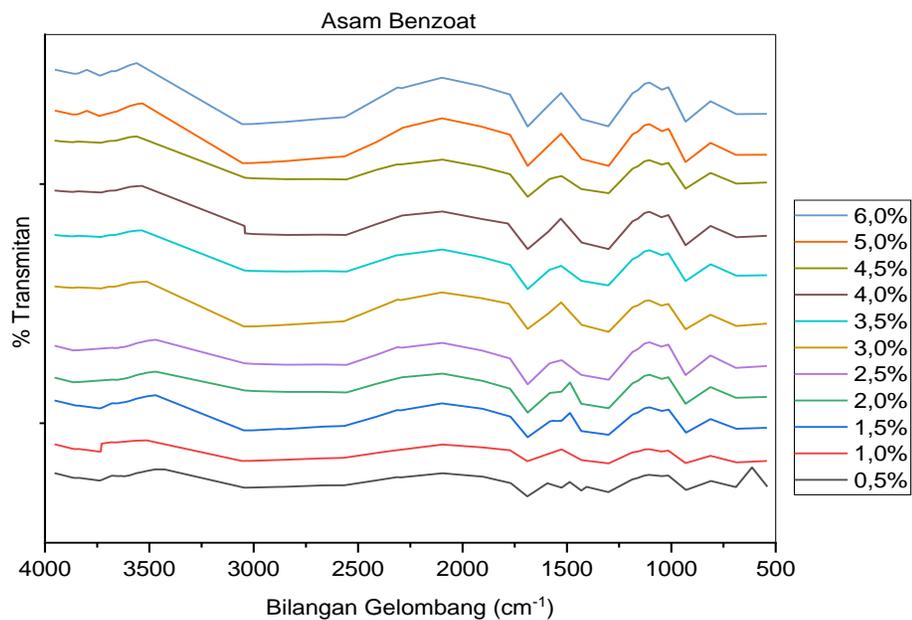


Gambar 1. Spektrum asam benzoat 3,5% (Sampel : KBr = 35 : 1000 mg)



Gambar 2. Spektrum asam benzoat 4,0% (Sampel : KBr = 40 : 1000 mg)

Perbandingan spektrum IR asam benzoat pada variasi komposisi sampel-KBr 0,5%-6,0% ditunjukkan pada gambar 3 berikut.



Gambar 3. Perbandingan Spektrum Asam Benzoat pada Variasi Komposisi

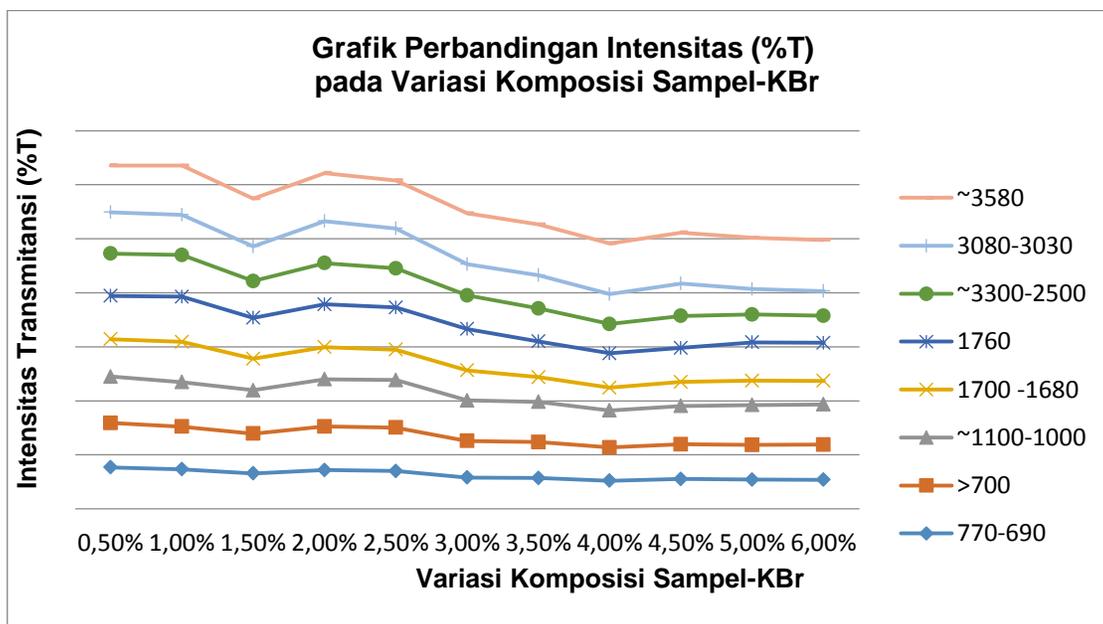
Data hasil pengukuran intensitas transmitansi (%T) pada variasi komposisi Sampel-KBr ditunjukkan pada Tabel 2 berikut.

Tabel 2: Perbandingan Intensitas (%T) pada Variasi Komposisi Sampel-KBr

Komposisi Sampel-KBr	0,50%	1,00%	1,50%	2,00%	2,50%	3,00%	3,50%	4,00%	4,50%	5,00%	6,00%
770-690	76,861	73,383	65,518	71,695	70,032	58,064	57,076	52,075	55,279	54,112	54,003
>700	82,049	78,852	73,646	80,676	80,478	67,526	66,707	61,475	64,198	64,21	64,823
~1100-1000	86,016	82,418	80,454	87,587	87,861	75,131	74,311	68,736	71,096	73,985	74,46
1700-1680	69,132	74,402	58,441	59,363	56,377	55,663	45,82	42,178	44,255	44,924	43,596
1760	80,219	83,607	75,67	79,406	77,975	76,721	66,202	63,502	63,18	71,008	70,388
~3300-2500	78,38	77,217	67,924	76,145	72,579	62,077	60,896	54,202	59,127	51,508	50,182
3080-3030	76,385	74,547	64,198	77,887	73,884	57,667	61,447	55,263	60,139	47,199	45,652

Pada Tabel 2 di atas, intensitas (%T) terendah (absorbansi terbaik) terukur pada komposisi sampel-KBr 4%. Menunjukkan bahwa kinerja optimum alat (tingkat keterukuran) terbaik terjadi pada perbandingan sampel : KBr = 4 : 100. Sementara pada komposisi 0,5% - 6% walaupun terbaca namun intensitas transmitansinya (%T) tinggi. Hal ini mengindikasikan sensitivitas alat (instrument) sudah menurun. Sehingga alat hanya bisa mengukur dengan baik pada komposisi sampel-KBr pada perbandingan tertentu saja, dalam hal ini perbandingan yang paling optimum adalah 4%.

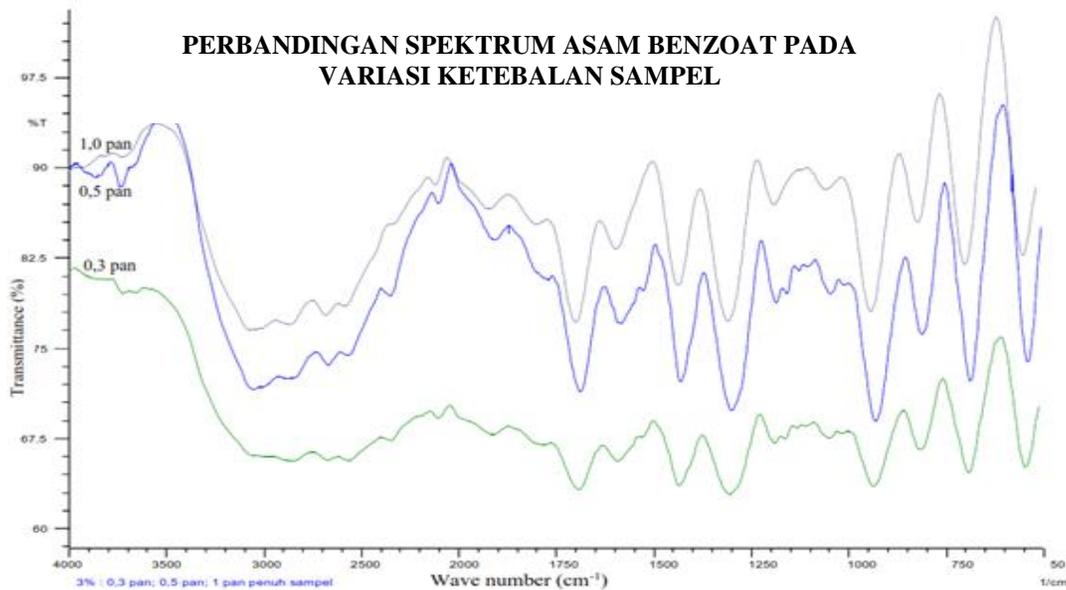
Selanjutnya perbandingan intensitas peak dapat ditunjukkan seperti pada grafik pada Gambar 4 berikut.



Gambar 4. Grafik Perbandingan Intensitas (%T) pada Variasi Komposisi Sampel-KBr

Pada grafik (Gambar 4), ditunjukkan point-point identifikasi gugus fungsi yang mengidentifikasi sampel (asam benzoat) dengan intensitas transmittansi (%T) paling rendah atau serapan (absorbansi) terbesar terjadi pada hasil pengukuran sampel dengan komposisi perbandingan sampel-KBr 4%. Hal ini menunjukkan bahwa pengukuran secara optimal terjadi pada komposisi sampe : KBr dengan perbandingan 4 : 100 atau 0,4 g : 10 g.

Hasil pengujian/pengukuran dengan variasi ketebalan sampel-KBr masing-masing 0,3 pan, 0,5 pan dan 1 pan penuh, diperoleh spektrum seperti pada Gambar 5 berikut.



Gambar 5. Perbandingan Spektrum Asam Benzoat pada Variasi Ketebalan

Data peak dan intensitas peak spektrum hasil pengukuran sampel dengan variasi ketebalan disajikan seperti pada Tabel 3 berikut.

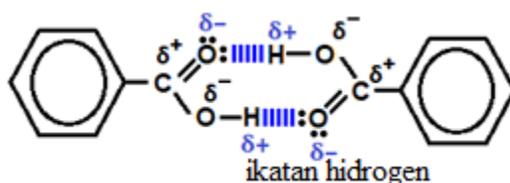
Tabel 3: Data Hasil Pengamatan Bilangan Gelombang dan Intensitas Peak pada Variasi Ketebalan Sampel-KBr

Reference	0,3 Pan		0,5 Pan		1,0 Pan		
	$\tilde{\nu}$ (cm <sup>-1</sup> )	%T	$\tilde{\nu}$ (cm <sup>-1</sup> )	%T	$\tilde{\nu}$ (cm <sup>-1</sup> )	%T	
Getaran deformasi aril (C-H)	<b>770-690</b>	684,76	57,663	684,76	39,268	684,76	56,112
		705,98	56,037	704,05	39,077	705,98	53,257
		744,55	75,453	744,55	58,147	746,48	80,586
		806,28	57,36	806,28	40,448	806,28	57,54
Benzena monosubstitusi	<b>&gt;700</b>	856,43	67,282	856,43	51,681	856,43	72,088
		933,59	53,387	933,59	38,267	933,59	52,786
		999,17	62,549	999,17	46,358	999,17	66,517
		1026,17	57,805	1026,17	41,403	1026,17	60,063
		1051,25	66,429	1047,39	50,768	1051,25	72,128
C-H (vibrasi ulur aril C-H)	<b>~1100-1000</b>	1072,47	57,736	1072,47	41,775	1072,47	60,088
		1101,4	63,175	1101,4	47,711	1101,4	68,03
		1697,43	49,245	1747,58	45,097	1896,11	67,967
C=O (vibrasi gugus karbonil)	<b>1700 -1680</b>	1770,73	58,049	1888,39	50,007	1988,69	68,736
Puncak Vibrasi (C=O)	<b>1760</b>	2517,21	56,894	2642,59	44,343	2721,68	58,942
O-H (Hidroksi)	<b>~3300-2500</b>	2551,93	55,704	2663,81	44,012	2754,47	59,172
		2673,45	55,94	2829,69	43,872	2958,93	57,211
		2727,46	57,366	2839,34	43,816	2972,43	57,044

		2764,11	57,548	2874,06	43,941	3005,22	56,767
		2982,08	56,977	3063,09	44,56	3560,75	89,355
Tumpang tindih -OH dan C-H	<b>3080-3030</b>	3063,09	56,963	3454,66	74,551	3643,69	87,63
Puncak vibrasi ulur (-OH)	<b>~3580</b>	3585,82	85,751	3645,62	73,435	3767,14	86,509

Pada tabel 3 ditunjukkan intensitas peak transmitansi paling rendah terjadi pada ketebalan sampel-KBr  $\frac{1}{2}$  pan. Berarti serapan terbesar terjadi pada  $\frac{1}{2}$  pan. Hal ini menunjukkan bahwa pengukuran secara optimal terjadi pada ketebalan sampe : KBr  $\frac{1}{2}$  pan.

Berdasarkan spektrum hasil pengukuran (Gambar 1 dan 2), muncul pita serapan (peak) yang lebar (broad) pada bilangan gelombang  $\sim 3300-2500 \text{ cm}^{-1}$  yang paling khas menunjukkan adanya vibrasi regangan O-H. Lebarnya pita serapan disebabkan oleh interferensi interaksi ikatan hidrogen yang terjadi pada gugus hidroksil.



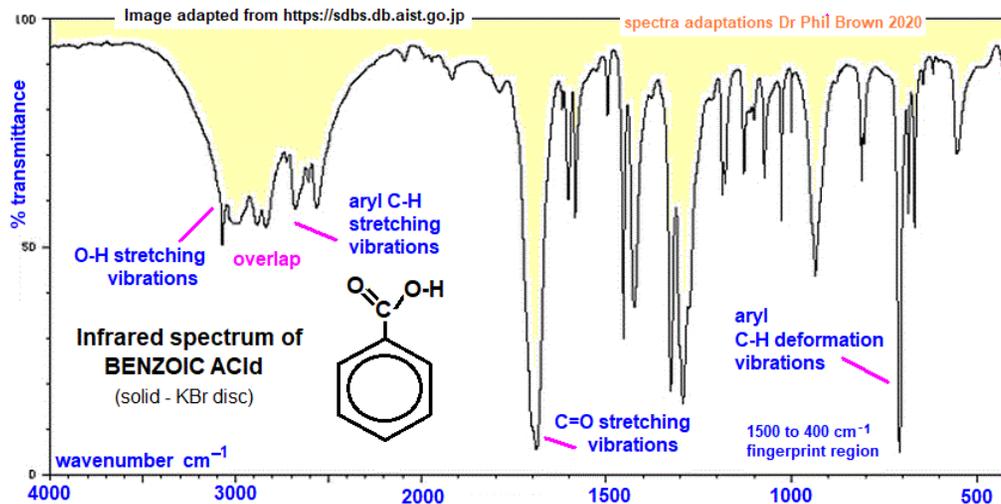
Gambar 6 Ikatan Hidrogen Intramolekul dalam Asam Benzoat

Gambar 6 menunjukkan terjadinya ikatan hidrogen antar molekul asam benzoat. Puncak vibrasi ulur O-H muncul pada bilangan gelombang  $3595,47 \text{ cm}^{-1}$  (menurut referensi berada pada  $\sim 3580 \text{ cm}^{-1}$ ), sementara vibrasi ulur O-H yang tumpang tindih dengan vibrasi ulur aril C-H muncul pada bilangan gelombang  $3055,38 \text{ cm}^{-1}$  (menurut referensi pada bilangan gelombang 3080 hingga  $3030 \text{ cm}^{-1}$ ).

Pita karakteristik ke-2 adalah absorpsi akibat vibrasi ulur karbonil (C=O) muncul pada bilangan gelombang  $1687,79 \text{ cm}^{-1}$  (menurut referensi pada bilangan gelombang 1700 hingga  $1680 \text{ cm}^{-1}$  untuk asam aril karboksilat seperti asam benzoat). Puncak gugus karbonil muncul pada  $1768,8-1782,3 \text{ cm}^{-1}$  (menurut referensi berada pada  $1760 \text{ cm}^{-1}$  untuk asam benzoat). Terdapat pita vibrasi ulur aril C-H (-H) muncul pada bilangan gelombang  $1012,67-1105,26 \text{ cm}^{-1}$ , (menurut referensi berada pada  $\sim 1100$  hingga  $1000 \text{ cm}^{-1}$ , untuk senyawa benzena monosubstitusi). Ada serapan getaran deformasi aril C-H yang cukup menonjol muncul pada bilangan gelombang  $688,62 \text{ cm}^{-1}$  hingga  $690,55 \text{ cm}^{-1}$ , (menurut referensi berada pada bilangan gelombang 770 hingga  $690 \text{ cm}^{-1}$ ). Muncul serapan kuat pada bilangan gelombang  $704,05 \text{ cm}^{-1}$  (menurut referensi sedikit di atas  $700 \text{ cm}^{-1}$ ), merupakan pita serapan khas untuk senyawa benzena monosubstitusi seperti asam benzoat. Adanya absorpsi yang kuat pada bilangan gelombang untuk vibrasi ulur C=O dan O-H sangat menunjukkan adanya gugus karboksilat dalam molekul asam benzoat.

Spektrum yang dihasilkan dari pembacaan spektrofotometer FT-IR, selanjutnya dianalisis (diinterpretasi) meliputi bilangan gelombang dan persen transmitannya untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada sampel standar (asam benzoat). Hasil dari pembacaan masing-masing variasi dibandingkan dengan spektrum standar untuk melihat optimasi hasil pengukuran dengan variasi perbandingan komposisi sampel-KBr terhadap spektrum vibrasi yang dihasilkan menggunakan spektrometri FT-IR sehingga diketahui komposisi optimum untuk memperoleh spektrum yang terbaik pada pengukuran vibrasi molekul menggunakan spektrofotometer FT-IR (IRAffinity-2 Shimadzu).

Sebagai spektrum pembanding, digunakan spektrum standar yang diadaptasi dari [https://sdbs.db.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/cre\\_index.cgi](https://sdbs.db.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/cre_index.cgi) seperti gambar 7 berikut.



Gambar 7. Spektrum IR Asam Benzoat sebagai Acuan  
(diadaptasi dari: [https://sdfs.db.aist.go.jp/sdfs/cgi-bin/cre\\_index.cgi](https://sdfs.db.aist.go.jp/sdfs/cgi-bin/cre_index.cgi) and <https://www.docbrown.info/page06/spectra2/benzoic-acid-ir.htm>)

Pada Gambar 7 secara garis besar dapat diidentifikasi mengenai spektrum asam benzoat sebagai berikut:

1. Gugus OH hadir dalam molekul (diidentifikasi oleh wilayah antara 2500-3300 cm<sup>-1</sup>)
2. Penyerapan antara 1680-1750 menunjukkan adanya C=O.
3. Penyerapan sekitar 1300 cm<sup>-1</sup> kembali menunjukkan adanya gugus OH.
4. Penyerapan sekitar 900-1100 cm<sup>-1</sup> dapat disebabkan oleh cincin benzena atau ikatan karbon-oksigen dari gugus asam.

Dari data hasil pengukuran spektrum pada variasi perbandingan/komposisi sampel: KBr (0,5%, 1%, 1,5%, 2%, 2,5%, 3%, 3,5%, 4%, 4,5%, 5% dan 6%) yang disajikan pada Tabel 2 di atas, dapat diketahui pada komposisi 0,5% sampai dengan komposisi 6% pita serapan karakteristik untuk asam benzoat dapat terbaca. Namun, intensitas serapan tertinggi (transmitan terendah) diperoleh pada pengukuran sampel dengan komposisi perbandingan 4,0%, seperti pada Tabel 2 di atas. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pada kondisinya saat ini, instrumen FTIR tersebut bekerja dengan optimal pada komposisi sampel-KBr dengan konsentrasi 4%.

Hal ini dapat dijelaskan bahwa intensitas puncak berkorelasi dengan konsentrasi (Rohman (2014). Hal senada dikemukakan oleh Masna Arisah Nasution (2019), bahwa ada hubungan yang linier antara konsentrasi dengan tinggi puncak. Martin Sulistyani (2018) menyebutkan, optimasi pengukuran spektrum vibrasi sampel menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) dipengaruhi perbandingan komposisi pellet sampel-KBr. Namun, jika konsentrasi terlalu pekat (jumlah sampel berlebih) berdampak pada kualitas spektrum hasil pengukuran (Sulistyani & Huda, 2017).

Berdasarkan data hasil pengamatan bilangan gelombang dan intensitas peak pada variasi ketebalan sampel-KBr (Tabel 2) diketahui spektrum asam benzoat dapat muncul baik pada ketebalan 1/3 pan, 1/2 pan maupun pada ketebalan 1 pan. Namun, intensitas serapan paling kuat (transmitansi paling rendah) terjadi pada ketebalan 1/2 pan. Perbandingan spektrumnya ditunjukkan pada Gambar 5 di atas. Hal ini dapat dijelaskan bahwa ketebalan sampel-KBr berpengaruh pada kualitas spektrum hasil pengukuran menggunakan FTIR. Martin Sulistyani (2018) juga menyebutkan bahwa pada variasi ketebalan pellet sampel-KBr, nilai persen transmitansi spektrum yang dihasilkan juga berbeda. Jika sampel yang ditembak dengan sinar inframerah terlalu tebal maka sinar inframerah akan terhambur tidak optimal. Hal ini menyebabkan puncak-puncak yang terjadi pada spektra inframerah tidak akurat dan melebar.

Selain itu setiap alat memiliki tingkat sensitivitas tertentu yang dipengaruhi oleh tipe alat dan juga umur (masa pakai) alat. Hasil penelitian ini menunjukkan pada kondisi sekarang instrument FTIR tersebut bekerja dengan optimal pada ketebalan sampel-KBr 1/2 pan. Dengan demikian, agar alat bekerja secara optimal dan untuk memperoleh spektrum hasil pengukuran yang baik (optimum) maka ketebalan sampel yang diukur cukup 1/2 pan.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan di atas, dapat dirumuskan kesimpulan sebagai berikut. Untuk optimasi kinerja alat FTIR tipe IRAffinity-1 Shimadzu tersebut, komposisi perbandingan optimum sampel dan KBr agar dihasilkan spektrum yang baik pada pengukuran menggunakan teknik preparasi DRS-8000 adalah 4%. Ketebalan optimum sampel-KBr agar terukur secara optimal adalah 1/2 pan.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan terutama kepada yang terhormat: Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Undiksha, Dekan FMIPA, Ketua Jurusan dan Ketua Laboratorium Pendidikan Kimia, FMIPA Undiksha. Semua pihak yang tidak disebutkan satu persatu, atas bantuan dan kontribusinya dalam penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA/REFERENCES

- Andriansyah, I., Wijaya, H. N. M., & Purwaniati, P. 2021. Analisis Adulteran pada Kopi Luwak dengan Metode Fourier Transform Infrared (FTIR). *Jurnal Kimia Riset*, 6(1), 26. <https://doi.org/10.20473/jkr.v6i1.23397>
- Beasley, M. M., Bartelink, E. J., Taylor, L., & Miller, R. M. 2014. Comparison of transmission FTIR, ATR, and DRIFT spectra: Implications for assessment of bone bioapatite diagenesis. *Journal of Archaeological Science*, 46(1). <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.03.008>
- Dr. Dhian Tyas Untari, S.E., M. M. 2018. *Metodologi Penelitian: Penelitian Kontemporer Bidang Ekonomi dan Bisnis*. Penerbit CV. Pena Persada. penerbit.penapersada@gmail.com
- Ferraro, J. R. 2014. *Practical Fourier Transform Infrared Spectroscopy: Industrial and laboratory chemical analysis*. Saint Louis: Elsevier Science.
- Hayati, E. K., & Hanapi, A. 2017. Diktat Praktikum Kimia Instrumen. *Laboratorium Kimia Instrumen Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang*.
- Kristianingrum, S. 2016. Gambar 22. Model ikatan kimia. *Handout Spektroskopi Infra Merah.*, 1(1),1–15. Lab. Jurusan Kimia FMIPA Undiksha. 2021. *Log Book Penggunaan Alat-Alat Instrumen*.
- Masna Arisah Nasution. 2019. Penetapan Kadar Kloramfenikol dalam Sediaan Kapsul dengan Nama Dagang dan Generik Secara Spektrofotometri Fourier Transform Infra Red (FTIR). Skripsi. Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara
- Martin Sulistyani. 2018. Spektroskopi Fourier Transform Infra Red Metode Reflektansi (Atr-Ftir) Pada Optimasi Pengukuran Spektrum Vibrasi Vitamin C. *Temapela*, 1(2), 39–43. <https://doi.org/https://doi.org/10.25077/temapela.1.2.39-43.2018>
- Moffat, A.C., Osselton, M.D., dan W. B. 2011. *Clarke's Analysis of Drugs and Poisons in Pharmaceuticals, Body Fluids and Postmortem Material. Fourth Edi*, 1856.
- Rohman, A. 2014. *Spektroskopi Inframerah dan Kemometrika Untuk Analisis Farmasi*. Pustaka Pelajar.
- Salmaa. 2021. *Desain Penelitian: Pengertian, Jenis, dan Contoh Lengkap*. <https://penerbitdeepublish.com/desain-penelitian/>
- Sulistiyani, M., & Huda, N. 2017. Indonesian Journal of Chemical Science Optimasi Pengukuran Spektrum Vibrasi Sampel Protein Menggunakan Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FT-IR). In *J. Chem. Sci* (Vol. 6, Issue 2). <http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>
- Theakstone, A. G., Rinaldi, C., Butler, H. J., Cameron, J. M., Confield, L. R., Rutherford, S. H., Sala, A.,

Sangamnerkar, S., & Baker, M. J. 2021. Fourier Transform Infrared Spectroscopy of Biofluids: A practical approach. *Translational Biophotonics*, 3(2). <https://doi.org/10.1002/tbio.202000025>  
*Spectral Database for Organic Compounds*, SDBS. [https://sdbs.db.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/cre\\_index.cgi](https://sdbs.db.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/cre_index.cgi). diakses : 24-08-2022  
*IR Spektrum Benzoic Acid*. [www.webbook.nist.gov/chemistry](http://www.webbook.nist.gov/chemistry). diakses : 24-08-2022