

## **II. TINJAUAN PUSTAKA**

### **A. Nanopartikel**

Saat ini perkembangan teknologi tidak terlepas dari material nano. Meningkatnya kebutuhan industri akan ukuran partikel yang semakin kecil menyebabkan nanopartikel mengalami kemajuan pesat. Pemanfaatan material nanopartikel kini tidak hanya di bidang farmasi maupun bioteknologi (Jahanshahi dan Babaei, 2008). Namun juga memiliki peran penting dalam bidang material konduktor, fotonik, elektronik, sensor, serta berbagai teknologi lain dalam penanganan pencemaran lingkungan. Suatu material dapat dinyatakan sebagai nanopartikel apabila mempunyai rentang ukuran dari 1 hingga 100 nm (Sietsma *et al.*, 2007). Material nanopartikel secara luas telah banyak menarik perhatian para peneliti. Hal ini dikarenakan material nanopartikel memiliki ukuran partikel yang sangat kecil dan sifat permukaannya dapat dengan mudah diatur dan diubah sesuai pemanfaatannya.

Abdullah (2008) menjelaskan bahwa terdapat dua poin utama yang menjadikan material nanopartikel lebih unggul dibandingkan dengan material besarnya (*bulk*). Pertama, ukuran yang sangat kecil, menyebabkan material nanopartikel memiliki angka perbandingan yang besar antara luas permukaan dan volumenya. Sehingga bersifat lebih reaktif, karena hanya atom-atom di permukaan saja yang akan saling

bersentuhan langsung dengan material lain. Kedua, perubah sifat, seperti sifat kekuatan mekanik, transparansi, konduktifitas listrik dan magnetisasi pada material nanopartikel yang berkaitan dengan fenomena kuantum akibat pengaruh keterbatasan ruang gerak. Sedangkan perbandingan jumlah atom yang menempati luas permukaan dan volume berkaitan dengan perubahan sifat seperti titik leleh, titik didih dan reaktivitas kimia dari material nanopartikel tersebut.

Preparasi material nanopartikel juga menunjukkan potensi dalam bidang katalis. Hal ini dikarenakan suatu material nanopartikel memiliki luas area permukaan yang cukup tinggi dan rasio atom-atomnya dapat menyebar merata pada permukaan serta dapat meningkatkan stabilitas termal. Hal ini menguntungkan terjadinya transfer massa di dalam pori-pori akan memberikan kemudahan reaktan untuk dapat berdifusi sampai masuk ke dalam situs aktif dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegren *et al.*, 2003).

Menurut Alleman (1993) material nanopartikel dapat disintesis dari metode pemecahan material makro molekul melalui reduksi *top down* dan *bottom up*. *Top down* merupakan proses yang berawal dari *bulk* kemudian menjadi serbuk dan menjadi material nanopartikel, tanpa melibatkan reaksi kimia. Sedangkan *bottom up* merupakan proses yang melibatkan reaksi kimia dari gabungan partikel-partikel atom yang membentuk molekul lalu menjadi material nanopartikel. Sintesis material nanopartikel dengan atom logam melalui reaksi kimia harus dilengkapi dengan penggunaan senyawa organik yang nantinya akan membentuk susunan teratur pada permukaan logam tersebut. Bagian senyawa organik yang

bersifat hidrofobik akan langsung teradsorpsi pada permukaan nanopartikel logam dan bagian yang bersifat hidrofilik akan berada pada bulk larutan. Senyawa organik tersebut (surfaktan dan polimer) dapat mengontrol kecepatan reduksi dan agregasi yang terjadi pada nanopartikel logam (Hanke, 2001).

Dalam bidang katalis telah banyak peneliti yang mampu menghasilkan nanokatalis dengan metode nanopartikel yang umum digunakan, seperti metode hidrotermal (Ohara *et al.*, 2004), metode simple heating (Abdullah dkk, 2008), metode *combustion*, metode sintesis koloid (Soderlind, 2008), metode kopresipitasi (Kanade *et al.*, 2006) dan metode sol-gel (Ismunandar, 2006).

## B. Katalis

Katalis memiliki peranan penting dalam berbagai proses industri, baik pada industri energi, farmasi dan bahan kimia lainnya. Penggunaan senyawa organik maupun anorganik yang tepat sebagai salah satu unsur terpenting dalam proses sintesis katalis, sangat menarik untuk diteliti dan dimodifikasi, sehingga diharapkan dapat meningkatkan efisiensi dan aktifitas kerja katalis serta dapat semaksimal mungkin mengurangi efek samping yang akan ditimbulkan ke lingkungan (Clark, 2001).

Katalis merupakan suatu zat yang mampu meningkatkan laju suatu reaksi, tanpa mengalami perubahan apapun dan secara termodinamika tidak akan mempengaruhi nilai ketetapan kesetimbangan. Sebenarnya dalam suatu reaksi, katalis ikut terlibat membentuk ikatan dengan molekul yang ada untuk saling bereaksi membentuk produk yang kemudian pada akhir reaksi akan kembali ke

bentuk semula. Maka dari itu, katalis tidak memberikan tambahan energi pada sistem, tapi menurunkan energi aktivasi, yang menyebabkan reaksi berlangsung lebih cepat. Penurunan energi aktivasi tersebut terjadi akibat adanya interaksi antara reaktan dengan situs-situs aktif yang terdapat pada katalis (Anderson *et al.*, 1976).

Dalam Nasikin dan Susanto (2010) katalis pada umumnya memiliki sifat-sifat sebagai berikut :

### 1. Aktivitas

Katalis harus memiliki kemampuan untuk dapat aktif bereaksi. Keaktifan tersebut dapat dibuktikan dari hasil kerja katalis dalam mengubah bahan baku menjadi produk baru yang diinginkan. Katalis dikatakan memiliki aktivitas yang baik, jika katalis mampu menuju kesetimbangan dengan waktu yang sangat singkat.

### 2. Selektivitas

Katalis harus memiliki kemampuan untuk dapat menghasilkan produk yang diinginkan. Selektivitas diperlukan dalam pemilihan setiap material yang akan digunakan. Hal ini dikarenakan dalam suatu proses reaksi, terdapat zat yang berperan dalam meningkatkan laju reaksi, namun juga dapat menjadi penghambat pada proses lainnya. Katalis dikatakan memiliki selektivitas yang baik, jika katalis mampu secara efektif meningkatkan jumlah produk yang diinginkan.

### 3. Stabilitas

Katalis harus memiliki kemampuan untuk dapat menghadapi racun atau zat lain yang mungkin dapat merusak kinerja dari katalis itu sendiri. Stabilitas katalis dalam proses reaksi akan berpengaruh pada produk yang dihasilkan.

#### 4. Waktu Hidup

Katalis harus memiliki kemampuan untuk bertahan pada level yang cukup sesuai kinerja katalis yang diinginkan. Masa hidup katalis dipengaruhi oleh aktivitas dari katalis.

#### 5. Regenerasi

Katalis harus memiliki sifat mudah diregenerasi. Sifat ini akan memberi kemudahan dalam meminimumkan setiap gangguan yang terjadi saat bereaksi.

#### 6. Kekuatan mekanik

Katalis harus memiliki kemampuan untuk dapat digunakan dalam kondisi apapun, meskipun dalam tekanan dan temperatur tinggi.

Berdasarkan fasanya, katalis digolongkan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan fasa reaktan. Katalis ini memiliki beberapa kekurangan yaitu sulit dipisahkan dari campuran reaksi sehingga tidak dapat digunakan kembali dan pada akhirnya akan ikut terbuang sebagai limbah yang dapat mencemarkan lingkungan serta bersifat korosif (Kirk and Othmer, 1980). Sedangkan katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan reaktan. Katalis ini berada pada fasa padat sedangkan reaktan berada pada fasa cair atau gas. Aktivitas optimum dari suatu katalis heterogen sangat bergantung pada komponen penyusunnya.

Pada katalis heterogen terdapat 2 komponen penyusun, yaitu penyangga dan situs aktif (dopan). Fungsi utama dari penyangga adalah mampu menyediakan luas permukaan yang besar (memadai) yang bertujuan memperluas kontak langsung antara situs aktif dan reaktan sehingga menghindari penggumpalan dan dapat

meningkatkan sifat katalitiknya. Penyangga sebaiknya merupakan senyawa pembawa yang inert terhadap reaksi yang tidak diinginkan, seperti alumina, silika dan karbon aktif (Hegedus *et al.*, 1987). Sedangkan situs aktif umumnya adalah logam oksida dari logam-logam transisi deret pertama, seperti: Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, dan Zn yang memiliki orbital d yang masih kekurangan elektron sehingga dapat menangkap elektron dari reaktan dan membentuk ikatan yang kuat.

Penggunaan katalis heterogen lebih disukai dibandingkan katalis homogen karena memiliki berbagai keunggulan. Antara lain memiliki efisiensi yang tinggi, tidak korosif, dapat dipisahkan dari campuran reaksi, dan dapat digunakan secara berulang (Moffat, 1990; Frenzer and Maier, 2006). Oleh karena itu dalam penelitian ini digunakan katalis  $\text{Ni}_{0,7}\text{Cu}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$  sebagai katalis heterogen.

### C. Metode Preparasi Katalis

Metode preparasi merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi karakteristik suatu katalis. Pemilihan metode preparasi yang tepat akan menunjukkan hasil karakteristik katalis yang diharapkan memiliki aktivitas, selektivitas dan stabilitas yang maksimal. Metode preparasi tersebut terdiri dari tiga tahapan, yaitu:

#### 1. Distribusi komponen prekursor pada permukaan penyangga

Pada tahap ini metode yang umum digunakan adalah metode sol gel. Metode sol-gel merupakan suatu metode sintesis berdasarkan reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa padat kontinue (gel). Pada proses

ini dibutuhkan peran dari prekursor aktif, umumnya berupa logam-logam anorganik atau senyawa logam organik yang dikelilingi oleh ligan reaktif seperti logam alkoksida. Hal ini dikarenakan sifat logam alkoksida yang mudah bereaksi dengan air.

Beberapa keunggulan metode sol-gel yaitu :

- Memiliki tingkat stabilitas termal dan mekanik yang baik.
- Memiliki daya tahan pelarut dan kehomogenan yang baik.
- Memiliki kemurnian yang tinggi karena dapat meminimalkan kehilangan bahan akibat penguapan

Metode sol-gel sendiri meliputi hidrolisis,kondensasi, pematangan gel dan pengeringan. (1) Logam prekursor (alkoksida) secara bertahap dihidrolisis membentuk sol koloid. Hidrolisis mengantikan ligan (-OR) menjadi gugus hidroksil (-OH). Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio pelarut polimer yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat. (2) Terjadi proses gelasi dari sol koloid menjadi gel dengan membentuk jaringan dalam fasa cair yang kontinue, reaksi kondensasi ini melibatkan gugus hidroksil yang terdapat pada sol koloid. (3) Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel agar jaringan gel yang terbentuk menjadi lebih kaku, kuat, dan menyusut didalam larutan. (4) Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan yang tidak diinginkan untuk menghasilkan katalis dengan luas permukaan tinggi.

## 2. Pengeringan

Pada proses sintesis katalis, molekul-molekul pelarut juga ikut terperangkap dalam pori-pori katalis. Oleh karena itu, pelarut harus dihilangkan dari zat padatnya sampai nilai kadar airnya rendah dengan cara pengeringan. Umumnya pengeringan dapat dilakukan dengan pemanasan pada temperatur 120 °C. Namun, pemanasan dapat menyebabkan tidak merata warna katalis dan rusaknya situs aktif katalis sehingga aktivitas katalis tidak optimal. Peningkatan temperatur yang lebih tinggi juga dapat menyebabkan kerusakan terhadap pembentukan kisi kristal katalis dan luas permukaannya. Maka diperlukan metode lain yang lebih baik untuk mengatasi permasalahan tersebut. *Freeze Dry* merupakan suatu alat pengeringan yang termasuk kedalam *Conduction Dryer*, dimana proses perpindahan terjadi secara tidak langsung antara sampel yang akan dikeringkan (bahan basah) dan media pemanas, dimana terdapat dinding pembatas sehingga air dalam sampel (bahan basah) yang terlepas tidak terbawa bersama media pemanas tapi perpindahan panas terjadi secara konduksi.

*Freeze drying* adalah salah satu metode pengeringan yang dapat mempertahankan mutu hasil pengeringan. Dimana mampu menghilangkan air hidrat dalam rongga prekursor katalis tanpa merusak struktur jaringan katalis tersebut karena memiliki efektivitas yang tinggi. Untuk proses pengeringan menggunakan *freeze dryer*, menurut Muchtadi (1992), sampel yang akan dikeringkan terlebih dahulu dibekukan agar air yang terperangkap diubah menjadi kristal-kristal es. Selanjutnya pengeringan dilakukan menggunakan tekanan rendah agar kandungan air yang sudah menjadi kristal kristal es akan

langsung tervakum dan terbuang menjadi uap, dikenal dengan istilah sublimasi. Pengeringan menggunakan alat *freeze dryer* lebih baik dibandingkan dengan oven karena kadar airnya lebih rendah sampai 1%. Pengeringan menggunakan alat *freeze dryer* lebih aman terhadap resiko terjadinya degradasi senyawa dalam sampel. Hal ini mungkin dikarenakan penggunaan temperatur yang relatif rendah saat pengering dan lamanya proses pengeringan membuat sampel lebih stabil dibandingkan dengan metode pengeringan yang lain. Keuntungan menggunakan metode *freezer drying* yaitu hasilnya homogen, murni, dengan ukuran partikel dapat diproduksi kembali serta memiliki aktivitas yang seragam (Bermejo *et al.*, 1997).

Keunggulan pengeringan menggunakan alat *freeze dryer* dibandingkan metoda lainnya, antara lain adalah :

- a. Dapat mempertahankan stabilitas produk dan struktur bahan (menghindari pengkerutan bentuk, perubahan aroma, warna, dan unsur organoleptik lain).
- b. Dapat meningkatkan daya rehidrasi (hasil pengeringan sangat berongga sehingga daya rehidrasi sangat tinggi dan dapat kembali ke sifat fisiologis, organoleptik dan bentuk fisik yang hampir sama dengan sebelum pengeringan).

### **3. Kalsinasi**

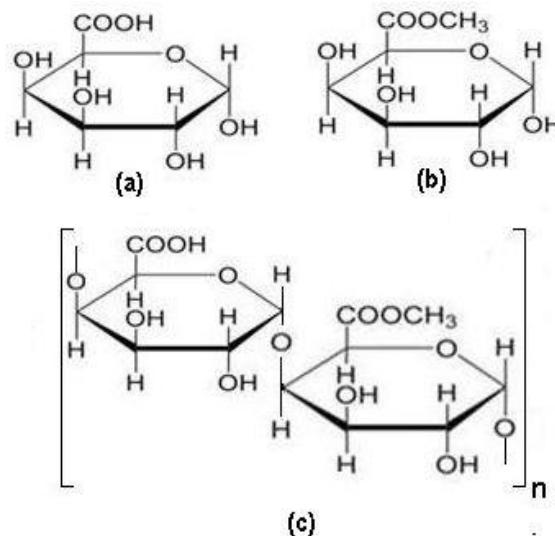
Kalsinasi merupakan proses pemanasan suatu zat padat pada suhu tinggi dibawah titik lelehnya yang dilakukan secara bertahap dengan laju dan derajat kenaikan yang konstan. Kalsinasi dibutuhkan pada zat padat seperti katalis untuk dapat mengubah kristal-kristal yang ada sehingga diperoleh ukuran

partikel yang lebih optimum. Perubahan ini terjadi karena atom-atom karbon, hidrogen dan oksigen dapat teruapkan menjadi air dan karbon dioksida.

Pada proses kalsinasi terjadi tiga tahapan penting, yaitu pada kisaran suhu 120°C-300°C akan terjadi pelepasan molekul air ( $H_2O$ ) yang masih terikat pada prekursor katalis. Kemudian pada kisaran suhu 550°C akan terjadi pelepasan gas  $CO_2$  dan gas-gas lain akibat reaksi oksida yang terbentuk dengan penyangga. Setelah itu dibutuhkan pemanasan lanjutan ( $> 600^\circ C$ ) untuk membentuk ikatan yang lebih kuat dan tidak mudah lepas pada katalis sehingga stabilisasi sifat-sifat mekaniknya akan semakin meningkat, pada tahap ini prekursor katalis telah berubah menjadi padatan yang mengandung fasa kristalin. Katalis yang telah dikalsinasi akan dapat bertahan lebih lama dalam masa penyimpanannya dan tidak aktif.

#### **D. Pektin**

Pektin merupakan suatu polimer dari polisakarida yang memiliki bobot molekul tinggi dan terkandung dalam lamella tengah dinding sel pada tumbuhan darat. Polisakarida ini tersusun atas monomer-monomer  $\alpha$ -D-galakturonat yang membentuk rantai lurus dan saling terikat satu sama lain oleh ikatan  $\alpha - 1,4 -$  glikosidik (Sriamornsak, 1998). Pada umumnya larutan pektin bersifat asam. Hal ini dikarenakan adanya gugus karboksil pada rantai panjang struktur pektin. Namun, sebagian dari gugus karboksil tersebut secara alami juga termetoksilasi menjadi gugus metoksil (Yujaroen *et al.*, 2008).



Gambar 1. (a) Struktur  $\alpha$ -galakturonat, (b) Stuktur metilasi  $\alpha$ -galakturonat  
(c) Struktur pektin

Buah-buahan dan sayuran merupakan sumber paling utama dalam isolasi senyawa pektin, seperti pada kulit apel pomace kering (10-15%), kulit jeruk (20-30%) (May, 1990), bunga matahari (15-25%), (Ridley *et al.*, 2001), kulit buah coklat (8-11%) (Adomako, 1972), buah pisang (22,4%), terong ( $\pm 11\%$ ), dan bayam (11,58%) (Kertesz, 1951). Isolasi pektin paling sederhana dapat dilakukan dengan cara ekstraksi. Dalam proses ekstraksi, pektin akan mengalami perubahan senyawa yang disebabkan oleh proses hidrolisis. Senyawa pektin diklasifikasikan menjadi 3 bagian, yaitu protopektin, asam pektinat dan asam pektat (Farobie, 2006).

Protopektin adalah poligalakturonat yang seluruh gugus karboksilnya saling berikatan dengan ion Mg<sup>2+</sup> atau ion Ca<sup>2+</sup> membentuk garam pektinat, yang menyebabkan protopektin tidak larut dalam air. Hal inilah yang memberi sifat lengket pada kulit buah dan sayuran. Tanpa kehadiran kedua ion tersebut,

protopektin dapat terlarut dalam air dengan reaksi hidrolisis. Asam pektinat adalah poligalakturonat yang sebagian gugus karboksilnya telah mengalami reaksi esterifikasi dengan metanol, sehingga mengandung gugus metil ester dan bersifat koloid. Sedangkan asam pektat adalah poligalakturonat yang juga bersifat koloid dan seluruh gugus karboksilnya terbebas dari gugus metil ester.

Saat ini pemanfaatan pektin cukup luas, baik dalam bidang industri pangan maupun non-pangan. Pektin yang digunakan pada produk non pangan antara lain dalam bidang farmasi untuk obat diare sebagai adsorbent dalam usus, untuk menurunkan kadar kolesterol darah dan juga digunakan untuk menyembuhan luka sebagai pembekuan darah (Akhmalludin, 2005). Pektin dapat pula digunakan sebagai bahan pengental lateks dalam industri karet, dapat juga meningkatkan kualitas warna, stabilitas, kekentalan dan konsistensi produk karet yang dihasilkan. Dalam industri kertas dan textile, pektin digunakan sebagai bahan pengisi, karena dapat memberi bentuk lapisan yang baik (Towle and Christensen, 1973). Sedangkan dalam industri produk pangan, secara meluas pektin digunakan sebagai bahan penstabil dan bahan pembentuk gel (pengental dalam makanan) pada pembuatan saus, sari buah, jeli, selai berdasarkan kadar metoksil yang dimiliki (Glicksman, 1969).

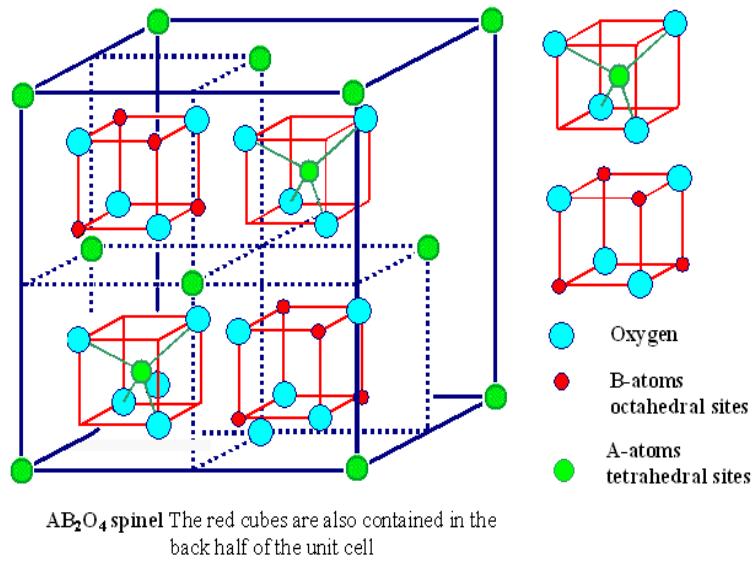
Salah satu faktor yang menentukan mutu pektin adalah kadar asam galakturonat. Semakin tinggi nilai kadar asam galakturonat, maka pektin semakin berkualitas baik. Untuk memperoleh kadar asam galakturonat yang tinggi dapat dilakukan dengan cara meningkatkan waktu ekstraksi. Sehingga laju reaksi hidrolisis protopektin menjadi asam galakturonat juga semakin meningkat. Sedangkan pada

kondisi asam, ikatan glikosidik gugus metil ester dari pektin juga akan cenderung terhidrolisis menghasilkan asam galakturonat (Nelson *et al.*, 1977). Faktor lain yang juga menentukan mutu pektin adalah kadar metoksil yang terkandung (Goycoolea dan Adriana, 2003). Kadar metoksil menyatakan besarnya Derajat esterifikasi pada pektin (Degree of Esterification/ DE), yang menunjukkan persentase gugus karbonil yang telah teresterifikasi dengan metanol pada asam galakturonat. Kadar asam galakturonat dan kadar metoksil pada pektin memiliki peranan penting dalam menentukan sifat kelarutan pektin dan mempengaruhi kemampuan mengel dari pektin itu sendiri (Constenla and Lozano, 2006).

Pektin akan mudah terdekomposisi dan terlarut di dalam air, jika memiliki DE lebih dari 50%, dengan pH 5-6 pada temperatur ruang. Pektin ini tergolong dalam High Methoxyl Pectin (HMP). Sedangkan pektin yang tergolong dalam Low Methoxyl Pectin (LMP) yaitu pektin dengan DE kurang dari 50% dan hanya dapat larut di dalam alkali serta asam oksalat. Pektin yang umum dipasarkan adalah pektin jenis HMP. Jenis ini secara thermal akan cepat membentuk gel pada pH (<3,5) dengan asam dan gula seperti sukrosa. Namun pada pektin jenis LMP, pembentukan gel dapat terbentuk pada pH yang rendah (pH 3-4,5) dengan penambahan ion-ion kalsium (Kohn, 1982). Semakin rendah kadar metoksil maka jumlah gugus aktif pada rantai pektin akan semakin banyak, yang menyebabkan meningkatnya aktivitas pengikatan terhadap ion logam, sehingga pektin jenis LMP dapat digunakan sebagai pengkhelat pada preparasi katalis. Pektin jenis LMP dapat dihasilkan dari HMP dengan proses demetilasi.

## E. Spinel Ferite

Spinel ferite adalah salah satu bentuk struktur katalis yang memiliki rumus umum  $\text{AB}_2\text{O}_4$  yang membentuk kubus. Struktur ini terdiri atas 2 tipe. Tipe A merupakan kation-kation bervalensi 2, yang akan menempati posisi tetrahedral dalam struktur kristalnya, sedangkan tipe B merupakan kation-kation bervalensi 3, yang nantinya akan menempati posisi oktahedral dalam struktur kristal dan terdistribusi pada lattice fcc yang terbentuk oleh ion  $\text{O}^{2-}$  (Faungnawakij *et al.*, 2009). Kation-kation bervalensi pada tipe A, seperti Fe, Ni, Co, dll dan pada tipe B umumnya Fe, Mn, Cr (Almeida *et al.*, 2008). Gambar 2 berikut adalah struktur kristal spinel ferite.



Gambar 2. Struktur Kristal Spinel Ferite.

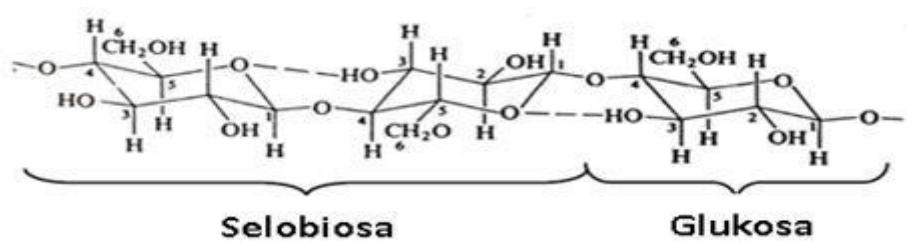
Terdapat tiga bentuk distribusi kation-kation dalam struktur spinel, yaitu keadaan normal, keadaan terbalik (*inverse*) dan keadaan antara normal dan terbalik. Pada keadaan normal ion-ion logam bervalensi 2 akan terletak pada posisi tetrahedral atau dapat dituliskan  $(\text{M}^{2+})_{\text{A}}[\text{M}_2^{3+}]_{\text{B}}\text{O}_4$ , pada keadaan terbalik (*inverse*) ion-ion logam bervalensi 2 akan terletak pada posisi oktahedral atau dapat dituliskan

$(M^{3+})_A[M^{2+}M^{3+}]_B O_4$  dan keadaan antara normal dan terbalik, setengah dari ion-ion logam bervalensi 2 dan 3 akan menempati posisi tetrahedral dan oktahedral atau dapat dituliskan  $(M^{2+}M^{3+})_A[M_{1-x}^{2+}M_{2-x}^{3+}]_B O_4$  (Manova *et al.*, 2005).

Salah satu spinel ferite yang telah banyak digunakan sebagai katalis adalah nikel ferite ( $NiFe_2O_4$ ). Nikel ferite ini memiliki struktur spinel terbalik (*inverse*) yang mana setengah dari ion Fe mengisi pada posisi tetrahedral (posisi A) dan sisanya menempati posisi pada oktahedral (posisi B) hal ini dapat dituliskan dengan rumus  $(Fe^{3+})_{1.0}[Ni^{2+}_{1.0}Fe^{3+}_{1.0}]O^{2-}_4$  (Amalia, 2013).

## F. Selulosa

Selulosa merupakan biomassa yang paling berlimpah di alam, umumnya selulosa banyak terdapat pada kayu dan dinding sel tanaman bisa mencapai 40-50% (Fukuoka and Dhepe, 2008). Selulosa adalah polisakarida yang tersusun atas molekul-molekul  $\beta$ -D-glukosa, membentuk rantai lurus dan saling terikat satu sama lain oleh ikatan  $\beta - 1,4$  – glikosidik juga mempunyai massa molekul relatif tinggi yang setara dengan 5.000 unit glukosa. Keberadaan selulosa tidak pernah terlepas dari polisakarida biomassa karbohidrat lainnya, seperti hemiselulosa dan lignin (Frieder, 2002).



Gambar 3. Struktur Selulosa

Hidrolisis sempurna dari selulosa akan menghasilkan monosakarida yaitu glukosa, sedangkan hidrolisis yang tidak sempurna akan menghasilkan oligosakarida dari selulosa yaitu selobiosa. Namun, proses hidrolisis yang sempurna sangat sulit untuk dilakukan. Hal ini dikarenakan keberadaan hemiselulosa dan lignin dapat menghambat proses hidrolisis. Selulosa dapat dihidrolisis menjadi gula reduksi (glukosa, fruktosa, selbiosa) dengan menggunakan media air dan dibantu dengan katalis asam atau enzim (Huber *et al.*, 2006), degradasi dengan *supercritical water* (Saka and Ueno, 1999), depolimerisasi dalam cairan ionik (Rinaldi *et al.*, 2010), dan pirolisis suhu tinggi dengan atau tanpa katalis (Carlson *et al.*, 2008).

Hasil hidrolisis selulosa dapat dikonversi menjadi gula alkohol (sorbitol, mannitol, xylitol) serta glukosa anhidrat. Dimana hasil konversi ini dapat dipergunakan lebih lanjut sebagai produksi bahan kimia atau bahan produksi biofuel karena memiliki banyak manfaat lainnya (Hansen *et al.*, 2006).

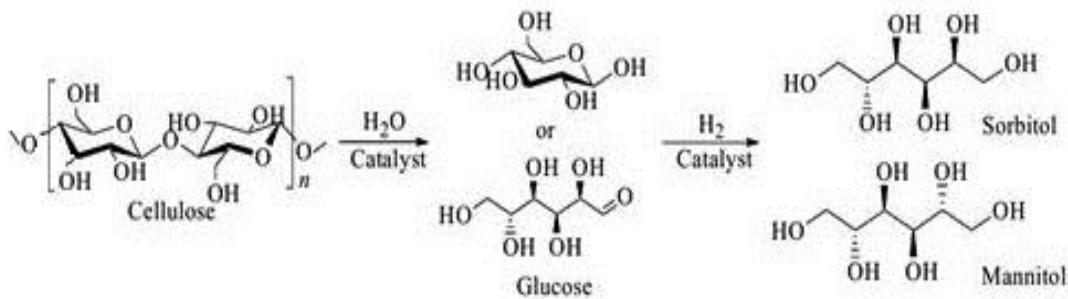
Konversi dipengaruhi oleh berbagai faktor lain seperti indeks kristalinitas, tingkat polimerisasi, dan fraksi gugus ujung yang terikat dengan substrat. Indeks kristalinitas merupakan faktor utama dalam proses konversi selulosa. Hal ini dikarenakan struktur kristal yang dimiliki selulosa sebagai hasil ikatan jaringan hidrogen yang luas, mampu membuat selulosa tahan terhadap reaksi enzimatik. Jika struktur kristal yang dimiliki selulosa semakin kristalin, maka katalis akan semakin sulit untuk berinteraksi dengan situs inti kristal pada selulosa (Zang *et al.*, 2010). Oleh karena itu dibutuhkan pemilihan katalis yang tepat yang mampu memberikan aktivitas katalitik yang optimal.

## G. Gula Alkohol

Gula alkohol atau poliol merupakan hasil turunan sakarida yang gugus karbonilnya dapat tereduksi membentuk gugus hidroksil. Secara kimia disebut sebagai gula alkohol karena bagian strukturnya mirip dengan alkohol dan rasanya menyerupai gula tebu. Rasa manis yang dimiliki menjadikan gula alkohol sebagai pemanis yang rendah kalori, sehingga sering digunakan sebagai pemanis untuk penderita diabetes karena tidak menaikkan kadar glukosa darah. Bentuk gula alkohol diantaranya yaitu sorbitol,mannitol,xylitol,erythritol,maltitol,laksitol,palatinit,dll.

### 1. Sorbitol dan Mannitol

Sorbitol dan mannitol adalah gula alkohol yang terdiri dari enam rantai karbon dengan rumus kimia  $C_6H_{14}O_6$  dan BM 182,17 g/mol. Sorbitol dan mannitol memiliki sifat tidak reaktif dan tidak higroskopis, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai eksipien pada produksi tablet kunyah dan granulasi serbuk. Produksi sorbitol dan mannitol umumnya dilakukan dengan bahan baku selulosa, fruktosa, sukrosa, glukosa atau sirup glukosa-fruktosa. Dari hasil konversi tersebut untuk mendapat serbuk sorbitol dan mannitol murni dapat dilakukan pemisahan dengan proses kristalisasi fraksional. Dalam proses ini, mannitol akan mengalami pengkristalan terlebih dahulu daripada sorbitol berdasarkan perbedaan sifat kelarutannya. Kelarutan sorbitol adalah 235 g /100 g air dan manitol 22 g /100 g air (Suro, 2012).



Gambar 4. Reaksi konversi selulosa menjadi sorbitol dan mannitol

Gambar.4 merupakan tahapan proses konversi selulosa menjadi sorbitol dan mannitol. Pada tahap awal selulosa akan terlebih dahulu mengalami hidrolisis menjadi monomer-monomer glukosa yang kemudian mengalami reaksi hidrogenasi dengan bantuan katalis asam dan tekanan tinggi sampai keadaan *superacid* dibawah kondisi kritis dalam waktu serta temperatur yang tinggi. Sedangkan pada kondisi dan temperatur yang lebih ekstrim lagi ( $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) dapat dihasilkan gas seperti  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CH}_4$  dan  $\text{H}_2$  (Osada *et al.*, 2004). Seperti yang dapat dilihat pada Tabel.1

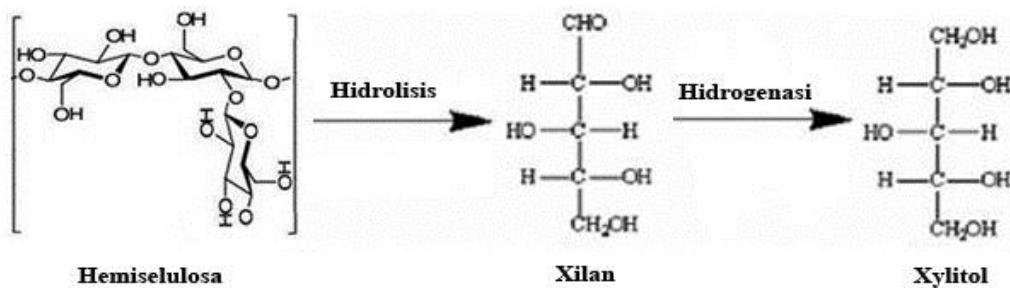
Tabel 1.Pengaruh tekanan, waktu dan temperatur terhadap rendemen gula alkohol (Jiping *et al*, 2013)

Catalyst	Pressure (MPa)	T/ $^{\circ}\text{C}$	Time (h)	Yield (%)
Pt/ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5 (rt)	190	24	Sorbitol (25) Mannitol (6)
Ru/C	6	245	0.5	Sorbitol(34.6) Mannitol(11.4)
Ru/CNT	5	185	24	Sorbitol ( 69) Mannitol (4)
Ni/CNF	6	230	4	Sorbitol (50.3) Mannitol (6.2)
Ni <sub>2</sub> P/AC	6 (rt)	225	1.5	Sorbitol (48.4) Mannitol( 4.7)
Ru/C+HPA	9.5	190	1	Sugar alcohols (85)
Ru/C+HPA	5 (rt)	160	7	Sugar alcohols ( 81)

## 2. Xylitol

Xylitol merupakan gula alkohol yang terdiri dari lima rantai karbon yang banyak terdapat di alam khususnya pada buah-buahan dan sayuran, dengan rumus kimia  $C_5H_{12}O_5$  dan BM 152,15 g/mol. Senyawa ini merupakan gula tereduksi yang memiliki kelarutan 169 g/ 100 g air dengan pH 5-7, dimana kemanisannya sama dengan sukrosa bahkan lebih manis dibandingkan gula alkohol lainnya. Hal ini menyebabkan xylitol sering digunakan sebagai pengganti gula dalam industri pengolahan makanan seperti pada produk industri coklat, permen, es krim, selai, jus juga pada produksi roti dan minuman.

Sama halnya dengan sorbitol dan mannitol, xylitol juga dapat dikonversi dari bahan lignoselulosa khususnya hemiselulosa atau xilan. Melalui proses hidrolisis xilan akan membentuk xilosa dan arabinosa yang kemudian dapat dihidrogenasi menjadi xylitol. Reaksi konversi dapat dilihat pada Gambar 5



Gambar 5. Reaksi konversi xylitol

Pada penelitian ini selulosa yang akan dikonversi diharapkan menjadi gula alkohol (manitol, sorbitol, maupun xylitol) dengan reaksi katalitik menggunakan katalis  $Ni_{0,7}Cu_{0,3}Fe_2O_4$  dengan penambahan aliran gas hidrogen.

## H. Karakterisasi Katalis

### 1. Penentuan Keasaman Katalis

Analisis keasaman katalis dilakukan dengan metode gravimetri dan dilanjutkan dengan menggunakan instrumentasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

#### a. Gravimetri

Aktivitas katalis dipengaruhi oleh besarnya keasaman dari katalis tersebut.

Semakin banyak jumlah situs asam suatu katalis, maka situs aktif yang terkandung dalam katalis juga semakin banyak. Sehingga aktivitas katalitik katalis juga semakin meningkat. Situs asam katalis dapat ditentukan berdasarkan kekuatan asam Lewis, sebagai akseptor pasangan elektron dan asam Brønsted – Lowry, sebagai donor proton (Burch *et al.*, 2002). Penentuan jumlah situs asam dalam katalis dapat dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri dengan cara menghitung jumlah basa yang teradsorpsi secara kimia (kemisorpsi) dalam fase gas (ASTM, 2005). Basa yang dapat digunakan sebagai adsorbat adalah amoniak, piridin, piperidin, quinolin, trimetil amin, dan pirol (Richardson, 1989).

Berikut merupakan cara mengukur keasaman atau menghitung banyaknya jumlah mol basa yang teradsorpsi pada permukaan katalis menggunakan piridin sebagai basa adsorban (Rodiansono *et al.*, 2007).

$$\text{Keasaman} = \frac{(w_3 - w_2)}{(w_2 - w_1)BM} \times 1000 \text{ mmol/gr}$$

Dimana,  $w_1$  = Berat wadah kosong

$w_2$  = Berat wadah + katalis

$w_3$  = Berat wadah + katalis yang telah mengadsorpsi piridin

BM = Bobot molekul piridin.

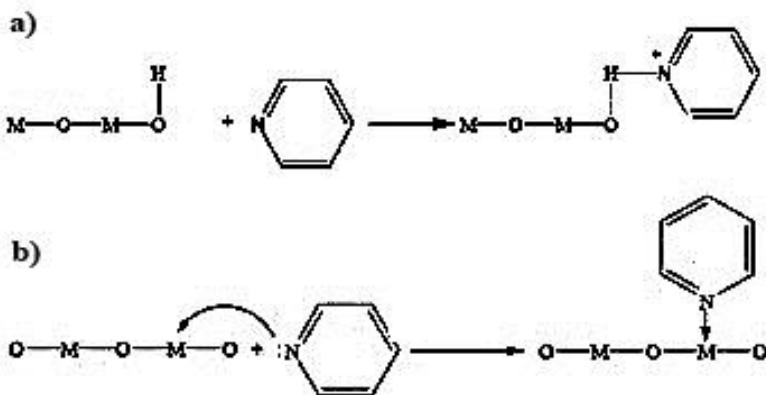
### b. Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Penentuan jenis situs asam pada katalis dilakukan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Katalis yang telah dibiarkan mengadsorpsi basa adsorban kemudian dianalisis untuk diidentifikasi keberadaan situs asamnya melalui puncak serapan. FTIR merupakan suatu metode analisis yang mengamati interaksi antar atom-atom dalam molekul berdasarkan perubahan vibrasi-vibrasi yang terbentuk pada saat sampel teradsorpsi dengan energi khusus dan dilewati oleh sinar inframerah (Ayyad, 2011). Sinar inframerah ini berada pada jangkauan panjang gelombang 2,5 – 25  $\mu\text{m}$  atau jangkauan frekuensi  $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ . Hal ini karena di daerah jangkauan antara  $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  adalah daerah khusus yang berguna untuk identifikasi gugus fungsional.

Prinsip dasar dari analisis FTIR adalah penyerapan radiasi elektromagnetik oleh gugus-gugus fungsi tertentu dengan energi vibrasi dalam bentuk spektrum. Besarnya bilangan gelombang yang akan muncul bergantung pada kekuatan ikatan dan massa atom yang melakukan ikatan kimia. Saat sampel dilewati sinar inframerah, maka sejumlah frekuensi akan diserap dan sebagian lainnya ditransmisikan, selanjutnya diterjemahkan kedalam

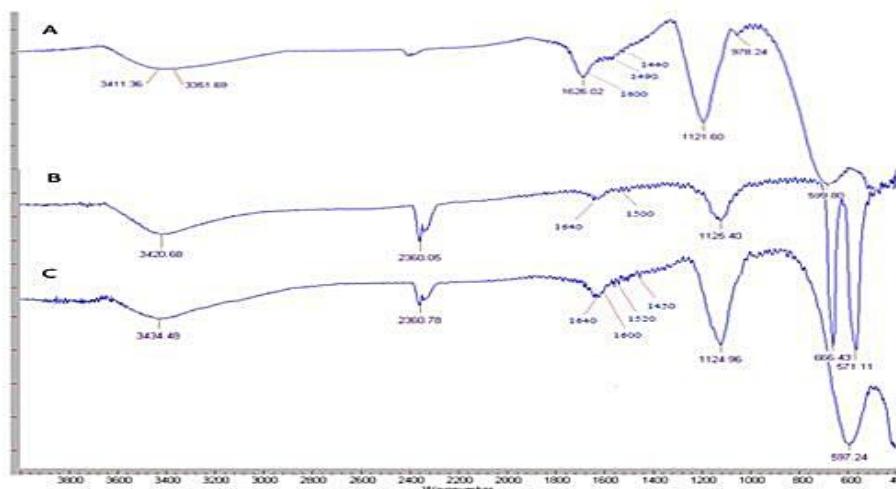
sebuah kurva spektrum inframerah. Hal yang perlu diperhatikan dalam menginterpretasi kurva serapan inframerah adalah bilangan gelombang, bentuk kurva serapan (sempit tajam atau melebar) dan intensitas serapan (kuat, sedang, atau lemah). Dimana hubungan antara persen absorbansi dengan frekuensi dapat menghasilkan sebuah spektrum inframerah (Kosela, 2010).

Struktur fasa kristalin berhubungan dengan tingkat keasaman suatu katalis. Katalis yang memiliki tingkat keasaman yang tinggi akan cenderung memiliki struktur fasa kristalin yang relatif lebih berongga dan pori-pori permukaan relatif dapat memperbesar kesempatan situs aktif untuk berkontak langsung dengan basa adsorbat. Pada hasil analisis FTIR, adsorpsi molekul piridin dapat terjadi pada situs-situs asam dipermukaan katalis. Pada situs asam Brønsted-Lowry, piridin akan berinteraksi dengan situs asam melalui ikatan hidrogen membentuk ion piridinium dan ditandai dengan puncak hasil serapan pada bilangan gelombang  $1537,26\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan pada situs asam Lewis, piridin akan berinteraksi secara koordinasi dengan situs aktif (logam transisi) yang akan bertindak sebagai spesies asam Lewis dengan menerima pasangan elektron dari piridin dan ditandai dengan puncak hasil serapan pada bilangan gelombang  $1634,95\text{ cm}^{-1}$  (Parry, 1963). Reaksi dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Reaksi basa piridin (a) Situs asam Brønsted-Lowry (b) Situs asam Lewis

Pada Gambar 7 hasil puncak serapan katalis menunjukkan bahwa situs asam Brønsted-Lowry lebih dominan daripada situs asam Lewisnya (Fransisca, 2011).



Gambar 7. Spektra IR dari katalis: (a)  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ , (b)  $\text{Co}_3\text{O}_4$ , dan (c)  $\text{Co}_3\text{O}_4/\text{NiFe}_2\text{O}_4$

Pada penelitian ini nanokatalis  $\text{Ni}_{0.7}\text{Cu}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$  akan diuji keasaman dengan metode gravimetri untuk mengetahui ukuran keasaman dan selanjutnya serapan basa yang terikat pada katalis saat gravimetri

akan diidentifikasi menggunakan FTIR untuk mengetahui jenis situs asam yang terbentuk, yang akan terlihat jelas dari spektrum inframerah yang diperoleh.

## 2. Penentuan Morfologi Kristalin Katalis

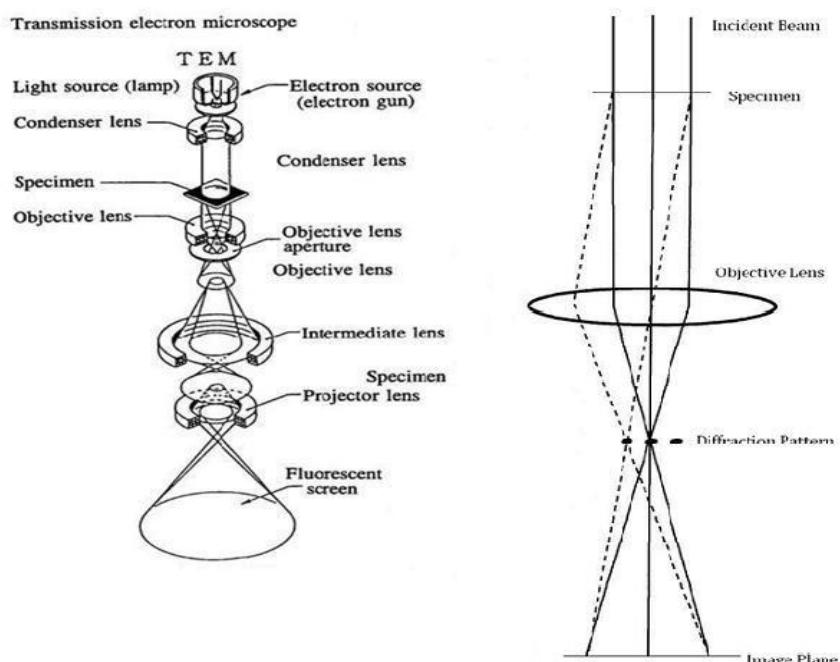
Analisis morfologi kristalin katalis dilakukan menggunakan instrumentasi *Transmission Electron Microscopy* (TEM). TEM merupakan salah satu dari banyak alat nanoteknologi yang sangat penting untuk menggambarkan bentuk, struktur, serta distribusi pori padatan dari material nano dengan resolusi sub-nanometer (*High-Resolution TEM*). Pada teknik ini sebuah spesimen tipis digambarkan oleh sebuah sinar elektron, yang mana diradiasikan melalui sampel dengan ketebalan yang seragam. Tipe tegangan dalam pengoperasian TEM biasanya sekitar 80-200 KV. Sumber elektron yang diemisikan bersumber dari sebuah *thermionic* [filament tungsten (W) atau lanthanum hexaboride (LaB<sub>6</sub>)]. Cela Cahaya dan area spesimen yang disinari dikontrol oleh serangkaian lensa kondensor. Fungsi dari lensa objektif adalah untuk menggambarkan maupun membentuk pola difraksi dari sebuah spesimen.

Pola difraksi elektron berfungsi untuk mengidentifikasi struktur kristalografi dari sebuah material. Biasanya dalam hal karakterisasi nanopartikel, untuk mengidentifikasi ukuran dan distribusi nanopartikel dapat digunakan mode penggambaran, sedangkan untuk mengetahui struktur kristalin dapat digunakan mode difraksi. Distribusi intensitas elektron dibalik spesimen diperbesar dengan tiga atau empat lensa bertingkat dan digambarkan pada

lensa *fluorescent*. Gambar yang dihasilkan ditangkap diatas pelat fotografi atau kamera CCD. Kapasitas analisis pada TEM telah ditingkatkan dengan integrasi dengan beberapa teknik yang unggul pada instrument. Teknik ini termasuk spektroskopi, seperti analisis *energy dispersive X-rays* (EDX) dan electron energy loss spectroscopy (EELS) (Ayyad, 2011).

Analisis TEM juga dapat melihat perbesaran dengan resolusi tinggi hingga diatas perbesaran 500000 kali. Analisis ini dapat melihat perbesaran sampai kristal ataupun kolom atom suatu molekul sehingga penglihatan perbesaran dapat dilakukan secara tembus gambar. Karakterisasi TEM dapat meningkatkan penggambaran sehingga jika terjadi penumpukan pada perbesaran sampel tetap dapat dilihat ukuran dan bentuknya (Harahap, 2012).

Skema alat *Transmission Electron Microscope* disajikan pada gambar 8.



Gambar 8. Skema alat *Transmission Electron Microscope*  
Sumber : (<http://www2.warwick.ac.uk>)

### 3. Penentuan Ukuran Partikel Katalis

Analisis ukuran partikel katalis dilakukan menggunakan instrumentasi *Particle Size Analyzer* (PSA). PSA merupakan salah satu metode karakterisasi yang tidak hanya dapat digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dari suatu material, namun juga dapat menginformasikan besaran distribusi ukuran partikel tersebut. Sehingga dapat diasumsikan bahwa hasil pengukuran tersebut merupakan gambaran keseluruhan dari kondisi sampel. Hal ini lah yang menjadi kelebihan PSA dari instrumentasi lain yang pada umumnya menggunakan metode mikroskopi dan holografi dalam penentuan ukuran partikel, seperti pada SEM dan TEM. Alat ini mampu mengukur ukuran partikel dan molekul dalam rentang 0,15 nm sampai 10  $\mu\text{m}$ .

Prinsip kerja PSA pada dasarnya menggunakan metode *Dinamyc Light Scattering* (DLS). Suatu material yang akan dianalisis (sampel) dimasukkan kedalam suspensi yang telah diinduksi oleh penambahan molekul pelarut. Hal ini menyebabkan partikel dari material akan bergerak bebas secara acak bersamaan dengan molekul pelarut mengikuti aturan gerak Brown. Molekul pelarut bergerak karena adanya energi termal. Saat partikel terus bergerak dan kemudian ditembakkan cahaya, kecepatan gerak partikel akan berfluktuasi akibat adanya intensitas cahaya yang dihamburkan oleh partikel tersebut, kecepatan gerak ini bergantung pada besarnya ukuran partikel. Pengukuran dilakukan dengan prinsip bahwa partikel-partikel yang lebih kecil akan bergerak lebih cepat daripada partikel-partikel yang lebih besar (Skoog *et al.*, 1996).

PSA terbagi dalam dua metode, terdiri atas :

a. Metode kering (*Dry Dispersion Unit*)

Metode ini memanfaatkan aliran udara sebagai media pelarut partikel yang akan dianalisis. Metode ini lebih baik digunakan pada material yang berukuran besar atau kasar, karena hubungan yang terjadi antar partikel cukup lemah dan kecil memungkinkan partikel saling beraglomerasi.

b. Metode basah (*Wet Dispersion Unit*)

Metode ini memanfaatkan media cair untuk mendispersi partikel yang akan dianalisis. Pada umumnya metode ini lebih baik digunakan pada material yang berukuran nano dan submicron, karena akan besar kemungkinan untuk partikel saling beraglomerasi.

#### **4. Penentuan Fasa Kristalin Katalis**

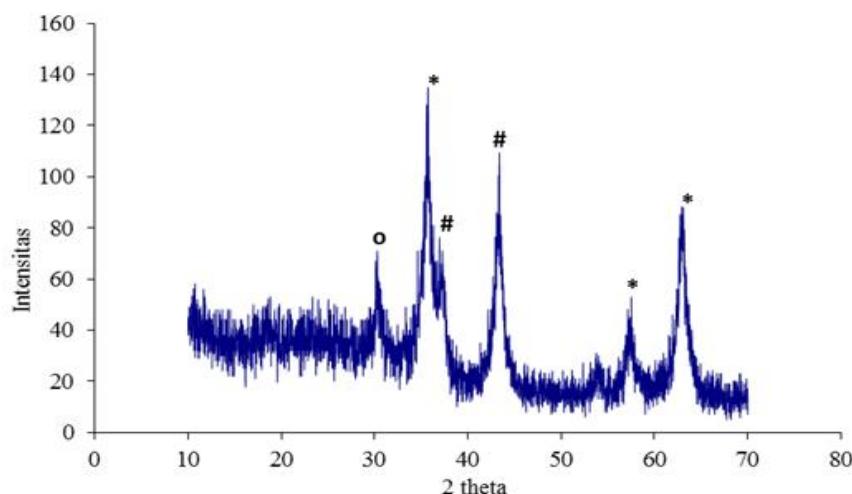
Analisis struktur kristal katalis dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X (*X-ray Difraction/XRD*). XRD merupakan salah satu metode karakterisasi untuk mengidentifikasi fasa suatu material juga untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu material dengan cara menentukan parameter kisi. Metode karakterisasi ini adalah metode yang penggunaannya paling sering digunakan hingga saat ini. Hal ini dikarenakan penggunaan metode ini juga cukup mendasar untuk pengukur besaran partikel suatu material (Leofanti *et al.*, 1997).

Pada analisis XRD berkas sinar-X yang dikirim dari sumber akan menyebabkan interaksi langsung dengan lapisan permukaan kristal melalui bidang kristal, sehingga sinar-X akan ditransmisikan, direfleksi, diserap dan

sebagian lagi akan dihamburkan serta didifraksikan. Pola difraksi yang dihasilkan oleh analog akan menghasilkan pola pembiasan yang sama seperti pola difraksi cahaya pada permukaan air. Pola ini akan diplotkan berdasarkan intensitas peak yang menyatakan indeks Miller ( $hkl$ ) atau letak parameter kisi kristal sebagai fungsi  $2\theta$ , sehingga jarak antar atom pada lapisan permukaan kristal (**d**) dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

dimana, **n** dinyatakan sebagai bilangan bulat tingkatan difraksi Sinar-X,  $\lambda$  dinyatakan sebagai panjang gelombang yang dihasilkan katoda (seperti Cu K $\alpha$  = 1,5414 Å), sedangkan  $\theta$  dinyatakan sebagai sudut difraksi Sinar-X terhadap permukaan kristal (Richardson, 1989)



Gambar 9. Difraktogram Katalis NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (Tanda \* fasa kristalin NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ; Tanda # fasa kristalin NiO ; Tanda ° fasa kristalin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>).

Difraktogram suatu katalis ditunjukkan pada Gambar 9. Dilihat dari difraktogram di atas fasa kristalin yang terlihat jelas muncul yaitu fasa kristalin NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> karena pada fasa tersebut muncul 3 puncak difraktogram

dengan intensitas tertinggi. Sedangkan pada fasa kristalin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dan NiO puncak yang muncul kurang mendukung keberadaan fasa tersebut (Fransisca, 2011).

Tiap puncak yang muncul pada pola XRD dapat mewakili satu puncak bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Sehingga ukuran partikel dari suatu material juga dapat dihitung dengan persamaan Debye-Scherrer (Maiti *et al.*, 1973):

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

Dimana, **D** = diameter rata-rata partikel (nm)

**k** = konstanta dari instrumen yang digunakan

**λ** = panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm)

**β** = pelebaran puncak (radian)

**θ** = sudut Bragg (radian)

## I. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Kromatografi adalah salah satu cara pemisahan untuk mengidentifikasi dan menentuan kadar tiap komponen dari suatu campuran berdasarkan perbedaan pola pergerakan antara fase gerak berupa zat gas atau zat cair dan fase diam (kolom) berupa zat cair (Skoog *et al.*, 1996). Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) atau sering dikenal dengan HPLC (*High Performance Liquid Chromatography*) merupakan suatu instrumen yang penggunaannya paling berkembang, karena

memiliki kecepatan dan efisiensi yang tinggi dalam sistem pemisahan. KCKT dilengkapi dengan pompa bertekanan tinggi, detektor yang sensitif dan kolom yang beragam sehingga mampu menganalisis berbagai cuplikan secara kualitatif maupun kuantitatif, baik dalam komponen tunggal maupun campuran.

Dalam Johnson dan Stevenson (1991) instrumentasi KCKT pada dasarnya terdiri atas :

a. Wadah fasa gerak

Wadah fasa gerak berfungsi menampung fasa gerak yang akan dialirkan ke dalam kolom. Biasanya wadah terbuat dari bahan yang inert terhadap fase gerak. Bahan yang umum digunakan adalah gelas dan baja anti karat. Fase gerak yang digunakan harus murni (tidak ada pencemar/kontaminan), dan terbebas dari udara terlarut. Menghindari hasil akhir analisis yang memiliki banyak noise yang menyebabkan data tidak dapat digunakan.

b. Pompa

Pompa berfungsi menggerakkan fasa gerak melalui kolom. Dimana, pompa harus mampu menghasilkan tekanan tinggi sampai 6000 psi (400 atm). Untuk menjamin proses penghantaran fase gerak berlangsung secara tepat, reproduksibel, konstan, dan bebas dari gangguan.

c. Injektor

Injektor berfungsi memasukkan cuplikan ke dalam kolom. Pada saat penyuntikan, katup terputar sehingga fasa gerak mengalir melewati keluk sampel dan memasukkan sampel ke pangkal kolom.

d. Kolom

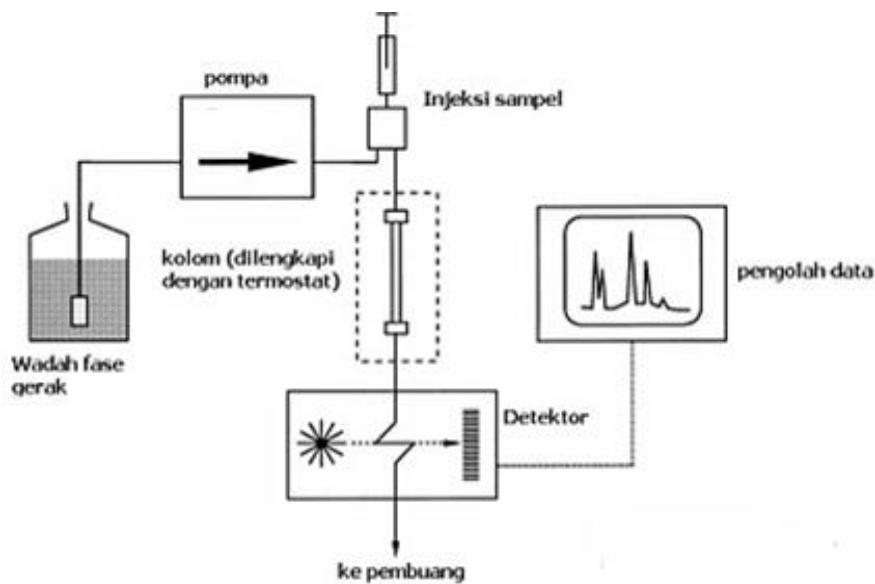
Kolom berfungsi memisahkan masing-masing komponen. Kolom merupakan jantung pada kromatografi. Keberhasilan atau kegagalan analisis dipengaruhi pada pemilihan kolom dan kondisi kerja yang tepat.

e. Detektor

Detektor berfungsi mendeteksi adanya komponen cuplikan dalam aliran yang keluar dari kolom. Terdapat beragam jenis detektor, penggunaanya harus selektif tergantung pada jenis komponen yang akan dipisahkan.

f. Rekorder

Rekorder berfungsi menangkap sinyal elektronik yang dihasilkan detektor, untuk selanjutnya dibaca dalam bentuk peak yang disebut kromatogram. Sample yang mengandung banyak komponen akan mempunyai kromatogram dengan banyak peak. Bahkan tak jarang antar peak saling bertumpuk (*overlap*). Skema alat KCKT disajikan pada Gambar 10.



Gambar 10. Skema alat KCKT.

Pada Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) ada 2 tipe pemisahan yaitu :

1. Pemisahan dengan Fasa Normal

Pemisahan yang dilakukan jika Fasa diamnya bersifat lebih polar dibandingkan dengan fasa geraknya.

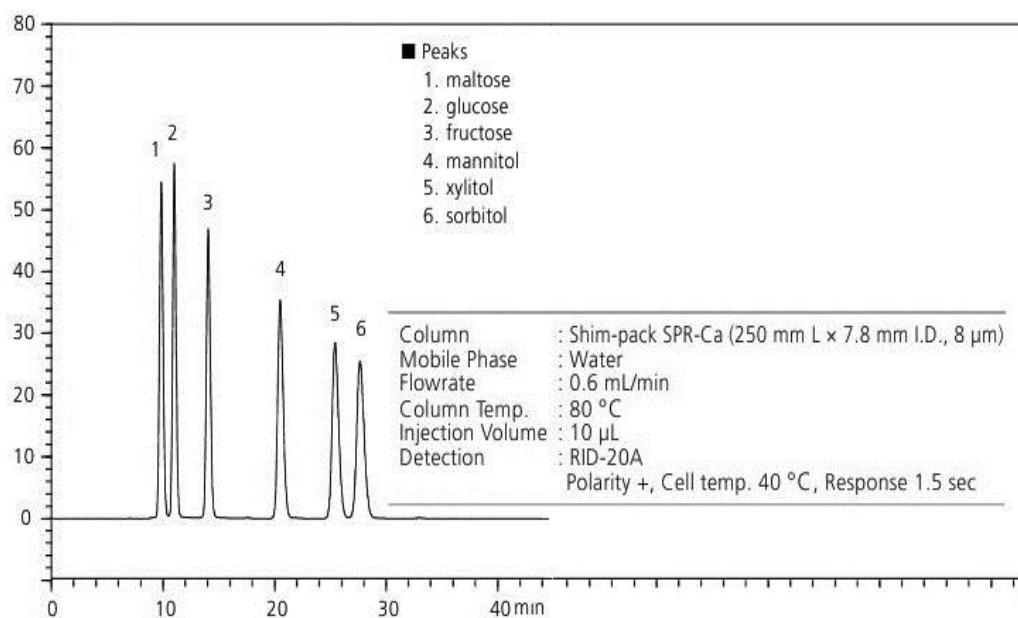
2. Pemisahan dengan Fasa Terbalik

Pemisahan yang dilakukan jika fasa diamnya bersifat kurang non polar dibandingkan dengan fasa geraknya (Panggabean dkk, 2009).

Prinsip kerja KCKT pada dasarnya sama dengan kromatografi lapis tipis dan kromatografi kolom, yang membedakan adalah pada kolom (fasa diam) KCKT memperbolehkan ukuran butir partikel yang lebih kecil sehingga memberi luas permukaan yang lebih besar untuk molekul-molekul yang lewat berinteraksi dengan fasa diamnya. Hal ini membuat keseimbangan antar fasa menjadi lebih baik dan efisien. Tekanan tinggi menyebabkan fasa gerak berdifusi menjadi sekecil-kecilnya karena gerakan yang begitu cepat. Sehingga akan didapatkan hasil pemisahan komponen-komponen dari campuran yang sebaik-baiknya. Metode ini dapat digunakan pada senyawa yang tidak tahan terhadap panas dan berbobot molekul besar (Kupiec, 2004).

Waktu yang dibutuhkan oleh senyawa untuk bergerak melalui kolom menuju detektor disebut waktu retensi. Waktu retensi diukur berdasarkan waktu dimana sampel diinjeksikan sampai satu senyawa keluar di prosesor unit pengolah data yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak yang maksimum dari senyawa itu. Waktu retensi yang dihasilkan oleh tiap senyawa akan berbeda-beda, hal ini ditunjukkan pada Gambar 11. Pada Gambar 11, ditampilkan kromatogram dari

beberapa gula alkohol, monosakarida dan disakarida. Untuk gula alkohol seperti gliserol, xylitol, sorbitol dan manitol, kromatogram akan muncul pada waktu retensi kurang dari 5 menit. Sedangkan untuk monosakarida seperti glukosa dan fruktosa kromatogram akan muncul pada rentang kromatogram dari beberapa gula alkohol monosakarida, dan disakarida seperti pada Gambar 11 :



Gambar 11. Kromatogram dari gula alkohol, monosakarida dan disakarida  
(Corporation, 2015)