

**KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL DENGAN
MENGUNAKAN NANOFOTOKATALIS $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ YANG
DIRADIASI SINAR UV**

(Skripsi)

Oleh

Esti Sandra Pertiwi



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017**

ABSTRAK

KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL DENGAN MENGUNAKAN NANOFOTOKATALIS $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ YANG DIIRADIASI SINAR ULTRAVIOLET

Oleh

Esti Sandra Pertiwi

Telah dilakukan preparasi nanokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ dengan metode sol gel dan pelarut pektin pada suhu kalsinasi $700\text{ }^\circ\text{C}$ serta uji aktivitas katalitiknya dalam konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol. Karakterisasi katalis meliputi analisis keasaman, analisis morfologi katalis (TEM) dan analisis fasa kristalin (XRD). Selanjutnya, hasil uji katalitik konversi nanoselulosa dianalisis menggunakan KCKT. Hasil analisis keasaman katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ yang dikalsinasi pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ sebesar $13,85\text{ mmol piridin/gram katalis}$ dengan jenis situs asam yaitu situs asam Bronsted-Lowry. Hasil analisis morfologi katalis menunjukkan masih banyak terjadi aglomerisasi dan diperoleh ukuran rata-rata partikel dari tiga spot pada katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ sebesar $38,67\text{ nm}$. Analisis XRD dari katalis yang dikalsinasi pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ membentuk fasa kristalin $\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ dan LaCrO_3 dengan ukuran rata-rata partikel yang dihasilkan dari persamaan Scherrer sebesar $47,77\text{ nm}$. Analisis menggunakan KCKT mengungkapkan bahwa nanoselulosa dikonversi menjadi sorbitol dengan konsentrasi tertinggi sebesar $19,07\%$ yang dihasilkan dari lama penyinaran 45 menit .

Kata kunci: nanoselulosa, gula alkohol, pektin.

ABSTRACT

NANOCELLULOSE CONVERSION TO ALCOHOL SUGAR USING NANOPHOTOCATALYST $\text{LaCr}_{0.99}\text{Mo}_{0.01}\text{O}_3$ IRRADIATED BY ULTRAVIOLET LIGHT

By

Esti Sandra Pertiwi

$\text{LaCr}_{0.99}\text{Mo}_{0.01}\text{O}_3$ nanocatalyst was prepared by sol gel method and pectin as an emulsifying agent after freeze drying and calcinating at 700 °C, the catalyst was used to convert nanocellulose into alcohol sugar. Characterization was the calcined sample was characterized with several techniques, such as XRD, FTIR, and TEM. The XRD analysis indicated that sample consists of both $\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ and LaCrO_3 as a major phase with the average crystallite size of 47.77 nm using Scherrer calculation. FTIR analysis revealed the existence of Bronsted-Lowry acid sites as presented by 1620.21 cm^{-1} . The morphology analysis using TEM that there is still agglomeration and grain size is 38.67 nm. The results of nanocellulose conversion into sorbitol is analyzed by HPLC with 19.07% of yield.

Keywords : *Nanocellulose, alcoholsugar, pectin*

KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL DENGAN
MENGUNAKAN NANOFOTOKATALIS $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ YANG
DIIRADIASI SINAR UV

Oleh
Esti Sandra Pertiwi

Skripsi

Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar
SARJANA SAINS

Pada
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017

Judul Skripsi : **KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL DENGAN MENGGUNAKAN NANOFOTOKATALIS $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ YANG DIIRADIASI SINAR ULTRAVIOLET**

Nama Mahasiswa : **Esti Sandra Pertiwi**

No. Pokok Mahasiswa : 1347011001

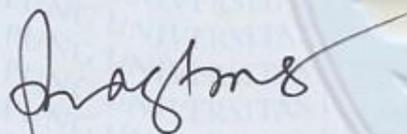
Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing



Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.
NIP 19600616 198811 1 001



Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.
NIP 19590706 198811 1 001

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

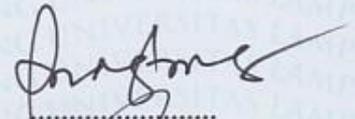


Dr. Eng. Supto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

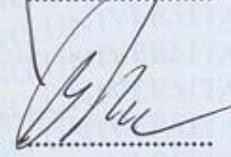
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

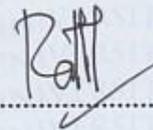
Ketua : **Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.**



Sekretaris : **Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.**



Penguji
Bukan Pembimbing : **Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si.**



Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.
NIP. 19710212 199512 1 001



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **04 Oktober 2017**

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Sandora, Way Kanan pada tanggal 9 Desember 1995 sebagai anak pertama dari dua bersaudara dan merupakan buah hati dari pasangan Karnadi dan Maryam.

Penulis menyelesaikan pendidikan Taman Kanak-kanak di TK PSMI pada tahun 2001, Sekolah Dasar di SD Bumi Jaya pada tahun 2007,

Sekolah Menengah Pertama di SMP Negeri 2 Negara Batin pada tahun 2010.

Penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung pada tahun 2013.

Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi asisten dosen praktikum Kimia Dasar untuk Jurusan Teknologi Hasil Pertanian dan Budidaya Perikanan Dan Ilmu Kelautan Fakultas Pertanian serta asisten dosen praktikum Kimia Fisik untuk Jurusan Kimia.Fakultas MIPA Unila.Penulis juga aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2013-2014 sebagai anggota bidang Biro Penerbitan, periode 2013-2014

Pada bulan Mei 2016 penulis menyelesaikan Praktek Kerja Lapangan di Laboratorium Kimia Fisik Anorganik dengan judul **“Konversi Nanoselulosa Menjadi Gula Alkohol Dengan Menggunakan Nanofotokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ Yang Diiradiasi Sinar Ultraviolet”**.

MOTTO

“Bersyukurlah atas apa yang kita miliki maka kita takkan pernah risau atas apa yang belum kita punya” (Esti Sandra Perini)

“Sebaik-baiknya orang adalah keluarga, karena bagaimana pun mereka akan mengusahakan apapun tuk membuatmu bahagia”

“Entah akan berfikir atau menjadi ibu rumah tangga, seorang wanita wajib berpendidikan tinggi karena mereka akan menjadi seorang ibu yang melahirkan anak yang cerdas” (Dian Sastrowardoyo)

PERSEMBAHAN

Karya kecil ini kupersembahkan sebagai wujud sayang, bukti dan tanggung jawabku

Kepada:

*Kedua orang tuaku, Mami dan Papi yang selalu mendukung dan mendoakan untuk
keberhasilanku.*

*Adikku Berza Handika Sanjaya yang selalu memberi semangat dan dukungan yang luar
biasa disetiap langkahku.*

*Keluarga besar Karnadi dan keluarga besar Maryam yang senantiasa mendoakan,
mendukung, dan memberi semangat penulis dalam membuat karya ini.*

*Serta Sahabat, Teman, dan Adik-adik yang selalu menemani dan berjuang bersamaku yang
tidak bisa kusebutkan satu persatu.*

Almamater tercinta Universitas Lampung.

SANWACANA

Assalamualaikum Wr.Wb.

Alhamdulillah robbil'alamin. Segala puji dan syukur hanya milik Allah SWT, Dzat yang senantiasa menganugerahkan ilmu pengetahuan kepada manusia dengan perantara alam, sehingga atas kehendak dan izin-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Konversi Nanoselulosa Menjadi Gula Alkohol Dengan Menggunakan Nanofotokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ Yang Diiradiasi Sinar Ultraviolet”**. Shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW beserta keluarga, sahabat serta pengikutnya yang setia hingga Yaumul Akhir. Amin.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung, tidak sedikit kendala yang dihadapi penulis dalam pelaksanaan serta dalam penulisan skripsi ini, tetapi *Alhamdulillah* dengan penuh rasa syukur, Allah menunjukkan kemurahan-Nya melalui orang-orang yang dipercaya oleh-Nya untuk membantu penulis, sehingga kendala tersebut dapat diselesaikan. Dalam kesempatan ini, penulis banyak terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
2. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
3. Bapak Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc., selaku pembimbing utama, guru, rekan, sekaligus bapak bagi penulis yang dengan sabar memberikan bimbingan dan dukungan kepada penulis.
4. Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D., selaku pembimbing kedua penulis, atas saran, motivasi, serta masukan yang telah diberikan kepada penulis.
5. Ibu Dr. Niluh Gede Ratna J, M.Si., selaku pembahas penulis, yang telah memberikan kritik, saran, motivasi dan ilmu serta arahan kepada penulis.
6. Laboran Kimia Anorganik Fisik mbak Liza atas bantuannya saat penulis melakukan penelitian di laboratorium.
7. Segenap staf pengajar, karyawan, dan laboran jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
8. Mami dan papi, yang memberikan motivasi, semangat, pengorbanan keringat dan materi, serta do'a yang tiada henti-hentinya demi kelancaran penulis dalam menyelesaikan kuliah.
9. Adek tersayang Berza Handika Sanjaya yang selalu memberikan semangat serta canda tawa untuk penulis.
10. Keluarga besar penulis yang selalu memberikan saran, motivasi, dukungan dan do'a kepada penulis.

11. Teman-teman Catalyst Crew, Renita Susanti, Mega Mawarti, Lindawati, Siti Nabilla S, Widya Aryani, Dewi Rumondang yang telah membantu serta memberikan dukungan terhadap penulis.
12. Kakak-kakakku tersayang, Surtini Karlina Sari, S.Si, Ana Maria Kristiani, S.Si, dan Feby Rinaldo Pratama, S.Si., Terima kasih untuk bantuan dukungan dan motivasi bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.
13. Adik-adik 2014 semangat untuk penelitiannya.
14. Sahabat-sahabat terbaik yang selalu menemani dari zaman MABA Yunita Febrianti, Riski Rahmadani, Mia Permatasari, Fika Putri Aulia yang telah membantu penulis dan mendoakan serta memberi semangat terhadap penulis.
15. Sahabat-sahabat terbaikku Four and Lovely Doni Agung, Neza Ukhalima, Cindy Hapsari yang selalu mendengarkan keluhan serta memberikan motivasi bagi penulis.
16. Teman-teman Kimia angkatan 2013, aulia, badiatul, dewi rumondang, fatimah, fera, fika, hermayana, khalimatus, indah, yudha, kiki, nova, linda, lulu, anita, dona, megafit, mawar, mia, nabilla, renita, siti, tya, yulia, uut, vero, widya, yunitri, della, eki, yuvica, inggit, awan, vicka, arief, oci, maya, nora, atun, diki, shela, vyna, bara, padila, wahyuni, kurnia, yolanda, murnita, nurma, erva, ismi, eka, febri, paul, fentri, riska, eka, shelta, nia, nurul, ana, nita, anggi, gesa, tika, yuni, celli, rian, tyas, anggun, radho, arni, sinta, anton, melita, melia, monica, citra, kartika, ezra, ridho, yunita, verdi, korina, dodi.
17. Sahabat-sahabat ku anak-anak goa dan pantai : Guntur Hariaji W, Muhammad Iben Sardio, Muhammad Suprayogi, Rendi Pasaribu, Agus

Sudarno, Mia Permatasari, Fika Putri Aulia, Riski Ramadani, dan Meiliza yang telah membantu dan memberikan motivasi bagi penulis.

18. Teman-teman Kost : Renita, Arni, Erva, Nisa, Winda, Ade, Mbak Ana, Eka, Noe, Zulfa, dan Iska.
19. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis berharap semoga Alla SWT mencatat dan membalas semua kebaikan yang diberikan kepada penulis. Amin. Ahir kata penulis menyadari bahwa skripsi ini masih sangat jauh dari kesempurnaan, namun demikian penulis berharap semoga skripsi yang sangat sederhana ini dapat bermanfaat dan memiliki nilai guna khususnya bagi rekan-rekan mahasiswa dan pembaca pada umumnya.
Amin.

Bandar Lampung, Oktober 2017

Penulis

Esti Sandra Pertiwi

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian	6
C. Manfaat Penelitian	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	7
A. Gula Alkohol	7
1. Sorbitol	8
2. Manitol	9
3. Xylitol.....	10
B. Selulosa	11
C. Nanoselulosa	14
D. Katalis	15
E. Reaksi Fotokatalitik.....	19
F. Preparasi Katalis.....	22
1. Sol-Gel	22
2. Pengeringan Beku	24
3. Kalsinasi	25
G. Pektin	25
H. Karakterisasi Katalis	27
1. Keasaman Katalis	28
a. Metode Gravimetri	28
b. Spektroskopi Inframerah (FTIR).....	29
2. Analisis Struktur Katalis.....	31
a. Analisis Struktur Kristal	31
b. Analisis Ukuran Partikel	33
c. Analisis Morfologi Katalis	35
I. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi KCKT	36
III. METODELOGI PENELITIAN	41
A. Tempat dan Waktu Penelitian	41
B. Alat dan Bahan	41
C. Prosedur Penelitian.....	42

1. Pembuatan Nanokatalis	42
2. Karakterisasi Katalis	43
a. Analisis Keasaman Katalis	43
b. Analisis Struktur Katalis dengan XRD	44
c. Analisis Morfologi Katalis Menggunakan TEM.....	44
d. Analisis Ukuran Partikel Menggunakan PSA	45
3. Uji Aktivitas dengan Reaksi Fotokatalitik	45
a. Konversi Nanoselulosa.....	45
b. Analisis Hasil Konversi Menggunakan KCKT	45
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	47
A. Preparasi Katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$	47
B. Karakterisasi Nanokatalis.....	50
1. Analisis Keasaman Katalis.....	50
2. Analisis Struktur Kristal.....	53
3. Analisis Morfologi Katalis	56
4. Analisis Ukuran Partikel Katalis	57
5. Uji Fotokatalitik	59
V. KESIMPULAN DAN SARAN	65
A. Kesimpulan.....	65
B. Saran.....	66

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Puncak-puncak representatif difraktogram katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$	56
2. Puncak-puncak representatif masing-masing difraktogram acuan	56
3. Hasil konversi nanoselulosa oleh katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$	63

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Konversi selulosa menjadi poliols.....	8
2. Pembentukan xylitol	11
3. Struktur selulosa	13
4. Struktur ideal dari <i>perovskite</i> CaTiO ₃	18
5. Mekanisme fotokatalisis	22
6. Tahapan preparasi dengan metode sol-gel.....	25
7. Struktur pektin	27
8. Skema instrumentasi FTIR	31
9. Asam Bronsted dan asam Lewis pada katalis.....	32
10. Skema alat XRD	33
11. Proses pembuatan puncak pada XRD.....	34
12. Skema alat PSA	36
13. Skema instrumen TEM.....	37
14. Skema alat KCKT.....	40
15. Kromatogram dari gula alkohol, monosakarida dan disakarida	41
16. Proses konversi nanoselulosa dengan iradiasi sinar UV.....	47
17. Gel Katalis LaCr _{0,99} Mo _{0,01} O ₃	49
18. Serbuk padatan LaCr _{0,99} Mo _{0,01} O ₃ setelah proses kalsinasi	50

19.	Spektrum infra merah katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$	52
20.	Difraktogram hasil pencocokan pola difraksi katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$	55
21.	Mikrograf hasil analisis TEM katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$	57
22.	Grafik PSA Katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$	59
23.	Hasil Uji Fehling dari larutan nanoselulosa	61
24.	Hasil Kromatogram Standar Sorbitol	62
25.	Kromatogram Sorbitol Pada Hasil Konversi pada Katalis	62
26.	Tahapan reaksi konversi selulosa menjadi gula alkohol secara katalitik	64

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Gula alkohol merupakan monosakarida atau disakarida yang memiliki tiga atau lebih gugus hidroksil. Gula alkohol terdapat di alam, tapi lebih banyak produk hidrogenasi dari mono-disakarida contohnya sorbitol dari glukosa, manitol dari maltosa (Prangdimurti, 2007). Gula alkohol merupakan salah satu produk turunan selulosa yang penting karena senyawa tersebut memiliki manfaat yang beragam, antara lain sebagai pengganti glukosa yang aman dikonsumsi terutama oleh penderita diabetes yang tidak mampu memproduksi insulin, stabilizer pada suplemen dan makanan, menjaga kesehatan gigi dengan cara menghambat pembentukan karies dan plak pada gigi, menekan keasaman plak serta mempercepat proses pembentukan mineral gigi (Zumbé *et al.*, 2001). Gula alkohol yang dimanfaatkan biasanya dalam bentuk sorbitol, manitol, dan xylitol (Hansen *et al.*, 2006).

Gula alkohol dapat dihasilkan dengan menguraikan selulosa dengan bantuan katalis. Sebagai contohnya, konversi selulosa menjadi sorbitol menggunakan katalis Ru/AC-SO₃H dengan perolehan rendemen sebesar 71,1% pada temperatur reaksi 165 °C (Lee and Han, 2012). Selanjutnya Fukuoka *et al.* (2011) dengan

katalis logam Pt_(N)/BP2000 menghasilkan sorbitol sebesar 39% dan manitol sebesar 4% dengan waktu 24 jam pada temperatur reaksi 190 °C. Konversi selulosa menjadi manitol dengan rendemen sebesar 68,07% menggunakan katalis Ni_{4,63}Cu₁Al_{1,82}Fe_{0,79} pada temperatur reaksi 215 °C berhasil dilakukan oleh Zhang *et al.*, 2014. Penelitian lainnya, Palkovits *et al.* (2011) berhasil mengubah selulosa menjadi xylitol sebesar 11,3% menggunakan katalis Ru/C pada suasana asam (H₂SO₄) selama 3 jam pada temperatur reaksi 160 °C.

Konversi selulosa menjadi gula alkohol menggunakan katalis logam transisi dengan komposisi perovskite telah dilakukan sebelumnya menggunakan katalis Ni_xFe_{2-x}O₄ dengan variable x= 0,5 pada suhu 120 °C dan variable x= 1 pada suhu 140 °C. Hasil uji katalitik menunjukkan bahwa katalis dapat mengkonversi selulosa menjadi sorbitol, manitol, dan xilitol (Amalia dkk, 2013). Selain itu konversi selulosa menjadi gula alkohol menggunakan katalis logam transisi juga telah dilakukan sebelumnya dan memberikan hasil yang cukup besar serta efektif dengan penggunaan katalis Ni_{4,63}Cu₁Al_{1,82}Fe_{0,79} (pada 488 K; 3 jam; 4 MPa) menghasilkan sorbitol 68.07% (Liu *et al.*, 2014) dan katalis CuO/CeO₂-ZrO₂ (pada 245 °C, 4 jam) menghasilkan sorbitol 99,081% (Dar *et al.*, 2015).

Hasil penelitian di atas menunjukkan bahwa konversi selulosa menjadi gula alkohol sangat ditentukan oleh jenis katalis yang digunakan. Atas dasar tersebut, dalam penelitian ini akan dipelajari konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol menggunakan katalis logam LaCr_{0,99}Mo_{0,01}O₃.

Aktivitas katalis dapat dioptimalkan dengan membuat katalis berukuran nano, karena nanokatalis memiliki aktivitas yang lebih besar karena luas permukaan pada nanokatalis cukup besar dengan rasio atom-atom yang menyebar merata pada permukaan sehingga memudahkan transfer massa reaktan untuk dapat berdifusi ke dalam situs aktif katalis di dalam pori-pori (Widegren *et al.*, 2003). Atas dasar ini, dalam penelitian ini diupayakan untuk menghasilkan nanokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$.

Aspek lain yang berpengaruh terhadap konversi nanoselulosa adalah ukuran partikelnya. Secara umum telah diketahui bahwa material berukuran nano memiliki reaktivitas yang jauh lebih tinggi dibanding material yang sama dengan ukuran partikel besar. Hal inilah yang mendasari gagasan untuk mengubah selulosa menjadi nanoselulosa sebelum dikonversi menjadi gula alkohol.

Penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan nanoselulosa menggunakan metode kimia terdiri dari metode asam, metode pelarut alkali, metode oksidasi, dan metode dengan menggunakan cairan ionik. Zhou (2012) telah menggunakan metode hidrolisis dengan asam kuat, yaitu asam sulfat (H_2SO_4) 64% berat. Pada suhu reaksi $45\text{ }^\circ\text{C}$ dengan pengadukan 500 rpm selama 120 menit, nanoselulosa yang dihasilkan berukuran 115 nm. Brito *et al.*, (2012) telah melaporkan dengan menggunakan metode hidrolisis asam dengan asam kuat, yaitu asam sulfat 64% berat. Nanoselulosa yang dihasilkan berukuran 100-130 nm. Zhang *et al.*, (2007) telah menggunakan metode hidrolisis asam dengan asam kuat, yaitu campuran (air *deionized* dengan asam klorida dan

asam sulfat) pada bahan serat selulosa, nanoselulosa yang dihasilkan berukuran 60 nm.

Dalam aspek lain gula alkohol diperoleh dengan menggunakan nanokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ yang dibantu oleh sinar UV, karena sinar UV mampu mempercepat laju reaksi. Pemilihan material untuk proses fotokatalitik ini juga mempunyai peranan penting dalam reaksi fotokatalis tersebut. Material fotokatalis yang digunakan adalah material nano semikonduktor. Nanostruktur semikonduktor tersusun teratur dan mempunyai dimensi yang sangat kecil telah dibuktikan sangat potensial untuk meningkatkan sifat fotokatalis. Dengan adanya partikel nano dalam material fotokatalis maka material fotokatalis tersebut akan mempunyai luas permukaan interaksi yang tinggi. Semakin banyak partikel yang berinteraksi akan membuat kinerja dari material fotokatalis tersebut semakin baik.

Ultra –lembayung (sinar UV) dimanfaatkan untuk mengkonversi sudah berlangsung cukup lama, seperti konversi karbohidrat menjadi bahan bakar hidrogen dengan lampu Xe 500W (sinar UV dengan $\lambda < 320$ nm) mampu mendekomposisi sampel sukrosa yang dilarutkan dalam air bebas ion, deaerasi dan dicampur dengan katalis $\text{RuO}_2\text{-TiO}_2\text{-Pt}$ (10:100:5, g/g), menjadi gas hidrogen sebanyak μmol dan CO_2 dalam waktu 18 jam pada temperatur ruang (Kawai and Sakata, 1980). Selanjutnya, konversi fruktosa dan xylosa menjadi asam organik menggunakan lampu UV 400W, $\lambda = 365$ nm selama 120 menit pada temperatur 30°C dengan konversi sebesar 50-70% (puttipat *et al.*, 2014). Sampel yang digunakan terdiri dari larutan fruktosa 500 ml, dengan konsentrasi 1 g/L dicampur dengan larutan air-asetonitril (10:90, v/v) dan katalis TiO_2 (1 g/L) serta diaduk. Kelompok riset di Inggris juga mengkonversi selulosa dalam bentuk nano yang

dicampurkan pada TiO_2 dan $\text{TiO}_2(\text{Pt})$, disuspensi dalam air bebas ion dan diaerasi serta reaksi berlangsung 6 jam untuk 1 siklus dan proses berlangsung hingga 7 siklus serta irradiasi sinar UV berasal dari lampu Fe-halida (Zhang *et al.*, 2016). Konversi selulosa tersebut memberikan hasil bahan bakar hidrogen, sebesar 90%. Secara umum sinar UV yang digunakan dipasang secara vertikal terhadap sampel yang difotokatalisis dan selulosa yang digunakan adalah mikrokristalin. Kajian tentang variabel sistem reaktor – sinar UV secara rinci tidak tertuang dalam artikel yang dirujuk (Colmenares *et al.*, 2011 ; Zhang *et al.*, 2016 ; Kawai and Sakata, 1980).

Berdasarkan penjelasan di atas dan mengacu pada penelitian sebelumnya, maka pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan nanofotokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ untuk dapat diaplikasikan dalam konversi nanoselulosa. Metode yang digunakan ialah metode sol gel, selanjutnya nanofotokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ dikalsinasi dengan suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ dan tahap selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk menentukan struktur katalis, ukuran partikel dianalisis menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA), analisis morfologi permukaan katalis menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM), keasaman situs aktif katalis dianalisis dengan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan gravimetri, serta uji aktivitas katalitik nanokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mempelajari cara pembuatan nanofotokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ yang dikalsinasi pada temperatur $700\text{ }^\circ\text{C}$
2. Mengkarakterisasi nanofotokatalis yang telah disintesis.
3. Mempelajari proses konversi nanoselulosa serta mengidentifikasi potensi kerja dari nanofotokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ dengan variasi waktu yaitu 30, 45, dan 60 menit dari sinar UV.
4. Menguji aktivitas nanofotokatalis terhadap konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.
5. Menganalisa hasil konversi nanoselulosa dengan KCKT.

C. Manfaat penelitian

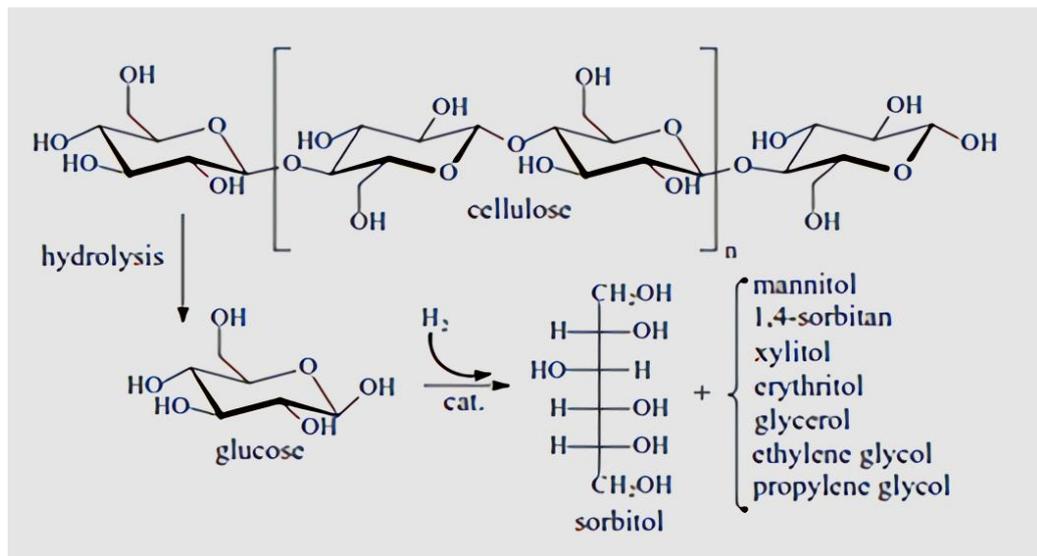
Adapun manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi mengenai penggunaan nanofotokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ serta menguji kemampuan nanofotokatalis tersebut pada konversi nanoselulosa dengan bantuan sinar UV.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Gula Alkohol

Gula alkohol, seperti sorbitol dan manitol, digunakan untuk, cairan alkana, bahan bakar cair dan untuk memproduksi bahan kimia seperti etilen glikol dan polietilen glikol. Selulosa terdiri dari unit D-glukosa yang dihubungkan oleh ikatan β -1,4-glikosidik. Struktur ini mirip dengan gula alkohol. Oleh karena itu, konversi langsung selulosa menjadi gula alkohol memiliki nilai ekonomi dan energi yang efisien (Jie *et al.*, 2013). Secara kimia disebut sebagai gula alkohol karena bagian strukturnya mirip dengan alkohol dan rasanya menyerupai gula tebu (sukrosa). 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. Gula jenis ini dibuat dari bahan berpati seperti tapioka, pati umbi-umbian, sagu atau pati jagung .

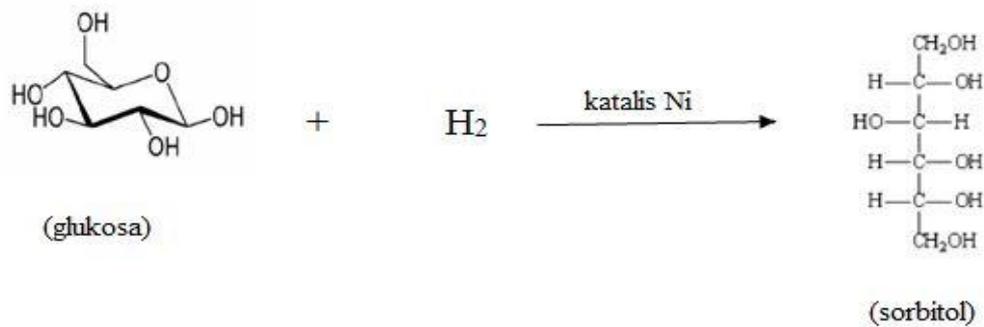
Pada penelitian yang dilakukan Fukuoka *et al.*, 2011 selulosa dengan bantuan katalis dapat diubah menjadi gula alkohol, namun sebelumnya diubah terlebih dahulu menjadi glukosa. Sejumlah besar gugus hidroksil pada selulosa memungkinkan selulosa untuk dikonversi menjadi poliol lainnya. Reaksi konversi selulosa ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Konversi selulosa menjadi polioliol (Matveeva *et al.*, 2016)

1. Sorbitol

Sorbitol adalah gula alkohol alami dengan rumus molekul ($C_6H_{14}O_6$) tidak berbau, nonkarsinogenik, bubuk kristalin berwarna putih, dengan berat molekul 182,17 g/mol, tingkat kemanisannya sekitar 60 % dari sukrosa, kelarutannya 2350 g/L. Sorbitol umumnya digunakan sebagai bahan baku industri dan makanan seperti pasta gigi, permen, kosmetik, farmasi, vitamin C, dan termasuk industri tekstil (Othmer, 1960). Sorbitol dapat dibuat dari glukosa dengan proses hidrogenasi katalitik bertekanan tinggi. Penambahan hidrogen yang dikatalis dengan logam (platinum, palladium, nikel dan rhodium) akan meningkatkan suhu kamar sehingga produk yang dihasilkan lebih banyak (Robert and Francis, 2002). Produksi sorbitol secara komersial dilakukan melalui hidrogenasi glukosa dengan menggunakan katalis nikel pada tekanan tinggi. Mekanisme reaksinya adalah sebagai berikut.



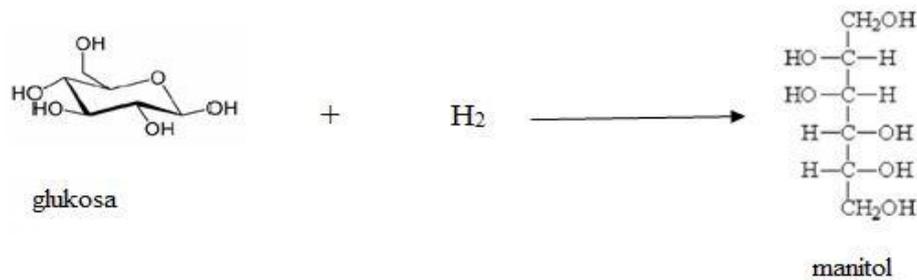
2. Manitol

Manitol memiliki rumus kimia C₆H₁₄O₆ dengan berat molekul 182,17 g/mol.

Manitol digunakan untuk pembuatan tablet kunyah dan granulasi serbuk sebagai eksipien. Secara alami manitol banyak ditemukan pada bahan alam seperti alga, rumput laut dan zaitun. (Kuusito *et al*, 2005). Produksi manitol skala industri dilakukan dengan reaksi hidrogenasi fruktosa, sukrosa, atau sirup glukosa-fruktosa. Untuk mendapatkan hasil manitol yang tinggi disarankan menggunakan sirup dengan kadar fruktosa yang lebih tinggi. Saat reaksi hidrogenasi, β-fruktosa akan menjadi manitol sedangkan α-fruktosa akan menjadi sorbitol (Toukoniitty *et al*, 2005).

Perbedaan terbesar antara manitol dan sorbitol ialah sorbitol bersifat higroskopis sedangkan manitol tidak. Hal ini menyebabkan manitol lebih inert dan stabil dibanding sorbitol, sehingga manitol cocok digunakan dalam farmasi dan sebagai suplemen. Manitol dan sorbitol bila dikonsumsi tidak meningkatkan resiko terjadinya karies gigi, dimana kondisi ini diakibatkan oleh naiknya keasaman dalam mulut akibat konsumsi karbohidrat dan protein. Dari pengukuran pH, manitol dan sorbitol tidak menyebabkan penurunan pH dalam mulut setelah dikonsumsi. Ini berarti bahwa konsumsi manitol maupun sorbitol

tidak menyebabkan kerusakan pada gigi, ini juga menjadi alasan manitol dan sorbitol digunakan dalam produk perawatan gigi (Dekker, 2001). Mekanisme pembentukan manitol adalah sebagai berikut.

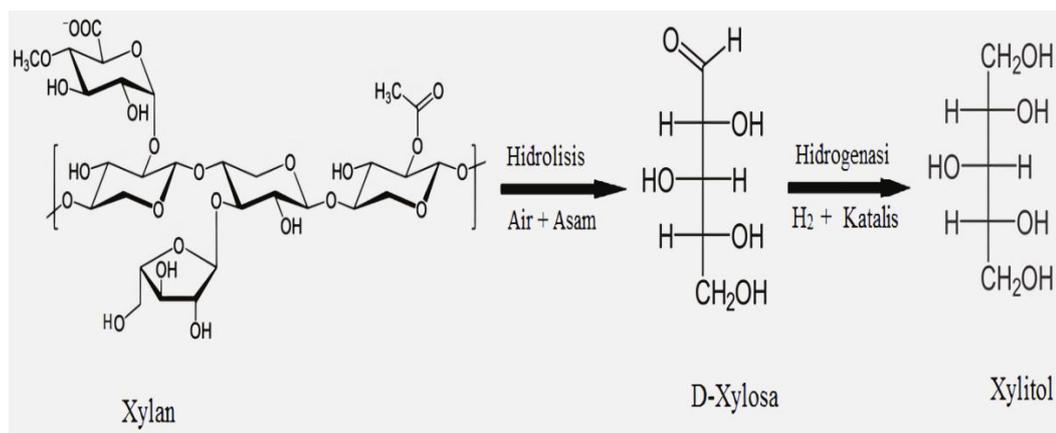


3. Xylitol

Xylitol merupakan poliol monosakarida selain sorbitol dan manitol dengan rumus kimia $C_5H_{12}O_5$ dan berat molekul 152,15 g/mol. Xylitol pertama kali diproduksi secara komersial pada awal tahun 1970 dengan menghidrolisis hemiselulosa xylan dari tanaman birch untuk mendapatkan xilosa yang kemudian dikonversi menjadi xylitol dengan hidrogenasi. Xylitol yang dihasilkan dimurnikan dengan kristalisasi sampai kemurnian lebih dari 98,5% (Pepper dan Olinger, 1988). Kelarutan xylitol dalam air sama dengan sukrosa yaitu 68g/100g pada suhu 30° C. Sedangkan di bawah suhu tersebut kelarutannya berkurang dan di atas suhu tersebut akan lebih mudah larut daripada sukrosa. Xylitol bersifat sangat higroskopis pada kelembaban relatif yang lebih rendah dari 80 %. Dari semua poliol, xylitol memiliki viskositas paling rendah yaitu 45 cP pada suhu 25 °C dan 20 cP pada suhu 40 °C (Marie dan Piggott, 1991).

Xylitol adalah pemanis alami yang jumlah kalorinya tiga kali lebih kecil dibandingkan sukrosa atau sekitar 36% dari sukrosa. Polialkohol ini diproduksi

melalui reduksi D-xilosa yang merupakan derivat dari hemiselulosa. Xylitol secara alami terdapat dalam buah-buahan dan sayur-sayuran seperti gandum, selada dan kembang kol. Xylitol dapat juga diperoleh melalui fermentasi D-xylosa yang diekstrak dari hemiselulosa yang diperoleh dari tongkol jagung, bagas (ampas tebu), daun-daunan, sorgum, jagung dan lain-lain. Dalam industri gula alkohol jenis ini diproduksi melalui reaksi hidrogenasi xylosa yang dibantu oleh katalis logam dengan dialiri gas hidrogen pada temperatur dan tekanan tinggi (Chandel *et al.*, 2012). Reaksi pembentukan Xylitol ditunjukkan oleh Gambar 2.



Gambar 2. Pembentukan xylitol

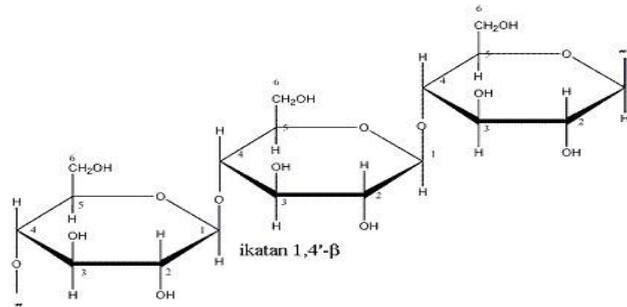
B. Selulosa

Selulosa merupakan salah satu polimer yang tersedia melimpah di alam. Produksi selulosa sekitar 100 milyar ton setiap tahunnya. Sebagian dihasilkan dalam bentuk selulosa murni seperti yang terdapat dalam rambut biji tanaman kapas. Namun paling banyak adalah yang berkombinasi dengan lignin dan polisakarida lain seperti hemiselulosa dalam dinding sel tumbuhan berkayu, baik pada kayu

lunak dan keras, jerami atau bambu. Selain itu selulosa juga dihasilkan oleh bakteri *Acetobacter xylinum* secara ekstraseluler (Klemm, dkk., 1998). Senyawa ini juga dijumpai dalam plankton bersel satu atau alga di lautan, juga pada jamur dan bakteri (Potthast, dkk., 2006; Zugenmaier, 2008). Sebagai bahan baku kimia, selulosa telah digunakan dalam bentuk serat atau turunannya selama sekitar 150 tahun (Habibi, dkk., 2010).

Selulosa mengandung sekitar 50-90% bagian berkrystal dan sisanya bagian amorf (Aziz et al., 2002). Selulosa hampir tidak pernah ditemui dalam keadaan murni di alam, melainkan selalu berikatan dengan bahan lain seperti lignin dan hemiselulosa. Selulosa terdapat dalam tumbuhan sebagai bahan pembentuk dinding sel dan serat tumbuhan. Molekul selulosa merupakan mikrofibril dari glukosa yang saling terikat satu dengan lainnya membentuk rantai polimer yang sangat panjang. Adanya ligan serta hemiselulosa di sekeliling selulosa merupakan hambatan utama untuk menghidrolisis selulosa (Sjostrom, 1995).

Selulosa merupakan polisakarida yang terdapat dalam tumbuhan, yang berfungsi sebagai bahan pembentuk dinding sel dan serat tumbuhan dengan rumus empiris $(C_6H_{12}O_5)_n$. Struktur kimianya terdiri dari glukosa anhidrat yang dihubungkan oleh ikatan β -1,4-glikosidik. Struktur selulosa ditunjukkan pada Gambar 3 berikut ini.



Gambar 3. Struktur Selulosa

Ikatan β -1,4-glikosida pada serat selulosa dapat dipecah menjadi monomer glukosa dengan cara hidrolisis asam atau enzimatik. Hidrolisis sempurna selulosa akan menghasilkan monomer selulosa yaitu glukosa, sedangkan hidrolisis tidak sempurna akan menghasilkan disakarida dari selulosa yaitu selobiosa (Fan dkk, 1982). Selulosa dapat dihidrolisis menjadi glukosa dengan menggunakan media air dan dibantu dengan katalis asam atau enzim. Selanjutnya glukosa yang dihasilkan dapat difermentasi menjadi produk fermentasi yang nantinya dapat diolah lagi menjadi etanol.

Selulosa dapat dimanfaatkan untuk produksi gula alkohol seperti sorbitol, manitol, xilitol dengan bantuan katalis. Selulosa dapat menghasilkan sorbitol dengan rendemen 71,1% menggunakan katalis yang mengandung gugus sulfonat dan nanopartikel Ru (Lee *et al.*, 2011). Konversi selulosa menjadi sorbitol dengan rendemen 32 % dan manitol dengan rendemen 6,6% menggunakan katalis Pt/Al₂O₃ (Fukuoka *et al.*, 2006). Selain gula alkohol, selulosa dapat diubah menjadi beberapa senyawa kimia, diantaranya etilen glikol sebesar 60% dengan katalis tungsten karbida yang dipromosikan dengan sejumlah kecil nikel (Ji *et al.*, 2008), asam levulinat 67% menggunakan katalis CrCl₃ dengan waktu 180 menit

pada temperatur reaksi 200°C (Peng *et al.*, 2010), asam laktat 60% dengan katalis timbal (II) pada temperatur reaksi 190°C (Wang *et al.*, 2013) dan 5-hidroksi metil furfural menggunakan kromium triklorida dengan perolehan rendemen sebesar 43,7% dengan waktu 90 menit pada temperatur reaksi 140°C (Wang *et al.*, 2014).

C. Nanoselulosa

Partikel nanoselulosa merupakan material jenis baru dari selulosa yang ditandai dengan adanya peningkatan kristalinitas, aspek rasio, luas permukaan, dan peningkatan kemampuan dispersi serta biodegradasi. Adanya kemampuan ini, partikel nanoselulosa dapat digunakan sebagai *filler* penguat polimer, aditif untuk produk-produk *biodegradable*, penguat membran, pengental untuk dispersi, dan media pembawa obat serta implan (Ioelovich, 2012).

Nanoselulosa telah banyak digunakan dalam bidang industri maupun kehidupan sehari-hari. Beberapa aplikasi nanoselulosa diantaranya adalah sebagai berikut :

a. Modifikasi permukaan hidrofobik nanoselulosa dengan garam ammonium.

Dilakukan modifikasi pada permukaan hidrofobik dari nanoselulosa. Metode yang digunakan untuk memodifikasi permukaan nanoselulosa ini adalah penggabungan adsorpsi dari garam ammonium dengan kation. Rantai alkil panjang, phenyl, glycidyl, dan kelompok diallyl melalui proses pertukaran ion dalam larutan yang mengandung air (Salajková *et al.*, 2012).

b. Nanokomposit selulosa dengan asam polilaktik (PLA)

Nanokomposit dibuat dari gabungan antara nanoselulosa dengan asam polilaktik (PLA). Namun, pada penelitian kali ini tidak adanya perbaikan sifat

mekanik apabila dibandingkan dengan PLA murni dikarenakan penambahan aditif yang tidak cocok (DMAc/LiCl) (Oksman *et al.*, 2006).

Dibuat nanokomposit asam polilaktik (PLA) dengan adanya penambahan nanoselulosa. dapat memperkuat sifat penghalang (*barrier*) pada hasil polimer komposit. Selanjutnya komposit ini dapat menjadi bahan aktif anti racun (Fortunati *et al.*,2012).

c. Nanokomposit selulosa dengan poliuretan

Nanokomposit dibuat dari poliuretan dengan fraksi volume rendah dari nanoselulosa Cao *et al.*, (2008) menyatakan bahwa dengan penambahan *filler* nanoselulosa sebanyak 1% berat dapat meningkatkan *modulus young*, kekuatan tarik, dan keuletan dari polimer komposit yang dihasilkan.

d. Nanokomposit polioksietilen

Nanokomposit dari polioksietilen (POE) dengan nanoselulosa. Samir *et al.*, (2004), menyatakan bahwa pembentukan jaringan selulosa antar ikatan hidrogennya berperan penting dalam peningkatan sifat mekanik komposit.

D. Katalis

Katalis merupakan zat yang mampu meningkatkan laju suatu reaksi kimia agar reaksi tersebut dapat berjalan lebih cepat. Dalam suatu reaksi, sebenarnya katalis ikut terlibat, tetapi pada akhir reaksi terbentuk kembali seperti bentuknya semula. Dengan demikian, katalis tidak memberikan tambahan energi pada sistem dan secara termodinamika tidak dapat mempengaruhi keseimbangan. Katalis mempercepat reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi reaksi. Penurunan

energi aktivasi tersebut terjadi sebagai akibat dari interaksi antara katalis dan reaktan. Katalis menyediakan situs-situs aktif yang berperan dalam proses reaksi. Situs-situs aktif ini dapat berasal dari logam-logam yang terdeposit pada pengemban atau dapat pula berasal dari pengemban sendiri. Logam-logam tersebut umumnya adalah logam-logam transisi yang menyediakan orbital d kosong atau elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu (Campbell, 1998).

Reaksi katalitik secara umum dikelompokkan menjadi dua, yaitu reaksi katalitik homogen dan reaksi katalitik heterogen. Pada reaksi katalitik homogen, reaktan dan katalis berada dalam fasa yang sama dan reaksi terjadi di seluruh fasa. Sebaliknya reaksi katalitik heterogen, reaktan dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Dalam katalis heterogen, zat padat yang bertindak sebagai katalis dapat mengikat sejumlah gas atau cairan pada permukaannya berdasarkan adsorpsi. Pada kenyataannya, proses katalis heterogen pada permukaan padatan selalu berhubungan dengan adsorpsi molekul reaktan dan desorpsi produk. Kajian kontak katalis didasarkan pada proses adsorpsi–desorpsi. Akibat terjadinya adsorpsi kimia, aktivitas molekul mengalami perubahan. Atom yang teradsorpsi menjadi lebih reaktif dibandingkan molekul bebasnya, karena mengalami pemutusan ikatan kovalen atau ikatan hidrogen. Proses adsorpsi menyebabkan berkurangnya energi bebas (G) sistem sehingga entropi (S) juga berkurang. Berdasarkan persamaan 1,

$$\Delta G = \Delta H - T \cdot \Delta S \dots\dots\dots 1)$$

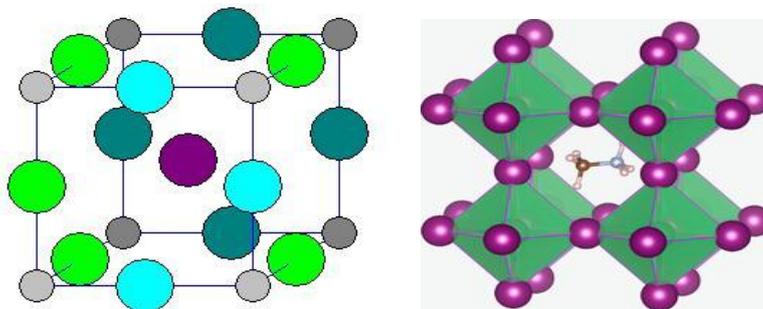
maka dapat dikatakan bahwa proses adsorpsi tersebut adalah eksotermik (Adamson, 1990).

Sebagian besar industri kimia menggunakan katalis heterogen. Keuntungan pemakaian katalis heterogen (berupa padatan) adalah jenis katalis yang cukup banyak, mudah dimodifikasi dan dapat diregenerasi pada suhu pemisahan serta dapat digunakan untuk mereaksikan senyawa yang peka terhadap suasana asam dan tidak merusak warna hasil reaksi. Persyaratan utama suatu katalis heterogen adalah permukaan yang aktif dan mampu mengadsorpsi reaktan. Kelebihan utama katalis heterogen adalah mudahnya dipisahkan dari hasil reaksi.

a. Senyawa *perovskite*

Oksida logam yang membentuk struktur *perovskite* dengan rumus umum ABO_3 telah menjadi perhatian yang menarik karena mempunyai aplikasi komersil yang potensial sebagai katalis untuk dekomposisi NO_x , sel elektroda bahan bakar, sensor deteksi gas, dll (Shu dan Kaliaguine, 1998).

Senyawa *perovskite* ABO_3 memiliki struktur kristal yang sangat sederhana. Struktur idealnya membentuk kubus, dengan kation besar (A) dikelilingi oleh 2 anion dan kation yang lebih kecil (B) dikelilingi oleh 6 anion seperti terlihat dalam struktur *perovskite* $CaTiO_3$ pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur ideal dari *perovskite* $CaTiO_3$ (West., 1999)

Struktur *perovskite* ada dua tipe seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Tipe A dengan ion Ti^{4+} di sudut sel unit, satu ion Ca^{2+} pada pusatnya dan ion O^{2-} mengelilinginya. Pada tipe B, rusuk kubus dari sel unit diduduki oleh Ca^{2+} dan ion Ti^{4+} menduduki pusat kubus serta ion O^{2-} disisinya.

Perubahan struktur dapat terjadi pada beberapa *perovskite*. Misalnya atom A atau B tidak berada dalam ukuran yang benar dalam menyerang situs yang dihasilkan oleh sisa struktur. Struktur oksida yang ideal adalah struktur kubik *perovskite* yang panjang ikatannya berhubungan dengan ukuran unit sel a dengan,

$$a = \sqrt{2}r_{A-B} = 2r_{B-O} \dots\dots\dots 2)$$

Pada *perovskite* LaCrO_3 , $a = 3,874 \text{ \AA}$. Derajat perubahan *perovskite* diberikan dengan faktor toleransi,

$$t = \frac{\sqrt{2}r_{A-O}}{2r_{B-O}} \dots\dots\dots 3)$$

Ada beberapa fleksibilitas dari panjang ikatan dan biasanya *perovskite* kubik terbentuk dengan t dalam rentang $0.9 < t < 1.0$. Jika $t > 1$, sisi B lebih besar dari yang dibutuhkan. Jika t sedikit lebih besar dari 1.0 maka struktur berubah namun masih struktur dasar *perovskite* seperti BaTiO_3 dengan $t = 1,06$. Untuk perbedaan yang lebih besar dari $t = 1$, ion B menempati sisi yang lebih kecil dengan bilangan koordinasi yang lebih rendah dan struktur berubah seluruhnya seperti pada BaSiO_3 dengan Si tetrahedral. Untuk faktor toleransi yang lebih kecil $0,85 < t < 0,90$ terjadi perubahan struktur yang berbeda seperti GdFeO_3 , kation A terlalu kecil untuk sisi tersebut. Untuk $t < 0,85$, perubahan struktur *perovskite* tidak

stabil dalam waktu lebih lama dan kation A menempati sisi yang lebih kecil, contoh adalah pada LiNbO_3 dan FeTiO_3 .

Perovskite dapat diberikan dengan rumus umum $\text{A}_1\text{A}_2\text{B}_1\text{B}_2\text{O}_3$ dimana A_1 adalah yang terpilih diantara Lantanida (umumnya La, namun kadang-kadang Ce, Pr atau Nd) dan A_2 adalah diantara logam alkali tanah (Ca, Ba, Sr) posisi B_1 dan B_2 ditempati oleh logam transisi (Co, Mn, Fe, Cr, Cu, V) atau logam mulia. A_2 dan B_2 berhubungan dengan substitusi sebagian dari ion A_1 dan B_1 . Metode preparasi *perovskite* dapat dilakukan dengan metode etilen glikol dengan prekursor garam oksalat, atau dengan metode karbonil dengan prekursor garam asetat, dan metode sitrat dengan prekursor garam nitrat (Irusta *et al.*, 1998).

Katalis oksida tipe *perovskite* dapat memberikan aktivitas katalitik yang baik untuk oksidasi CO dan reduksi NO (Deremince, 1995). Katalis *perovskite* dengan sisi A La dan sisi B, Cr diketahui memiliki keaktifan pada reaksi dekomposisi NO_x .

Kestabilan katalis *perovskite* bergantung pada dua faktor yaitu kestabilan fase aktif, sebagai fungsi kestabilan komponen oksida dan permukaan *sintering* mengakibatkan hilangnya situs aktif. Kestabilan katalis berstruktur *perovskite* tersebut sangat bergantung pada preparasi (Kirchnerova dan Klavana., 1999).

E. Reaksi Fotokatalitik

Fotokatalis merupakan suatu proses transformasi kimia yang dibantu oleh adanya cahaya dan material katalis (Ningsih, 2012). Selain itu, fotokatalis juga dapat didefinisikan sebagai suatu proses kombinasi antara fotokimia dan katalis, yaitu

suatu reaksi kimia yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya, dan katalis mempercepat reaksi tersebut (Castellote dan Bengtsson, 2011). Katalis yang berperan dalam fotokatalisis disebut fotokatalis.

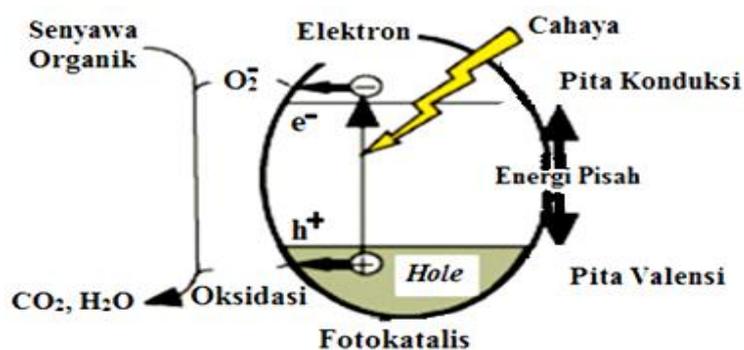
Reaksi fotokatalitik adalah reaksi yang berlangsung karena pengaruh cahaya dan katalis secara bersama-sama. Katalis ini mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan substrat baik dalam keadaan dasar maupun keadaan teresksitasnya, atau fotoproduk utamanya, yang bergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut.

Secara umum, fotokatalitik dibagi menjadi dua jenis, yaitu fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah reaksi fotokatalitik dengan bantuan oksidator seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen merupakan teknologi yang didasarkan pada irradiasi sinar UV pada semikonduktor. Fotokatalitik merupakan suatu proses yang mempercepat dengan penambahan suatu substansi/katalis (Qodri, 2011).

Aktivitas fotokatalis bergantung pada kemampuan katalis untuk menghasilkan sepasang *electron-hole* pada pita valensinya. *Holes* ini kemudian akan berfungsi sebagai tempat terjadinya oksidasi. Keberadaan *electron-hole* tersebut akan mempercepat proses transfer elektron yang terjadi. Dengan demikian, keberadaan dari pasangan *electron-hole* akan mempercepat reaksi redoks (Putera, 2008).

Bahan yang digunakan untuk membuat fotokatalis ialah bahan semikonduktor. Semikonduktor adalah bahan yang memiliki konduktivitas listrik diantara konduktor dan isolator. Resistivitas semikonduktor berkisar di antara 10^{-6} sampai 10^4 ohm-m. Pada semikonduktor, terdapat pita energi yang memperbolehkan

keberadaan elektron, yaitu pita valensi berenergi rendah yang terisi penuh oleh elektron dan pita konduksi yang berenergi tinggi yang kosong. Celah energi yang memisahkan kedua pita tersebut yaitu pita terlarang atau disebut juga sebagai *band gap* (E_g). Salah satu karakteristik penting semikonduktor adalah memiliki celah energi yang relatif kecil yaitu berkisar antara 0,2-2,5 eV. Energi celah pita yang kecil ini memungkinkan suatu elektron memasuki level energi yang lebih tinggi. Perpindahan elektron ini dapat terjadi karena pengaruh suhu dan penyinaran (Malvino, 1989). Untuk berlangsungnya proses katalisis, semikonduktor memerlukan serapan energi yang sama atau lebih dari *band gap*.



Gambar 5. Mekanisme fotokatalisis (Mohamed *et al.*, 2012)

Secara umum mekanisme fotokatalisis adalah pembentukan radikal OH^\cdot dan pembentukan spesi super oksida anion dari oksigen. Ketika fotokatalis mengabsorpsi cahaya dengan panjang gelombang tertentu, maka fotokatalis memperoleh energi. Energi tersebut akan digunakan untuk eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi. Setelah elektron tereksitasi, akan dihasilkan suatu *hole* pada pita valensi.

Hole akan memecah air membentuk suatu hidroksi radikal. Hidroksi radikal tersebut kemudian akan bereaksi dengan molekul organik dan memecah senyawa organik tersebut menjadi senyawa intermediet lain yang akan mengalami reaksi lebih lanjut. Elektron yang tereksitasi akan bereaksi dengan oksigen yang membentuk spesi anion super oksida. Anion super oksida akan bereaksi dengan senyawa hasil pemecahan molekul organik membentuk produk. Siklus ini akan terus berulang sampai reaksi selesai (Putera, 2008).

Hole merupakan oksidator yang kuat, sedangkan elektron merupakan reduktor yang baik. Sebagian besar reaksi fotodegradasi senyawa organik menggunakan kekuatan *hole* untuk mengoksidasi baik secara langsung maupun tidak langsung, sehingga untuk mempertahankan muatan perlu ditambahkan spesies lain yang dapat tereduksi oleh elektron. Oleh karena itu tingkat keefektifan semikonduktor meningkat dengan modifikasi permukaan semikonduktor dengan logam tertentu (Hoffman *et al.*, 1995).

F. Preparasi katalis

Karakteristik katalis dipengaruhi oleh tiap tahap preparasi yang dilakukan.

Pemilihan metode preparasi katalis bertujuan untuk mendapatkan struktur yang stabil, mempunyai luas permukaan yang tinggi dan situs aktif yang lebih terbuka serta ukuran yang kecil sehingga memaksimalkan penggunaannya.

1. Metode Sol Gel

Metode sol-gel merupakan metode yang paling sukses dalam mempersiapkan material oksida logam berukuran nano. Sol adalah suspensi koloid yang fasa

terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan.

Suspensi partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoxida dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis (Paveena *et al.*, 2010).

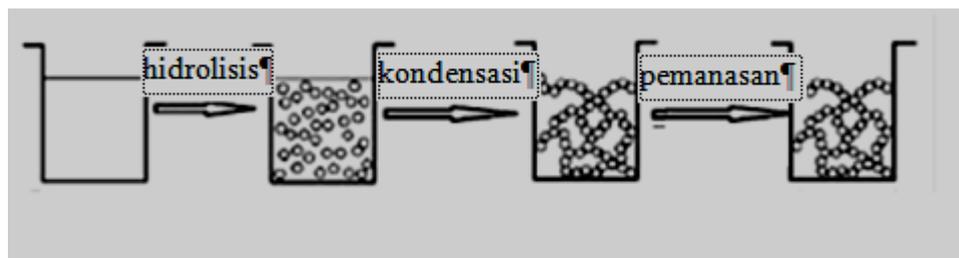
Preparasi katalis heterogen dengan proses sol-gel melibatkan tahapan pembentukan sol dan kemudian menjadi gel. Sol gel adalah suatu suspensi koloid dari partikel yang digelkan ke bentuk padatan. Sol adalah suspensi cair dari partikel padat dengan ukuran 1 nm – 1 mikron, dapat diperoleh dari hidrolisis dan kondensasi parsial prekursor seperti sebuah garam anorganik atau logam.

Kondensasi lebih lanjut dari partikel sol menjadi jaringan tiga dimensi yang berbentuk gel, yang merupakan material fasa ganda dengan enkapsulat padat dan pelarut (Mills *et al.*, 1997; Radic *et al.*, 2004).

Proses sol-gel melibatkan transisi menggunakan prinsip pada sistem dari fasa sol menjadi fasa gel yang didasarkan pada kemudahan memasukkan satu atau dua logam aktif secara bersamaan dalam prekursor katalis. Metode sol gel digunakan secara luas dalam sintesis katalis berpendukung logam karena kemudahannya dalam memasukkan satu atau lebih logam aktif sekaligus dalam prekursor katalis (Lambert and Gonzalez, 1998). Keuntungan dari metode sol gel yaitu :

- a. Dispersi tinggi dari spesi aktif yang tersebar secara homogen pada permukaan katalis.
- b. Tekstur pori yang dihasilkan memberikan kemudahan untuk berdifusi dari reaktan menuju ke situs aktif.

- c. Luas permukaan tinggi.
- d. Peningkatan stabilitas termal (Lecloux and Pirard, 1998; Lambert and Gonzalez, 1998). Metoda sol gel sendiri meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan. Tahapan dapat dilihat pada Gambar 6 berikut.



Gambar 6. Tahapan preparasi dengan metoda sol gel.

2. Pengeringan Beku (*Freeze Drying*)

Freeze Drier merupakan suatu alat pengeringan yang termasuk ke dalam pengantar pengeringan atau pengeringan tak langsung karena proses perpindahan terjadi secara tidak langsung yaitu antara bahan yang akan dikeringkan (bahan basah) dan media pemanas terdapat dinding pembatas sehingga air dalam bahan basah / lembab yang menguap tidak terbawa bersama media pemanas. Hal ini menunjukkan bahwa perpindahan panas terjadi secara hantaran (konduksi), sehingga disebut juga pengantar pengeringan atau pengeringan tak langsung (Liapis *et al.*, 1994).

Pengeringan beku (*freeze drying*) adalah salah satu metode pengeringan yang mempunyai keunggulan dalam mempertahankan mutu hasil pengeringan, khususnya untuk produk-produk yang sensitif terhadap panas. Dalam katalis, metode ini digunakan untuk menghilangkan air hidrat dalam rongga bahan katalis tanpa merusak struktur jaringan bahan tersebut (Labconco, 1996). Keuntungan

menggunakan metode *freezer dry* yaitu hasilnya homogen, murni, dengan ukuran partikel dapat diproduksi kembali serta memiliki aktivitas yang seragam (Bermejo *et al.*, 1997).

3. Kalsinasi

Proses kalsinasi merupakan pemanasan zat padat dibawah titik lelehnya untuk menghasilkan keadaan dekomposisi termal dari transisi fasa lain selain fasa lelehan. Kalsinasi diperlukan sebagai penyiapan serbuk untuk proses lebih lanjut dan memperoleh ukuran partikel yang optimum dengan menggunakan senyawa dalam bentuk garam atau dihidrat menjadi oksida, membentuk fase kristal.

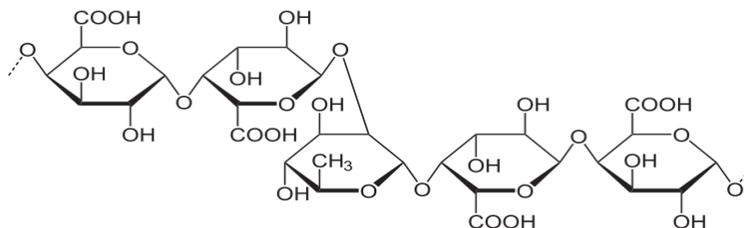
Peristiwa yang terjadi pada proses kalsinasi yaitu:

- a. Dekomposisi komponen prekursor pada pembentukan spesi oksida. Proses pertama terjadi pelepasan air bebas (H_2O) dan terikat (OH) yang berlangsung pada suhu diantara $100^{\circ}C$ dan $300^{\circ}C$.
- b. Pelepasan gas CO_2 berlangsung pada suhu sekitar $600^{\circ}C$, akan terjadi pengurangan berat secara berarti dan terjadi reaksi antara oksida yang terbentuk dengan penyangga.
- c. Sintering komponen prekursor. Pada proses ini struktur kristal sudah terbentuk namun ikatan di antara partikel serbuk belum kuat dan mudah lepas (Pinna, 1998).

G. Pektin

Pektin merupakan polisakarida kompleks tersusun atas polimer asam α D-galakturonat yang terikat melalui ikatan α 1,4-glikosidik. Pektin terkandung di

dalam dinding sel primer yaitu diantara selulosa dan hemiselulosa (Nelson *et al.*,1977). Struktur pektin ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Struktur Pektin

Pektin tidak larut di dalam alkohol dan aseton. Sifat penting pektin adalah kemampuannya membentuk gel. Kandungan metoksi pada pektin mempengaruhi kelarutannya. Kadar metoksi merupakan jumlah metanol di dalam 100 mol asam galakturonat. Kadar metoksi berperan dalam menentukan sifat fungsional dan mempengaruhi struktur serta tekstur dari gel pektin (Constenla and Lozano, 2006). Pektin dengan kadar metoksi tinggi (79%) akan mudah larut di dalam air serta membentuk gel dengan gula dan asam pada konsentrasi gula 58-70%, sedangkan pektin dengan kadar metoksi rendah (3-6%) mudah larut di dalam alkali dan asam oksalat serta tidak mampu membentuk gel dengan asam dan gula tetapi dapat membentuk gel dengan adanya ion-ion kalsium. Pembentukan gel terjadi melalui ikatan hidrogen di antara gugus karboksil bebas dan di antara gugus hidroksil (Caplin, 2004). Pektin bersifat asam dan koloidnya bermuatan negatif karena adanya gugus karboksil bebas. Larutan 1% pektin yang tidak dinetralkan akan memberikan pH 2,7-3,0. Larutan pektin stabil pada pH 2,0-4,0, pada pH lebih dari 4,0 atau kurang dari 2,0, viskositas dan kekuatan gelnya akan berkurang karena terjadi

depolimerisasi rantai pektin. Pektin dapat mengalami saponifikasi dan degradasi melalui reaksi β -eliminasi pada kondisi basa (Nelson *et al.* 1977). Pektin banyak digunakan sebagai komponen fungsional pada industri makanan karena kemampuannya dalam membentuk gel dan menstabilkan protein (May, 1990). Penambahan pektin pada makanan akan mempengaruhi proses metabolisme dan pencernaan pada adsorpsi glukosa dan kolesterol (Baker, 1994). Pektin berfungsi sebagai pemberi tekstur yang baik pada roti dan keju, bahan pengental dan stabilizer pada minuman sari buah. Towle dan Christensen (1973) menyatakan bahwa pektin sebagai penyembuh diare dan dapat menurunkan kolesterol dalam darah. Selain itu, melalui pembuluh darah pektin dapat memperpendek waktu koagulasi darah untuk mengendalikan pendarahan (Farobie, 2006). Dalam bidang farmasi, pektin digunakan sebagai emulsifier pada preparat cair dan sirup, obat diare pada bayi dan anak-anak, bahan kombinasi untuk memperpanjang kerja hormon dan antibiotik, bahan pelapis perban untuk menyerap kotoran dan jaringan yang rusak sehingga luka tetap bersih dan cepat pulih serta sebagai bahan injeksi untuk mencegah pendarahan.

H. Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis meliputi sifat fisik dan sifat kimia. Karakterisasi fisik antara lain adalah keasaman katalis, luas permukaan, diameter pori, morfologi permukaan dan distribusi logam. Tujuan dari karakterisasi adalah untuk mengontrol kualitas katalis setelah preparasi.

1. Keasaman katalis

Analisis keasaman katalis dilakukan untuk mengetahui jumlah situs asam dan jenis situs asam. Jumlah situs asam ditentukan melalui metode gravimetri melalui adsorpsi basa adsorbat dalam fasa gas pada permukaan katalis (ASTM, 2005). Jenis situs asam yang terikat pada katalis dapat ditentukan dengan menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR) dari katalis yang telah mengadsorpsi basa adsorbat (Seddigi, 2003).

a. Metode Gravimetri

Pada umumnya jumlah situs asam berbanding lurus dengan situs aktif pada katalis. Informasi mengenai banyaknya situs asam yang terkandung pada katalis dapat kita ketahui dari jumlah situs asam yang muncul. Basa yang dapat digunakan adalah amoniak, piridin, piperidin, quinolin, trimetil amin, dan pirol yang teradsorpsi pada situs asam dengan kekuatan adsorpsi yang proporsional dengan kekuatan asam. Banyaknya basa yang teradsorpsi pada situs asam menyatakan kekuatan asam dari suatu sampel padatan. Prosedur pengerjaan dilakukan pada temperatur tertentu atau pada rentang temperatur tertentu dengan menggunakan metode gravimetri (Richardson, 1989). Namun, yang umum digunakan adalah amoniak atau piridin.

Jumlah situs asam menggunakan adsorpsi amoniak sebagai basa adsorbat merupakan penentuan jumlah situs asam total katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul amoniak yang kecil sehingga memungkinkan untuk masuk sampai ke dalam pori-pori katalis. Penentuan jumlah situs asam menggunakan piridin sebagai basa adsorbat merupakan penentuan jumlah situs asam yang terdapat pada permukaan katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul piridin

yang relatif besar sehingga hanya dapat teradsorpsi pada permukaan katalis (Rodiansono *et al.*, 2007).

Banyaknya mol basa yang teradsorpsi pada cuplikan dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Keasaman (mmol/gram)} = \frac{(W_3 - W_2)}{(W_2 - W_1) \text{ BM}} \times 1000$$

w_1 = Berat wadah kosong

w_2 = Berat wadah + cuplikan

w_3 = Berat wadah + cuplikan yang telah mengadsorpsi piridin

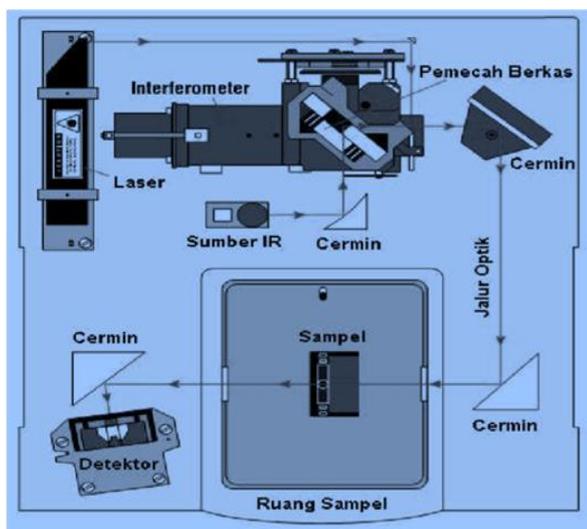
BM = Bobot molekul piridin

b. Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektrofotometri IR adalah spektroskopi yang memanfaatkan sinar IR dekat, yakni sinar yang berada pada jangkauan panjang gelombang 2,5-25 μm atau jangkauan frekuensi 400-4000 cm^{-1} . Prinsip kerja spektrofotometer IR adalah sebagai berikut, pertama sinar dari sumber laser dipantulkan melewati plat pemecah sinar, sementara sumber dari sumber IR dipantulkan melalui cermin kembali melewati plat pemecah berkas, kedua sumber ini dipantulkan kembali melewati cermin dan berkas cahaya diteruskan melalui lintasan optik sebelum dipantulkan dengan cermin, kemudian berkas melewati sampel, dipantulkan dan dilakukan pembacaan pada detektor yang mengubah energi panas menjadi energi listrik.

Instumen FTIR menggunakan sistem yang disebut dengan interferometer untuk mengumpulkan spektrum. Interferometer terdiri atas sumber radiasi, pemisah

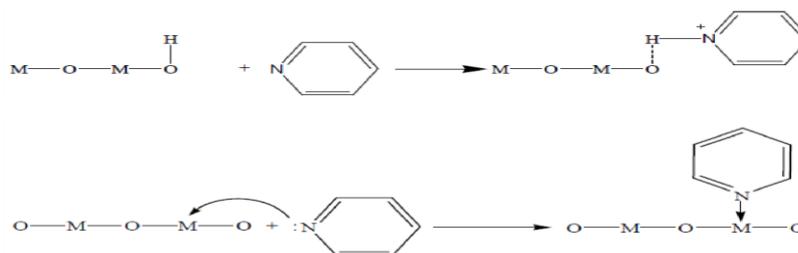
berkas, dua buah cermin, laser dan detektor. Skema lengkap dari instrumentasi FTIR ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Skema instrumentasi FTIR.

Karakterisasi sifat keasaman katalis dilakukan untuk mengetahui tingkat keasaman dari katalis yang telah dibuat. Keasaman dari suatu katalis adalah jumlah asam, kekuatan asam, serta sisi aktif katalis yang ditinjau dari gugus asam Brønsted-Lowry ditandai dengan puncak serapan pada bilangan gelombang 1485-1500, ~1620, dan ~1640 cm^{-1} sedangkan untuk asam Lewis ditandai dengan puncak serapan pada bilangan gelombang 1447-1460, 1488-1503, ~1580, dan 1600-1633 cm^{-1} (Nugroho, 1997). Menurut Brønsted-Lowry, asam adalah spesies yang dapat menyumbangkan proton atau lebih sering disebut donor proton dan basa adalah spesies yang dapat menerima proton (akseptor proton). Sedangkan asam menurut Lewis adalah, spesies yang dapat menerima pasangan elektron (akseptor elektron) dan basa adalah spesies yang dapat menyumbangkan pasangan elektron (donor elektron).

Penentuan jenis situs asam pada katalis dapat ditentukan menggunakan spektroskopi infra merah (FTIR) dari katalis yang telah mengadsorpsi basa adsorbat (Seddigi, 2003). Basa yang dapat digunakan adalah kuinolin, piperidin, trimetilamin, dan amonia. Penentuan jumlah situs asam memberikan informasi tentang banyaknya situs asam yang terkandung pada katalis, yang pada umumnya berbanding lurus dengan situs aktif pada katalis yang menentukan keaktifan suatu katalis. Sedangkan penentuan jenis situs asam memberikan informasi tentang situs asam yang terkandung pada katalis apakah asam Brønsted-Lowry atau asam Lewis, yang pada umumnya berkaitan dengan interaksi ikatan yang terjadi antara katalis dan reaktan. Reaksi katalitik dapat terjadi melalui transfer elektron, seperti ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Asam Bronsted dan Asam Lewis pada katalis (Parry, 1963).

Metode spektrofotometri infra merah digunakan untuk melihat sisi aktif katalis. Adanya puncak serapan dari ion piridinium ($\text{C}_5\text{H}_5\text{N}^+$) dan piridin yang teradsorpsi berturut-turut mengindikasikan adanya situs asam Brønsted-Lowry dan situs asam Lewis yang berperan pada permukaan katalis.

2. Analisis Struktur Kristal

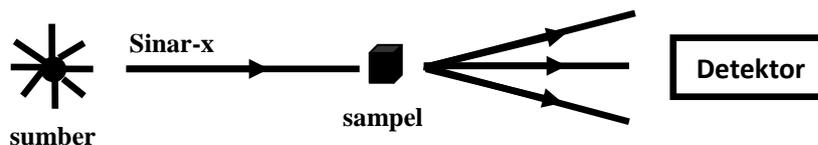
a. Analisis struktur Kristal

Struktur dan fasa katalis dapat ditentukan dengan alat XRD. XRD merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga saat ini. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi suatu material berdasarkan fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel suatu material dengan menggunakan persamaan Scherrer (Cullity,1978).

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

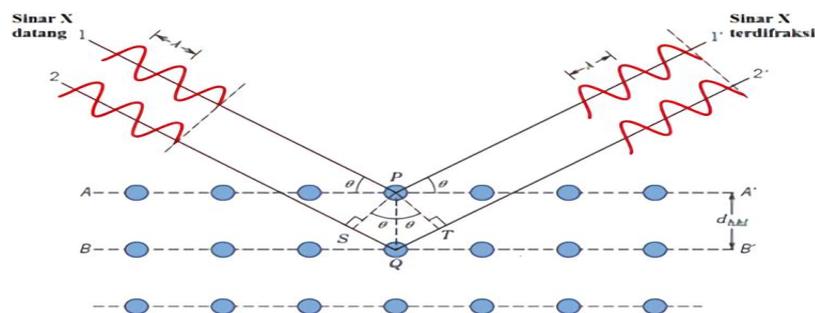
dimana: D = diameter rata-rata partikel (nm)
 k = konstanta dari instrumen yang digunakan
 λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm)
 β = pelebaran puncak (radian)
 θ = sudut Bragg (radian)

Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan dan sebagian lagi dihamburkan serta didifraksikan. Pola difraksi yang dihasilkan analog dengan pola difraksi cahaya pada permukaan air yang menghasilkan sekelompok pembiasan. Skema alat XRD ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Skema alat XRD.

Proses terjadinya pembentukan puncak-puncak difraksi pada XRD ditunjukkan pada Gambar 11.



Gambar 11. Proses pembentukan puncak pada XRD.

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang sama terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu puncak bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Chorkendroff and Niemantsverdriet, 2003).

b. Analisis Ukuran Partikel

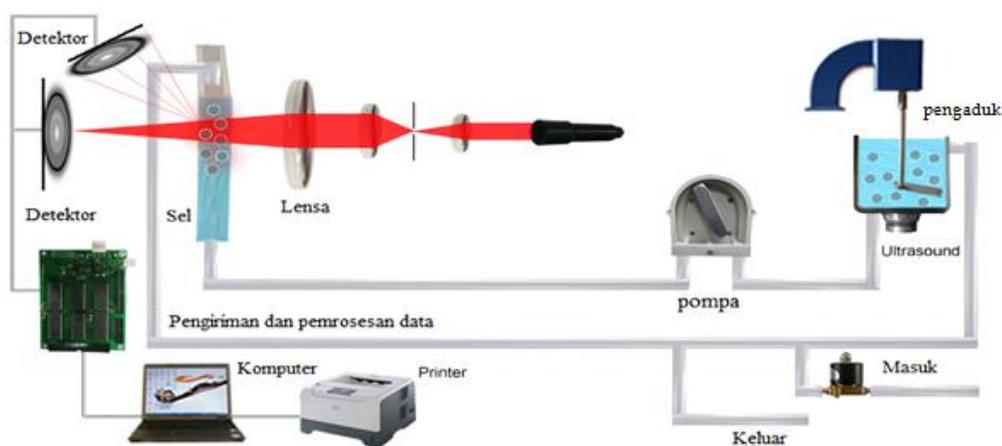
Untuk menganalisis ukuran partikel digunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) menggunakan *Laser Diffraction* (LAS). Metode ini dinilai lebih akurat bila dibandingkan dengan metode analisa gambar maupun metode ayakan (*sieve analyses*), terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer maupun submikron. PSA dengan metode LAS bisa dibagi dalam dua metode:

1. Metode basah: metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.

2. Metode kering: metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke sensing zone. Metode ini baik digunakan untuk ukuran kasar, dimana hubungan antarpartikel lemah dan kemungkinan untuk beraglomerasi kecil.

Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA biasanya menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar.

Terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submikron yang biasanya memiliki kecendrungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Rawle, 2012). Skema alat PSA ditunjukkan pada Gambar 12.



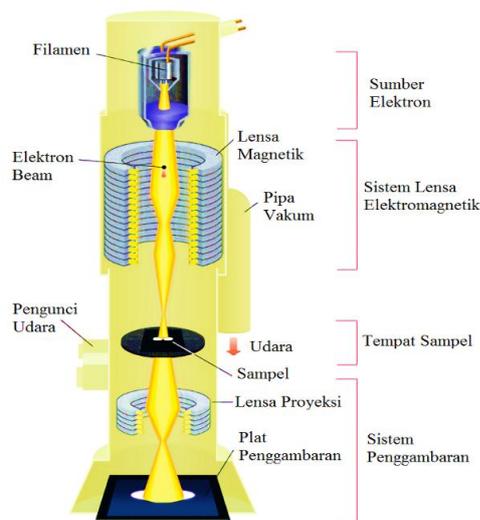
Gambar 12. Skema alat PSA

c. Analisis Morfologi Katalis

Untuk mempelajari morfologi permukaan katalis dapat menggunakan instrumentasi *Transmission Electron Microscopy* (TEM). TEM adalah sebuah instrumen atau alat yang dipakai dalam teknik penggambaran dari sebuah struktur mikro, dimana sebuah sinar elektron ditransmisikan menembus spesimen yang sangat tipis. Gambar tersebut diperbesar dan terfokus pada sebuah sensor penangkap gambar (*imaging device*), seperti : layar *fluorescent*, lapisan fotografi, atau terdeteksi oleh sebuah sensor seperti kamera CCD.

TEM digunakan untuk mengarakterisasi mikrostruktur dari material dengan resolusi yang amat tinggi. Informasi tersebut mengenai morfologi, struktur kristal, cacat, fasa Kristal, komposisi dan mikrostruktur secara magnetik dapat diperoleh dengan mengombinasikan antara *electron-optical imaging*, *electron diffraction* dan kemampuan dari *small probe* (pendeteksi ukuran kecil). Semua informasi itu sangat bergantung pada kemampuan sampel untuk ditembus *electron gun*. Oleh karena itu diperlukan sampel yang sangat tipis. Material yang akan diteliti menggunakan TEM tidak ada batasannya selama spesimen itu masih tipis (*electron transparent*). Informasi yang diperoleh adalah sebagai berikut :

1. Morfologi: ukuran, bentuk dan susunan dari partikel yang menyusun spesimen yang saling berhubungan pada skala atomik.
2. Kristalografi: susunan dari atom pada spesimen (menggunakan pola-pola difraksi) dan derajat keteraturannya, serta mendeteksi area cacat pada skala nanometer (Albar, 2010).



Gambar 13. Skema Instrumen TEM.

I. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Kromatografi adalah salah satu cara pemisahan untuk mengidentifikasi dan menentukan 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. Menurut 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, untuk 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, reproduibel, konstan, dan bebas dari gangguan.

c. Injektor

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

d. Kolom

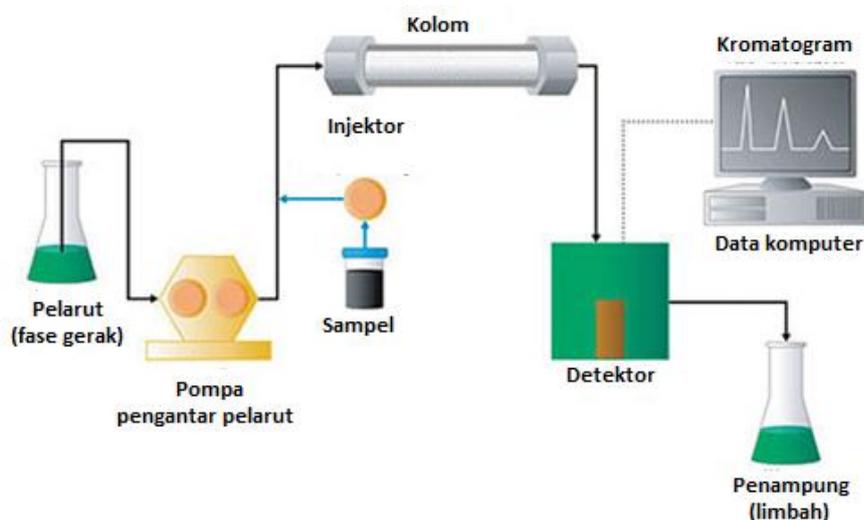
Kolom berfungsi memisahkan masing-masing komponen. Kolom merupakan jantung pada kromatografi. Keberhasilan atau kegagalan analisis dipengaruhi pada pemilihan kolom dan kondisi kerja yang tepat.

e. Detektor

Detektor berfungsi mendeteksi adanya komponen cuplikan dalam aliran yang keluar dari kolom. Terdapat beragam jenis detektor, penggunaannya 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 14.

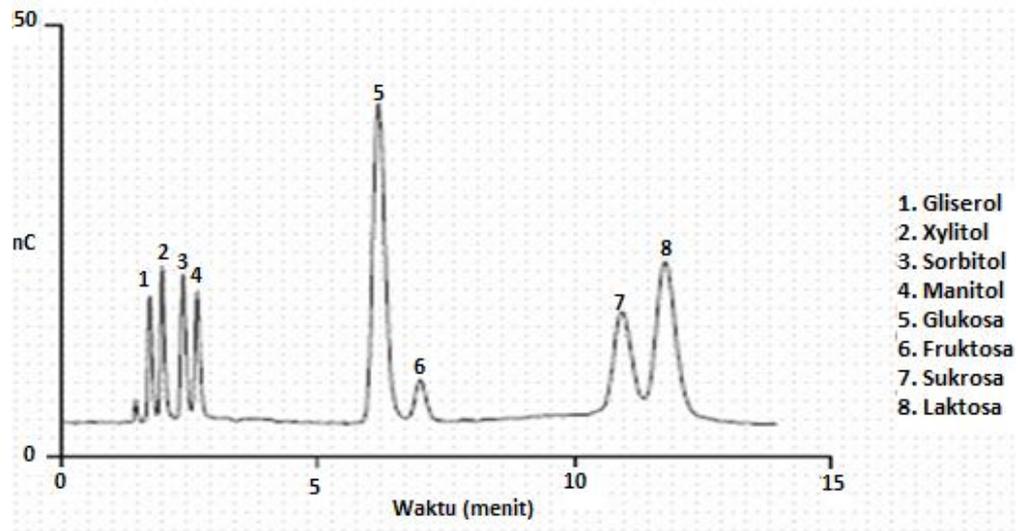


Gambar 14. Skema alat KCKT.

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 tersebut. Waktu retensi yang dihasilkan oleh tiap senyawa akan berbeda-beda, hal ini ditunjukkan pada gambar dibawah ini, ditampilkan kromatogram dari beberapa gula alkohol, monosakarida dan disakarida. 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 15.



Gambar 15. Kromatogram dari gula alkohol, monosakarida dan disakarida (Ratnayani dan Dwi, 2008)

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Universitas Lampung. Analisis XRD dan FTIR dilakukan di Badan Tenaga Nuklir Nasional Serpong, PSA dilakukan di Balai Besar Penelitian Dan Pengembangan Pascapanen Pertanian Bogor. Analisis morfologi katalis (TEM) dilakukan di Laboratorium Anorganik Universitas Gajah Mada. Uji Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) dilakukan di Akademik Kimia Analisis Bogor. Penelitian ini dilakukan dari bulan Februari 2017 sampai dengan bulan Juni 2017.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang akan digunakan adalah UV-Vis, *X-ray Diffraction* (XRD), *Transmission Electron Microscopy* (TEM), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Particle Size Analyzer* (PSA), *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC), *freeze drying*, *furnace*, oven, lampu UV, desikator, *hot plate*, pengaduk magnet, neraca analitik, mortar *agate* dan peralatan gelas laboratorium.

Adapun bahan-bahan yang akan digunakan adalah amonium molibdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), $\text{La}(\text{NO}_3)_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%),

$\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), pektin, amonia, akuades, piridin, selulosa, dan gas Hidrogen (BOC 99,99%).

C. Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yaitu pembuatan katalis dan karakterisasi katalis, serta uji aktivitas fototokatalis.

1. Pembuatan Nanokatalis

Pembuatan nanokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ dilakukan dengan cara melarutkan 8 gram pektin dalam 400 mL aquades dengan pengadukan menggunakan pengaduk magnet pada suhu kamar selama dua jam sampai diperoleh larutan yang homogen, maka larutan pektin ditambah dengan amonia sebanyak 45 ml hingga pH menjadi 11 agar pengikatan logam dapat terjadi dengan baik. Lantanium nitrat 3,617 gram dalam 250 mL aquades, amonium molibdat 0,103 gram dalam 150 mL aquades dan larutan crom nitrat 3,309 gram dalam 200 mL aquades, kemudian ditambah secara bersamaan kedalam larutan pektin sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet sampai diperoleh larutan yang homogen.

Selanjutnya, campuran pektin dan logam dipanaskan menggunakan *hot plate magnetic stirrer* pada suhu 70-80 °C sampai terbentuk gel $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ pada volume gel kurang lebih 200 ml, lalu gel $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ di *freeze drying* untuk menghilangkan kandungan air yang ada tanpa merusak jaringan yang telah terbentuk dari bahan tersebut selama 48 jam. Hasil serbuk nanokatalis digerus sampai halus dan selanjutnya dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 11 jam dan

dibiarkan dingin dalam *furnace* sampai suhu kamar. Bubuk katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ yang diperoleh digerus kembali sampai halus menggunakan mortar *agate*, kemudian ditimbang untuk dilanjutkan ke tahap karakterisasi katalis.

2. Karakterisasi Katalis

a. Analisis Keasaman Katalis

Penentuan sifat keasaman katalis dalam penelitian ini dilakukan dengan metode gravimetri dan FTIR. Metode gravimetri dilakukan dengan cara, wadah kosong ditimbang kemudian diisi dengan 0,0116 gram katalis dan dimasukkan ke dalam desikator yang sebelumnya telah divakum dan dimasukkan piridin. Selanjutnya, katalis tersebut dimasukkan ke dalam desikator tersebut dan ditutup rapat, kemudian didiamkan selama 24 jam. Setelah itu, wadah yang berisi katalis dikeluarkan dan didiamkan di tempat terbuka selama 2 jam. Wadah ditimbang kembali, ditentukan keasamannya dengan persamaan berikut.

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

Dimana, w_1 = Berat wadah kosong

w_2 = Berat wadah + cuplikan

w_3 = Berat wadah + cuplikan yang telah mengadsorpsi piridin

BM = Bobot molekul piridin

Pertambahan berat bahan katalis merupakan banyaknya basa yang teradsorpsi pada bahan katalis. Selanjutnya, penentuan situs asam Brønsted-Lowry dan situs asam Lewis dari bahan katalis, dilakukan dengan cara bahan katalis hasil uji keasaman secara gravimetri dianalisis dengan menggunakan FTIR yang

sebelumnya sampel katalis yang dianalisis dicampur dengan KBr kemudian dilakukan pengukuran.

b. Analisis Struktur Katalis dengan XRD

Analisis struktur katalis dilakukan menggunakan instrumentasi XRD. Prosedur analisis ini disesuaikan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Maiti *et al.* (1973). Tahapan analisisnya adalah sebagai berikut: sejumlah sampel digerus sampai halus, lalu ditempatkan dalam wadah sampel dan dianalisis. Berkas sinar-X yang ditembakkan ke sampel dengan menggunakan radiasi CuK α (1,5410 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA akan dipantulkan dengan membentuk sudut difraksi (2θ) dalam rentang 10 – 80°, dengan *step size* 0,02°/menit sebagai dasar pembentuk dari grafik difraktogram. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar *file data* yang terdapat dalam program *Crystalimpact* MACTH! dengan *database Crystallography Open Database (COD)* 20150107 yang mengacu pada *International Center For Diffraction Data (ICDD)* (Putz *et al.*, 2001).

c. Analisis Morfologi Katalis Menggunakan TEM

Penentuan morfologi nanokatalis LaCr_{0,99}Mo_{0,01}O₃ dilakukan menggunakan instrumentasi (TEM). Sampel katalis dipersiapkan sampai ketebalan 20 μm. Selanjutnya, sampel ditembak dengan ion Argon sampai berlubang dan berkas yang menembus sampel akan dibaca oleh detektor kemudian data diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

d. Analisis Ukuran Partikel menggunakan PSA

Pengukuran partikel Nanokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ dengan menggunakan metode basah. Metode ini memanfaatkan air atau aliran air untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone*. Pengukuran sampel dilakukan beberapa kali, hingga diperoleh dua data yang memiliki selisih kurang dari $0,0120 \mu\text{m}$. Kedua data tersebut kemudian diolah secara bertahap dalam menentukan hasil terbaik (Rawle, 2012).

3. Uji Aktivitas Fotokatalitik

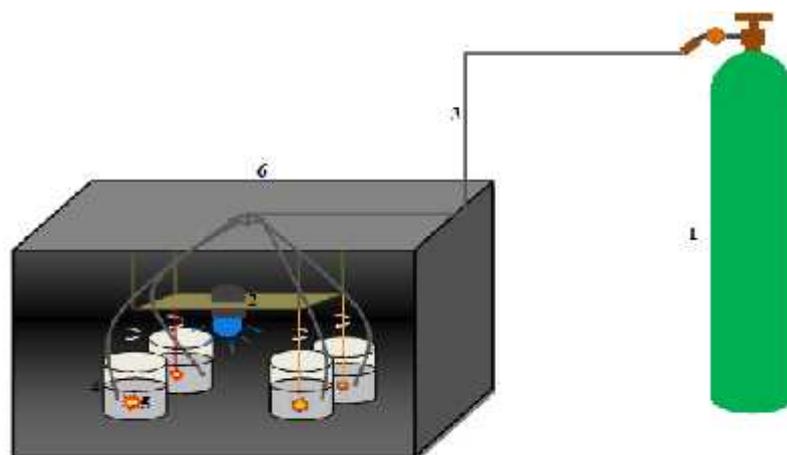
a. Konversi Nanoselulosa

Katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ selanjutnya digunakan dalam proses uji fotokatalitik konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol. Sebanyak 0,5 gram nanoselulosa dalam 100 mL akuades diultrasonik selama 30 menit. Larutan nanoselulosa yang telah diultrasonikasi dipindahkan kedalam labu leher tiga, lalu diaduk dengan pengaduk, kemudian ditambahkan nanokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ sebanyak 0,1 gram. Selanjutnya, dialirkan gas hidrogen dan disinari dengan sinar UV dengan variasi waktu 30 menit, 45 menit dan 60 menit. Hasil reaksi dianalisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).

b. Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Hasil dari uji aktivitas yaitu konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol akan dianalisis menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Analisis KCKT dilakukan dengan parameter fasa gerak aquades. Selain itu, parameter kolom SCR 101 P, detektor indeks refraksi, dan fasa gerak aquades. Hal ini

bertujuan untuk mengetahui kandungan alkohol yang terkandung dalam senyawa tersebut.



Gambar 16. Proses konversi nanoselulosa dengan irradiasi sinar UV

Keterangan:

1. Tabung gas H_2
2. Selang penghantar gas H_2
3. Ruang gelap tempat irradiasi sinar UV
4. Lampu UV
5. Wadah berisi larutan selulosa dan nanofotokatalis
6. Pengaduk

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut.

1. Preparasi nanokatalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ menggunakan metode sol gel dan pektin sebagai agen pengemulsinya dengan temperatur kalsinasi $700\text{ }^\circ\text{C}$ mampu menghasilkan ukuran katalis yang berskala nano.
2. Daya adsorpsi katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ terhadap basa piridin sebesar $13,85\text{ mmol piridin/gram katalis}$ dan berdasarkan hasil FTIR situs asam yang mendominasi pada permukaan katalis adalah situs asam Bronsted-Lowry.
3. Hasil XRD menunjukkan bahwa fasa kristalin yang terbentuk pada temperatur kalsinasi $700\text{ }^\circ\text{C}$ adalah $\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ dan LaCrO_3 . Rata-rata ukuran partikelnya yaitu sebesar $51,91\text{ nm}$ dan $50,74\text{ nm}$.
4. Volume distribusi terbesar dari katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ pada temperatur kalsinasi $700\text{ }^\circ\text{C}$ yang dihasilkan oleh pengukuran PSA yaitu sebesar $0,6\%$ dengan ukuran partikel $0,71\text{ }\mu\text{m}$.
5. Rata-rata ukuran partikel dari beberapa spot pada katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ pada temperatur kalsinasi $700\text{ }^\circ\text{C}$ yang dihasilkan dari pengukuran menggunakan TEM yaitu sebesar 32 nm , 44 nm , dan 40 nm .

6. Hasil konversi nanoselulosa pada katalis $\text{LaCr}_{0,99}\text{Mo}_{0,01}\text{O}_3$ menggunakan sinar UV tertinggi yaitu 16,0 % dengan lama penyinaran 60 menit dan menghasilkan gula alkohol sorbitol pada menit (30,45,dan 60) dengan persentase gula alkohol tertinggi pada menit 45 yaitu 19,07 %.

B. Saran

Dari hasil penelitian yang diperoleh, maka untuk penelitian lebih lanjut disarankan sebagai berikut.

1. Menggunakan metode yang lain sehingga didapatkan hasil yang maksimal.
2. Melakukan uji fotokatalitik dengan aliran gas yang optimal dan sinar UV yang besar watt nya.
3. Melakukan karakterisasi energi band gap, sehingga diketahui dengan pasti panjang gelombang yang harus digunakan untuk reaksi konversi nanoselulosa.
4. Mencari tempat analisis yang operator serta kondisi alatnya jauh lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A W. 1990. Physical Chemistry Of Surfaces, Fifth Edition. *John and Wiley and Sons*. New York. 538-539.
- Albar, M., and Ekaditya. 2010. Transmission Electron Microscope (TEM), Review Assignment. *Departement of Metallurgical and Material Engineering*. 36: 1-14.
- Amalia, R. 2013. Studi Pendahuluan Konversi Selulosa Menjadi Gula Alkohol dengan Katalis $\text{Ni}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ Dengan Variabel $x=0,5; 0,8$ dan 1. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Lampung. Bandar Lampung. 47-49.
- ASTM D4824-03. 2005. Test Method For Determination of Catalyst Acidity by Ammonia Chemisorption. *Annual Book of ASTM*. United States. 1-3.
- Bai, R., and Deng, D. 2004. Removal of Trivalent and Hexavalent Chromium with Aminated Polyacrylonitrile Fibers: Performance and Mechanisme. *Water Research*. 38(9): 2423-2431.
- Bayliss, P. 1976. X-ray Diffraction Powder Data. *Department of Geology*. University of Calgary. Canada. 335.
- Baker, R.A. 1994. Pectin. *Carbohydrate Polymers*. 12: 133-138.
- Bendersky, L.A. and Gayle, F.W. 2001. Electron Diffraction Using Transmission Electron Microscopy. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. 106(6): 997-1012.
- Bermejo E., Dantas, T., Lacour, C. and Querton, M. 1997. Mechanism of Formation of Nanocrystalline Hematite Prepared by Freeze-Drying. *Material Research Bulletin*. 30(5): 645-652.
- Brito, S.L., Bernardo., Fabiano, V., Pereira., Jean-Luc., Putaux., Bruno Jean. 2012. Preparation, Morphology and Structure of Cellulose Nanocrystals From Bamboo Fiber. *Cellulose*. 19(5): 1527-1536.
- Campbell, I.M. 1998. Catalyst at Surfaces. *Chapman and Hall*. New York. 1-3.

- Cao, X., Chen, Y., Chang, P.R., Muir, A.D., and Falk, G. 2008. Starch-based Nanocomposites Reinforced With Flax Cellulose Nanocrystals. *Express Polymer Letters*. 2: 502-510.
- Cheng H., Wang H., Liang L., Zhouguang L., and Dong Q. 2008. Facile Synthesis of $\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ Nanoparticles via an EDTA Complexing Approach. *Rare Metals*. 27(4): 340-344.
- Chiang, T. H. and Yeh, H. C. 2013. The Synthesis of La-MoO_3 by Ethylene Glycol. *Materials Letters*. 6(10): 4609-4625.
- Chorkendroff, I. and Niemantsverdriet J.W. 2003. Concept of Modern Catalysis and Kinetics. *Wiley-VCH GmbH & Co.* New York. 2 – 4.
- Colmenares, J.C., Magdziarz, A., and Bielejewska, A. 2011. High-value Chemicals Obtained from Selective Photo-oxidation of Glucose in the Presence of Nanostructured Titanium Photocatalysts. *Bioresource Technology*. 102(24): 11254-11257.
- Constenla, D. and Lozano J. E. 2006. Kinetic Model of Pectin Demethylation. http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S151689132005000200013. Diakses pada tanggal 8 Agustus 2016 pukul 20.00 WIB.
- Cullity, B.D. 1978. *Element of X-ray Diffraction 2nd edition*. Addison-Wesley Publishing Company Incorporation. Philippines. 397-398.
- Deremince, V. Mathieu, J.B. Nagy, and J.J. Verbist. 1998. Structure and Catalytic Activity of Mixed Oxides of Perovskite Structure. *Catalysis and Automotive Pollution Control*. 96: 393-404.
- Duguet, E. 2000. Introduction to Hybrid Organic-Inorganic Materials. University Bordeaux. 12 – 15.
- Farobie, O. 2006. Pembuatan dan Pencirian Pektin Asetat. *Skripsi*. IPB. Bogor. 1-3.
- Fortunati, E., Peltzer, M., Armentano, I., Torre, L., Jiménez, A., and Kenny, J. M. 2012. Effects of modified cellulose nanocrystals on the barrier and migration properties of PLA nano-biocomposites. *Carbohydrate Polymers*. 90(2): 948-956.
- Fukuoka, A and Dhepe, P.L. 2006. Catalytic Conversion of Cellulose into Sugar Alcohols. *Angewandte Chemie*. 45: 5161-5163.
- Fukuoka, A., Dhepe, P., Hara, K., Ito, Y., Kobayashi, H. 2009. Synthesis of Sugar Alcohols by Hydrolytic Hydrogenation of Cellulose Over Supported Metal Catalysts. *Angewandte Chemie*. 52: 1475-1478.

- Fukuoka, A., H. Kobayashi., Y.T. Komanoya., Y. Hosaka., P. L. Dhepe., K. Kasai and K. Hara. 2011. Synthesis of sugar alcohols by hydrolytic hydrogenation of cellulose over supported metal catalysts. *Green Chemistry*. 13: 326-333.
- Habibi, Y., Lucia, L.A. and Rojas, O.J. 2010. Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, and Applications. *Chemical Reviews*. 110(6): 3479-3500.
- Hansen, T. S., Boisen, A., Woodley, J.M., Pedersen, S., and Riisager, A. 2006. Production of HMF from Aqueous Fructose. *Microwave Study*. 32: 1-2.
- Hoffman, M.R., Martin, S.T., Choi, W., and Bahnemann, D.W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*. 95: 69-96.
- Ioelovich, M. 2012. Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 2(2): 9-13.
- Irusta, S., Pinna, M.P., Menendes, M., and Santamaria, J. 1998. Catalytic Combustion of Volatil Compounds Over La-Based Perovskites. *Journal of Catalysis*. 179: 400-412.
- Ji, N., Zhang, T., Zheng, M., Wang, A., and Chen, J. G. 2008. Direct catalytic conversion of cellulose into ethylene glycol using nickel-promoted tungsten carbide catalysts. *Angewandte Chemie*. 47: 8510-8513.
- Jie, W., and Yubao, L. 2003. Tissue engineering scaffold material of nanoapatite crystals and polyamide composite. *European Polymer Journal*. 40: 509-515.
- Jie, X.U., Jiping, M.A., Weiqiang, Y.U., Min, W., Xiuquan, J.I.A., and Fang, L.U. 2013. Advances in selective catalytic transformation of ployols to value added chemicals. *Chinese Journal of Catalysis*. 34: 492-507.
- Johnson, E.L., dan Stevenson, R. 1991. Dasar-Dasar Kromatografi Cair. Bandung. Penerbit ITB. 1-6.
- Kahar, L. N. A. 2015. Studi Pendahuluan Konversi Selulosa Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokatalis LaCrO_3 . *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Lampung. Bandar Lampung. 57-61.
- Kawai, T., and Sakata, T. 1980. Conversion of Carbohydrate Into Hydrogen Fuel by a Photocatalytic Process. *Nature*. 286: 474-476.
- Klavana, D., Tofan, C., and Kirchnerova, J. 2002. Direct Decomposition of Nitric Oxide Over Perovskite-Type Catalyst Activity When No Oxygen is Added to The Feed. *Applied Catalysis A*. 223: 275-286.

- Klemm, D., Philipp, B., Heinze, T., Heinze, U., and Wagenknecht, W. 1998. Comprehensive Cellulose Chemistry: Fundamentals and Analytical Methods. Weinheim : *Wiley-VCH Verlag GmbH*. 1-19.
- Kupiec, Tom. 2004. Quality-Control Analytical Methods: High-Performance Liquid Chromatography. *International Journal of Pharmaceutical Compounding*. 8: 223-227.
- Kuusisto, J., Mikkola, J.P., Casal, P.P., Karhu, H., Vayrynen, J., and Salmi, T. 2005. Kinetics of the Catalytic Hydrogenation of D-fructose Over a CuO-ZnO Catalytic. *Journal of Chemistry*. 115: 93-102.
- Labconco. 1996. *Manual Book of Freeze Dry*. USA. 1.
- Lambert C.K., and Gonzalez, R.D. 1998. The Importance of Measuring the of Supported Metal Catalyst Prepared by the Sol Gel Method. *Applied Catalysis A*. 172: 233-239.
- Lecloux, A.J., and Pirard, J.P. 1998. Section 4. Catalysts. Surface Function High-Temperature Catalyst through Sol-Gel Synthesis. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 225: 146-152.
- Lee, H., and Han, J.W. 2012. Direct Conversion of Cellulose into Sorbitol using Dual-Functionalized Catalyst in Neutral Aqueous Solution. *Catalysis Communications*. 19: 115-118.
- Lee, J., and Jeffries, T.W. 2012. Efficiencies of Acid Catalysts in the Hydrolysis of Lignocellulosic Biomass Over a Range of Combined Severity Factors. *Bioresource Technology*. 102: 5884-5890.
- Li, W., Yue, J., and Liu, S. 2012 Preparation of nanocrystalline cellulose via ultrasound and its reinforcement capability for poly(vinyl alcohol) composites. *Ultrasonics Sonochemistry*. 19: 479-485.
- Liang, K., Lee, D.J., Elias, R.J., Parnaste, H., and Motus, M.A. 2013. Growth Characteristics of Protoheliolites Norvegicus. *Journal of Palaeontology*. 56: 867-891.
- Liapis, A.I., and Bruttini, R. 1994. A Theory for the Primary and Secondary Drying Stages of the Freeze-drying of Pharmaceutical Crystalline and Amorphous Solutes: Comparison between Experimental Data and Theory. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 201: 1675 – 1687.
- Maiti, G. C., Kundus, M.L., Ghosh, S.K., and Banerjee, B.K. 1973. Crystallite size Measurements and Phase Transformation of Fe₂O₃, Cr₂O₃, and Fe₂O₃ – Cr₂O₃ System by X-Ray Diffraction Method. *Physic Research Wing Fertilizer Corporation of India Limited*. 41(5): 496-505.

- Malvino, A.P. 1989. Aproksimasi Rangkaian Semi Konduktor (Pengantar Transistor Rangkaian Terpadu). *Erlangga*. Jakarta. 487-494.
- Matveeva, V.G., Manaenkov, O.V., Filatova, A.E., Kislitza, O.V., Doluda, Y.U., Rebrov, E.V., Sulman, E.M., Sidorov, A.L., and Torozova, A.S. 2016. Conversion of cellulose with the use of catalysts based on hypercrosslinked polystyrene. *University of Warwick*. 12: 133-140.
- Mohamed, R.M., McKinney, D.L., and Sigmund, W.M. 2012. Enhanced Nanocatalysts. *Materials Science and Engineering Reports*. 73: 1-13.
- Mohkami, M., and Talaepour, M. 2011. Investigation of the Chemical Structure Carboxylated and Carboxymethylated Fibers from Waste Paper Via XRD and FTIR Analysis. *Bioreseource Technology*. 6: 1988-2003.
- Oksman, K., Mathew, A. P., Bondeson, D., and Kvien, I. 2006. Manufacturing process of cellulose whiskers polylactic acid nanocomposit. *Composites Science and Technology*. 66: 2776-2784.
- Palkovits, R., Tajvidil, K., Ruppert, A., and Procelewska, J. 2011. Heteropoly Acids as Efficient Acid Catalysts in The One-Step Conversion Cellulose to Sugar Alcohols. *Chemical Communications*. 47: 576-578.
- Parry, E.P. 1963. An Infrared Study of Pyridine Adsorbed on Acidic Solids. Characterization of Surface Acidity. *Journal of Catalysis*. 2: 371-379.
- Paveena, A.Z., Tachan, M., and Boutbara. 2010. The Effect of Substrate Temperature on Structural and Physical Properties of Ultrasonically Sprayed Cds Film. *Materials Chemistry and Physics*. 94: 103-108.
- Peng, B.L., Dhar, N., Liu, H.L., and Tam, K.C. 2011. Chemistry Applications of Nanocrystalline Cellulose and Its derivate : A Nanotechnology Perspective. *Materials Letters*. 15(8): 5050-5052.
- Pepper, T., and Olinger, P.M. 1988. Xylitol in Sugar Free Confections. *Food Technology*. 10: 98-106.
- Pinna, F. 1998. Supported Metal Catalyst Preparation. *Catalysis Today*. 41: 129 – 137.
- Potthast, A., Rosenau, T., and Kosma, P. 2006. Analysis of Oxidized Functionaties in Cellulose. *Advanced Polymer Science*. 1-48.
- Prangdimurti, E. 2007. Kapasitas antioksidan dan daya hipokolesterolemik ekstrak daun biji (*Pleomele angustifolia* N.E. Brown). Bogor: Sekolah Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor. 3-6.

- Putera, D.D. 2008. Sintesis Fotokatalis CuO/ZnO untuk Konversi Metanol Menjadi Hidrogen. *Skripsi*. Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung. Bandung. 9-10.
- Puttipat, N., Payormhorm, J., Chiarakorn, S., Laosiripojana, N., and Chuangchote, S. 2014. Conversion of Sugar to Organic acids using TiO₂ photocatalysts synthesized by hydrothermal Process. *3rd International Conference on Environment Energy and Biotechnology, IPCBEE*. 70: 119-122.
- Putz, H., Schön, J. C., and Jansen, M. 2001. Combined Method for Abinitio Structure Solution From Powder Diffraction data. *Journal Applied Crystallography*. 32: 864-870.
- Qodri, A. A. 2011. Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Yellow* FG dengan Fotokatalis Komposit TiO₂/SiO₂. *Skripsi*. Universitas Sebelas Maret Surakarta. Surakarta. 7-8.
- Rawle, A. 2010. A Basic Guide to Particle Characterization. *Malvern Instrument Limited Worcestershire*. United Kingdom. 48-49.
- Ratnayani, K., Adhi Dwi S., Gitadewi I. G., 2008, Penentuan Kadar Glukosa dan Fruktosa Pada madu Randu Dan Madu Kelengkeng Dengan Metode Kromatografi Cair Tingkat Tinggi. *Jurnal Kimia*. 2: 77-86.
- Rawle, A. 2012. A Basic Guide to Particle Characterization. *Malvern Instrument Limited*. Malaysia. 1 – 8.
- Richardson, T. J. 1989. Principles of Catalyst Development. *Plenum Press*. New York and London. 171.
- Ridley, B.L., O'Neill, M.A., and Mohnen, D. 2001. Pectins: Structure, Biosynthesis and Oligogalacturonide-Related Signaling. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*. 57: 929 – 967.
- Rodiansono, W., Trisunaryanti and Triyono. 2007. Pembuatan, Karakterisasi dan Uji Aktifitas Katalis NiMo/Z dan NiMo/Z-Nb₂O₅ pada Reaksi Hidrorengkah Fraksi Sampah Plastik menjadi Fraksi Bensin. *Berkala MIPA*. 17: 44 – 54.
- Salajkova, M., Lars, A.B., and Qi, Z. 2012. Hydrophobic cellulose nanocrystals modified with quaternary ammonium salts. *Journal of Materials Chemistry*. 22(37): 19798-19805.
- Seddigi, Z.S. 2003. Acidic Properties of HZSM-5 Using Acetylacetone, TPD Ammonia, and FTIR of Adsorbed Pyridine. *The Arabian Journal for Science and Engineering*. 27: 149-156.

- Shu, J., Kaliaguine, S. 1998. Well-Dispersed Perovskite-Type Oxidation Catalysts. *Applied Catalysis B*. 16: 303-308.
- Skoog, D.A., and Leary, J.J. 1992. Principle of Instrument Analysis 4th Edition. *Saunders College Publishing*. Philadelphia. 132: 495-700.
- Sopyan, I., Winarto, D.A. and Sukartini. 1997. Pembuatan Bahan Keramik melalui Teknologi Sol Gel. *Bidang Pengembangan Teknologi BPPT*. 137-143.
- Swoboda, A. R. And Kunze, G.W. 2006. Infrared Study of Pyridine Adsorbed on Monmorillonite Surface. *Texas Agricultural Experiment Station*.. 277-288.
- Tanabe, K., Anderson, J.R., Boudart, M. 1981. Solid Acid and Base Catalyst in Catalysis Science and Technology. *Springer-Link*..2: 231-273.
- Toukoniitty, B., Kuusisto, J., Mikkola, J.P., Salmi, T., and Murzin, D.Y. 2005. Effect of Ultrasound on Catalytic Hydrogenation of D-fructose to D-mannitol. *American Chemical Society*. 44: 9370-9375.
- Towle, G.A., and Christensen, O. 1973. Pectin in R.L Whistler (ed.) Industrial Gum. *Academic Press*. New York. 429.
- Wang, S., Y. Du, W. Zhang, X. Cheng and J. Wang. 2014. Catalytic Conversion into 5-Hydroxymethylfurfural Over Chromium Trichloride in Ionic Liquid. *Korean Journal of Chemical Engineering*. 31(10): 1786-1791.
- Wang, Y., Deng, W., Wang, B., Zhang, Q., Wan, X., Tang, Z., Wang, Y., Zhu, C., Cao, Z., Wang, G., and Wan, H. 2013. Chemical Synthesis of Lactic Acid from Cellulose Catalyzed by Lead (II) Ions in Water. *Nature Communications*. 10: 2141.
- West, A. R. 1999. Basic Solid State Chemistry. 3rd Edition. *John Wiley & Sons, Inc*. 67-72.
- Widegren, J.A., Finke, R.G., and Mol, J. 2003. Preparation of a Multifunctional Coreshell Nanocatalyst and its Characterization by HRTEM. *Journal of Molecular Catalysis A*. 191: 187.
- Widiarto, S., Yuwono, S.D., Rochliadi., Arcana, I.M. 2017. Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose from Agro-Industrial Waste-Cassava Peel. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 176.
- Xiang Q., Liang Y., Chen L., Wang C., Chen B., and Chen X. 2003. Effect of Fluoride in Drinking Water on Childrens Intelligen. *Fluoride*. 36: 84-94.

- Yue, Y. 2007. A Comparative Study of Cellulose I and II Fibers and Nanocrystals. *Louisiana Heilongjiang Institute of Science and Technology*. Japan. 24-31.
- Zain, Nor F.M., Yusop, Salma, M., and Ahmad, I. 2014. Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose From Pomelo (*Citrus grandis*) Albedo. *Journal of Nutrition and Food Sciences*. 5(10): 334-337.
- Zhang, G., Huang, Ni.C., Welgamage, X., Lawton, A., Robertson, L.A., Peter K.J., and Irvine, John T.S. 2016. Simultaneous Cellulose Conversion and Hydrogen Production Assisted by Cellulose Decomposition Under UV Light Photocatalysts. *Chemical Communications*. 52(4): 1673-1676.
- Zhang, J., Thomas, J.E., Yunqiano, P., and Arthur J.R. 2007. Facile Synthesis of Spherical Cellulose Nanopartikel. *Carbohydrate Polymers*. 69: 607-611.
- Zhang, Tao., Zheng, M., Pang, J., and Wang, A. 2014. One pot catalytic conversion of cellulose to ethylene glycol and other chemicals: From fundamental discovery to potential commercialization. *Chinese Journal of Catalysis*. 35: 602-613.
- Zhou, Q., Brumer, H., and Teeri, T.T. 2012. Self-Organisation of Cellulose Nanocrystals Adsorbed with Xyloglucan Oligosaccharide-Poly(ethylene glycol)-Polystyrene Triblock Copolymer. *Macromolecules*. 42: 5430-5432.
- Zumbé, A., Lee, A., and Storey, D. 2001. Polyols in Confectionery: The Route to Sugar-Free, Reduced Sugar and Reduced Calorie Confectionery. *British Journal of Nutrition*. 85(1): 31-45.