KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV

(Skripsi)

Oleh

MEGA MAWARTI

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017

ABSTRAK

KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV

Oleh

Mega Mawarti

Telah dilakukan preparasi nanokomposit $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ menggunakan metode sol-gel dan pektin sebagai agen pengemulsi dan dikalsinasi pada temperatur 600°C, dilanjutkan dengan uji aktivitas fotokatalitik. Katalis telah dikarakterisasi menggunakan peralatan XRD, FTIR, dan TEM. Selanjutnya katalis yang diperoleh digunakan untuk uji konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol yang diiradiasi dengan sinar UV pada variasi waktu penyinaran 30 menit, 45 menit, dan 60 menit. Hasil analisis difraksi sinar-X (XRD) terhadap katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ menunjukkan adanya beberapa fasa kristal yakni fasa mayor $CuFe_2O_4$ dan $NiFe_2O_4$, serta fasa minor Fe_3O_4, CuO dan NiO. Hasil analisis keasaman katalis dengan metode gravimetri sebesar 1,606 mmol piridin/g katalis. Berdasarkan metode *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) memberikan hasil jenis situs asam Lewis yang lebih dominan dari situs asam Bronsted-Lowry. Hasil analisis morfologi katalis dengan metode *Transmission Electron Microscopy* (TEM) menunjukkan fasa kristalin yang terbentuk terdistribusi secara merata (homogen) dan masih terdapat sedikit aglomerasi dengan ukuran butiran rata-rata sebesar 19,31 nm. Analisis menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) mengungkapkan bahwa nanoselulosa yang telah dikonversi menjadi sorbitol dan manitol pada waktu penyinaran 60 menit memberikan konsentrasi sorbitol lebih besar dibandingkan manitol, yakni 1348 ppm.

Kata kunci: *nanoselulosa, gula alkohol, sinar UV, pektin*

ABSTRACT

NANOCELLULOSE CONVERSION INTO ALCOHOL SUGAR USING NANOCOMPOSITE $Ni_{0.3}Cu_{0.7}Fe_2O_4$ IRRADIATED BY UV-LIGHT

By

Mega Mawarti

$Ni_{0.3}Cu_{0.7}Fe_2O_4$ nanocomposite was prepared using sol-gel method and pectin as an emulsifying agent and calcined at 600°C, followed by photocatalytic activity test. Then, catalyst was characterized by different techniques, such as XRD, FTIR, and TEM. After characterization, catalyst was used to convert nanocellulose into alcohol sugar by UV-light irradiation at variation of time 30 minutes, 45 minutes and 60 minutes. The result of X-ray diffraction (XRD) analysis of $Ni_{0.3}Cu_{0.7}Fe_2O_4$ catalyst showed there are several crystallite phases of $CuFe_2O_4$ and $NiFe_2O_4$ as major phases and Fe_3O_4, CuO and NiO as minor phases. The result of acidity property analyzed by gravimetric method was 1.606 mmol pyridine/g catalyst. According to Fourier Transform Infra Red (FTIR), resulted that Lewis acid sites are more dominant than Bronsted-Lowry sites. The results of morphological analysis of catalyst using Transmission Electron Microscopy (TEM) showed that the crystalline phases was distributed evenly (homogeneous) and there was still a slight agglomeration with an average size of 19.31 nm. Analysis using High Performance Liquid Chromatography (HPLC) revealed that nanocellulose was converted into sorbitol and mannitol at 60 minutes retention time with the sorbitol product as the highest concentration, which was 1348 ppm.

Keywords: *alcohol sugar, uv-light, nanocellulose, pectin*

KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV

Oleh

MEGA MAWARTI

(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 MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV**

Nama Mahasiswa : *Mega Mawarti*

No. Pokok Mahasiswa : 1347011005

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.	**Prof. Posman Manurung, Ph.D.**
NIP 19600616 198811 1 001	NIP 195903081991031001

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

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

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

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

Sekretaris : **Prof. Posman Manurung, Ph.D.** .....

Penguji
Bukan Pembimbing : **Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S.** .....

2. 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 : **27 September 2017**

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Gunung Batin, Kecamatan Terusan Nunyai, Kabupaten Lampung Tengah, Provinsi Lampung pada 2 Oktober 1995 sebagai anak kedua dari empat bersaudara pasangan Bapak Kamaruzzaman dan Ibu Manila Nila Sulastri, dengan dua orang kakak perempuan dan laki-laki yang bernama Rika Karmala dan Duwan Abidin serta seorang adik perempuan bernama Ria Hidayani yang sedang menempuh pendidikan di Jurusan Pendidikan Matematika Fakultas Keguruan dan Ilmu Pengetahuan Universitas Lampung.

Penulis telah menyelesaikan jenjang pendidikan yang diawali dari Taman Kanak-Kanak di TK An-Nur Gunung Batin pada Tahun 2001–2002, pendidikan Sekolah Dasar di SD Negeri 1 Gunung Batin pada Tahun 2002–2008, pendidikan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 1 Tulang Bawang Tengah pada tahun 2008–2011 dan pendidikan sekolah menengah atas di SMA Negeri 1 Terbanggi Besar pada tahun 2011–2013. Kemudian penulis diterima sebagai mahasiswi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung pada tahun 2013.

Selama menjadi mahasiswi, penulis pernah menjadi asisten praktikum mata kuliah Kimia Dasar untuk mahasiswa Fakultas Pertanian Jurusan Kehutanan angkatan 2016 dan asisten praktikum mata kuliah Kimia Fisik Jurusan Kimia angkatan 2014. Penulis juga tercatat sebagai Kader Muda Himpunan Mahasiswa Kimia (KAMI) FMIPA Unila periode 2013-2014 dan pengurus Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2014/2015 dan periode 2015/2016 sebagai anggota Bidang Kesekretariatan (Kestari). Selama kuliah penulis pernah mendapatkan beasiswa Peningkatan Prestasi Akademik (PPA) pada periode 2014/2015. Kemudian, pada tahun 2016 penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) Tematik selama 40 hari di Desa Menggala, RT/RW 002/001 Kecamatan Kota Agung Timur Kabupaten Tanggamus.

MOTTO

Setiap hari adalah pembelajaran bagaimana mencoba ikhlas dan bersyukur atas pemberian Allah SWT

Ketentraman hati dan jiwa akan didapatkan dengan melaksanakan kewajiban kita kepada Allah SWT

Kejujuran merupakan nilai untuk kualitas hidup seseorang

Tidak usah berusaha jadi lebih baik dari orang lain, tapi berusahalah jadi lebih baik dari hari kemarin

Kita bisa ketika kita percaya dan berpikir jika kita bisa seiring dengan konsistensi usaha

Kecerdasan bukanlah tolak ukur kesuksesan, tetapi dengan menjadi cerdas kita bisa menggapai kesuksesan

Pendidikan bukan modal hidup tetapi sesuatu yang harus hidup.

Keluargamu adalah alasan bagi kerja kerasmu,maka janganlah sampai engkau menelantarkan mereka karena kerja kerasmu.

Apabila Anda berbuat kebaikan kepada orang lain, maka Anda telah berbuat baik terhadap diri sendiri (Benyamin Franklin)

PERSEMBAHANKU...

Dengan Mengucap
Alhamdulillahirabbil'alamiin Kepada Allah SWT

Kupersembahkan karya kecil indah ini
untuk semua yang kusayangi:

Papi dan Mamiku tercinta
Sumber kekuatan hidupku yang selalu mendoakan dan mendukungku
Semua bentuk kasih sayang kalian tidak akan mampu untuk tergantikan

Kedua kakakku dan adikku satu-satunya yang melengkapi hidupku
Semoga kita bisa menjadi kebanggaan orang tua dengan akhlak dan prestasi kita

Nenekku dan segenap keluarga yang telah mendukungku

Sahabat-sahabatku yang selalu ada dalam suka dan duka

Para pendidik dan almamater tercinta Universitas Lampung

SANWACANA

Puji syukur Alhamdulillah penulis haturkan kehadirat Allah SWT atas segala rahmat, hidayah, ridho, dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **"Konversi Nanoselulosa Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokomposit $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ Yang Diiradiasi Sinar UV"** sebagai syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Shalawat dan salam tak lupa penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW sebagai suri tauladan umat manusia yang kita nantikan *syafa'atnya* di *Yaumil Akhir* kelak. *Amiin*.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penelitian dan penulisan skripsi ini, penulis banyak memperoleh bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada:

1. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc., selaku dosen pembimbing I yang telah meluangkan waktu untuk membimbing dengan sabar, memberikan ilmu pengetahuan, motivasi, nasihat, arahan, dan membantu selama penelitian serta penulisan skripsi ini.

2. Prof. Posman Manurung, Ph.D., selaku dosen pembimbing II atas ketersediaan waktu dalam membimbing, memberikan petunjuk, saran, serta nasihat sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S., selaku dosen pembahas yang telah memberikan masukan berupa kritik dan saran yang membangun serta ilmunya kepada penulis selama menulis skripsi ini.
4. Dr. Zipora Sembiring, M.S., selaku dosen pembimbing akademik atas dukungan, arahan, nasihat, motivasi, dan saran kepada penulis dalam proses perencanaan dan pelaksanaan studi serta saat penelitian.
5. Prof. Warsito, D.E.A., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
6. Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu dosen jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah mendidik, memberikan ilmu pengetahuan, pengalaman, arahan, motivasi dan bimbingan selama penulis menjalani perkuliahan.
8. Kedua orang tuaku tercinta, Mami dan Papi yang selalu memberikan seluruh cinta dan kasih sayang yang tulus, mendidik, memberikan semangat, dan selalu mendoakan yang terbaik. Terimakasih banyak untuk segala perhatian dan pengorbanan tanpa kenal lelah kepada penulis, sehingga penulis dapat menuntut ilmu sampai perguruan tinggi dan dapat menyelesaikan skripsi ini.
9. Ketiga saudaraku tersayang, teteh (Rika), abang (Duwan), dan adek (Ria) yang selalu menemani, mendukung, dan menghibur dengan keributan-keributan kecil yang kita lakukan sampai Mami Papi pusing karena ulah kita,

terimakasih atas segala bentuk kasih sayang dan dukungan yang kalian berikan kepada penulis.

10. Partner terbaikku sepanjang masa, Widya Aryani M (partner alayku yang suka ngayal karena *overdosis* novel), Esti Sandra Pertiwi (yunda *rempong* yang suka nangis dari jaman SMA sampai kuliah), Lindawati (emak yang suka marah-marah gak jelas), Siti Nabilla Shofa (adek kecil yang lemah dan gak kuat jalan lama-lama), Renita Susanti (orang Korea yang *nyasar* di pedalaman kesayangan abang *grab*), dan Dewi Rumondang C.P.S (orang aneh yang suka tiba-tiba ketawa keras dan suka telat mikir). Terimaksih karena telah menemani hari-hari indah di kampus dan di laboratorium tercinta demi masa depan yang cerah dan gemilang. Semoga silaturahmi kita tetap terjalin. *Amiin.*
11. Teruntuk *My lovely friend*, Bisul (Khairunissa), sahabat dari SMA yang tak lekang oleh waktu yang selalu memberikan semangat, motivasi, nasihat, dan dukungan yang berarti bagi penulis. Terimakasih telah mendengarkan keluh kesah selama ini dan berbagi cerita walaupun kita ada di pulau yang berbeda. Semoga tali silaturahmi ini tetap terjaga dan semoga kamu juga cepat menyusul ya sul dan kita bisa sukses bareng-bareng. *Amiin* ya Allah.
12. Teman seperjuangan dari jaman maba, Maya Retna Sari dan Nova Tri Irianti yang telah memberikan dukungan, motivasi, dan nasihat. Terimakasih telah menorehkan cerita dan kenangan-kenangan yang berharga bersama-sama, kenakalan-kenalan kecil kita tak akan terlupakan bagi penulis.
13. Teman-teman alayku, Aulia (ketua alay), Wiwid, Badi, dan Dona yang selalu menghibur, memotivasi, dan memberikan kebahagiaan-kebahagiaan kecil

selama masa perkuliahan, pesan dari penulis: kurangi alay kalian ya ul, wid, bad, dan don. Semoga silaturahmi kita tetap terjalin. *Amiin*.

14. Kakak-kakak seperjuanganku, kak Febi, mba Ana, mba Surtini, mba Fatma, dan kak Yudha, terimakasih telah meluangkan waktu dan berbagi ilmu, serta arahan kepada penulis dan teman-teman sehingga penelitian kami dapat terselesaikan dengan baik dan lancar. Dan juga adik-adik seperjuangan 2014 yang akan memulai penelitiannya, sukses untuk kalian dan semoga diberi kelancaran dalam penelitiannya.
15. Musuh bebuyutanku yang kerjaannya selalu berantem, rusuh, dan ngeselin banyak orang di lab, Fatimah, Nurhastriana, Indah Tri Yulianti, dan Anggi Widyawati.
16. Rekan-rekan setim di Laboratorium Anorganik/Fisik, Fentri, Murnita, Megafhit, Melita, Radho, Ismi, Nova, Febri, Kartika, Della, Eka S, Awan, Arief, kak Yulia, dan Mita yang selalu membuat suasana lab jadi lebih ramai.
17. Teman-teman kimia 2013, Fera, Kiki, Anita, Yuvica, Dilla, Oci, Nurul, Badi, Vicka, Inggit, Arni, Imah, Shela, Doddy, Eka M, Korina, Ridho, Uut, Paul, Dicky, Verdi, Yolanda, Dona, Aul, Siti, Gita, Bara, Celi, Ryan, Riska, Citra, Ines, Wahyuni Dewi, Anggun, Erva, Nita, Lulu, Dian, Nurma, Eky, Rian Amha, Tika, Mia, Fika, Nia, Atun, Ezra, Sinta, Yuni, Melia, Vyna, Monica, Shelta, Gesa, Anton, Yudha, Netty, Herma, Yunitri, Nora, Yunita, Kurnia, dan Khairunisa yang telah berjuang bersama menuju kesuksesan.
18. Teman-teman jaman SMP, Ayu Oktasari dan Fadila yang telah memberikan nasihat, semangat, dan motivasi kepada penulis. Semoga silaturahnmi kita tetap terjalin. *Amiin*.

19. Keluarga ALIEN generasi 9, Bisul, Arum *tomcat*, Septi *Koteng*, Ica *burik*, Anis *burik*, Monik *iw*, Oja, Pipit, Aspi, Kikky, Imam *plan*, om Zikra, pak ketua Abdi, Bowok, adek Bara, Teguh, Dayat, Reski, dan pak de Gandung. Terimakasih telah memberikan motivasi, arahan, nasihat, dan saran kepada penulis dan memberikan kenangan yang tak terlupakan. Semoga kita tetap menjadi keluarga dan menjadi orang yang sukses di jalannya masing-masing, serta tetap menjalin tali silaturahmi. *Amiin*.
20. Keluarga besar kelas Akselerasi dan para guru SMAN 1 Terbanggi Besar yang yang telah membimbing dan memotivasi penulis hingga saat ini.
21. Mentor XRD, Nabilah Rafidiyah atas ketersediaan waktu dalam berbagi ilmu sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
22. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam penyusunan skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat membangun penulis harapkan untuk perbaikan penulisan di masa yang akan datang. Penulis juga berharap semoga skripsi ini dapat menambah wawasan keilmuan dan bermanfaat bagi kita semua, *aamiin Allahuma aamiin.*

Bandar Lampung, Oktober 2017
Penulis

Mega Mawarti

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. Nanopartikel 7
B. Komposit 9
C. Katalis 10
D. Spinel Ferrite 12
E. Metode Preparasi Nanokatalis 13
1. Sol-gel 13
2. Pengeringan Beku 15
3. Kalsinasi 16
F. Pektin 17
G. Reaksi Fotokatalitik 18
H. Selulosa 20
I. Gula Alkohol 22
1. Sorbitol dan Manitol 22
2. Xylitol 24
J. Karakterisasi Nanokatalis 25
1. Penentuan Fasa Kristalin Nanokatalis 25
2. Penentuan Keasaman Nanokatalis 28
a. Gravimetri 28
b. Spektroskopi Inframerah (FTIR) 29
3. Penentuan Morfologi Nanokatalis 32
4. Penentuan Distribusi Ukuran Partikel Nanokatalis 33
K. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi 36

III. METODELOGI PENELITIAN 39

A. Tempat dan Waktu Penelitian 39
B. Alat dan Bahan 39
C. Prosedur Penelitian 40
1. Preparasi Nanokatalis 41
2. Karakterisasi Katalis 43
a. Analisis Struktur Katalis dengan XRD 43
b. Analisis Keasaman Katalis 43
c. Analisis Morfologi Katalis 44
d. Analisis Distribusi Ukuran Partikel Katalis 45
3. Uji Aktivitas Fotokatalitik 45
a. Reaksi Fotokatalitik 45
b. Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi 46

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN 47

A. Pembuatan Nanokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 47
B. Karakterisasi Nanokatalis 50
1. Analisis Fasa Kristalin Katalis 50
2. Analisis Keasaman Katalis 53
3. Analisis Morfologi Katalis 56
4. Analisis Distribusi Ukuran Partikel Katalis 57
C. Uji Aktivitas Fotokatalitik 59

V. KESIMPULAN DAN SARAN 67

A. Kesimpulan 67
B. Saran 68

DAFTAR PUSTAKA
LAMPIRAN

DAFTAR TABEL

Tabel **Halaman**

1. Puncak-puncak representatif difraktogram katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 51

2. Puncak-puncak representatif masing-masing difraktogram acuan pada katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 52

3. Distribusi ukuran partikel $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 58

4. Hasil produk konversi nanoselulosa dengan katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$..... 61

5. Hasil konsentrasi produk gula alkohol 62

6. Data 2θ, FWHM dan β dari difaktogram katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 80

7. Data pengukuran jumlah situs asam katalis..... 81

8. Data hasil analisis FTIR katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 82

9. Data hasil analisis distribusi ukuran partikel katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$..... 83

10. Data hasil konversi nanoselulosa pada katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$..... 84

11. Hasil analisis KCKT katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$..... 88

DAFTAR GAMBAR

Gambar **Halaman**

1. Struktur kristal spinel ferite 12
2. Struktur α-Galakturonat, Metilasi α-Galakturonat, dan Pektin 17
3. Mekanisme fotokatalisis 19
4. Struktur selulosa 20
5. Struktur manitol, sorbitol, dan xylitol 22
6. Reaksi konversi selulosa menjadi sorbitol dan manitol..... 23
7. Reaksi konversi xylitol 24
8. Skema alat XRD 26
9. Proses pembentukkan puncak pada XRD..... 27
10. Skema instrumentasi FTIR 30
11. Reaksi piridin pada situs asam Bronsted-Lowry 31
12. Reaksi piridin pada situs asam Lewis..... 31
13. Skema alat TEM 33
14. Prinsip kerja PSA 34
15. Skema alat KCKT 37
16. Kromatogram dari gula alkohol, monosakarida, dan disakarida 38
17. Skema penelitian..... 41
18. Proses konversi nanoselulosa dengan iradiasi sinar UV..... 46

19. Gel coklat setelah pemanasan 48

20. Padatan serbuk kering $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ setelah proses *frezee-dry*..... 49

21. Serbuk kering katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ setelah proses kalsinasi 50

22. Difraktogram katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 51

23. Spektrum inframerah katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$..... 54

24. Mikrograf TEM katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 56

25. Distribusi partikel katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ 58

26. Hasil uji Fehling larutan nanoselulosa yang telah dikonversi menggunakan katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ yang diiradiasi sinar UV pada variasi waktu 30 menit,45 menit, dan 60 menit 60

27. Kromatogram katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ terkalsinasi pada 600°C dengan variasi waktu 30 menit, 45 menit, dan 60 menit 63

28. Tahapan reaksi konversi selulosa menjadi gula alkohol..... 64

29. Kromatogram standar sorbitol 84

30. Kromatogram standar manitol 85

31. Kromatogram standar xylitol..... 86

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Saat ini biomassa telah banyak menarik perhatian dikarenakan sifatnya yang ramah terhadap lingkungan dan dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi terbarukan (*renewable*). Salah satu bahan biomassa yang sering dimanfaatkan ialah selulosa. Dalam konteks ini, konversi katalitik selulosa untuk bahan bakar dan bahan kimia lebih menarik dan menjanjikan daripada sumber biomassa lain seperti pati (Kwon *et al.*, 2011). Oleh karena itu, selulosa merupakan biomassa yang menjanjikan sebagai sumber daya alam untuk dikonversi menjadi bahan kimia yang lebih bermanfaat (Fukuoka and Dhepe, 2006).

Di alam, biasanya selulosa berasosiasi dengan polisakarida lain seperti hemiselulosa atau lignin membentuk kerangka utama dinding sel tumbuhan (Holtzapple, 1993). Selulosa dapat dihidrolisis menjadi glukosa dengan menggunakan asam atau enzim. Proses ini bertujuan memecah ikatan lignin, menghilangkan kandungan lignin dan hemisellulosa, merusak struktur kristal dari selulosa serta meningkatkan porositas bahan (Sun and Cheng, 2002). Rusaknya struktur kristal selulosa akan mempermudah terurainya selulosa menjadi glukosa. Selain itu, hemiselulosa turut terurai

menjadi senyawa gula sederhana: glukosa, galaktosa, manosa, heksosa, pentosa, xylosa dan arabinosa. Hidrolisis dari selulosa dapat menghasilkan komponen glukosa lebih dari 5.000 unit sehingga dapat dikonversi menjadi gula-gula alkohol yang mempunyai nilai jual yang lebih tinggi. Gula alkohol yang dimanfaatkan biasanya dalam bentuk sorbitol, manitol, dan xylitol (Hansen *et al*., 2006).

Konversi selulosa menjadi gula alkohol menggunakan katalis logam transisi telah dilakukan sebelumnya menggunakan katalis $Ni_xFe_{2-x}O_4$ dengan variabel x = 0,5 pada suhu 120 ^oC dan variabel x = 1 pada suhu 140 ^oC, hasil uji katalitik menunjukkan bahwa katalis dapat mengkonversi selulosa menjadi sorbitol, manitol, dan xylitol (Amalia, 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 $Ni_{4,63}Cu_1Al_{1,82}Fe_{0,79}$ (pada 488 K; 3 jam; 4 MPa) menghasilkan sorbitol 68,07% (Liu *et al*., 2014).

Banyak metode yang telah digunakan untuk mengkonversi biomassa menjadi sumber bahan bakar dan turunan bahan kimia, seperti fermentasi (Mota *et al*., 2011), pyrolisis (Lu *et al.*, 2014), gasifikasi-uap (Seri *et al*., 2002) dan super-kritis (Kumar and Gupta, 2008; Trahanovsky *et al.*, 2013). Namun demikian, metode-metode tersebut membutuhkan energi yang cukup tinggi, peralatan yang mahal, dan juga menghasilkan limbah. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan digunakan energi cahaya matahari (sinar UV) yang ramah terhadap lingkungan dan ekonomis serta dapat beroperasi pada

temperatur ruang (Colmenares *et al*., 2009; Colmenares *et al.,* 2011; Zhang *et al*., 2016).

Material komposit adalah kombinasi antara dua bahan atau lebih yang memiliki sejumlah sifat berbeda yang dimiliki oleh masing-masing komponen. Pada bahan komposit, komponennya tidak mengalami perubahan kimia. Berbagai penelitian menunjukkan bahwa komposit yang menggunakan nanomaterial menghasilkan sifat yang lebih baik (Twardowski, 2007).

Fotokatalisis adalah proses terjadinya reaksi suatu materi terhadap materi lainnya yang dibantu oleh energi dari penyinaran ultraviolet dan katalis padat (Setiawan, 2007). Katalis ini mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan subtrat baik dalam keadaan dasar maupun keadaan tereksitasinya, atau fotoproduk utamanya yang bergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut. Fotokatalis mampu mempercepat laju reaksi melalui reaksi fotokimia serta bersifat semikonduktor. Material semikonduktor memiliki energi celah pita yang memenuhi syarat untuk proses katalisis (Qodri, 2011).

Sinar ultraviolet merupakan suatu bagian dari spektrum elektromagnetik yang dapat merambat dalam ruang vakum maupun dalam media non vakum. Sinar UV mempunyai rentang panjang gelombang 100 - 400 nm yang berada di antara spektrum sinar-X dan cahaya tampak atau rentang energi sebesar 3,1-12,4 eV. Sedangkan selulosa dengan ikatan β -1,4 – glikosidik memerlukan energi sebesar 2-14 kJ/mol untuk memutuskan ikatan O-glikosidiknya per molekul selulosa (Beckham *et al.,* 2001; Sorensen *et al.,* 2015). Hal ini telah terbukti dengan dengan menggunakan fotokatalis TiO_2

dan terdopannya memberikan konversi selulosa 100% (Zhang *et al.*, 2016; Kawai and Sakata, 1980) karena energi *band-gab* untuk TiO_2 anatase dan rutile masing-masing 3,22 dan 3,03 eV (Yamamoto *et al.*, 2001).

Konversi fruktosa dan xylosa menjadi asam organik menggunakan lampu UV 400W, λ = 365 nm selama 120 menit pada temperatur 30 ^{o}C dengan konversi sebesar 50-70% (Puttipat *et al*., 2014). Kelompok riset di Inggris juga mengkonversi selulosa dalam bentuk nano yang ditempelkan pada TiO_2 dan TiO_2 (Pt), disuspensi dalam air bebas ion dan diaerasi serta reaksi berlangsung 6 jam untuk 1 siklus dan proses berlangsung hingga 7 siklus serta iradiasi sinar UV berasal dari lampu Fe-halida. Konversi selulosa tersebut memberikan hasil bahan bakar hidrogen sebesar 90% (Zhang *et al.*, 2016).

Produk konversi selulosa bergantung pada bahan katalis yang digunakan. Nanokatalis telah banyak menarik peneliti karena material nanokatalis menunjukkan sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisasi. Salah satu nanokatalis tersebut adalah katalis berjenis spinel ferit, misalnya nikel ferit ($NiFe_2O_4$) (Mahaleh *et al.*, 2008).

Keaktifan nanokatalis berbasis nikel dapat ditingkatkan dengan memadukan nikel dengan logam lain sebagai promotor. Jenis logam yang umum digunakan adalah logam-logam transisi seperti: Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, dan Zn yang memiliki orbital d yang masih kekurangan elektron. Logam-logam tersebut umumnya adalah 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). Logam yang dipilih pada penelitian ini ialah logam Cu, dimana logam Cu ini harganya lebih murah dan ketersediaannya banyak. Oleh karena itu, dalam penelitian ini digunakan nanofotokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ sebagai katalis heterogen.

Dalam preparasi nanofotokatalis, pemilihan metode preparasi menjadi faktor penting. Salah satu metode preparasi yang berhasil memberikan fotokatalis berukuran nano adalah metode sol gel. Hal ini dikarenakan prosesnya yang sederhana dengan mencampurkan logam-logam aktif secara bersamaan kedalam prekursor katalis. Selain itu penggunaan *emulsifier* (pengemulsi) yang tepat juga merupakan faktor pendukung dalam preparasi katalis. *Emulsifier* yang umum digunakan adalah senyawa organik (polimer) dengan banyak pasangan elektron bebas yang nantinya akan membentuk susunan teratur pada permukaan logam aktif untuk saling terdispersi dan terikat kuat satu sama lain (Hanke, 2001).

Berdasarkan penjelasan di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan preparasi nanofotokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ melalui metode sol-gel menggunakan pengemulsi pektin. Kemudian akan dilakukan *freezdry* dan kalsinasi dengan suhu 600 ^{o}C yang diharapkan dapat menghasilkan sorbitol, manitol dan xylitol. Selanjutnya, katalis akan dikarakterisasi untuk menentukan fasa kristalin katalis menggunakan sinar-X (*X-ray Difraction*/ XRD), mengukur jumlah keasaman dan jenis situs asamnya menggunakan

metode gravimetri dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), menentukan distribusi ukuran partikel katalis dengan *Particle Size Analyzer* (PSA), dan menentuan morfologi katalis dengan *Transmission Electron Microscopy* (TEM), serta uji fotokatalitik dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mempelajari cara pembuatan nanofotokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ dengan metode sol-gel.
2. Menguji aktivitas nanofotokatalis terhadap konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dengan menggunakan sinar UV.
3. Menganalisis karakteristik nanofotokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ terhadap hasil konversi nanoselulosa.

C. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi mengenai pembuatan dan penggunaan nanofotokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ pada proses konversi nanoselulosa menjadi sorbitol, manitol, dan xylitol.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Nanopartikel

Material nanopartikel secara luas telah banyak menarik perhatian para peneliti. Hal ini dikarenakan material nanopartikel memiliki ukuran partikel yang sangat kecil dan sifat permukaannya dapat dengan mudah di atur dan di ubah sesuai pemanfaatannya. Nanopartikel merupakan partikel mikroskopis yang memiliki ukuran antara 1-100 nm. Proses sintesis dapat berlangsung secara fisika atau kimia. Proses sintesis secara fisika tidak melibatkan reaksi kimia, yang terjadi hanya pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer, atau penggabungan material berukuran sangat kecil, seperti kluster, menjadi partikel berukuran nanometer tanpa mengubah sifat bahan. Proses sintesis secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (*precursor*) sehingga dihasilkan material lain yang berukuran nanometer. Contohnya adalah pembentukan nanopartikel garam dengan mereaksikan asam dan basa yang bersesuaian (Abdullah dkk, 2008).

Terdapat dua poin utama yang menjadikan material nanopartikel lebih unggul dibandingkan dengan material besarnya (*bulk*). Pertama, ukuran yang sangat kecil, menyebabkan material nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan

partikel sejenis dalam ukuran besar. Hal ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain dan ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Lecloux and Pirard, 1998). Kedua, perubah sifat, seperti sifat kekuatan mekanik, transparansi, konduktifitas listrik dan magnetisasi pada material nanopartikel yang berkaitan dengan fenomena kuantum akibat pengaruh keterbatasan ruang gerak. Sedangkan perbandingan jumlah atom yang menempati luas permukaan dan volume berkaitan dengan perubahan sifat seperti titik leleh, titik didih dan reaktivitas kimia dari material nanopartikel tersebut (Abdullah dkk, 2008).

Material nanopartikel dapat disintesis dari metode pemecahan material makro molekul melalui reduksi *top down* dan *bottom up*. *Top down* merupakan proses yang berawal dari *bulk* kemudian menjadi serbuk dan menjadi material nanopartikel, tanpa melibatkan reaksi kimia. Sedangkan *bottom up* merupakan proses yang melibatkan reaksi kimia dari gabungan partikel-partikel atom yang membentuk molekul lalu menjadi material nanopartikel. Sintesis material nanopartikel dengan atom logam melalui reaksi kimia harus dilengkapi dengan penggunaan senyawa organik yang nantinya akan membentuk susunan teratur pada permukaan logam tersebut. Bagian senyawa organik yang bersifat hidrofobik akan langsung teradsorpsi pada permukaan nanopartikel logam dan bagian yang bersifat hidrofilik akan berada pada bulk larutan. Senyawa organik tersebut (surfaktan dan polimer) dapat mengontrol kecepatan reduksi dan agregasi yang terjadi pada nanopartikel logam (Hanke, 2001).

B. Komposit

Komposit adalah perpaduan dari material yang dipilih berdasarkan kombinasi sifat fisik masing-masing material penyusun untuk menghasilkan material baru dengan sifat yang unik dibandingkan sifat material dasar sebelum dicampur dan terjadi ikatan permukaan antara masing-masing material penyusun (Gibson, 1994). Sifat dan karakteristik dari komposit ditentukan oleh materialyang menjadi penyusun komposit, bentuk dan penyusunan struktural serta interaksi antar penyusun. Bila terjadi interaksi antar penyusun maka akan meningkatkan sifat dari komposit (Urquhart, 1991).

Pada umumnya komposit terdiri dari dua unsur, yaitu serat (*fiber*) dan material pengikat serat-serat tersebut yang disebut matriks. Serat ini yang menentukan karakteristik bahan kompositnya, seperti kekakuan, kekuatan serta sifat-sifat mekanik yang lain. Matriks bertugas melindungi dan mengikat serat agar dapat bekerja dengan baik (Hadi, 2000). Material komposit menggabungkan keunggulan kekuatan dan kekakuan serat dengan massa jenis matriks yang rendah. Hasilnya adalah suatu material yang ringan tetapi kuat dan kaku. Berbagai penelitian menunjukkan bahwa komposit yang menggunakan nanomaterial menghasilkan sifat yang lebih baik (Twardowski, 2007).

Nanokomposit adalah suatu bahan yang dibuat dari penggabungan antara dua komponen berbeda yang salah satu atau keduanya berskala nanometer (10^{-9} meter) atau setara dengan ukuran atom dan molekul. Nanokomposit dibuat untuk meningkatkan sifat individu bahan, baik dari segi kekuatan, struktur, atau stabilitas sehingga diperoleh bahan baru dengan kualitas yang lebih baik.

Nanokomposit akan memperlihatkan sifat-sifat baru yang lebih unggul dibandingkan dengan bahan asal penyusunnya. Hal ini merupakan salah satu keunggulan utama perkembangan dunia nanoteknologi (Li *et al*., 2007).

C. Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang mampu meningkatkan laju suatu reaksi, tanpa mengalami perubahan apapun dan secara termodinamika tidak akan mempengaruhi nilai ketetapan kesetimbangan. Sebenarnya dalam suatu reaksi, katalis ikut terlibat membentuk ikatan dengan molekul yang ada untuk saling bereaksi membentuk produk yang kemudian pada akhir reaksi akan kembali ke bentuk semula. Maka dari itu, katalis tidak memberikan tambahan energi pada sistem, tetapi menurunkan energi aktivasi yang menyebabkan reaksi berlangsung lebih cepat. Penurunan energi aktivasi tersebut terjadi akibat adanya interaksi antara reaktan dengan situs-situs aktif yang terdapat pada katalis.

Berdasarkan fasanya, katalis digolongkan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan fasa reaktan. Katalis ini memiliki beberapa kekurangan yaitu sulit dipisahkan dari campuran reaksi sehingga tidak dapat digunakan kembali dan pada akhirnya akan ikut terbuang sebagai limbah yang dapat mencemarkan lingkungan serta bersifat korosif. Sedangkan katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan reaktan. Katalis ini berada pada fasa padat sedangkan reaktan berada pada fasa cair atau gas. Penggunaan

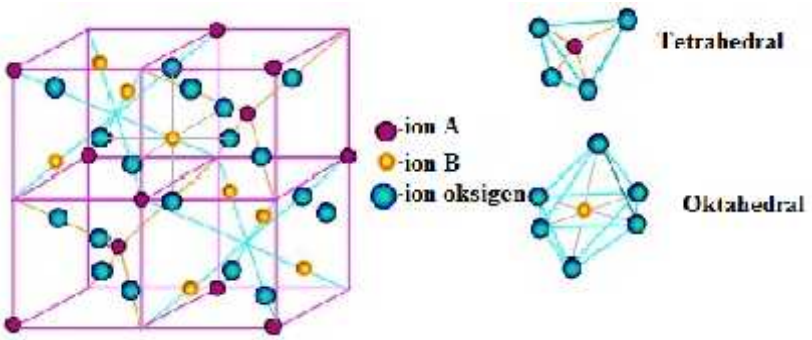
katalis heterogen lebih disukai dibandingkan katalis homogen karena memiliki berbagai keunggulan, antara lain memiliki efisiensi yang tinggi, tidak korosif, dapat dipisahkan dari campuran reaksi, dan dapat digunakan secara berulang (Frenzer and Maier, 2006). Oleh karena itu dalam penelitian ini digunakan katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ sebagai katalis heterogen.

Nanokatalis sendiri adalah nanopartikel yang memiliki peran sebagaimana mestinya katalis yaitu mempercepat suatu reaksi tanpa ikut serta dalam hasil reaksi. Keunggulan nanokatalis adalah memiliki aktivitas yang lebih baik sebagai katalis karena material nanokatalis memiliki permukaan yang luas dan rasio-rasio atom yang tersebar secara merata pada permukaannya. Sifat ini menguntungkan untuk transfer massa di dalam pori-pori dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegren *et al.*, 2003). Banyak metode yang telah dikembangkan untuk sintesis nanokatalis. Berbagai metode dari pembuatan nanokatalis spinel ferite seperti *ball milling*, koopresipitasi (Zi *et al.*, 2009), metode hidrotermal (Zhao *et al.*, 2009), *polymeric precursor* (Gharagozlou, 2009), dan metode sol-gel (Naeem *et al.*, 2009). Dari beberapa metode sintesis tersebut, dalam penelitian ini digunakan metode sol-gel untuk mendapatkan nanokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$. Metode sol-gel ini dipilih karena secara luas telah digunakan dalam sintesis katalis berpendukung logam. Selain itu metode ini memiliki banyak keunggulan seperti dispersi yang tinggi dari spesi aktif yang tersebar secara homogen pada permukaan katalis, tekstur porinya memberikan kemudahan difusi dari reaktan untuk masuk ke dalam situs aktif (Lecloux and Pirard, 1998), luas permukaan yang cukup tinggi, peningkatan stabilitas termal,

serta kemudahannya dalam memasukkan satu atau dua logam aktif sekaligus dalam prekursor katalis (Lambert and Gonzalez, 1998).

D. Spinel Ferite

Spinel ferite adalah salah satu bentuk struktur katalis yang memiliki rumus umum AB_2O_4 dimana A adalah kation-kation bervalensi 2 seperti Fe, Ni, Mo dan lain-lain, yang menempati posisi tetrahedral dalam struktur kristalnya dan B adalah kation-kation bervalensi 3 seperti Fe, Mn, Cr dan lain-lain, yang menempati posisi oktahedral dalam struktur kristalnya, serta terdistribusi pada lattice *fcc* yang terbentuk oleh ion O^{2-} (Kasapoglu *et al.*, 2007; 2008; Iftimie *et al.*, 2006). Struktur kristal spinel ferite ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur kristal spinel ferite

Terdapat tiga bentuk distribusi kation-kation dalam sruktur spinel, yaitu keadaan normal, keadaan terbalik (*inverse*) dan keadaan antara normal dan terbalik. Pada keadaan normal ion-ion logam bervalensi 2 akan terletak pada posisi tetrahedral atau dapat dituliskan $(M^{2+})_A[M_2^{3+}]_BO_4$, pada keadaan terbalik (*inverse*) ion-ion logam bervalensi 2 akan terletak pada posisi oktahedral atau dapat dituliskan $(M^{3+})_A[M^{2+}M^{3+}]_BO_4$ dan keadaan antara normal dan terbalik,

setengah dari ion-ion logam bervalensi 2 dan 3 akan menempati posisi tetrahedral dan oktahedral atau dapat dituliskan $(M^{2+}M^{3+})_A[M_{1-x}{}^{2+}M_{2-\lambda}{}^{3+}]_BO_4$ (Manova *et al.*, 2005). Salah satu spinel ferite yang telah banyak digunakan sebagai katalis adalah nikel ferite ($NiFe_2O_4$). Nikel ferite ini memiliki struktur spinel terbalik (*inverse*) yang mana setengah dari ion Fe mengisi pada posisi tetrahedral (posisi A) dan sisanya menempati posisi pada oktahedral (posisi B) hal ini dapat dituliskan dengan rumus $(Fe^{3+}{}_{1.0})[Ni^{2+}{}_{1.0}Fe^{3+}{}_{1.0}]O^{2-}{}_4$ (Kasapoglu *et al.*, 2007; Maensiri *et al.*, 2007).

E. Metode Preparasi Nanokatalis

Karakteristik nanokatalis sangat dipengaruhi oleh tiap langkah preparasi yang dilakukan. Tujuan utama dari pemilihan metode preparasi nanokatalis adalah mendapatkan struktur definit, stabil, mempunyai luas permukaan yang tinggi dan situs aktif yang lebih terbuka serta ukuran yang kecil. Pemilihan metode preparasi yang tepat akan menunjukkan hasil karakteristik nanokatalis yang diharapkan memiliki aktivitas, selektivitas dan stabilitas yang maksimal.

1. Sol-gel

Metode sol-gel merupakan suatu metode sintesis berdasarkan reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel). Di dalam sol ini terlarut partikel halus dari senyawa hidroksida atau senyawa oksida logam. Proses tersebut kemudian dilanjutkan dengan proses gelasi dari sol tersebut untuk membentuk jaringan dalam suatu fasa cair yang kontinyu,

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

Keunggulan dari metode sol-gel dibandingkan dengan metode lain adalah:

a. Dispersi yang tinggi dari spesi aktif yang tersebar secara homogen pada permukaan katalis.
b. Tekstur porinya memberikan kemudahan difusi dari reaktan untuk masuk ke dalam situs aktif.
c. Luas permukaan dari katalis yang didapat cukup tinggi.
d. Peningkatan stabilitas termal.

2. Pengeringan Beku

Pada proses sintesis katalis, molekul-molekul pelarut juga ikut terperangkap dalam pori-pori katalis. Oleh karena itu, pelarut harus dihilangkan dari zat padatnya sampai nilai kadar airnya rendah dengan cara pengeringan. Umumnya pengeringan dapat dilakukan dengan pemanasan pada temperatur 120°C. Namun, pemanasan dapat menyebabkan tidak meratanya warna katalis dan rusaknya situs aktif katalis sehingga aktivitas katalis tidak optimal. Peningkatan temperatur yang lebih tinggi juga dapat menyebabkan kerusakan terhadap pembentukan kisi kristal katalis dan luas permukaannya. Maka diperlukan metode lain yang lebih baik untuk mengatasi permasalahan tersebut.

Freeze drying adalah salah satu metode pengeringan yang dapat mempertahankan mutu hasil pengeringan, mampu menghilangkan air hidrat dalam rongga prekursor katalis tanpa merusak struktur jaringan katalis tersebut karena memiliki efektivitas yang tinggi. Untuk proses pengeringan menggunakan *freeze dryer*, sampel yang akan dikeringkan terlebih dahulu dibekukan agar air yang terperangkap diubah menjadi kristal-kristal es. Selanjutnya pengeringan dilakukan menggunakan tekanan rendah agar kandungan air yang sudah menjadi kristal-kristal es akan langsung tervakum dan terbuang menjadi uap, dikenal dengan istilah sublimasi. Pengeringan menggunakan alat *freeze dryer* lebih aman terhadap resiko terjadinya degradasi senyawa dalam sampel. Hal ini mungkin dikarenakan penggunaan temperatur yang relatif rendah saat pengering dan lamanya proses pengeringan membuat sampel lebih stabil dibandingkan dengan metode pengeringan yang lain.

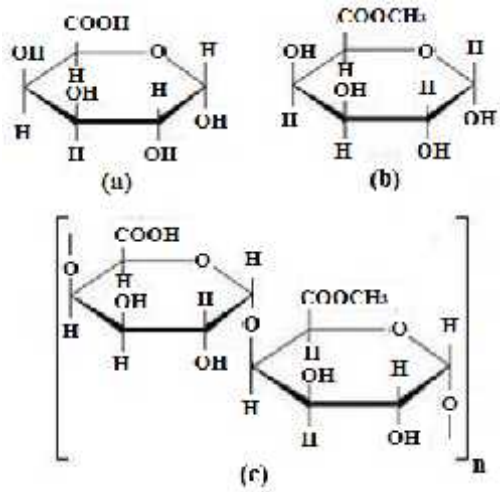
Keuntungan menggunakan metode *freezer drying* yaitu hasilnya homogen, murni, dengan ukuran partikel dapat diproduksi kembali serta memiliki aktivitas yang seragam (Bermejo *et al.*, 1995).

3. Kalsinasi

Kalsinasi merupakan proses pemanasan suatu zat padat pada suhu tinggi dibawah titik lelehnya yang dilakukan secara bertahap dengan laju dan derajat kenaikan yang konstan. Kalsinasi diperlukan sebagai penyiapan serbuk untuk proses lebih lanjut dan memperoleh ukuran partikel yang optimum serta menggunakan senyawa dalam bentuk garam atau dihidrat menjadi oksida, membentuk fase kristal. Perubahan ini terjadi karena atom-atom karbon, hidrogen dan oksigen dapat teruapkan menjadi air dan karbon dioksida.
Pada proses kalsinasi terjadi tiga tahapan penting, yaitu pada kisaran suhu 120^oC - 300^oC akan terjadi pelepasan molekul air (H_2O) yang masih terikat pada prekursor katalis. Kemudian pada kisaran suhu 550^oC akan terjadi pelepasan gas CO_2 dan gas-gas lain akibat reaksi oksida yang terbentuk dengan penyangga. Setelah itu dibutuhkan pemanasan lanjutan (> 600^oC) untuk membentuk ikatan yang lebih kuat dan tidak mudah lepas pada katalis sehingga stabilisasi sifat-sifat mekaniknya akan semakin meningkat, pada tahap ini prekursor katalis telah berubah menjadi padatan yang mengandung fasa kristalin. Katalis yang telah dikalsinasi akan dapat bertahan lebih lama dalam masa penyimpanannya dan tidak aktif.

F. 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. Pektin bersifat asam dan koloidnya bermuatan negatif karena adanya gugus karboksil bebas pada rantai panjang struktur pektin. Namun, sebagian dari gugus karboksil tersebut secara alami juga termetoksilasi menjadi gugus metoksil (Yujaroen *et al*., 2008). Struktur pektin ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. (a) Struktur α-galakturonat, (b) Stuktur metilasi α-galakturonat (c) Struktur Pektin

Sifat penting pektin adalah kemampuannya membentuk gel. Kadar metoksi berperan dalam menentukan sifat fungsional dan mempengaruhi struktur serta tekstur dari gel pektin (Constenla and Lozano, 2006). Pembentukan gel terjadi melalui ikatan hidrogen di antara gugus karboksil bebas dan di antara gugus hidroksil. Pektin dengan kandungan metoksi tinggi membentuk gel dengan gula dan asam pada konsentrasi gula 58-70% sedangkan pektin dengan metoksi rendah tidak mampu membentuk gel dengan asam dan gula tetapi dapat

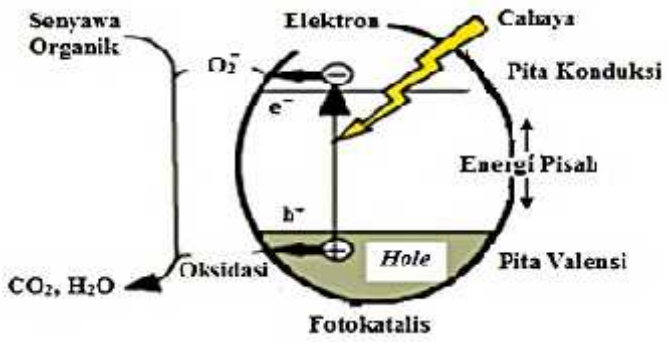
membentuk gel dengan adanya ion-ion kalsium. Pektin banyak digunakan sebagai komponen fungsional pada industri makanan karena kemampuannya dalam membentuk gel dan menstabilkan protein. Pada penelitian ini, pektin digunakan sebagai pengkhelat yang dapat mengikat ion logam pada preparasi katalis.

G. Reaksi Fotokatalitik

Fotokatalis adalah kombinasi antara proses fotokimia dengan proses katalitik dimana diperlukan cahaya dan katalis untuk dapat melangsungkan atau mempercepat transformasi kimia. Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut celah pita energi *(energi bandgap)* (Patil *et al.*, 2008). Fotokatalisis atau reaksi fotokatalitik dapat diartikan sebagai perubahan kecepatan reaksi kimia atau inisiasi reaksi karena adanya radiasi cahaya dan material (fotokatalis) yang menyerap cahaya tersebut dan melibatkan perubahan kimia (Braslavsky, 2007). Reaksi fotokatalitik dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Hanya saja dalam reaksi fotokatalitik, aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton, berbeda dengan reaksi katalitik jenis konvensional dengan aktivasi katalis dilakukan secara termal (Patil *et al.*, 2008).

Berdasarkan jenis katalis yang digunakan, proses fotokatalitik terdiri dari fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah proses fotokatalitik yang berlangsung pada suatu sistem dalam satu fasa, dan biasanya dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen

peroksida. Sedangkan fotokatalitik heterogen adalah proses fotokatalitik yang memanfaatkan bahan semikonduktor dalam bentuk serbuk/partikel dan penggunaannya sebagai fotokatalis yang dilakukan dalam suspensi yang didasarkan pada iradiasi sinar UV. Mekanisme reaksi fotokatalitik ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Mekanisme fotokatalisis (Mohamed *et al.*, 2012)

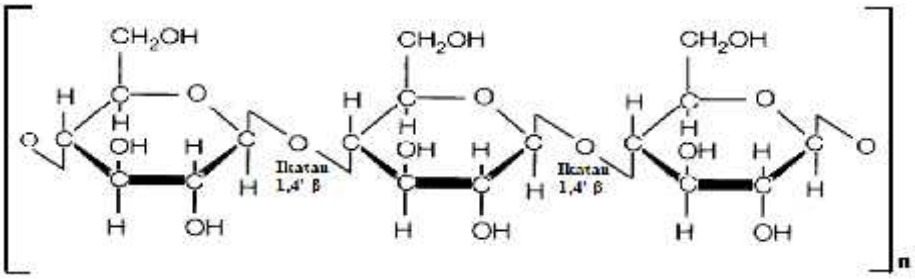
Aktivitas fotokatalis bergantung pada kemampuan katalis untuk menghasilkan sepasang lubang elektron pada pita valensinya. Lubang ini kemudian akan berfungsi sebagai tempat terjadinya oksidasi. Keberadaan lubang elektron tersebut akan mempercepat proses transfer elektron yang terjadi. Dengan demikian,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

Secara umum mekanisme fotokatalisis adalah pembentukan radikal OH^- 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 lubang pada pita valensi. Lubang 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).

H. Selulosa

Selulosa adalah polimer glukosa yang membentuk rantai linier dan dihubungkan oleh ikatan β-1,4 glikosidik. Struktur yang linier menyebabkan selulosa bersifat kristalin dan tidak mudah larut. Di alam, biasanya selulosa berasosiasi dengan polisakarida lain seperti hemiselulosa atau lignin membentuk kerangka utama dinding sel tumbuhan (Holtzapple, 1993). Struktur selulosa ditunjukkan dalam Gambar 4.



Gambar 4. Struktur selulosa

Hidrolisis sempurna dari selulosa akan menghasilkan monosakarida yaitu glukosa, sedangkan hidrolisis yang tidak sempurna akan menghasilkan

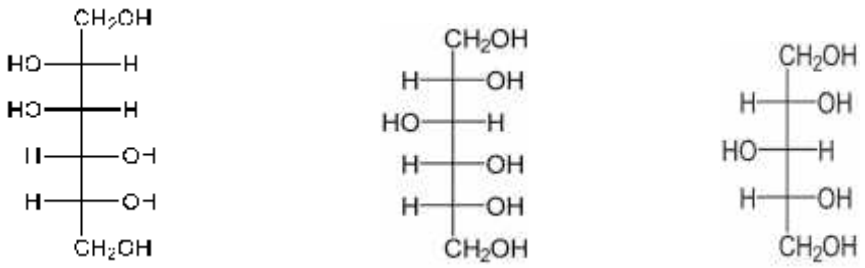
oligosakarida dari selulosa yaitu selobiosa. Namun, proses hidrolisis yang sempurna sangat sulit untuk dilakukan. Hal ini dikarenakan keberadaan hemiselulosa dan lignin dapat menghambat proses hidrolisis. Selulosa dapat dihidrolisis menjadi gula reduksi (glukosa, fruktosa, selobiosa) dengan menggunakan media air dan dibantu dengan katalis asam atau enzim (Huber *et al.*, 2006), degradasi dengan *supercritical water* (Saka and Ehara, 2005), dan pirolisis suhu tinggi dengan atau tanpa katalis (Carlson *et al.*, 2008).

Selulosa dapat dimanfaatkan untuk produksi gula alkohol seperti sorbitol, manitol, xylitol dengan bantuan katalis. Selulosa dapat menghasilkan sorbitol dengan rendemen 71,1% menggunakan katalis yang mengandung gugus sulfonat dan nanopartikel Ru (Lee and Jeffries, 2011). Konversi selulosa menjadi sorbitol dengan rendemen 32 % dan manitol dengan rendemen 6,6% menggunakan katalis Pt/Al_2O_3 (Fukuoka *et al.*, 2009).

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

I. Gula Alkohol

Gula alkohol merupakan hasil dari reduksi glukosa berupa monosakarida atau disakarida yang memiliki tiga atau lebih kelompok hidroksil atau alkohol polihidrat. 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. Senyawa gula alkohol diantaranya yaitu, manitol, sorbitol, dan xylitol yang merupakan turunan monosakarida dari glukosa (Wolevar, 2002). Struktur manitol, sorbitol dan xylitol ditunjukkan pada Gambar 5.



a. **b.** **c.**

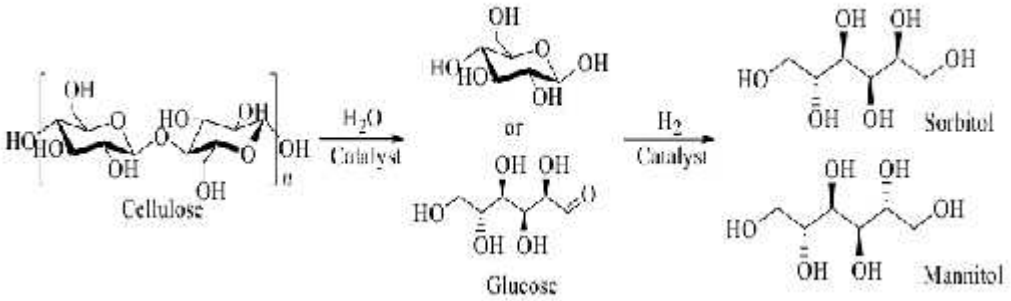
Gambar 5. a. Manitol, **b.** Sorbitol, **c.** Xylitol

1. Sorbitol dan Manitol

Sorbitol dan manitol adalah gula alkohol yang terdiri dari enam rantai karbon dengan rumus kimia $C_6H_{14}O_6$ dan BM 182,17 g/mol. Sorbitol dan manitol memiliki sifat tidak reaktif dan tidak higroskopis. Manitol digunakan untuk pembuatan tablet kunyah dan granulasi serbuk sebagai eksipien. Secara alami

manitol banyak ditemukan pada bahan alam seperti alga, manna, rumput laut dan zaitun (Kuusisto *et al.*, 2005). Sorbitol umumnya digunakan sebagai bahan baku industri dan makanan seperti pasta gigi, permen, kosmetik, farmasi, vitamin C, dan termasuk industri tekstil dan kulit. Di Indonesia sorbitol diproduksi dari umbi tanaman singkong.

Produksi sorbitol dan manitol umumnya dilakukan dengan bahan baku selulosa, fruktosa, sukrosa, glukosa atau sirup glukosa-fruktosa. Dari hasil konversi tersebut untuk mendapat serbuk sorbitol dan manitol murni dapat dilakukan pemisahan dengan proses kristalisasi fraksional. Dalam proses ini, manitol akan mengalami pengkristalan terlebih dahulu daripada sorbitol berdasarkan perbedaan sifat kelarutannya. Kelarutan sorbitol adalah 235 g/100 g air dan manitol 22 g/100 g air. Berikut tahapan proses konversi selulosa menjadi sorbitol dan manitol yang ditunjukkan pada Gambar 6.



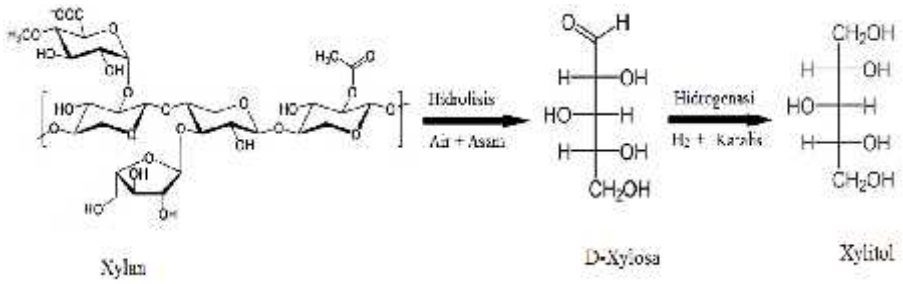
Gambar 6. Reaksi konversi selulosa menjadi sorbitol dan manitol

Saat reaksi hidrogenasi, β-fruktosa akan menjadi manitol sedangkan α-fruktosa akan menjadi sorbitol (Toukoniitty *et al.*, 2005). Sebelum terbentuk glukosa, selulosa mengalami hidrolisis sehingga terbentuk monomer-monomernya yaitu glukosa. Kemudian glukosa mengalami reaksi hidrogenasi dengan bantuan

katalis logam yang bertekanan tinggi. Penambahan gas hidrogen dengan katalis logam seperti platinum, paladium, nikel dan rhodium akan meningkatkan temperatur sehingga produk yang dihasilkan akan lebih banyak (Marhusari, 2009).

2. Xylitol

Xylitol merupakan gula alkohol yang terdiri dari lima rantai karbon dengan rumus kimia $C_5H_{12}O_5$ dan BM 152,15 g/mol. Secara alami xylitol banyak ditemukan pada buah-buahan dan sayuran seperti strawberry, wortel, bayam, selada dan bunga kol. Senyawa ini merupakan gula tereduksi yang memiliki kelarutan 169 g/100 g air dengan pH 5-7, dimana kemanisannya sama dengan sukrosa bahkan lebih manis dibandingkan gula alkohol lainnya (Bar, 1991). Hal ini menyebabkan xylitol sering digunakan sebagai pengganti gula dalam industri pengolahan makanan seperti pada produk industri coklat, permen, es krim, selai, jus juga pada produksi roti dan minuman. Sama halnya dengan sorbitol dan manitol, xylitol juga dapat dikonversi dari bahan lignoselulosa khususnya hemiselulosa atau xilan. Melalui proses hidrolisis xilan akan membentuk xilosa dan arabinosa yang kemudian dapat dihidrogenasi menjadi xylitol. Reaksi konversi dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Reaksi konversi xylitol

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

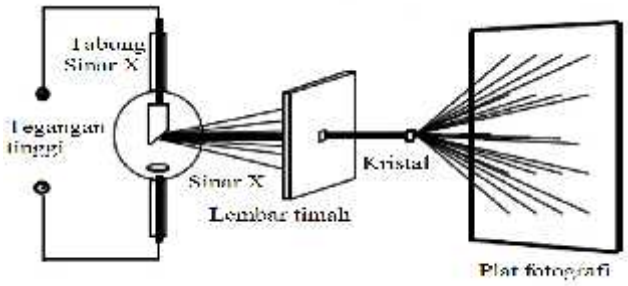
J. Karakterisasi Nanokatalis

1. Penentuan Fasa Kristalin Nanokatalis

Analisis struktur kristal nanokatalis dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X (*X-ray Difraction*/XRD). Dalam bentuk kristal, partikel tersusun dengan pola geometrik tertentu yang teratur dalam arah tiga dimensi. Sedangkan dalam bentuk amorf, partikel tidak tersusun secara teratur seperti pada kristal. XRD merupakan salah satu metode karakterisasi untuk mengidentifikasi fasa suatu material juga untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu material dengan cara menentukan parameter kisi.

Prinsip XRD adalah difraksi gelombang sinar-X yang mengalami penghamburan (*scattering)* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merepresentasikan struktur kristal. Dari analisis pola difraksi dapat ditentukan parameter kisi, ukuran kristal, dan identifikasi fasa kristalin. Jenis material dapat ditentukan dengan membandingkan hasil XRD dengan katalog hasil difraksi berbagai macam material. Metode yang biasa dipakai adalah memplot intensitas difraksi XRD terhadap sudut difraksi 2θ. Intensitas akan meninggi pada nilai 2θ yang terjadi difraksi, intensitas yang tinggi tersebut dalam grafik terlihat membentuk puncak-puncak pada nilai 2θ tertentu. Pelebaran puncak bisa diartikan material yang benar-benar amorf,

butiran yang sangat kecil dan bagus, atau material yang memiliki ukuran kristal sangat kecil melekat dengan struktur matriks yang amorf. Skema alat XRD ditunjukkan pada Gambar 11.



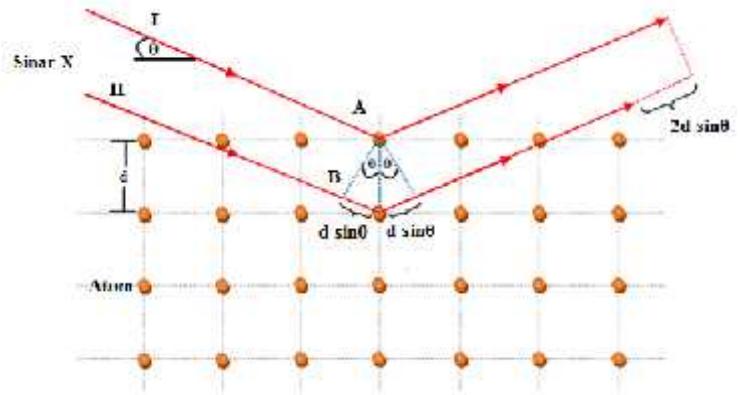
Gambar 11. Skema alat XRD

Pada analisis XRD berkas sinar-X yang dikirim dari sumber akan menyebabkan interaksi langsung dengan lapisan permukaan kristal melalui bidang kristal, sehingga sinar-X akan ditransmisikan, direfleksi, diserap dan sebagian lagi akan dihamburkan serta didifraksikan. Pola difraksi yang dihasilkan oleh analog akan menghasilkan pola pembiasan yang sama seperti pola difraksi cahaya pada permukaan air. Pola ini akan diplotkan berdasarkan intensitas *peak* yang menyatakan indeks Miller (hkl) atau letak parameter kisi kristal sebagai fungsi 2θ, sehingga jarak antar atom pada lapisan permukaan kristal (**d**) dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg:

$$n\,\lambda = 2\,d\,\sin\theta \quad \text{.....(2.1)}$$

Dimana n dinyatakan sebagai bilangan bulat tingkatan difraksi Sinar-X, **λ** dinyatakan sebagai panjang gelombang yang dihasilkan katoda (seperti Cu Kα = 1,5414 Å), sedangkan θ dinyatakan sebagai sudut difraksi Sinar-X terhadap permukaan kristal (Richardson, 1989). Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan

membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS. Proses terjadinya pembentukkan puncak-puncak difraksi pada XRD ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Proses pembentukkan puncak pada XRD

Pada Gambar 12, suatu berkas sinar-X dengan panjang gelombang λ jatuh pada kristal dengan sudut θ terhadap permukaan bidang kristal yang jaraknya adalah *d*. Seberkas sinar pertama (*I*) yang mengenai atom *A* pada bidang pertama dan sinar kedua (*II*) yang mengenai atom *B* pada bidang berikutnya mengakibatkan masing-masing atom menghambur dalam arah rambang. Interferensi konstruktif hanya terjadi antara sinar terhambur sejajar dan beda jarak jalannya tepat λ, 2λ, 3λ, dan seterusnya. Jadi beda jarak harus *n*λ, dengan n adalah bilangan bulat. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu

bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Sehingga ukuran partikel dari suatu material juga dapat dihitung dengan Persamaan Scherrer (Maiti *et al*., 1973):

$$D = \frac{k^{a}}{\cos} \quad \text{.....(2.2)}$$

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)

2. Penentuan Keasaman Nanokatalis

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

a. Gravimetri

Aktivitas katalis dipengaruhi oleh besarnya keasaman dari katalis tersebut. Semakin banyak jumlah situs asam suatu katalis, maka situs aktif yang terkandung dalam katalis juga semakin banyak, sehingga aktivitas katalitik katalis juga semakin meningkat. Penentuan jumlah situs asam dalam katalis dapat dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri dengan cara menghitung jumlah basa yang teradsorpsi secara kimia (kemisorpsi) dalam fase gas (ASTM, 2005) yaitu dengan menempatkan sejumlah padatan katalis pada krus dan disimpan dalam desikator yang sudah dijenuhkan dengan basa yang mudah menguap, dan disimpan pada suhu kamar dalam selang waktu tertentu

untuk menghilangkan uap basa yang tidak teradsorpsi dan ditimbang sampai berat yang tetap. Jumlah basa yang tertahan pada padatan katalis merupakan gabungan basa gas yang terfisisorpsi dan terkemisorpsi, jumlah ini setara dengan jumlah situs asam yang ada pada permukaan katalis. Basa yang dapat digunakan sebagai adsorbat adalah amoniak, piridin, piperidin, kuinolin, trimetil amin, dan pirol (Richardson, 1989).

Banyaknya basa yang teradsorpsi pada situs asam menyatakan kekuatan asam dari suatu sampel padatan. Penentuan jumlah situs asam menggunakan piridin sebagai basa teradsopsi 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 dkk, 2007). Banyaknya mol basa yang teradsorpsi dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Keasaman (mmol/gram)} = \frac{(W_3 - W_2)}{(W_2 - W_1)\ BM} \times 1000 \quad \text{.....(2.3)}$$

Dimana, w_1 = Berat wadah

w_2 = Berat wadah + sampel

w_3 = Berat wadah + sampel yang telah mengadsorpsi piridin

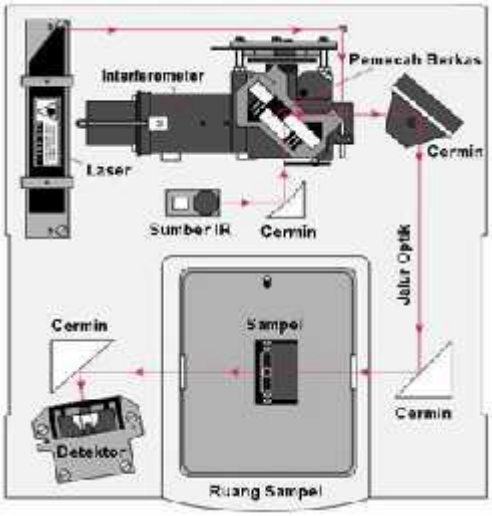
BM = Berat molekul piridin

b. Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Penentuan jenis situs asam pada katalis dilakukan menggunakan FTIR. Katalis yang telah dibiarkan mengadsorpsi basa piridin kemudian dianalisis untuk diidentifikasi keberadaan situs asamnya melalui puncak serapan. FTIR merupakan suatu metode analisis yang mengamati interaksi antar atom-atom

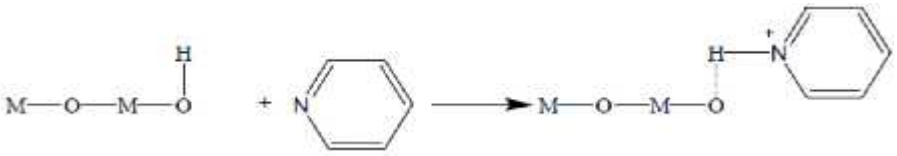
dalam molekul berdasarkan perubahan vibrasi-vibrasi yang terbentuk pada saat sampel teradsorpsi dengan energi khusus dan dilewati oleh sinar inframerah (Ayyad, 2011). Sinar inframerah ini berada pada jangkauan panjang gelombang 2,5 – 25 µm atau jangkauan frekuensi 2000 – 400 cm^{-1}, yaitu daerah khusus yang berguna untuk identifkasi gugus fungsional.

Prinsip dasar dari analisis FTIR adalah penyerapan radiasi elektromagnetik oleh gugus-gugus fungsi tertentu dengan energi vibrasi dalam bentuk spektrum. Besarnya bilangan gelombang yang akan muncul bergantung pada kekuatan ikatan dan massa atom yang melakukan ikatan kimia. Saat sampel dilewati sinar inframerah, maka sejumlah frekuensi akan diserap dan sebagian lainnya ditransmisikan, selanjutnya diterjemahkan kedalam sebuah kurva spektrum inframerah. 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 ditunjukan pada Gambar 8.

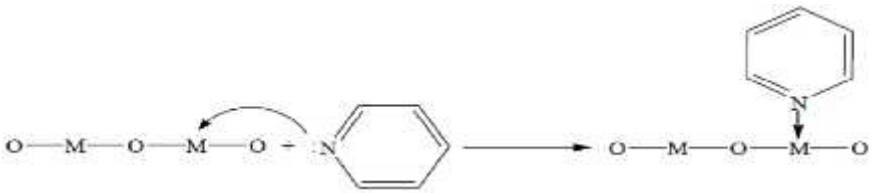


Gambar 8. Skema instrumentasi FTIR

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 Bronsted-Lowry dan asam Lewis. Pada situs asam Bronsted-Lowry, piridin akan berinteraksi dengan situs asam melalui ikatan hidrogen membentuk ion piridinium dan ditandai dengan puncak hasil serapan pada bilangan gelombang 1537,26 cm^{-1}, sedangkan pada situs asam Lewis piridin akan berinteraksi secara koordinasi dengan situs aktif (logam transisi) yang akan bertindak sebagai spesies asam Lewis dengan menerima pasangan elektron dari piridin dan ditandai dengan puncak hasil serapan pada bilangan gelombang 1634,95 cm^{-1} (Parry, 1963). Reaksi antara piridin dengan situs-situs asam dapat dilihat pada Gambar 9 dan Gambar 10.



Gambar 9. Reaksi piridin pada situs asam Bronsted-Lowry



Gambar 10. Reaksi piridin pada situs asam Lewis

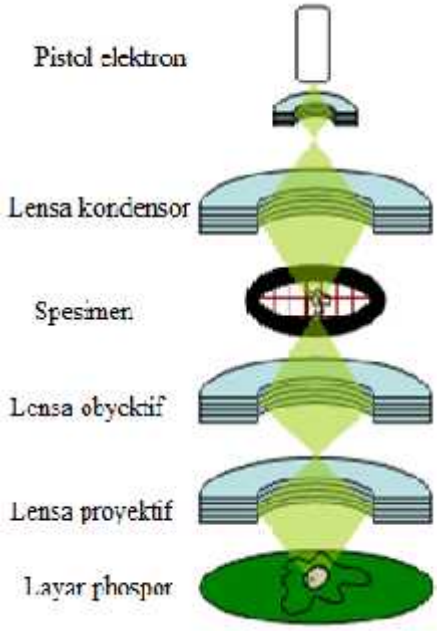
Metode spektrofotometri infra merah digunakan untuk melihat sisi aktif katalis. Adanya puncak serapan dari ion piridinium ($C_5H_5N^+$) dan piridin yang teradsorpsi berturut-turut mengindikasikan adanya situs asam Bronsted-Lowry dan situs asam Lewis yang berperan pada permukaan katalis. Situs asam

Bronsted-Lowry pada spektra infra merah ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang 1350-1500 cm^{-1} dan situs asam Lewis pada daerah bilangan gelombang1550-1650 cm^{-1} (Tanabe *et al.*, 1981).

3. Penentuan Morfologi Kristalin Nanokatalis

Analisis morfologi kristalin nanokatalis dilakukan menggunakan instrumentasi *Transmission Electron Microscopy* (TEM). TEM adalah alat untuk mengamati bentuk, struktur serta distribusi pori padatan. Prinsip kerja TEM sama seperti proyektor slide dimana elektron ditansmisikan ke dalam objek pengamatan dan hasilnya diamati melalui layar (Liu *et al*., 2009).

Mekanisme kerja TEM yaitu pistol elektron berupa lampu tungsten dihubungkan dengan sumber tegangan tinggi (100-300 kv) ditransmisikan pada sampel yang tipis, pistol akan memancarkan elektron secara termionik maupun emisi medan magnet ke sistem vakum. Interaksi antara elektron dengan medan magnet menyebabkan elektron bergerak sesuai aturan tangan kanan, sehingga memungkinkan elektromagnet untuk memanipulasi berkas elektron. Penggunaan medan magnet akan membentuk sebuah lensa magnetik dengan kekuatan fokus variabel yang baik. Selain itu, medan elektrostatik dapat menyebabkan elektron didefleksikan melalui sudut yang konstan. Dua pasang defleksi yang berlawanan arah dengan intermediet *gap* akan membentuk arah elektron yang menuju lensa yang selanjutnya dapat diamati melalui layar (Bendersky and Gayle, 2001). Skema alat TEM disajikan pada Gambar 13.



Gambar 13. Skema alat TEM

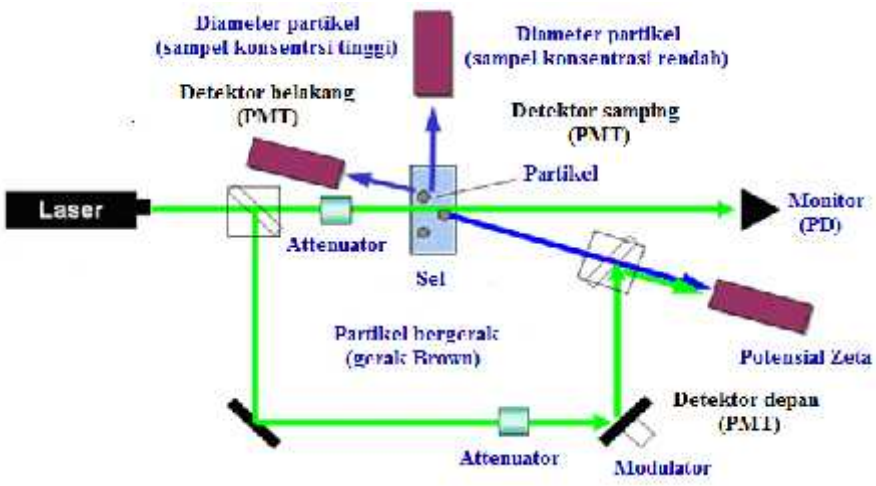
Analisis TEM juga dapat melihat perbesaran dengan resolusi tinggi hingga diatas perbesaran 500000 kali. Analisis ini dapat melihat perbesaran sampai kristal ataupun kolom atom suatu molekul sehingga penglihatan perbesaran dapat dilakukan secara tembus gambar. Karakterisasi TEM dapat meningkatkan penggambaran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

4. Penentuan Distribusi Ukuran Partikel Nanokatalis

Analisis distribusi ukuran partikel nanokatalis dilakukan menggunakan instrumentasi *Particle Size Analyzer* (PSA). PSA merupakan salah satu metode karakterisasi yang tidak hanya dapat digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dari suatu material, namun juga dapat menginformasikan besaran distribusi ukuran partikel tersebut. Sehingga dapat diasumsikan bahwa

hasil pengukuran tersebut merupakan gambaran keseluruhan dari kondisi sampel. Alat ini mampu mengukur ukuran partikel dan molekul dalam rentang 0,15 nm sampai 10 µm.

Prinsip kerja PSA pada dasarnya menggunakan metode *Dinamyc Light Scattering* (DLS). Suatu material yang akan dianalisis (sampel) dimasukkan kedalam suspensi yang telah diinduksi oleh penambahan molekul pelarut. Hal ini menyebabkan partikel dari material akan bergerak bebas secara acak bersamaan dengan molekul pelarut mengikuti aturan gerak Brown. Molekul pelarut bergerak karena adanya energi termal. Saat partikel terus bergerak dan kemudian ditembakan cahaya, kecepatan gerak partikel akan berfluktuasi akibat adanya intensitas cahaya yang dihamburkan oleh partikel tersebut, kecepatan gerak ini bergantung pada besarnya ukuran partikel. Pengukuran dilakukan dengan prinsip bahwa partikel-partikel yang lebih kecil akan bergerak lebih cepat daripada partikel-partikel yang lebih besar (Skoog *et al.*, 1996). Prinsip kerja PSA ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Prinsip kerja PSA

PSA terbagi dalam dua metode, terdiri atas:

a. Metode kering (*Dry Dispersion Unit)*

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

b. Metode basah (*Wet Dispersion Unit*)

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

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, 2010).

K. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

KCKT merupakan suatu teknik kromatografi yang menggunakan fasa gerak cair untuk pemisahan sekaligus untuk analisis senyawa berdasarkan kekuatan atau kepolaran fasa geraknya. 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. Pada KCKT ada 2 tipe pemisahan yaitu:

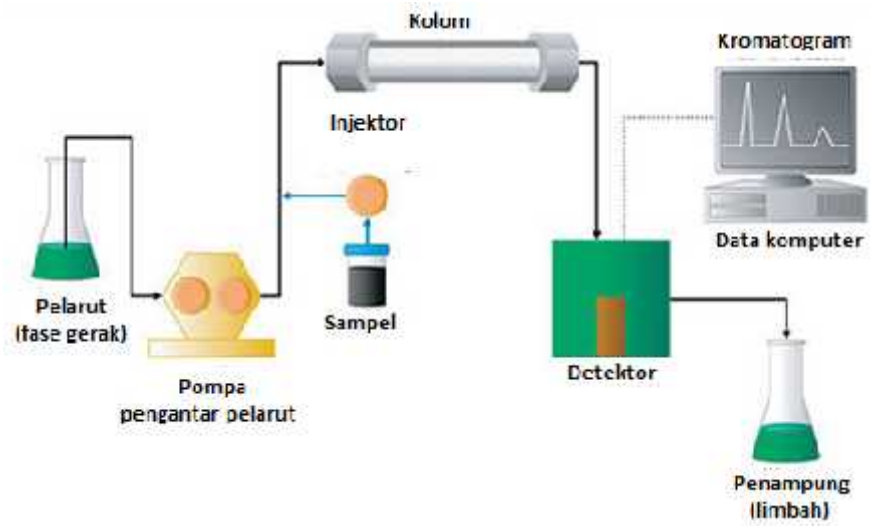
1. Pemisahan dengan Fasa Normal

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

2. Pemisahan dengan Fasa Terbalik

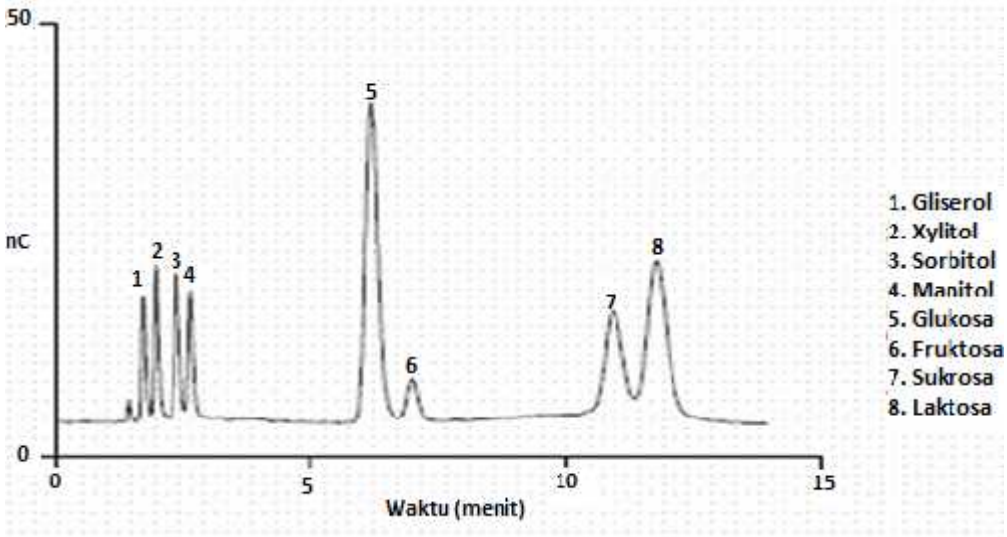
   Pemisahan yang dilakukan jika fasa diamnya bersifat kurang non polar dibandingkan dengan fasa geraknya.

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. Skema alat KCKT disajikan pada Gambar 15.



Gambar 15. Skema alat KCKT

Mekanisme kerja dari KCKT yaitu sampel yang dilarutkan dalam solvent dimasukkan ke dalam aliran fasa gerak dengan cara injeksi, di dalam kolom akan mengalami pemisahan komponen dengan adanya interaksi antara analit dengan fase diam. Analit yang interaksinya kurang kuat dengan fase diam akan keluar dari kolom terlebih dahulu. Sedangkan analit yang interaksinya kuat akan keluar lebih lama. Setiap komponen yang keluar dari kolom akan dideteksi oleh detektor kemudiam direkam dalam bentuk kromatogram. Semakin lama terdistribusi dalam fasa diam maka semakin lama waktu retensinya. Waktu yang dibutuhkan oleh senyawa untuk bergerak melalui kolom menuju detektor disebut waktu retensi. Waktu retensi diukur berdasarkan waktu dimana sampel diinjeksikan sampai satu senyawa keluar di prosesor unit pengolah data yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak yang maksimum dari senyawa itu. Kromatogram dari beberapa gula alkohol monosakarida, dan disakarida dapat ditunjukkan pada Gambar 16.



Gambar 16. Kromatogram dari gula alkohol, monosakarida dan disakarida

Dapat dilihat bahwa waktu retensi yang dihasilkan oleh senyawa-senyawa tersebut berbeda. Pengukuran analisis untuk fase gerak digunakan akuabides alkohol, kolom yang digunakan SCR-101C, dengan laju alir 1 mL/menit pada suhu 80°C. Hasil yang diperoleh untuk gula alkohol seperti gliserol, xylitol, sorbitol dan manitol kromatogramnya muncul pada waktu retensi kurang dari 5 menit. Untuk monosakarida seperti glukosa dan fruktosa dihasilkan pada rentang waktu retensi antara 5-10 menit, sedangkan untuk disakarida (sukrosa dan laktosa) dihasilkan pada rentang waktu retensi 10-15 menit. Hal ini disebabkan karena senyawa-senyawa yang berbeda memiliki waktu retensi yang berbeda (Ratnayani dan Dwi, 2008).

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung. Analisis keasaman (FTIR) dilakukan di Badan Tenaga Nuklir Nasional Serpong. Analisis struktur kristal (XRD) dilakukan di Universitas Islam Negeri Jakarta Syarif Hidayatullah. Analisis morfologi katalis (TEM) dilakukan di Laboratorium Anorganik Universitas Gadjah Mada. Analisis ukuran partikel katalis (PSA) dilakukan di Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pasca Panen Pertanian Bogor. Uji aktivitas katalis dengan sinar UV dilakukan di laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung. Analisis hasil uji fotokatalitik katalis (KCKT) dilakukan di Politeknik Akademi Kimia Analisis Bogor. Penelitian ini dilakukan dari bulan Februari 2017 sampai dengan bulan Juni 2017.

B. Alat dan Bahan

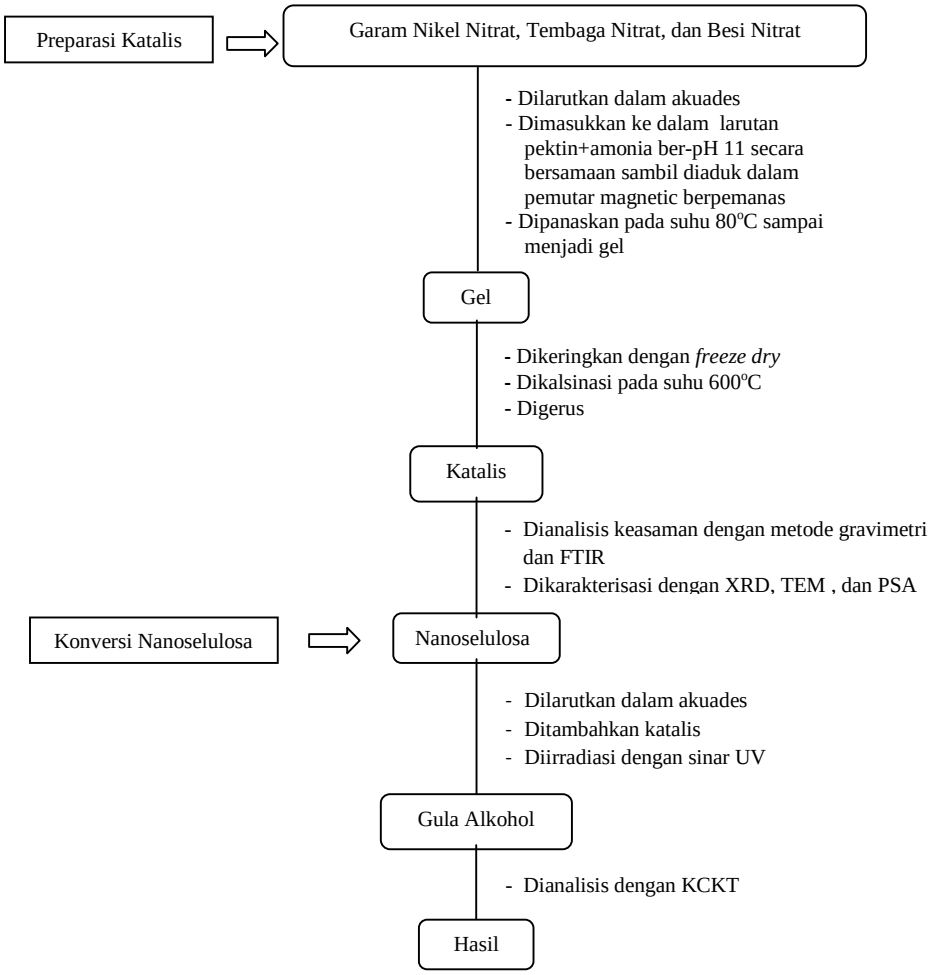
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, oven, neraca digital merek Kern ABT 220-4M, desikator, pemutar magnetik merek Stuart heat-stir CB162, *freezer dry* merek ModulyoD Freeze Dryer, *furnace*

merek Nabertherm Lilienthal (Germany), ultrasonikasi merek Bandelin Sonorex Technik, lampu UV merek Solar Glo 125 Watt, *hot plate,* mortar akik, FTIR merek SHIMADZU PRESTIGE 21, PSA merek FRITSCH GmbH, TEM merek TEM JEOL JEM 1400, XRD Type Miniflex 600 Merek Rigaku, dan KCKT merek Waters Alliance 2695.

Bahan-bahan yang digunakan adalah tembaga nitrat ($Cu(NO_3)_2.3H_2O$, ferri nitrat $Fe(NO_3)_3.9H_2O$ (Merck, 99%), nikel nitrat $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ (Merck, 99%), pektin, amonia, piridin, nanoselulosa (Widiarto *et al*., 2017), gas hidrogen (BOC 99,99%) ,asam sulfat, dan akuades.

C. Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yaitu pembuatan nanofotokatalis dan karakterisasi nanofotokatalis, serta uji aktivitas reaksi konversi nanoselulosa dengan nanofotokatalisis. Skema dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 17.



Gambar 17. Skema penelitian

1. Preparasi Nanokatalis

Preparasi nanokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ dilakukan dengan cara melarutkan 8 gram pektin dalam 400 mL akuades. Larutan diaduk menggunakan pemutar magnetik pada temperatur ruang sampai diperoleh larutan yang homogen (± 3 jam). Sebanyak 40-45 mL amonia ditambahkan kedalam larutan tersebut untuk menjaga pH larutan pektin dalam keadaan basa (pH 11). Kemudian ke dalam larutan tersebut ditambahkan tetes demi tetes secara perlahan larutan tembaga nitrat (1,4223 gram $Cu(NO_3)_2.3H_2O$ dalam 122 mL akuades), ferri nitrat (6,7927 gram $Fe(NO_3)_{3.}9H_2O$ dalam 400 mL akuades), dan nikel nitrat

(0,7337 gram $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ dalam 43 mL akuades), menggunakan pemutar magnetik pada suhu ruang sampai campuran benar-benar homogen. Volume campuran logam dan pektin mencapai 1000 mL. Selanjutnya campuran dipanaskan menggunakan pemutar magnetik berpemanas pada suhu 80^oC untuk menghilangkan amoniak dan air hingga volum larutan menyusut dan membentuk gel pada volume gel 200 mL.

Gel yang didapatkan selanjutnya di *frezee dry* untuk menghilangkan sisa kandungan air tanpa merusak jaringan yang telah terbentuk dari bahan tersebut selama 48 jam sampai terbentuk serbuk kering. Serbuk kering tersebut digerus sampai halus dengan mortar akik yang selanjutnya dikalsinasi sampai suhu 600^oC selama 11 jam dengan laju temperatur 2^oC/menit. Kalsinasi dilakukan dalam beberapa tahap. Pada tahap pertama dilakukan pemanasan dari temperatur ruang (temperatur 30^oC) hingga mencapai temperatur 120^oC dengan kenaikan temperatur 2^oC/menit, kemudian ditahan selama 2 jam. Tahap kedua, temperatur dinaikkan dari temperatur 120^oC sampai temperatur 350^oC dan ditahan selama 2 jam. Selanjutnya, temperatur dinaikkan kembali menjadi 600^oC kemudian ditahan lagi selama 2 jam. Setelah mencapai suhu maksimal, pemanasan dihentikan dan didiamkan sampai kembali pada suhu kamar. Setelah itu bubuk katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ yang diperoleh digerus sampai halus dengan mortar akik kemudian ditimbang dan dilanjutkan untuk uji karakterisasi katalis.

2. Karakterisasi Katalis

a. 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). Analisis dilakukan menggunakan radiasi CuK_{α} (1,5425 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA. Rentang difraksi yang diukur (2θ) dalam rentang 10 – 80°, dengan *scan step size* $0{,}02^{o}$/menit. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar *file data* yang terdapat dalam program PCPDF-win 1997 (Drbohlavova *et al.*, 2009). Ukuran partikel dihitung menggunakan rumus pada persamaan Scherrer (2.2).

b. Analisis Keasaman Katalis

Penentukan sifat keasaman katalis dalam penelitian ini dilakukan dengan metode gravimetri dan FTIR. Metode gravimetri dilakukan dengan cara, mula-mula wadah kosong ditimbang kemudian diisi dengan 0,1 gram nanokatalis dan dimasukkan ke dalam desikator yang telah divakum selama 2-3 jam untuk menghilangkan udara didalamnya bersama basa piridin, kemudian ditutup rapat dan dibiarkan selama 24 jam. Setelah 24 jam katalis yang telah mengadsorpsi basa piridin dikeluarkan dan didiamkan di tempat terbuka selama 2 jam, agar basa yang terikat secara adsorbsi fisika terlepas kembali. Kemudian wadah ditimbang kembali, selisih berat katalis tersebut merupakan banyaknya basa yang teradsorpsi pada permukaan katalis.

Banyaknya mol basa yang teradsorpsi pada permukaan katalis dapat dihitung dengan rumus pada persamaan 2.3.

Selanjutnya, penentuan jenis situs asam Bronsted-Lowry dan situs asam Lewis dilakukan secara kualitatif dengan menggunakan FTIR. Sampel katalis yang dianalisis dicampur dengan KBr, dengan perbandingan 1:50 atau 1:100. Kemudian sampel yang sudah dicampur dengan KBr dibentuk menjadi tablet, lalu dimasukkan ke dalam vessel sampel. Setelah itu sampel diukur menggunakan spektrofotometer inframerah (FTIR) pada daerah bilangan gelombang 1200 – 2100 cm^{-1} (Rodiansono dkk, 2007). Penentuan situs asam pada permukaan material yang diindikasikan dalam situs asam Lewis dan asam Bronsted-Lowry merupakan syarat utama untuk mengetahui potensi penyerapan dan aplikasinya sebagai katalis (Zaki *et al*., 2001).

c. Analisis Morfologi Katalis

Penentuan morfologi katalis dilakukan menggunakan instrumentasi TEM. Sampel katalis yang akan dianalisis ditempatkan pada wadah sampel dengan dengan ukuran 3 mm dan ketebalan 100 µm. Sampel disiapkan sampai ketebalan 20 µm. Setelah itu sampel diteteskan metanol untuk mencegah aglomerasi. Kemudian sampel tersebut ditembakkan dengan ion argon sampai berlubang. Pada bagian yang tipis ini ditembakkan berkas elektron sehingga menembus sampel. Kemudian hasil dari tembusan elektron tersebut akan dibaca oleh detektor dan diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

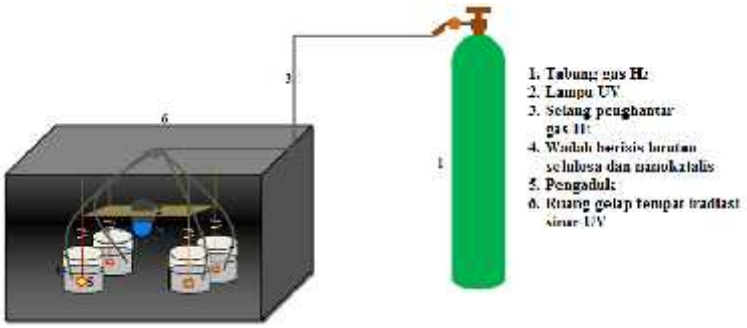
d. Analisis Distribusi Ukuran Partikel Katalis

Penentuan distribusi ukuran partikel katalis dilakukan menggunakan instrumentasi PSA. Karakterisasi biasanya dilakukan dengan pengukuran *wet dispersion unit.* 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 μm. Dari kedua data tersebut kemudian diolah secara bertahap dalam menentukan hasil terbaik (Rawle, 2010).

3. Uji Aktivitas Fotokatalitik

a. Reaksi Fotokatalitik

Katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ yang telah dihasilkan pada penelitian ini selanjutnya akan digunakan untuk uji aktivitas fotokatalitik konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol. Nanoselulosa sebanyak 0,5 gram dicampurkan dengan 100 mL akuades. Kemudian 0,1 gram katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ ditambahkan ke dalam larutan nanoselulosa tersebut dan dialirkan gas hidrogen dengan laju 10 mL/menit. Selanjutnya dilakukan pemasangan lampu sinar UV dengan rentang jarak 10-15 cm ke permukaan reaktor (Manurung dkk, 2015). Sinar lampu UV yang digunakan sebesar 125 W. Variasi waktu yang digunakan pada proses iradiasi sinar UV dalam mengkonversi selulosa yaitu waktu 30 menit, 45 menit dan 60 menit. Skema alat pada proses konversi nanoselulosa dengan iradiasi sinar UV ditunjukkan pada Gambar 18.



Gambar 18. Proses konversi nanoselulosa dengan iradiasi sinar UV

b. Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Hasil reaksi fotokatalitik konversi nanoselulosa dengan katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ dianalisis menggunakan KCKT. Analisis KCKT dilakukan dengan parameter fase gerak akuades, kolom SCR 101 P, detektor indeks refraksi, laju alir 0,6 mL/menit, dan suhu kolom 80°C. Parameter tersebut digunakan untuk mengetahui kandungan gula alkohol.

Sebanyak 20 µL masing-masing larutan standar sorbitol, manitol, dan xylitol (2 gram/L) diinjeksikan ke dalam aliran fase gerak menuju kolom, di dalam kolom akan mengalami pemisahan komponen dengan adanya interaksi antara analit dengan fase diam. Setiap komponen yang keluar dari kolom akan dideteksi oleh detektor dan dicatat waktu retensinya. Selanjutnya dari setiap sampel nanoselulosa yang telah dikonversi dengan variasi waktu penyinaran 30, 45, dan 60 menit diinjeksikan sebanyak 20 µL ke dalam aliran fase gerak yang menuju kolom. Setiap komponen yang keluar dari kolom akan dideteksi oleh detektor kemudiam direkam dalam bentuk kromatogram. Waktu retensi untuk masing-masing komponen dicatat dan dicocokkan waktu retensinya dengan larutan standar.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa:

1. Penelitian ini mampu menghasilkan katalis dengan ukuran partikel skala nano dengan metode sol gel-*freezedry* menggunakan pektin sebagai agen pengemulsi.
2. Hasil analisis difraksi sinar-X (XRD) menunjukan terbentuknya struktur katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ dengan fasa kristalin $CuFe_2O_4$ (25-0283), $NiFe_2O_4$ (54-0964), Fe_3O_4 (88-0315), CuO (48-1548) dan NiO (71-1179).
3. Katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ terkalsinasi pada 600°C memiliki jumlah situs asam sebesar 1,606 mmol piridin/g katalis dan memperlihatkan pita serapan yang menunjukkan jenis situs asam Lewis yang lebih dominan dibandingkan dengan situs asam Bronsted-Lowry.
4. Hasil analisis TEM menunjukkan bahwa nanokatalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ memiliki morfologi yang terdistribusi secara merata (homogen) dan masih terdapat sedikit aglomerisasi dengan ukuran rata-rata butiran sebesar 19,31 nm.

5. Katalis $Ni_{0,3}Cu_{0,7}Fe_2O_4$ yang dikalsinasi pada suhu 600^oC aktif dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi gula akohol berupa sorbitol dan manitol dengan konsentrasi sorbitol lebih besar dibandingkan manitol.

B. SARAN

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk:

1. Melakukan uji fotokatalitik dengan daya lampu UV lebih besar untuk mendapatkan hasil yang lebih optimal dalam mengkonversi nanoselulosa
2. Melakukan uji fotokatalitik dengan waktu reaksi yang lebih lama dan mengoptimalkan aliran gas H_2 pada saat konversi berlangsung agar hasil yang didapatkan lebih optimal.
3. Melakukan analisis panjang energi untuk mengetahui kebutuhan energi untuk mempromosikan elektron dari pita valensi ke pita konduksi.

DAFTAR PUSTAKA

Abdullah, M., Yudistira, V., Nirmin dan Khairurrijal. 2008. Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 1: 33–36.

Almeida, J.M.A., Meneses, C.T., Menezes, A.S., Jardim, R.F., and Sasaki, J.M. 2008. Synthesis and Characterization of $NiMn_2O_4$ Nanoparticles Using Gelatin as Organic Precursor. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 320: 304–307.

Amalia, R. 2013. Studi Pendahuluan Konversi Selulosa Menjadi Gula Alkohol dengan Katalis $Ni_xFe_{2-x}O_4$ dengan Variabel x = 0,5; 0,8; dan 1. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Bandar Lampung. 47–49.

Asghari, F.S and Yoshida, H. 2010. Conversion of Japanese Red Pine Wood (*Pinus Densiflora*) into Valuable Chemicals Under Subcritical Water Conditions. *Carbohydrate Research*, 345: 124–131.

ASTM D4824-03. 2005. *Test Method for Determination of Catalyst Acidity by Ammonia Chemisorption*. Annual Book of ASTM.

Ayyad, O.D. 2011 . Novel Strategies the Synthesis of Metal Nanoparticle and Nanostructure. *Thesis*. Universitas de Barcelona. Barcelona. 48–49.

Bar, A. 1991. *Xylitol*. In Nabors, L.O and Gelardi, R.C. Alternative Sweetener 2nd Edition. Hongkong. Marcel Dekker, Inc. 349–376.

Bayliss, P. 1976. *X-ray Diffraction Powder Data*. Department of Geology, University of Calgary. Canada. 335.

Beckham, G.T., Matthews, J.F., Peters, B., Bomble, Y.J., Himmel, M.E., and Crowly, M.F. 2001. Molecular-Level Origins of Biomass Recalcitrance: Decrystallization Free Energies for Four Common Cellulose Polymorphs. *Journal of Physical Chemistry*, 115(41): 4118–4127.

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: 997–1012.

Bermejo E., Dantas, T., Lacour, C., and Quarton, M. 1995. Mechanism of Formation of Nanocrystalline Hematite Prepared by Freeze-Drying. *Material Research Bulletin*, 30: 645–652.

Bradford, M.C.J and Vannice, M.A. 1999. CO_2 Reforming of CH_4. Catalysis Reviews Science and Engineering, 41(1): 1.

Braslavsky, S.E. 2007. Glossary and Terms Used in Photochemistry. *Pure Application chemistry*, 79: 293–465.

Calero-Ddelc, V.L and Rinaldi, C. 2007. Synthesis and Magnetic Characterization of Cobalt-Substituted Ferrite ($Co_xFe_{3-x}O_4$) Nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 314: 60–67.

Campanati, M., Fonsari, G., and Vaccari, A. 2003. Fundamentals in the Preparation of Heterogeneous Catalyst. *Catalysis Today*, 77: 299–314.

Campbell, I.M. 1988. *Catalyst at Surfaces.* Chapman and Hall. New York. 1–3.

Carlson, T., Vispute, T., and Huber, G. 2008. Green Gasoline by Catalytic Fast Pyrolysis of Solid Biomass Derived Compounds. *Chemical Sustainable Chemistry*, 1: 37–40.

Colmenares, J.C., Luque, R., Campelo, J.M., Colmenares, F., Karpinski, Z., and Romero, A.A. 2009. Nanostructured Photocatalysts and Their Application in the Photocatalytic Transformation of Lignocellulosic Biomass. *Materials*, 2: 2228–2258.

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*, 22: 11254–11257.

Constenla, D and Lozano, J.E. 2003. Kinetic Model of Pectin Demethylation. *Latin American Applied Research*, 33: 91–96.

Drbohlavova, J., Hrdy, R., Adam, V., Kizek, R., Schneeweiss, O., and Hubalek, J. 2009. Preparation and Properties of Various Magnetic Nanoparticles. *Sensors*, 9: 2352–2362.

Frenzer, G and Maier, W.F. 2006. Amorphorous Pourous Mixed Oxides Sol-Gel Ways to a Highly Versatile Class of Materials and Catalysts. *Annual Review of Materials Research*, 36: 281–331.

Fukuoka, A and Dhepe, P.L. 2006. Catalytic Conversion of Cellulose into Sugar Alcohols. *Angewandte Chemie-international Edition In English*, 45: 5161–5163.

Fukuoka, A., Dhepe, P., Hara, K., Ito, Y., and Kobayasi, H. 2009. Synthesis of Sugar Alcohols by Hydrolytic Hydrogenation of Cellulose Over Supported Metal Catalysts. *Angewandte Chemie-international Edition In English*, 52: 1475–1478.

Gharagozlou, M. 2009. Synthesis, Characterization and Influence of Calcinations Temperature on Magnetic Properties of Nanocrystalline Spinel Co-ferrite Prepared by Polymeric Precursor Method. *Journal of Alloys and Compounds*, 486: 660–665.

Gibson, R.F. 1994. *Principles of Composite Material Mechanics*. New York. McGraw-Hill, Inc. 27–29.

Hadi, B.K. 2000. *Mekanika Struktur Komposit*. Departemen Pendidikan Nasional. Jakarta. 50.

Hadyawarman. 2008. Fabrikasi Material Nanokomposit Superkuat, Ringan dan Transparan Menggunakan Metode Simple Mixing. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 1(1): 14–21.

Hanke, L.D. 2001. *Handbook of Analytical Methods for Materials*. Materials Evaluation and Engineering, Inc. Plymouth. 35–38.

Hansen, T.S., Boisen, A., Woodley, J.M., Pedersen, S., and Riisager, A. 2006. Production of HMF from Aqueous Fructose. *Microwave Study*, 8: 1–2.

Harahap, Y. 2012. Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Kitosan dengan Variasi Asam. *Skripsi*. Fakultas Teknik Kimia, Universitas Indonesia. Jakarta. 28.

Holtzapple, M.T. 1993. *Cellulose*. In: Encyclopedia of Food Science, Food Technology and Nutrition. Academic Press. London. 2731–2738.

Huber, G.W., Iborra, S., and Corma, A. 2006. Synthesis of Transportation Fuels from Biomass Chemistry Catalysts and Engineering. *Chemical Sustainable Chemistry*, 106: 4044–4098.

Iftimie, N., Rezlescu, E., Popa, P.D., and Rezlescu, N. 2006. Gas Sensitivity of Nanocrystalline Nickel Ferrite. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 8: 1016–1018.

Ioelovich, M. 2012. Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Nanocrystals and Nanotechnology*, 2(2): 9–13.

Kasapoglu, N., Baykal, A., Toprak, M.S., Koseoglu, Y., and Bayrakdar, H. 2007. Synthesis and Characterization of $NiFe_2O_4$ Nano-Octahedrons by EDTA-Assisted Hydrothermal Method. *Turkish Journal of Chemistry*, 31: 659–666.

Kawai, T and Sakata, T. 1980. Conversion of Carbohydrate into Hydrogen Fuel by a Photocatalytic Process. *Nature*, 286: 474–476.

Kim, K.D., Kim, S.S., Choa, Y., and Kim, H.T. 2007. Formation and Surface Modification of Fe_3O_4 Nanoparticles by Co-precipitation and Sol-gel Method. *Journal Industrial Engineering Chemistry*, 13: 1337–1141.

Kumar, P., Tjoon, T.T., Chand, S., and Kailas, L.W. 2009. Treatment of Paper and Pulp Mill Effluent by Coagulation. *Interntional Journal of Civil and Environmental Engineering*, 3(3): 357–363.

Kumar, S and Gupta, R.B. 2008. Hydrolysis of Microcrystalline Cellulose in Subcritical and Supercritical Water in a Continuous Flow Reactor. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 47: 9321–9329.

Kuusisto, J., Mikkola, J.P., Casal, P.P., Karhu, H., Vayrynen, J., and Salmi, T. 2005. Kinetics of the Catalytic Hidrogenation of D-Fructose over a CuO-ZnO Catalyst. *Journal of Chemical Engineering*, 115: 93–102.

Kwon, K.C., Mayfield, H.T., Marolla, B., Nichols and Mashburn, M. 2011. Catalytic Deoxygenation of Liquid Biomass for Hydrocarbon Fuels. *Renewable Energy*, 36(3): 907–915.

Lambert C.K and Gonzalez, R.D. 1998. The Importance of Measuring the Metal Content of Supported Metal Catalysts Prepared by the Sol Gel Method. *Applied Catalysis A: General*, 172: 233–239.

Lecloux, A.J and Pirard, J.P. 1998. Section 4. Catalysts. Surface Function High-Temperature Catalysts Trough Sol–Gel Synthesis. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 225: 146–152.

Lee, J and Jeffries, T.W. 2011. Efficiencies of Acid Catalysts in the Hydrolysis of Lignocellulosic Biomass Over a Range of Combined Severity Factors. *Bioresource Technology*, 132: 5884–5890.

Liang, G., Cheng, H., Zhang, C., and Zhao, F. 2013. The Hydrogenation/ Dehydrogenation Activity of Supported Ni Catalysts and Their Effect on Hexitols Selectivity in Hydrolytic Hydrogenation of Cellulose. *Journal of Catalysis*, 309: 468–476.

Li, Q., Li, Y., and Zhang, X. 2007. Structure Dependent Electrical Properties of Carbon Nanotubes Fiber. *Advanced Materials*, 19: 3358–3363.

Liu, Q., Zhang, Q., Mark, J.E., and Noda, I. 2009. A Novel Biodegradable Nanocomposite Based on Poly (3-Hydroxybutyrate-co-3-Hydroxyhexanoate) and Silylated Kaolinite/Silica Core–Shell Nanoparticles). *Applied Clay Science*, 46: 51 – 56.

Liu, Y., Chen, L., Wang, T., Xu, Y., Zhang, Q., Ma, L., Liao, Y., and Shi, N. 2014. Direct Conversion of Cellulose into C_6 Alditols Over Ru/C Combined with H^+ - Released Boron Phosphate in an Aqueous Phase. *Royal Society of Chemistry Advances*, 4(94): 52402–52409.

Lu, Q., Ye, X.N., Zhang, Z.B., Dong, C.Q., and Zhang, Y. 2014. Catalytic Fast Pyrolysis of Cellulose and Biomass to Produce Levoglucosenone Using Magnetic $SO_4^{2-}/TiO_2 – Fe_3O_4$. *Bioresource Technology*, 171: 10–15.

Maensiri, S., Masingboon, C., Bonochom, B., and Seraphin, S. 2007. A Simple Route to Synthesize Nickel Ferrite ($NiFe_2O_4$) Nanoparticles using Egg White. *Journal Scripta Materialia*, 56: 797–800.

Mahaleh, Y., Bahari, M., Sadrnezhaad, S.K., and Hosseini, D. 2008. NiO Nanoparticles Synthesis by Chemical Precipitation and Effect of Applied Surfactant on Distribution of Particle Size. *Journal of Nanomaterials*, 2008: 1–4.

Maiti, G.C., Kundu, M.L., Ghosh, S.K., and Banerjee, B.K. 1973. Crystallite Size Measurements and Phase Transformation of Fe_2O_3, Cr_2O_3 and Fe_2O_3 - Cr_2O_3 System by X-Ray Diffraction Method. *Physical Research Wing. Fertilizer Corporation of India Limited*, 41(5): 496–505.

Maki, A.J., Hajek, T., Salmi, D., and Murzin, D. 2005. Chemoselective Hydrogenation of Carbonyl Compound Over Heterogeneous Catalysts. *Journal of Applied Catalysis*, 292: 1–49.

Manova, E., Tsoncheva, T., Estournes, C., Paneva, D., Tenchev, K., Mitov, I., and Petrov, L. 2005. Nanosized Iron and Iron – Cobalt Spinel Oxides as Catalysts for Methanol Decomposition. *Journal of Applied Catalysis*, 11: 5.

Manurung, P., Situmeang, R., Ginting, E., dan Pardede, I. 2015. Synthesis and Characterization of Titania-Rice Husk Silica Composites as Photocatalyst. *Indonesian Journal Chemistry*, 15(1): 38–40.

Marhusari, R. 2009. Bentonit Terpilar TiO_2 sebagai Katalis Pembuatan Hidrogen dalam Pelarut Air pada Hidrogenasi Glukosa Menjadi Sorbitol dengan Katalis Nikel. *Skripsi* (tidak diterbitkan). Universitas Sumatera Utara. Medan. 55–69.

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. *Bioresource Technology*, 6: 1988–2003.

Mota, N., Alvarez-Galvan, C., Navarro, R.M., and Fierro, J.L.G. 2011. Biogas as a Source of Renewable Syngas Production: Advances and Challenges. *Biofuels*, 2(3): 325–343.

Muchtadi, D. 1992. *Bahan Kuliah Enzim Dalam Industri Pangan*. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Dirjen Dikti. PAU Pangan dan Gizi. IPB. Bogor. 44–47.

Naeem, M., Shah, N.A., Gul, I.H., and Maqsood, A. 2009. Structural, Electrical and Magnetic Characterization of Ni-Mg Spinel Ferrites. *Journal of Alloys and Compounds*, 487: 739–743.

Navarro, R.M., Shancez-Shancez, M.C., Alarez-Galvan, M.C., del Valle, F., and Fierro, J.L.G. 2009. Hydrogen Production from Renewable Source: Biomass and Photocatalytic Opportunities. *Energy Environment Science*, 2: 35–54.

Novizal., Sasito, E., dan Manawan, M.T.E. 2016. Pengaruh Substitusi Ion (Ti^{2+}, Mn^{4+}) terhadap Ukuran Partikel dan Sifat Magnet dari Barium Heksaferrit dengan Metode Milling dan Ultrasonik Tekanan Tinggi. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, 1: 2.

Parry, E.P. 1963. an Infrared Study of Pyridine Adsorbed on Acidic Solids Characterization of Surface Acidity. *Journal of Catalysis*, 2: 371–379.

Patil, K.C., Hedge, M.S., Rattam, T., and Aruna, S.T. 2008. *Chemistry of Nanocrystalline Oxide Materials*: *Combustion Synthesis, Properties and Applications*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd. Singapore. 114–117.

Perego, C and Villa, P. 1997. Catalyst Preparation Methods. *Catalysis Today*, 34: 281–305.

Pinna, F. 1998. Supported Metal Catalyst Preparation. *Catalysis Today*, 41: 29–137.

Poinern G.E., Brundavanam, R.K., Mondinos, N., and Jiang, Z. 2009. Synthesis and Characterization of Nanohydroxyapatite Using an Ultrasound Assisted Method. *Ultrasonics Sonochemistry*, 16: 469–474.

Putera, D.D. 2008. Sintesis Fotokatalisis CuO/ZnO untuk Konversi Metanol Menjadi Hidrogen. *Skripsi*. Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung. Bandung. 69–70.

Puttipat, N., Payormhorm, J., Chiarakorn, S., Laosiripojana, N., and Chuangchote, S. 2014. Conversion of Sugar to Organic Acids Using TiO_2 Photocatalysts Synthesized by Hydrothermal Process. *3rd International Conference of Environment Energy and Biotechnology, IPCBEE*, 70: 119–122.

Qodri, A.A. 2011. Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Yellow* FG dengan Fotokatalis Komposit TiO_2/SiO_2. *Skripsi.* Universitas Sebelas Maret Surakarta. 77–78.

Ratnayani, K dan Dwi, A.S. 2008. Penentuan Kadar Glukosa dan Fruktosa pada Madu Randu dan Madu Kelengkeng dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Jurnal Kimia*. 2(2): 77–86.

Rawle, A. 2010. Basic Principles of Particle Size Analysis. *Technical paper of Malvern Instruments.* Worcestershire. United Kingdom. 48–49.

Richardson, T.J. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York and London. 171.

Rodiansono, W., Trisunaryanti dan Triyono. 2007. Pembuatan, Karakterisasi dan Uji Aktifitas Katalis NiMo/Z dan NiMo/Z-Nb_2O_5 pada Reaksi Hidrorengkah Fraksi Sampah Plastik Menjadi Fraksi Bensin. *Berkala MIPA*, 17: 44–54.

Saka, S and Ehara, K. 2005. Decomposition Behavior of Cellulose in Supercritical Water, Subcritical Water, and their Combined Treatments. *Journal of Wood Science*, 51: 148–153.

Seri, K., Sakaki, T., Shibaba, M., Inoue, Y., and Ishida, H. 2002. Lanthanum (III) – Catalyzed Degradation of Cellulose at 250°C. *Bioresource Technology,* 81: 257–260.

Setiawan. 2007. *Modul Pengantar Kuliah Semikonduktor*. Jurusan Pendidikan Fisika. Universitas Pendidikan Indonesia. Bandung. 14–16.

Silvester, R., Webster, F., and Kiemle, D. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compous 7th Edition*. State University of New York. 12–13.

Skoog, D.A and Leary, J.J. 1996. *Fundamentals of Analytical Chemistry 7th Edition.* Saunders College Publishing. USA. 44.

Slamet., Bismo, S., dan Rita, A., 2007. Modifikasi Zeolit Alam dan Karbon Aktif dengan TiO_2 serta Aplikasinya sebagai Bahan Adsorben dan Fotokatalis untuk Degradasi Polutan Organik. *Laporan Penelitian Hibah Bersaing*. Universitas Indonesia. 32-38.

Sopyan, I., Winarto, D. A., dan Sukartini. 1997. *Pembuatan Bahan Keramik melalui Teknologi Sol-gel*. Bidang Pengembangan Teknologi BPPT. 137–143.

Sorensen, T.H., Cruys-Bagger, N., Borch, K., and Westh, P. 2015. Free Energy Diagram for the Heterogeneous Enzymatic Hydrolysis of Glycosidic Bonds in Cellulose. *Journal of Biological Chemistry*, 290(36): 22203–22211.

Sun, Y and Cheng, J. 2002. Hydrolysis of Lignocellulosic Materials for Ethanol Production: a Review**.** *Bioresource Technology***,** 83**:** 1–11.

Swoboda, A.R and Kunze, G.W. 2006. Infrared Study of Pyridine Adsorbed on Montmorillonite Surface. *Clays and Clay Minerals*, 13(1): 277–288.

Tanabe, K., Anderson, J.R., and Boudart, M. 1981. Solid Acid and Base Catalyst in Catalysis Sand Technology. *Springer-Link Berlin*, 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.

Trahanovsky, W.S., Holtan, R.C., Quasdorf, K.W., Olson, N.K., Hurd, A.A., and Marshall, J.A. 2013. *Method for the Conversion of Cellulose and Related Carbohydrate Materials to Low-Molecular-Weight Compounds*. US Patend no. US8383864 B2 www.USPTO.gov. 1–18.

Twardowski, T.E. 2007. *Introduction to Nanocomposite Material*. DEStech Publication, Inc. Denmark. 55.

Tyagi, B and Chu. 2006. Characterization of Surface Acidity of an Acid Montmorillonite Activated with Hydrothermal, Ultrasonic and Microwave Techniques. *Journal of Applied Clay Science*, 31: 16–28.

Urquhart, A.W. 1991. Novel Reinforced Ceramic and Metals; a Review of Lanxide's Composite Technologies. *Materials Science and Technology*, 7: 75–82.

Widegren, J., Finke, R., and Mol, J. 2003. Preparation of a Multifunctional Core-Shell Nanocatalyst and Its Characterization by HRTEM. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 191: 187.

Widiarto, S., Yuwono, S.D., Rochliadi, and 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: 1–6.

Wolever, T.M.S. 2002. Sugar Alcohols and Diabetes: a Review. *Canadian Journal of Diabetes*, 26: 356.

Xiang, Q., Lee, Y.Y., Par, O.P., and Robert, P.T. 2003. Heterogeneous Aspects Of Acid Hydrolysis Of α-Cellulose. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 107: 505–514.

Xiong, R., Xinxing, Z., Dong, T., Zehang, Z., and Canhui, L. 2012. Comparing Microcrystalline with Spherical Nanocrystalline Cellulose from Waste Cotton Fabrics. *Cellulose*, 19: 1189–1198.

Yamamoto, S., Sumita, T., Sugiharuto., Miyashita, A., and Naramoto, H. 2001. Preparation of Epitaxial TiO_2 Films by Pulsed Laser Deposition Technique. *Thin Solid Films*, 401: 88–93.

Ye, L.M., Duan, X.P., Lin, H.Q., and Yuan, Y.Z. 2012. Improved Performance of Magnetically Recoverable Ce-promoted Ni/Al_2O_3 Catalysts for Aqueous-Phase Hydrogenolysis of Sorbitol to Glycols. *Catalysis Today*, 183: 65–71.

Yujaroen, P., Supjaroenkul, U., and Rungrodnimitchai, S. 2008. Extraction of Pectin from Sugar Palm Meat. *Thammasat International Journal of Science and Technology*, 13: 44–47.

Zain, S.K., Lee, H.V., and Hamid, S.B.A. 2014. Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose: Structure and Chemical Process. *The Scientific World Journal*, 11: 20.

Zaki, M.I., Hasan, M.A., Al-Sagheer, F.A., and Pasupulety, L. 2001. In Situ FTIR Spectra of Pyridine Adsorbed on SiO_2–Al_2O_3, TiO_2, ZrO_2, and CeO_2: General Considerations for the Identification of Acid Sites on Surfaces of Finely Divided Metal Oxides. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 190(3): 261–274.

Zhang, C., Su, Y., Brown, H.M., and Li, G. 2010. Accelerated Cellulose Depolymerization Catalyzed by Paired Metal Chlorides in Ionic Liquid Solvent. *Journal of Applied Catalysis A*, 391: 436–442.

Zhang, G., Ni, C., Huang, X., Welgamage, A., Lawton, L.A., Robertson, P.K.J., and Irvine, J.T.S. 2016. Simultaneous Cellulose Conversion and Hydrogen Production Assisted by Cellulose Decomposition Under UV Light Photocatalysts. *Chemical Communications*, 52(4): 1673–1676.

Zhao, X., Cheng, K., and Liu, D. 2009. Organosolv Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Enzymatic Hydrolysis. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 82(5): 815–827.

Zhou, C., Xia, X., Tong, D., and Beltramini, J. 2011. Catalytic Conversion of Lignocellulosic Biomass to Fine Chemicals and Fuels. *Chemical Society Reviews*, 40: 5588–5617.

Zi, Z., Sun, Y.X., Zhu, Z., Yang, J.D., and Song, W. 2009. Synthesis and Magnetic Properties of $CoFe_2O_4$ Ferrite Nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321(9): 1251–1255.