KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV

(Skripsi)

Oleh

WIDYA ARYANI M

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG

2017

ABSTRAK

KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV

Oleh

Widya Aryani M

Telah dilakukan preparasi dan karakterisasi nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dengan menggunakan metode sol-gel dan pektin sebagai pengemulsi kemudian sampel dikeringkan dengan *freeze-dry* dan terkalsinasi pada temperatur 600^oC, dilanjutkan dengan uji aktivitas fotokatalitik. Proses karakterisasi katalis meliputi analisis fasa kristal menggunakan difraksi sinar-X (XRD), analisis keasaman menggunakan metode gravimetri, analisis situs asam menggunakan FTIR, dan analisis morfologi permukaan dengan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Hasil analisis difraksi sinar-X (XRD) katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ terdiri dari beberapa fasa kristal yakni fasa $CuFe_2O_4$, $NiFe_2O_4$ sebagai fase mayor serta Fe_3O_4 dan CuO sebagai fasa minor. Analisis keasaman nanokatalis menggunakan metode gravimetri, didapatkan keasamaan nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ pada katalis yang telah dikalsinasi 600^oC adalah sebesar 2,295 mmol piridin/gr katalis. Analisis situs asam menggunakan metode *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) menunjukkan situs asam Lewis lebih dominan. Hasil analisis morfologi katalis menggunakan TEM dapat dikatakan fase yang terbentuk cukup terdistribusi secara merata (homogen) dan masih terdapat sedikit aglomerasi dengan ukuran rata-rata yang diperoleh sebesar 21,74 nm. Hasil uji konversi nanoselulosa dengan variasi waktu penyinaran (30, 45, dan 60 menit) disertai aliran gas H_2 dan uji Fehling mengindikasikan bahwa terdapat gula pereduksi dalam sampel di setiap variasi waktu. Analisis menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) mengungkapkan bahwa nanoselulosa dikonversi menjadi sorbitol dan manitol dengan konsentrasi sorbitol lebih besar daripada manitol, yakni 550,8 ppm pada waktu penyinaran 60 menit.

Kata Kunci: Nanokatalis, nanokomposit, pektin, dan gula alkohol.

ABSTRACT

NANOCELLULOSE CONVERSION INTO SUGAR ALCOHOL USING NANOCOMPOSITE $Ni_{0.1}Cu_{0.9}Fe_2O_4$ IRRIDIATED BY UV-LIGHT

By

Widya Aryani M

The preparation and characterization of nanocatalyst $Ni_{0.1}Cu_{0.9}Fe_2O_4$ was made by using sol-gel method and pectin as an emulsifuying agent then sample was dried using freeze-dryer and calcined at 600^{o}C, followed by photocatalytic activity test. The catalyst characterization was done includes crystal phase analysis using X-ray diffraction (XRD), acidity analysis using gravimetric method, acid site analysis using FTIR, and surface morphology analysis with Trasmission Electron Microscopy (TEM). The X-ray diffraction (XRD) analysis of $Ni_{0.1}Cu_{0.9}Fe_2O_4$ catalyst showed several crystalline phases such as $CuFe_2O_4$, $NiFe_2O_4$ as phase major and Fe_3O_4 and CuO as phases minor. Acidity analysis of nanocatalyst $Ni_{0.1}Cu_{0.9}Fe_2O_4$ using gravimetric method, is obtained 2.295 mmol pyridine/g catalyst. The other more acid site analysis using the Fourier Transform Infra Red (FTIR) method resulted that the properties of Lewis acid site was more dominant than of Bronsted Lowry acid site. The result of catalyst morphology analysis using Transmission Electron Microscope (TEM) method can be said to be quite distributed evenly (homogeneous) and there is still a slight agglomeration with average grain size obtained of 21.74 nm. The result of nanoselulose conversion test with the variation of radiation time (30, 45, and 60 minutes) with H_2 gas flow which was showed by Fehling test indicated that there was reducing sugar formation in the sample at any time variation. Analysis using High Performance Liquid Chromatography (HPLC) reveals that nanocellulose is converted to sorbitol and mannitol with the sorbitol a highest concentration, which was 550 ppm at 60 minutes time rasio irradiation.

Keywords: Nanocatalyst, nanocomposite, pectin, and sugar alcohol.

KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV

Oleh

Widya Aryani M

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017

Judul Skripsi	:	**KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV**
Nama Mahasiswa	:	Widya Aryani M
No. Pokok Mahasiswa	:	1317011077
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 19590308 199103 1 001

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 : **Prof. Dr. Buhani, M.Si.** .....

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 : **29 September 2017**

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Bandar Lampung Pada tanggal 4 Agustus 1995 sebagai anak tunggal yang merupakan buah hati dari pasangan Bapak Muryanta dan Ibu Eva Wulansari

Penulis menyelesaikan pendidikan Taman Kanak-Kanak di T. K. Setia Kawan Panjang Bandar Lampung pada tahun 2001. Pendidikan Sekolah Dasar di SD Negeri 4 Sukaraja Bandar Lampung pada tahun 2007 dan Sekolah Menengah Pertama di SMP Negeri 11 Bandar Lampung pada tahun 2010. Pendidikan Sekolah Menengah Atas di SMA Negeri 6 Bandar Lampung pada tahun 2013. Pada tahun 2013, penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN .

Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi asisten dosen praktikum Kimia Dasar untuk Jurusan Budidaya Perairan Fakultas Pertanian Unila pada tahun 2016. Serta praktikum Kimia Fisik untuk Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung dan Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian Unila pada tahun 2016-2017. Penulis juga aktif di Lembaga Kemahasiswaan Himpunan Mahasiswa Kimia (Himaki) periode 2013-2014 dan 2014-2015 sebagai

anggota biro usaha mandiri. Pada tahun 2016 penulis melakukan Kerja Praktik Lapangan dengan judul "**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ DENGAN MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL"** di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.

MOTTO

*"*Barang siapa bertakwa kepada Allah maka Dia akan menjadikan jalan keluar baginya, dan memberinya rezeki dari jalan yang tidak ia sangka, dan barang siapa yang bertawakal kepada Allah maka cukuplah Allah baginya, Sesungguhnya Allah melaksanakan kehendak-Nya, Dia telah menjadikan untuk setiap sesuatu kadarnya*"* (QS. At-Thalaq: 2-3)

Hidup itu seperti bersepeda. Kalau kamu ingin menjaga keseimbanganmu, kamu harus terus bergerak maju (Albert Einstein)

Dan Bersabarlah kalian, sesungguhnya Allah bersama orang-orang yang sabar (Q.S Al. Anfal: 46)

بسماللهالرّحمنالرّحيم

“

Dengan Rahmat Allah yang Maha Pengasih dan Penyayang
Kupersembahkan Karya Kecilku ini sebagai wujud sayang, bakti dan tanggung jawab

Kepada:

Orang-orang yang kusayangi

Kedua Oranng tuaku, mama dan papa yang senantiasa menyayangi, merawat, mendidik, mendukung, dan mendoakanku di setiap langkah.

Kakekku Sariman yang tidak kenal lelah dalam mendoakan cucumu dalam menuntut ilmu.

Segenap keluarga besarku yang senantiasa mendoakan keberhasilanku.

Guru-guru yang selalu membagi ilmunya untukku.

Seluruh sahabat dan teman-temanku yang selalu mendukungku dan seseorang yang kelak akan mendampingiku.

Almamater tercinta Universitas Lampung

SANWACANA

Alhamdulillah puji dan syukur penulis haturkan kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat, ridho, dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **"Konversi Nanoselulosa Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokomposit $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ Yang Diiradiasi Sinar UV"** sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Shalawat serta salam tidak lupa selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW sebagai suri tauladan umat manusia.

Dalam pelaksanaan dan penulisan skripsi ini penulis menyadari telah banyak menerima bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih yang tulus kepada:

1. Dr. Rudy T. M. Situmeang, M.Sc., selaku Pembimbing Utama. Terimakasih telah banyak membimbing penulis, memberikan ilmu pengetahuan, arahan, dan nasehat kepada penulis dengan sabar, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
2. Prof. Posman Manurung, Ph.D., selaku Pembimbing Kedua yang telah banyak memberikan ilmu pengetahuan, arahan, bimbingan, saran, serta nasehat dalam menyelesaikan skripsi ini.

3. Prof. Dr. Buhani, M.Si., selaku Pembahas yang telah memberikan kritik, saran dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
4. Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D., selaku Pembimbing Akademik yang telah memberikan banyak ilmu pengetahuan, dukungan, saran, nasehat dan motivasi selama perkuliahan.
5. Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
6. Prof. Warsito, D.E.A., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Seluruh dosen dan staf administrasi di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah memberikan banyak ilmu pengetahuan dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
8. Keluargaku Tersayang, Papa dan Mama Terimakasih banyak untuk kasih sayang, nasehat, motivasi dan kerja keras tanpa kenal lelah serta do'a tulus ikhlas yang tak henti-hentinya demi kelancaran dan kesuksesan penulis dalam menuntut ilmu. Serta Kakek Sarimanku tersayang terimakasih atas motivasi serta doa untuk kesuksesan penulis dalam menuntut ilmu.
9. Partner penelitianku Renita, Linda, Dewi, Nabilla, Esti Terimakasih untuk bantuan, motivasi, canda dan tawa untuk kebersamaan kita selama ini. Terkhusus untuk partner penelitian ku Mawar yang memberikan warna tersendiri di dalamnya. Semoga silahturahmi kita tetap terjaga dan sukses untuk kita semua, Amin.

10. Sahabatku 5 gadis cantik Melia, Monika, Nabilla, Tyas dan Vyna Terimakasih atas keceriaan, bantuan dan motivasi bagi penulis, semoga silahturahmi kita tetap terjaga, Amin.
11. Sahabatku dari SMP hingga sekarang Aulia Pertiwi Triyuda Terimakasih atas kebersamaan disaat suka maupun duka, bantuan, motivasi, canda dan tawa bagi penulis, semoga tali persaudaraan kita tetap terjaga ya ul dan sukses buat kita, Amin.
12. Sahabat-sahabat SMAku Lia, Tanty, Chintya, Risty, Nana, Bella, Diah Terimakasih atas doa, motivasi, keceriaan dan kebersamaan bagi penulis.
13. Teman-teman *alayersku* Aulis, Badi, Mawar, dan Dona Terimakasih atas kebersamaan, Keceriaan dan dukungan kalian disaat suka maupun duka.
14. Teman-teman pil group Kimia Fisik Yudha, Anton, Gesa, Yunitri, Netty, Herma, Nora Terimakasih untuk bantuan dan dukungan bagi penulis, keep strong ya guys.
15. Teman-teman angkatan Kimia 2013 (CHETIR), Ana, Anggi, Anggun, Anita, Anton, Arief, Arni, Aulia, Atun, Awan, Badi, Bara, Celli, Citra, Della, Dewi, Dian, Diky, Dilla, Dodi, Dona, Eka M, Eka S, Eky, Erva, Esti, Ezra, Fatimah, Febri, Fentri, Fera, Fika, Gesa, Gita, Herma, Indah, Ines, Inggit, Ismi, Kartika, Khalimah, Kiki, Korina, Kurnia, Linda, Lulu, Mawar, Maya, Megafhit, Melia, Melita, Mia, Mita, Monica, Murnita, Nabilla, Nia, Nisa, Nita, Netty, Nora, Nova, Nurma, Nurul, Oci, Paul, Radho, Renita, Rian, Ridho, Riska, Riyan W, Shela, Shelta, Sinta, Siti, Tika, Tyas, Uut, Vicka, Vyna, Verdi, Wahyuni, Yulia, Yunitri, Yuni, Yuvica, dan Yolanda terimakasih telah menjadi keluarga yang selalu memberikan keceriaan

kepada penulis. Semoga kita sukses semua dan silahturahmi kita tetap terjaga, Amin.

16. Kakak-kakakku tersayang Surtini Karlina Sari, S.Si , Ana Maria Kristiani, S.Si., dan Feby Rinaldo Pratama, S.Si., Terimakasih untuk bantuan, dukungan dan motivasi bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.
17. Teman sepembimbing dari Fisika Nabilah Rafidiyah terimakasih telah berbagi ilmu kepada penulis.
18. Adik-adik 2014 satu bimbingan semangat untuk memulai penelitiannya.
19. Semua pihak yang telah membantu penulis untuk menyelesaikan skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Akhir kata, penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, mohon maaf bila masih terjadi kesalahan dan kekeliruan dan semoga skripsi ini berguna serta bermanfaat untuk kita semua. Amin.

Bandar Lampung, Oktober 2017
Penulis

Widya Aryani M

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI i

DAFTAR TABEL iii

DAFTAR GAMBAR iv

I. PENDAHULUAN 1

A. Latar Belakang 1
B. Tujuan Penelitian 5
C. Manfaat Penelitian 5

II. TINJAUAN PUSTAKA 6

A. Nanopartikel 6
B. Nanokomposit 7
C. Katalis 8
D. Nanokatalis 11
E. Reaksi Fotokatalitik 12
F. Metode Preparasi Nanokatalis 14
   1. Metode Sol-Gel 15
   2. Freeze Dry 17
   3. Kalsinasi 19
G. Pektin 19
H. Selulosa 21
I. Nanoselulosa 23
J. Spinel Ferite 25
K. Gula Alkohol 27
   1. Sorbitol 27
   2. Manitol 28
   3. Xylitol 28
L. Karakterisasi Nanokatalis 29
   1. X-Ray Diffraction (XRD) 29
   2. Penentuan Analisis Keasaman 31
      a. Metode Gravimetri 31
      b. Spektroskopi Inframerah (FTIR) 32
   3. Particle Size Analyzer (PSA) 34
   4. Transmission Electron Microscopy (TEM) 35

M. Kromatografi Cair Tingkat Tinggi (KCKT) 36

III. METODELOGI PENELITIAN 41

A. Tempat dan Waktu Penelitian 41
B. Alat dan Bahan 41
C. Prosedur Penelitian 42
1. Skema Penelitian 42
2. Pembuatan Nanokatalis 43
a. Metode Sol Gel 43
b. Freeze Dry 44
c. Kalsinasi 44
3. Karakterisasi Nanokatalis 45
a. Analisis Struktur Komposit dengan XRD 45
b. Analisis Keasaman Katalis 45
c. Analisis Ukuran Partikel Menggunakan PSA 46
d. Analisis Ukuran Partikel Menggunakan TEM 46
4. Uji Aktifitas dengan Reaksi Fotokatalitik 47
5. Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) .. 48

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN 49

A. Pembuatan Nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ 49
B. Karakterisasi Nanokatalis 52
1. Analisis Fasa Kristalin 52
2. Analisis Keasaman 54
3. Analisis Morfologi Katalis 57
4. Analisis Ukuran Partikel Katalis 58
C. Uji Fotokatalitik 60

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan 67
B. Saran 68

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR TABEL

Tabel **Hal**

1. Puncak-puncak representatif difraktogram katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ 53
2. Puncak-puncak representatif dari masing-masing acuan $CuFe_2O_4$, $NiFe_2O_4$, Fe_3O_4 dan CuO 53
3. Distribusi ukuran partikel $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ 600^oC 59
4. Hasil produk dari konversi selulosa dengan katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ 62
5. Data 2θ dan nilai *FWHM* difaktogram fasa kristalin 78
6. Data pengukuran keasamaan katalis 79
7. Data hasil analisa spektrum FTIR katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ 79
8. Data hasil distribusi ukuran partikel 80
9. Data hasil konversi nanoselulosa pada katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ 81
10. Data perhitungan persentase gula alkohol 85

DAFTAR GAMBAR

Gambar **Hal**

1. Mekanisme fotokatalitik 13
2. Struktur selulosa 21
3. Mekanisme hidrolisis asam 24
4. Struktur kristal ferrit 26
5. Reaksi konversi selulosa menjadi sorbitol dan mannitol 27
6. Reaksi konversi xylitol 29
7. Reaksi piridin pada situs asam Bronsted-Lowry 33
8. Reaksi piridin pada situs asam Lewis 33
9. Skema alat TEM 36
10. Diagram skematik alat KCKT 38
11. Skema penelitian 43
12. Proses konversi selulosa dengan irradiasi sinar UV 48
13. Padatan serbuk kering $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ setelah proses *freeze dry* 50
14. Serbuk nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ setelah dikalsinasi 51
15. Difaktogram difraksi katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ suhu kalsinasi 600°C, a adalah $CuFe_2O_4$, b adalah $CuFe_2O_4$, c adalah Fe_3O_4, dan d adalah Cu 52
16. Spektrum inframerah dari nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ pada suhu 600°C 55

17. Mikrograf TEM katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ pada suhu 600°C (a) analisis morfologi katalis pada perbesaran 100,0 nm (b) analisis morfologi katalis pada perbesaran 50,0 nm 57
18. Gafik PSA Katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ suhu kalsinasi 600^oC 59
19. Hasil uji fehling katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dengan variasi waktu (a) 30 menit (b) 45 menit dan (c) 60 menit 61
20. Kromatogram pada katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ suhu kalsinasi 600^oC
    (a) Kromatogram sorbitol, (b) Kromatogram sorbitol, (c) Kromatogram mannitol dan sorbitol 63
21. Tahapan reaksi konversi selulosa menjadi gula alkohol secara katalitik.. 64
22. Kromatogram standart sorbitol 82
23. Kromatogram standart mannitol 83
24. Kromatogram standart xylitol 84

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pada saat ini, biomassa telah menarik banyak perhatian sebagai sumber daya yang ramah lingkungan dan berkelanjutan untuk produksi bahan bakar dan produk kimia. Salah satu biomassa yang sangat berlimpah dan banyak diteliti adalah selulosa. Sekitar 100 miliar ton selulosa per tahun dihasilkan oleh tumbuhan dengan kandungan 10–20% di dalam daun kering, 50% di dalam kayu dan 90% di dalam kapas (Fessenden and Fessenden, 1982). Tidak seperti biomassa yang dapat dimakan misalkan pati atau minyak, selulosa tidak dapat dicerna oleh manusia dan sangat melimpah di alam.

Kebanyakan selulosa berasosiasi dengan lignin sehingga sering disebut sebagai lignoselulosa. Lignoselulosa merupakan biomassa yang berasal dari tanaman dengan komponen utama lignin, selulosa, dan hemiselulosa (Fujita dan Harada, 1991). Ketersediaannya yang cukup melimpah,terutama sebagai limbah pertanian, perkebunan, dan kehutanan, menjadikan bahan ini berpotensi sebagai salah satu sumber energi melalui proses konversi. Oleh karena itu, selulosa merupakan biomassa yang menjanjikan sebagai sumber daya alam untuk dikonversi menjadi bahan kimia yang lebih berharga.

Hidrolisis dari selulosa dapat menghasilkan komponen glukosa lebih dari 5.000 unit sehingga dapat dikonversi menjadi gula-gula alkohol seperti sorbitol, mannitol, dan xylitol (Hansen *et al*., 2006). Selain itu, selulosa dapat dikonversi lebih lanjut menjadi asam formiat dan asam levulinat dan selanjutnya digunakan untuk menghasilkan biopolimer, senyawa kimia lainnya seperti kertas, film, bahan peledak, bioplastik dan juga bioenergi (Hansen *et al*., 2006; Peng *et al*., 2010).

Dalam ukuran nano, selulosa mampu memberikan sifat fisika dan kimia yang lebih baik dibandingkan pada ukuran bulk ataupun mikronya (Peng *et al*., 2011). Nanoselulosa merupakan material jenis baru yang ditandai dengan adanya peningkatan kristalinitas, luas permukaan, peningkatan dispersi, dan biodegradasi. Adanya perubahan ukuran dan sifat dari nanoselulosa maka nanoselulosa dapat digunakan sebagai filler penguat polimer, aditif untuk produksi biodegradable, penguat membran, pengental untuk dispresi, dan media pembawa obat (Loelovich, 2012).

Nanokomposit merupakan material padat multi fasa, dimana setiap fasa memiliki satu, dua, atau tiga dimensi yang kurang dari 100 nm, atau struktur padat dengan dimensi berskala nanometer yang berulang pada jarak antar bentuk penyusun struktur yang berbeda. Dengan mendesain partikel nano dalam komposit memungkinkan untuk meningkatkan sifat katalis dari fotokatalis. Katalis berukuran nano memiliki aktifitas yang jauh lebih baik sebagai katalis. Hal ini karena luas permukaannya yang lebih besar pada volume yang sama dibandingkan dengan katalis homogen dan katalis heterogen (Latununuwe *et al*., 2008). Sifat ini menguntungkan untuk transfer massa di dalam pori-pori dan juga

menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegrenand Finke, 2003).

Fotokatalitik adalah proses yang memerlukan bantuan cahaya dan katalis (semikonduktor) untuk melangsungkan atau mempercepat transformasi kimia, sumber cahaya yang digunakan bisa berasal dari matahari atau lampu UV (Slamet, 2003). Pada proses fotokatalitik, irradiasi dari fotokatalis oleh cahaya tampak atau UV akan menghasilkan radikal hidroksil yang sangat aktif dan mampu mengoksidasi berbagai bahan organik menjadi H_2O dan CO_2.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya menggunakan metode hidrotermal, SiO_2 mampu mengkonversi selobiosa sebanyak 96% (Pena *et al.*, 2014), katalis Ni/CNF (pada 230^oC; 4 jam; 6 MPa) dapat menghasilkan sorbitol 50,3% dan mannitol 6,2% (Van *et al.*, 2010), dan katalis Ru/C mampu mengkonversi selobiosa (pada 245^oC; 0,5 jam; 6 MPa) menjadi sorbitol sebanyak 34,6% dan mannitol 11,4% sebagai produk samping (Luo *et al.*, 2007). Katalis $CrCl_3$ juga ditemukan efektif untuk konversi selulosa menjadi asam levulinat, dengan rendemen optimum 67% mol, pada temperatur 200^oC setelah 180 menit (Lin *et al*., 2010). Selanjutnya konversi fruktosa dan xylosa menjadi asam organik menggunakan lampu uv 400W, λ = 365 nm selama120 menit pada temperatur 30% dengan konversi sebesar 50-70% (Puttipat *et al*., 2014).

Katalis berbasis nikel merupakan katalis yang lebih umum digunakan dalam industri. Hal ini dikarenakan aktivitas tinggi dan harga yang relatif murah dihasilkan dari senyawa yang mengandung nikel sebagai katalis (Gao *et al*.,

2015). Keaktifan katalis nikel dapat ditingkatkan dengan memadukan nikel dengan logam lain sebagai promotor. Jenis logam yang umum digunakan adlaah logam-logam transisi seperti: Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, dan Zn yang memiliki orbital d yang masih kekurangan elektron.

Metode dari pembuatan nanokatalis ternyata mempengaruhi karakteristik suatu katalis. Beberapa metode preparasi yang dapat dilakukan adalah pemanasan langsung prekursor dan penggunaan pelarut sebagai mediator pencampuran prekursor, selain itu metode preparasi lain yang sering digunakan yaitu kopresipitasi, sol-gel, dan peroksil (Pinna, 1998). Metode sol-gel adalah suatu metode sintesis dengan teknik temperatur rendah yang melibatkan fasa sol. Sol adalah suatu sistem koloid padatan yang berdispersi dalam cairan, sedangkan gel adalah sistem padatan yang porinya mengandung cairan (Ismunandar, 2006). Metode sol-gel telah banyak dipergunakan dalam proses pembuatan katalis dengan menggunakan berbagai jenis pelarut dan pengemulsi. Sebagai contoh ialah preparasi katalis $NiFe_2O_4$ dilakukan menggunakan larutan putih telur dan larutan garam-garam nitratnya dengan ukuran partikel yang dihasilkan adalah 60-600 nm (Maensiri *et al*., 2007). Pada penelitian ini menggunakan teknik sol gel untuk sintesis nanokomposit sebagai katalis, karena tingkat kemudahan dan murah. Kemudahan dalam mengontrol ukuran partikel dan kehomogenitasnya yang tinggi merupakan kelebihan dari metode sol gel, terutama untuk preparasi nanopartikel (Liqun *et al*., 2005).

Berdasarkan penjelasan diatas, maka pada penelitian ini akan dilakukan preparasi nanokomposit $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ sebagai katalis melalui metode sol-gel

menggunakan pengemulsi pektin dan *freeze dry* yang diharapkan dapat menghasilkan sorbitol, mannitol dan xylitol dengan rendemen tinggi melalui uji katalitik. Selanjutnya, katalis akan dikarakterisasi untuk mengukur jumlah keasaman dan jenis situs asamnya menggunakan metode gravimetri dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), menentuan fasa kristalin katalis menggunakan sinar-X (*X-ray Difraction*/XRD), menentuan distribusi ukuran partikel katalis dengan *Particle Size Analyzer* (PSA) dan menentuan morfologi katalis dengan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) serta uji katalitik dengan sinar UV dan KCKT (Kromatografi Cair Kinerja Tinggi).

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mengkarakterisasi hasil preparasi nanokomposit $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dengan metode sol-gel-*freeze dry*.
2. Menyelidiki konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dengan bantuan sinar UV
3. Menganalisis potensi aktivitas dari nanokomposit $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dalam mengkonversi nanoselulosa.

C. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi mengenai kemampuan nanokomposit $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dalam menguji aktivitas komposit tersebut sebagai katalis pada proses konversi nanoselulosa menjadi sorbitol, mannitol, dan xylitol dengan bantuan sinar UV.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Nanopartikel

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

Nanomaterial merupakan suatu pondasi nanosains dan nanoteknologi yang memiliki potensi untuk merevolusi cara di mana bahan dan produk yang berdampak komersial yang signifikan dimasa mendatang dalam dunia teknologi seperti elektronik, kedokteran dan bidang lainya (Alagarasi, 2011). Nanopartikel didefinisikan sebagai partikulat yang terdispersi atau partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 10 –100 nm (Mohanraj and Chen, 2006; Sietsma *et al*., 2007).

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

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

B. Nanokomposit

Nanokomposit merupakan material padat multi fasa, dimana setiap fasa memiliki satu, dua, atau tiga dimensi yang kurang dari 100 nm, atau struktur padat dengan dimensi berskala nanometer yang berulang pada jarak antar bentuk penyusun struktur yang berbeda. Nanokomposit dibuat dengan menyisipkan nanopartikel ke dalam sebuah material makrokospik (matriks). Pencampuran nanopartikel ke dalam matriks penyusun merupakan bagian perkembangan dunia nanoteknologi (Chitraningrum, 2008).

Ikatan antar partikel yang terjadi pada material nanokomposit memainkan peranan penting pada peningkatan dan pembatasan sifat material. Partikel-partikel yang berukukuran nano tersebut memiliki luas permukaan interaksi yang tinggi. Semakin banyak partikel yang berinteraksi, semakin kuat pula material. Inilah yang membuat ikatan antar partikel semakin kuat sehingga sifat mekanik material bertambah. Namun, penambahan partikel-partikel nano tidak selamanya akan meningkatkan sifat mekaniknya. Ada batas tertentu dimana saat dilakukan penambahan, kekuatan material justru semakin berkurang. Namun pada umumnya, material nanokomposit menunjukkan perbedaan sifat mekanik, listrik, optik, elektrokimia, katalis, dan struktur dibandingkan dengan material penyusunnya (Hadiyawarman *et al*., 2008).

Dengan mendesain partikel nano dalam komposit memungkinkan untuk meningkatkan sifat katalis dari fotokatalis. Partikel-partikel yang berukuran nano memiliki luas permukaan interaksi yang tinggi. Makin banyak partikel yang berinteraksi, makin tinggi kinerja dari katalis.

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, tapi menurunkan energi aktivasi, yang menyebabkan reaksi berlangsung lebih cepat. Penurunan energi aktivasi tersebut terjadi akibat adanya interaksi antara reaktan dengan situs-situs aktif yang terdapat pada katalis (Anderson *et al*., 1976).

Kemampuan suatu katalis dalam mempercepat laju reaksi dipengaruhi oleh berbagai faktor antara lain adalah sifat fisika dan kimia katalis; kondisi operasi seperti temperatur, tekanan, laju alir, waktu kontak; jenis padatan pendukung yang digunakan. Katalis yang dipreparasi dengan cara yang berbeda akan menghasilkan aktivitas dan selektivitas yang berbeda (Rieke *et al*., 1997). Kemampuan suatu katalis dalam suatu proses biasanya diukur dari aktivitas dan selektivitasnya. Aktivitas biasanya dinyatakan dalam persentase konversi atau jumlah produk yang dihasilkan dari jumlah reaktan yang digunakan dalam waktu reaksi tertentu. Sedangkan selektivitas adalah ukuran katalis dalam mempercepat reaksi pada pembentukan suatu produk tertentu. Aktivitas katalis biasanya akan menurun dengan meningkatnya temperatur, dan peningkatan temperatur juga akan berakibat memperpendek waktu pakai (*life time*) katalis. Jika secara termodinamika produk sangat bervariasi maka peningkatan temperatur sistem dapat menyebabkan meningkat atau menurunnya selektivitas katalis, bergantung pada keseluruhan kinetik dan produk yang diinginkan. Dengan demikian selektivitas dapat dikontrol melalui kondisi temperatur sistem (Satterfield, 1980).

Secara umum, katalis dikelompokkan menjadi dua kelompok yaitu katalis homogen dan katalis heterogen Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan fasa reaktan. Katalis ini memiliki beberapa kekurangan

yaitu sulit dipisahkan dari campuran reaksi sehingga tidak dapat digunakan kembali dan pada akhirnya akan ikut terbuang sebagai limbah yang dapat mencemarkan lingkungan serta bersifat korosif (Kirk and Othmer, 1980). Sedangkan katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan reaktan. Katalis ini berada pada fasa padat sedangkan reaktan berada pada fasa cair atau gas. Aktivitas optimum dari suatu katalis heterogen sangat bergantung pada komponen penyusunnya. Untuk tujuan praktis, penggunaan katalis heterogen saat ini lebih disukai dibandingkan dengan katalis homogen karena katalis ini memiliki keuntungan seperti ramah lingkungan, tidak bersifat korosif, mudah dipisahkan dari produk dengan cara filtrasi, serta dapat digunakan berulangkali dalam jangka waktu yang lama. Selain itu, katalis heterogen dapat meningkatkan kemurnian hasil karena reaksi samping dapat dieliminasi (Chorkendroff, J.W and Niemantsverdriet, 2003).

Pada katalis heterogen terdapat 2 komponen penyusun, yaitu penyangga dan situs aktif (dopan). Fungsi utama dari penyangga adalah mampu menyediakan luas permukaan yang besar (memadai) yang bertujuan memperluas kontak langsung antara situs aktif dan reaktan sehingga menghindari penggumpalan dan dapat meningkatkan sifat katalitiknya. Penyangga sebaiknya merupakan senyawa pembawa yang inert terhadap reaksi yang tidak diinginkan, seperti alumina, silika dan karbon aktif (Hegedus *et al*., 1987). Sedangkan situs aktif umumnya adalah logam oksida dari logam-logam transisi deret pertama, seperti: Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, dan Zn yang memiliki orbital d yang masih kekurangan elektron sehingga dapat menangkap elektron dari reaktan dan membentuk ikatan yang kuat.

Saat ini, proses katalitik heterogen dibagi menjadi dua kelompok yaitu:

1. Reaksi redoks, meliputi reaksi dimana katalis mempengaruhi pemecahan ikatan secara homolitik pada molekul-molekul reaktan menghasilkan elektron tak berpasangan, dan kemudian membentuk ikatan secara homolitik dengan katalis melibatkan elektron dari katalis.
2. Sedangkan reaksi-reaksi asam-basa meliputi reaksi-reaksi dimana reaktan membentuk ikatan heterolitik dengan katalis melalui penggunaan pasangan elektron bebas dari katalis atau reaktan (Li, 2005)

D. Nanokatalis

Nanokatalis telah banyak menarik peneliti karena material nanokatalis menunjukkan sifat fisika dan kimia yang berbeda dari bulk (ukuran) materialnya, sifat-sifat tersebut seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik (Mahaleh *et al*., 2008). Ada dua hal utama yang membuat nanokatalis berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar (bulk) yaitu: (a) karena ukurannya yang kecil, nanokatalis memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanokatalis bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain, (b) ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum. Sifat-sifat tersebut dapat menjadi keunggulan nanokatalis dibandingkan partikel sejenis dalam keadaan bulk (Abdullah *et al*., 2008).

Nanokatalis 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). Selain itu nanokatalis telah banyak dimanfaatkan sebagai katalis untuk menghasilkan bahan bakar dan zat kimia serta menangani pencemaran lingkungan (Sietsma *et al*., 2007).

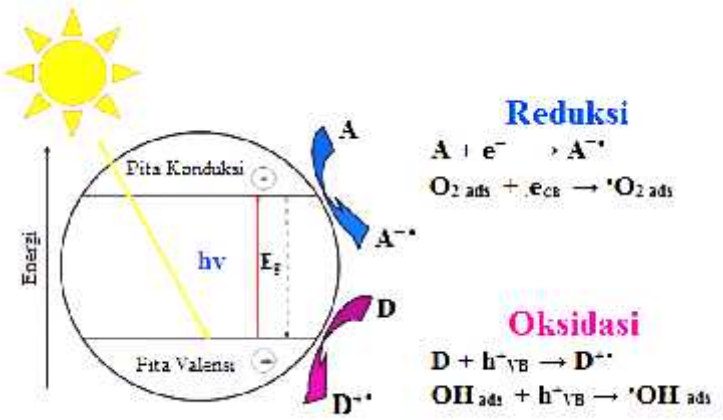
E. Reaksi Fotokatalitik

Secara umum proses fotokatalitik adalah proses kombinasi antara proses fotokimia dan katalis. Yang dimaksud dengan fotokimia adalah suatu proses sintesis atau transformasi secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicunya. Sedangkan katalis adalah substansi yang dapat mempercepat laju reaksi tanpa ikut bereaksi secara keseluruhan. Artinya, pada awal dan akhir reaksi, jumlah katalis adalah sama. Hal ini disebabkan katalis memiliki kemampuan untuk mengadakan interaksi dengan minimal satu molekul reaktan untuk menghasilkan senyawa antara yang lebih reaktif. Katalis dalam proses ini disebut sebagai fotokatalis karena memiliki kemampuan dalam menyerap energi foton. Fotokatalitik didefinisikan sebagai proses sintesis secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicu dan katalis sebagai pemercepat proses transformasi (Slamet *et al.*, 2007).

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.

Aktivitas fotokatalik bergantung pada kemampuan katalis untuk menghasilkan sepasang lubang elektron pada pita valensinya. Lubang ini 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. Mekanisme fotokatalik ditunjukan pada Gambar 1.



Gambar 1. Mekanisme fotokatalitik

Saat ini, semikonduktor biasa dipilih sebagai fotokatalis karena semikonduktor memiliki celah energi yang relatif kecil antara pita valensi dan pita konduksi. Celah energi adalah perbedaan energi antara pita valensi dan pita konduksi. Untuk berlangsungnya proses katalitik, semikonduktor memerlukan serapan energi yang sama atau lebih dari celah energi.

Secara umum, mekanisme fotokatalitik adalah pembentukan radikal OH dan pembentukan spesi super oksida anion dari oksigen. Ketika fotokatalis mengabsorpsi cahaya dengan panjang gelombang tertentu, maka fotokatalis akan 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 tersebut 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 untuk 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,

F. Metode Preparasi Katalis

Pemilihan metode preparasi yang tepat akan menunjukkan hasil karakteristik katalis yang diharapkan memiliki aktivitas, selektivitas dan stabilitas yang maksimal. Tujuan utama dari metode preparasi katalis adalah mendapatkan struktur definit, stabil, mempunyai luas permukaan yang tinggi dan situs aktif yang lebih terbuka, sedangkan penggunaan pendukung seperti pelarut dilakukan untuk lebih memberikan peluang kepada fasa aktif dalam reaksi dan mendistribusikan secara homogen pada permukaan penyangga. Adapun 3 tahapan preparasi katalis adalah sebagai berikut:

1. **Metode Sol-Gel**

Sol adalah suspensi dari partikel koloid pada suatu cairan atau larutan molekul polimer seperti partikel halus dari senyawa hidroksida atau senyawa oksida logam (Rahaman, 1995). Sedangkan gel merupakan padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat dimana kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal. Proses sol-gel di definisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah (Ferdiansyah, 2009). Pada proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) yang akhirnya akan berubah menjadi padatan nanostruktur.

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 digunakan secara luas dalam sintesis katalis berpendukung logam karena kemudahannya dalam memasukkan satu atau lebih logam aktif sekaligus dalam prekursor katalis (Lambert and Gonzalez, 1998). Dalam hal ini, proses sol-gel memiliki keuntungan seperti sifat kemurnian, homogenitas, proses pengolahan yang mudah, dan suhu rendah (Alphonse, 2010). Adapun tahapan secara detail dari proses sol-gel adalah sebagai berikut:

a. Hidrolisis

   Pada tahap ini logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral

atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH)

Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat. Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi.

b. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Kondensasi terjadi ketika senyawa hidrolisis saling bereaksi satu sama lain dan melepaskan molekul air atau senyawa yang terhidrolisis bereaksi dengan senyawa yang tak terhidrolisis dan melepaskan molekul alkohol (Skandan and Singhal, 2006). Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol dengan persamaan reaksi secara umum adalah sebagai berikut:

$$\text{M-OH + HO-M} \rightarrow \text{M-O-M + } H_2O \text{ (kondensasi air)}$$

$$\text{M-OR + HO-M} \rightarrow \text{M-O-M + R-OH (kondensasi alkohol)}$$

c. Pematangan (Aging)

Pada tahapan pematangan, gel yang telah terbentuk akan didiamkan menjadi lebih kaku, kuat dan menyusut didalam larutan. Proses ini lebih dikenal dengan nama proses aging.

d. Pengeringan

Proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan tinggi

2. Freeze Dry

Freeze Dry merupakan suatu alat pengeringan yang termasuk kedalam *Conduction Dryer*, dimana proses perpindahan terjadi secara tidak langsung antara sampel yang akan dikeringkan (bahan basah) dan media pemanas, dimana terdapat dinding pembatas sehingga air dalam sampel (bahan basah) yang terlepas tidak terbawa bersama media pemanas tapi perpindahan panas terjadi secara konduksi.

Penggunaan metode freeze dry dalam katalis yaitu untuk menghilangkan air hidrat dalam rongga bahan katalis tanpa merusak struktur jaringan yang telah terbentuk dari bahan tersebut. Air yang terperangkap dalam rongga bahan katalis diubah menjadi air beku dan selanjutnya diubah menjadi uap air tanpa melalui intermediat air cair. Dasar sublimasi ini melibatkan absorbsi panas oleh sampel beku guna menguapkan air, pemindahan dan pengumpulan uap air ke dalam suatu kondensor, menghilangkan panas sebagai akibat pembentukan es dari kondensor dengan sistem refrigerator,

terjadi keseimbangan antara panas yang diabsorbsi oleh sampel untuk menguapkan air dan memindahkan panas dari kondensor untuk mengubah uap air menjadi es.

Menurut Liapis (1994) mengatakan bahwa proses pengeringan beku terdiri atas tiga tahap yaitu:

- Tahap pembekuan, pada tahap ini bahan pangan atau larutan didinginkan hingga suhu dimana seluruh bahan baku menjadi beku.
- Tahap pengeringan utama, disini air dan pelarut dalam keadaan beku dikeluarkan secara sublimasi. Dalam hal ini tekanan ruangan harus kurang atau mendekati tekanan uap kesetimbangan air di bahan beku. Karena bahan pangan atau larutan bukan air murni tapi merupakan campuran bersama komponen-komponen lain, maka pembekuan harus dibawah 0°C dan biasanya dibawah -10°C atau lebih rendah, untuk tekanan kira-kira 2 mmHg atau lebih kecil. Tahap pengeringan ini berakhir bila semua air telah tersublim.
- Tahap pengeringan sekunder, tahap ini mencakup pengeluaran air hasil sublimasi atau air terikat yang ada dilapisan kering. Tahap pengeringan sekunder dimulai segera setelah tahap pengeringan utama berakhir

Keuntungan menggunakan metode *freeze drying* yaitu hasilnya homogen, murni, serta memiliki aktivitas yang seragam (Bermejo *et al*., 1995).

3. Kalsinasi

Proses kalsinasi merupakan pemanasan zat padat dibawah titik lelehnya untuk menghasilkan keadaan dekomposisi termal dari transisi fasa lain selain fasa lelehan. Kalsinasi dibutuhkan pada zat padat seperti katalis untuk dapat mengubah kristal-kristal yang ada sehingga diperoleh ukuran partikel yang lebih optimum. Perubahan ini terjadi karena atom-atom karbon, hidrogen dan oksigen dapat teruapkan menjadi air dan karbon dioksida.

Peristiwa yang terjadi pada proses kalsinasi yaitu:

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

G. Pektin

Pektin merupakan segolongan polimer heterosakarida yang banyak dimanfaatkan pada industri pangan sebagai bahan perekat dan stabilizer (dengan tujuan agar tidak terbentuk endapan pada suatu larutan). Pektin berwujud bubuk berwarna putih hingga coklat terang. Pada umumnya larutan pektin bersifat asam. Hal ini

dikarenakan adanya gugus karboksil pada rantai panjang struktur pektin. Namun, sebagian dari gugus karboksil tersebut secara alami juga termetoksilasi menjadi gugus metoksil (Yujaroen *et al*., 2008).

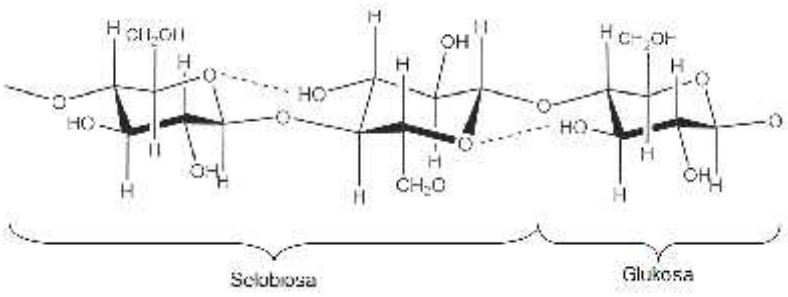
Penyusun utama pektin biasanya gugus polimer asam D-galakturonat, yang terikat dengan α-1,4-glikosidik. Asam galakturonat memiliki gugus karboksil yang dapat saling berikatan dengan ion Mg^{2+}atau Ca^{2+} sehingga berkas-berkas polimer ‘berlekatan’ satu sama lain. Inilah yang menyebabkan rasa lengket pada kulit. Tanpa kehadiran kedua ion ini, pektin larut dalam air. Garam-garam Mg-pektin atau Ca-pektin dapat membentuk gel, karena ikatan tersebut berstruktur amorphous (tak berbentuk pasti) yang dapat mengembang jika molekul air‘terjerat’ di antara ruang-ruang ikatan tersebut. Kandungan metoksi pada pektin mempengaruhi kelarutannya. Pektin dengan kadar metoksi tinggi (7-9%) akan mudah larut di dalam air sedangkan pektin dengan kadar metoksi rendah (3-6%) mudah larut di dalam alkali dan asam oksalat. Pektin tidak larut di dalam alkohol dan aseton. Kadar metoksi berperan dalam menentukan sifat fungsional dan mempengaruhi struktur serta tekstur dari gel pektin. Pembentukan gel pada pektin terjadi melalui ikatan hidrogen antara gugus karbonil bebas dengan gugus hidroksil.

Saat ini pemanfaatan pektin cukup luas, baik dalam bidang industri pangan maupun non-pangan. Pektin yang digunakan pada produk non pangan antara lain dalam bidang farmasi untuk obat diare sebagai adsorbent dalam usus, untuk menurunkan kadar kolesterol darah dan juga digunakan untuk menyembuhan luka sebagai pembekuan darah (Akhmalludin, 2005). Pektin dapat pula digunakan

sebagai bahan pengental lateks dalam industri karet, dapat juga meningkatkan kualitas warna, stabilitas, kekentalan dan konsistensi pada produk karet yang dihasilkan. Dalam industri kertas dan textile, pektin digunakan sebagai bahan pengisi, karena dapat memberi bentuk lapisan yang baik (Towle and Christensen, 1973).

H. Selulosa

Selulosa merupakan polimer karbohidrat yang tersusun atas β D-glukopiranosa dengan ikatan β 1,4-glikosida. Selulosa memiliki rumus empiris $(C_6H_{10}O_5)n$, dengan n menunjukkan derajat polimerisasi yakni jumlah satuan glukosa. Kududukan β dari gugus OH pada atom C1 membutuhkan pemutaran unit glukosa melalui sumbu C1-C4 cincin piranosa (Mathur and Mathur, 2001). Struktur selulosa dapat ditunjukkan pada Gambar 2.



Selulosa tidak berwarna, tidak berbau dan polimer padat tidak beracun, ia memiliki beberapa sifat yang menjanjikan yaitu, kekuatan mekanik, biokompatibilitas, hidrofilisitas, stabilisasi termal, kapasitas penyerapan tinggi (Klemm, 1998). Sifat ini memungkinkan selulosa diterapkan ke berbagai bidang (Hu, 2013). Oleh karena itu banyak peneliti yang berusaha keras untuk

mengeksplorasi produksi bahan bakar dan bahan kimia dari selulosa (Zhang, 2014). Selulosa dapat dihidrolisis menjadi gula reduksi (glukosa, fruktosa, selobiosa) dengan menggunakan media air dan dibantu dengan katalis asam atau enzim (Huber *et al*., 2006), depolimerisasi dalam cairan ionik (Rinaldi *et al.*, 2010), dan pirolisis suhu tinggi dengan atau tanpa katalis (Carlson *et al*., 2008).

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.

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

etilen glikol sebesar 60% dengan katalis tungsten karbida yang dipromosikan dengan sejumlah kecil nikel (Ji *et al*., 2008), asam levulinat 67% menggunakan katalis $CrCl_3$ dengan waktu 180 menit pada temperatur reaksi 200^oC (Peng *et al*., 2010), asam laktat 60% dengan katalis timbal (II) pada temperatur reaksi 190^oC (Wang *et al*., 2013).

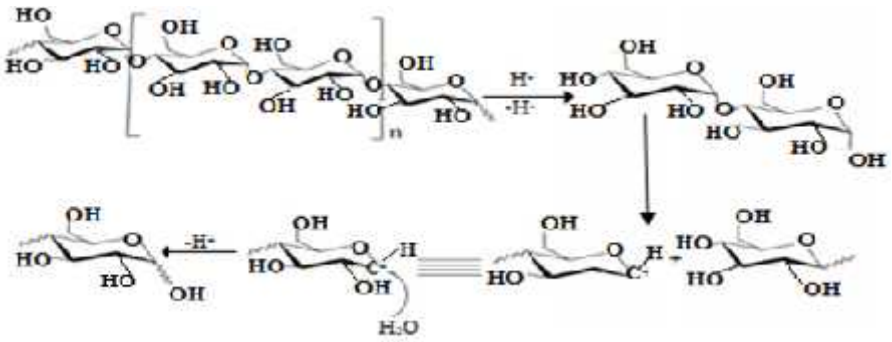
I. Nanoselulosa

Nanoselulosa merupakan selulosa yang memiliki ukuran diameter dalam nanometer (2-20 nm) dan panjangnya antara ratusan sampai ribuan nanometer, termasuk nanokomposit yang ringan dan memiliki kekuatan besar dengan biaya yang cukup rendah (Helbert *et al*., 1996). Partikel nanoselulosa merupakan material jenis baru yang mengalami perubahan, perubahan ini berupa peningkatan kristalinitas, luas permukaan, peningkatan dispersi dan biodegradasi. Dengan adanya perubahan dari selulosa menjadi nanoselulosa menyebabkan terjadinya perubahan sifat dari selulosa dapat dimanfaatkan sebagai filler penguat polimer karet alam (Pasquini *et al*., 2010), dan polipropilen (Reddy *et al*., 2009), aditif untuk produksi biodegradable, penguat membran, pengental untuk dispersi, dan media pembawa obat (Ioelovich, 2012).

Penelitian tentang nanoselulosa telah banyak dilakukan dengan berbagai metode. Salah satu metode yang telah dilakukan oleh Arup Mandal (2011) yaitu sintesis dari α-selulosa yang terdiri dari empat tahap yaitu hidrolisis asam menggunakan asam kuat, sentrifuse, ultrasonikasi dan freeze drying. Proses hidrolisis asam bertujuan untuk menghilangkan bagian amorf dari rantai selulosa sehingga isolasi

kristal selulosa dapat dilakukan (Isdin, 2010). Selulosa terdiri dari daerah amorf dan daerah kristalin. Daerah amorf memiliki densitas lebih rendah dibandingkan daerah kristalin, sehingga ketika selulosa diberikan perlakuan dengan menggunakan asam kuat maka daerah amorf akan putus dan melepaskan daerah kristalin (Peng, 2011).

Pembuatan nanoselulosa oleh hidrolisa asam terjadi pada temperatur yang cukup tinggi dan berada pada media asam dalam waktu yang cukup lama. Akibat dari keadaan tersebut menyebabkan terjadinya reaksi yaitu selulosa terhidrolisa menjadi selulosa dengan berat molekul yang rendah. Keaktifan asam pekat untuk menghidrolisis selulosa berbeda-beda. Untuk keaktifan yang sangat tinggi dimiliki oleh asam oksalat. Asam nitrat, asam sulfat dan asam klorin adalah asam yang aktif, sedangkan asam-asam organik merupakan asam asam yang tidak aktif. Asam sulfat yang pekat (75%) akan menyebabkan selulosa berbentuk gelatin, asam nitrat pekat akan menyebabkan selulosa membentuk ester sedangkan asam fosfat pada temperatur rendah akan menyebabkan sedikit berpengaruh pada selulosa (Solechudin dan Wibisono, 2002). Mekanisme hidrolisis asam secara reaksi kimia dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Mekanisme hidrolisis asam (Yue *et al.*, 2007).

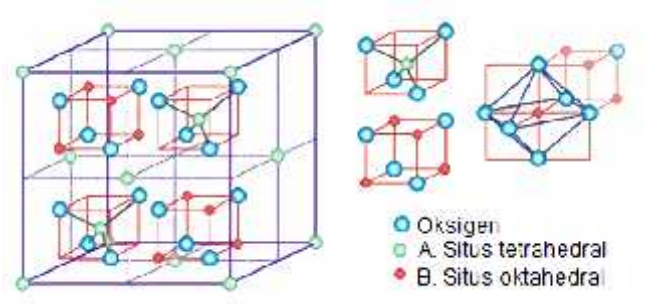
Tahap sentrifus dilakukan bertujuan untuk memisahkan endapan dan filtrat yang telah di hidrolisis sebelumnya. Lalu dipisahkan berdasarkan perbedaan berat molekulnya. Tahap selanjutnya yaitu ultrasonikasi yang bertujuan untuk menurunkan ukuran nanoselulosa dengan bantunan gelombang ultrasonik. Semakin lama waktu yang digunakan dalam proses sonikasi semakin tinggi pula penurunan tingkat ukuran pada nanoselulosa yang dihasilkan (Li *et al*., 2012). Tahap yang terakhir pada pembentukan nanoelulosa yaitu freeze drying yang digunakan untuk memisahkan nanoselulosa dari sisa akuades. Freeze drying atau liofilisasi adalah suatu cara pengeringan tanpa pemanasan. Cara ini cocok untuk sampel yang sensitif terhadap panas serta sampel yang mudah teroksidasi dalam keadaan panas.

J. Spinel Ferite

Spinel merupakan salah satu jenis struktur kristal yang memiliki dua sub struktur, yaitu struktur tetrahedral (bagian A) dan struktur oktahedral (bagian B). Pembentukan kedua sub struktur spinel tersebut secara umum dipengaruhi oleh besarnya jari-jari, konfigurasi elektron ion-ion logam, serta energi statik dari kisi kristal. Spinel ferite adalah material magnetik yang sangat penting, karena sifat magnetik, elektrik dan kestabilan termal dari material tersebut sangat menarik.

Spinel ferite memiliki rumus umum AB_2O_4 dimana A adalah kation-kation bervalensi 2 seperti Fe, Ni, Co yang menempati posisi tetrahedral dalam struktur kristalnya dan B adalah kation-kation bervalensi 3 seperti Fe, Mn, Cr yang menempati posisi oktahedral dalam struktur kristalnya, serta terdistribusi pada kisi

yang terbentuk oleh ion O_2 (Kasapoglu *et al*., 2007; Almeida *et al*., 2008). Struktur kristal spinel ferite ditunjukkan pada Gambar 4.



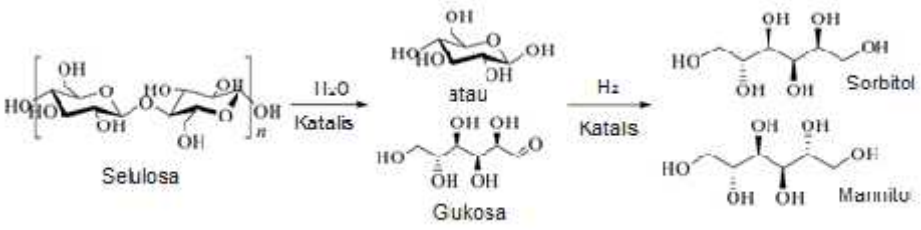
Gambar 4. Struktur kristal spinel ferrit

Kation-kation yang terdistribusi dalam struktur spinel terdapat dalam tiga bentuk yaitu normal, terbalik (inverse) dan diantara normal dan terbalik. Pada posisi normal ion-ion logam bervalensi 2 terletak pada posisi tetrahedral (posisi A) atau dapat dituliskan $(M^{2+})A[M_2{}^{3+}]BO_4$, pada posisi terbalik (inverse) ion-ion logam bervalensi 2 terletak pada posisi oktahedral (posisi B) atau dapat dituliskan $11(M^{3+})A[M^{2+}M^{3+}]BO_4$ dan posisi diantara normal dan terbalik, setengah dari ion-ion logam bervalensi 2 dan 3 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).

Nikel ferite ($NiFe_2O_4$) merupakan salah satu spinel ferite yang telah banyak digunakan sebagai katalis. Nikel ferit ini memiliki struktur spinel terbalik (inverse) dimana setengah dari ion Fe mengisi pada posisi tetrahedral (posisi A) dan sisanya menempati posisi pada oktahedral (posisi B) yang 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; Iftimie, 2006).

K. Gula Alkohol

Gula alkohol merupakan hasil dari reduksi glukosa berupa monosakarida atau disakarida yang memiliki tiga atau lebih kelompok hidroksil atau polyhidric alcohol (polyols). Polyols dibagi menjadi dua yaitu polyols asiklik dan polyols siklik (Goldberg, 1994). Secara kimia disebut sebagai gula alkohol karena bagian strukturnya mirip dengan alkohol dan rasanya menyerupai gula tebu. Rasa manis yang dimiliki menjadikan gula alkohol sebagai pemanis yang rendah kalori, sehingga sering digunakan sebagai pemanis untuk penderita diabetes karena tidak menaikkan kadar glukosa darah. Senyawa gula alkohol diantaranya yaitu sorbitol, manitol, xylitol, erythritol, maltitol, laktitol dan palatinit (sorbitol dan manitol 1:1). Reaksi tahapan proses konversi selulosa menjadi sorbitol dan mannitol ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Reaksi konversi selulosa menjadi sorbitol dan mannitol.

1. Sorbitol

Sorbitol adalah gula alkohol yang terdiri dari enam rantai karbon dengan rumus kimia $C_6H_{14}O_6$. Produksi sorbitol secara komersil dilakukan melalui hidrogenasi glukosa dengan menggunakan katalis nikel pada tekanan tinggi. Penambahan hidrogen yang dikatalis dengan logam (platinum, palladium, nikel dan rhodium) akan meningkatkan suhu sehingga produk

yang dihasilkan lebih banyak (Marhusari, 2009). Sorbitol berbentuk kristal putih, memiliki titik leleh 89–101^{o}C, nilai kalori sebesar 2,6 kkal/g, bersifat higroskopis dan memiliki tingkat kemanisan 0,5 sampai dengan 0,7 kali tingkat kemanisan sukrosa. Sorbitol umumnya digunakan sebagai bahan baku industri dan makanan seperti pasta gigi, permen, kosmetik, farmasi, vitamin C.

2. Manitol

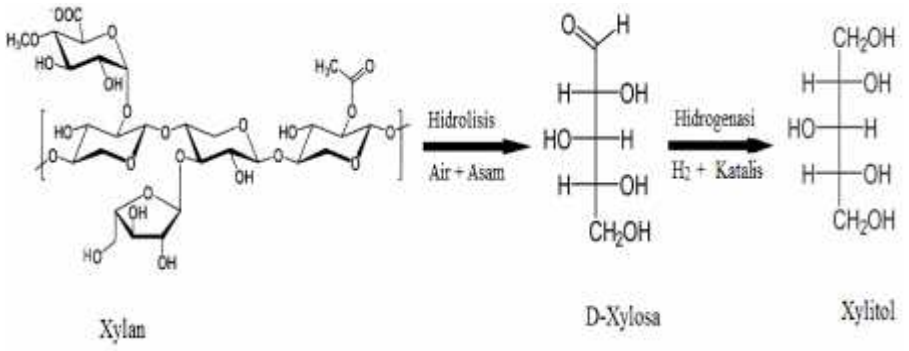
Mannitol adalah gula alkohol yang terdiri dari enam rantai karbon dengan berat molekul 182,17 g/mol, memiliki kelarutan 22 g mannitol didalam 100 mL air (25^{o}C). Secara alami manitol terdapat pada nanas, asparagus, ubi jalar, wortel dan alga coklat. Manitol adalah hasil reduksi dari mannosa dimana gugus aldehid pada atom C_1 diubah menjadi gugus CH_2OH. Manitol memiliki tingkat kemanisan 0,5 sampai dengan 0,7 kali tingkat kemanisan sukrosa.

3. Xylitol

Xylitol berbentuk kristal berwarna putih, tak berbau dan larut di dalam metanol dan etanol. Xylitol ($C_5H_{12}O_5$) memiliki berat molekul 152,15 g/mol dengan titik didih 126^{o}C, titik lebur 92-9^{o}C, kelarutan 169 gr di dalam 100 gr air (20^{o}C), dan kemanisan relatif sama dengan sukrosa, lebih tinggi dibandingkan manitol dan sorbitol (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. Xylitol memiliki kemampuan melepaskan panas empat kali lebih besar dibandingkan dengan gula sukrosa jika dilarutkan didalam air, sehingga saat kristal xylitol mencair di dalam mulut akan timbul sensasi dingin.

Xylitol dapat dikonversi dari bahan lignoselulosa khususnya hemiselulosa atau xilan. Melalui proses hidrolisis xilan akan membentuk xilosa yang kemudian dapat dihidrogenasi menjadi xylitol. Reaksi konversi dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Reaksi konversi xylitol

L. Karakterisasi Nanokatalis

Karakterisasi katalis digunakan untuk memperoleh informasi mengenai katalis meliputi sifat fisik dan sifat kimia. Karakterisasi bertujuan untuk mengontrol kualitas katalis setelah preparasi.

1. Penentuan Fasa Kristalin Katalis

Analisis struktur kristal katalis dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X (X-ray Difraction/XRD). X-ray difraktometer adalah

merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal dan fasa dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X.

Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan dan sebagian lagi dihamburkan serta didifraksikan. Pola difraksi yang dihasilkan analog dengan pola difraksi cahaya pada permukaan air yang menghasilkan sekelompok pembiasaan. 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 :

$$n\,\lambda = 2\,d\,\sin\theta \quad \text{.....(Pers. 2.2)}$$

Keterangan: d = Jarak Interpanar atau interlayer

θ = Kisi difraksi sinar X

λ = Panjang gelombang logam standar

n = Tingkat atau orde difraksi

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

mewakili satu puncak bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Chorkendroff and Niemantsverdriet, 2003).

Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi suatu material berdasarkan fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel suatu material dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer.

$$D = \frac{k\,\lambda}{\beta\,.cos\,\theta} \quad \text{.....(Pers. 2.3)}$$

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 Analisis Keasaman

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

a. **Metode Gravimetri**

Keasaman dari suatu katalis adalah jumlah asam, kekuatan asam, serta sisi aktif katalis yang ditinjau dari gugus asam Bronsted-Lowry dan asam Lewis (Nugroho, 1997). Jumlah situs asam akan memberikan informasi mengenai banyaknya situs asam yang terkandung pada

katalis. Situs asam katalis dapat ditentukan berdasarkan kekuatan asam Lewis, sebagai akseptor pasangan elektron dan asam Bronsted-Lowry, sebagai donor proton (Burch *et al.*, 2002). Basa yang dapat digunakan sebagai adsorbat adalah amoniak, piridin, piperidin, quinolin, trimetil amin, dan pirol (Richardson, 1989). Penentuan jumlah situs asam menggunakan piridin sebagai basa adsorbat merupakan penentuan jumlah situs asam yang terdapat pada permukaan katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul piridin yang relatif besar sehingga hanya dapat teradsorpsi pada permukaan katalis (Rodiansono *et al*., 2007). Banyaknya mol basa yang teradsorpsi pada cuplikan dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Keasaman} = \frac{(w_3 - w_2)}{(w_2 - w_1)BM} \times 1000 \quad \text{.....(Pers. 2.1)}$$

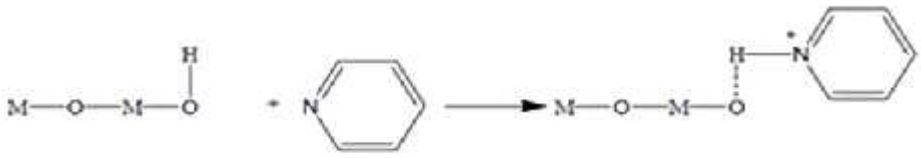
Dimana, w_1 = Berat wadah kosong
w_2 = Berat wadah + katalis
w_3 = Berat wadah + katalis yang telah mengadsorpsi piridin
BM = Bobot molekul piridin

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

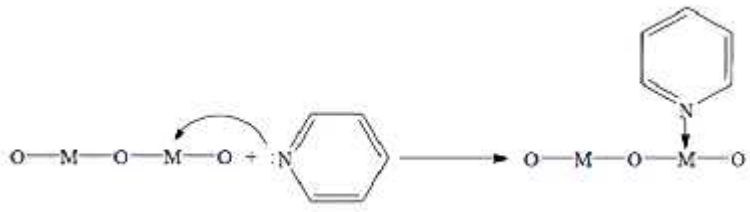
Spektroskopi inframerah adalah metode analisis yang didasarkan pada absorpsi radiasi inframerah oleh sampel yang akan menghasilkan perubahan keadaan vibrasi dan rotasi dari molekul sampel. Intensitas absorpsi bergantung pada seberapa efektif energi foton inframerah dipindahkan ke molekul, yang dipengaruhi oleh perubahan momen dipol yang terjadi akibat vibrasi molekul (Amand and Tullin, 1999).

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

Berdasarkan puncak-puncak serapan yang dihasilkan maka jenis situs asam dapat diketahui. Pada penggunaan piridin sebagai basa adsorbat, situs asam Bronsted-Lowry akan ditandai dengan puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang1485–1500, ~1620, dan ~1640 cm^{-1}, sedangkan untuk situs asam Lewis ditandai dengan puncak-puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1447-1460, 1488-1503, ~1580, dan 1600-1633 cm^{-1} (Tanabe, 1981). Reaksi antara piridin dengan situs-situs asam ditunjukkan pada Gambar 7 dan 8.



Gambar 7. Reaksi piridin pada situs asam Bronsted-Lowry



Gambar 8. Reaksi piridin pada situs asam Lewis

3. Penentuan Ukuran Partikel Katalis

Ukuran partikel katalis dapat ditentukan menggunakan instrument Particle Size Analyzer (PSA). PSA bekerja berdasarkan prinsip Dinamyc Light Scattering (DLS) dengan memanfaatkan hamburan inframerah yang ditembakkan oleh alat ke sampel sehingga sampel akan merespon dengan menghasilkan gerak Brown. Gerak Brown berupa gerak acak dari partikel yang sangat kecil dalam cairan akibat benturan dengan molekul-molekul yang ada dalam zat cair. Gerak inilah yang akan dianalisis, semakin kecil ukuran partikel maka semakin cepat gerakannya. Prinsip DLS ideal untuk menentukan partikel berukuran nanometer dan biomaterial. Kisaran ukuran partikel yang dapat dianalisis yaitu diantara 0,1 nm hingga 10 μm. Distribusi ukuran partikel dianalisis dan diolah menggunakan statistik distribusi dengan parameter mean (ukuran rata-rata), median (nilai tengah) dan modulus (ukuran dengan frekuensi tinggi) (Rawle, 2012).

Keunggulan penggunaan PSA untuk mengetahui ukuran partikel:

1. Lebih akurat. Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA lebih akurat jika dibandingkan dengan pengukuran partikel dengan alat lain seperti XRD ataupun SEM. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari single particle.
2. Hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga dapat menggambarkan keseluruhan kondisi sample.
3. Rentang pengukuran dari 0,6 nanometer hingga 7 mikrometer

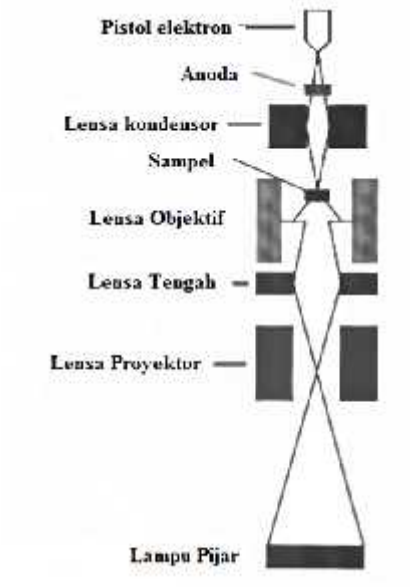
4. Penentuan Morfologi Kristalin Katalis

TEM adalah mikroskop elektron yang bekerja dengan cara mendeteksi berkas elektron yang menembus sampel dan menggambarkan ke layar. Berbeda dengan SEM yang hanya memindai permukaan sampel, TEM mampu menganalisa semua bagian sampel dan merekam pola difraksi struktur sampel. Pola difraksi berisi informasi tentang susunan atom kristal. TEM memiliki resolusi yang sangat tinggi sampai 0,1 nm.

Analisis TEM 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).

Prinsip kerja TEM sama seperti proyektor slide dimana elektron ditransmisikan ke dalam obyek pengamatan dan hasilnya diamati melalui layar. Mekanisme kerja dari 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 pospor. Skema alat TEM disajikan pada Gambar 9.



Gambar 9. Skema alat TEM

M. Kromatografi Cair Tingkat Tinggi (KCKT)

KCKT merupakan teknik pemisahan yang diterima secara luas untuk analisis dan pemurnian senyawa tertentu dalam suatu sampel pada sejumlah bidang antara lain; farmasi, lingkungan dan industri-industri makanan. Kegunaan umum KCKT adalah untuk pemisahan sejumlah senyawa organik, anorganik, maupun senyawa biologis, analisis ketidakmurnian (impurities) dan analisis senyawa-senyawa yang

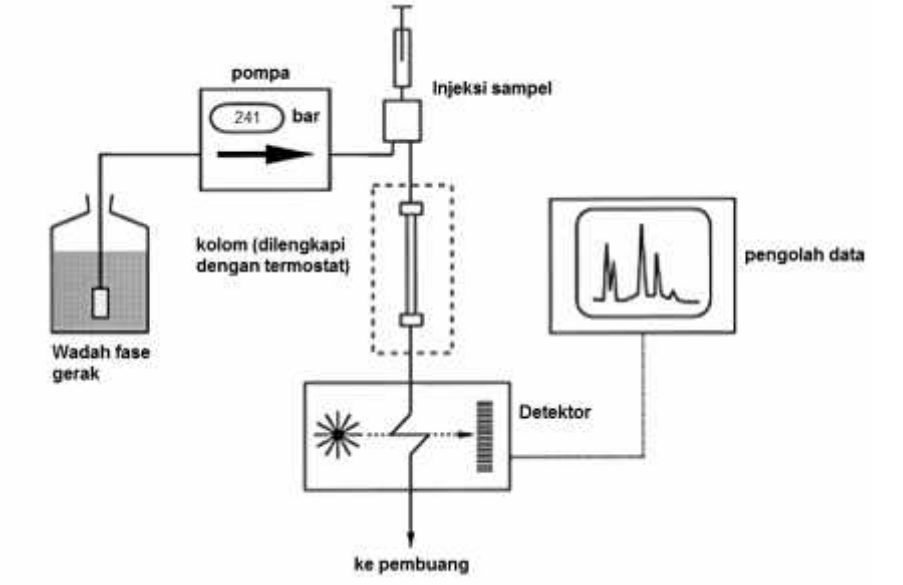
tidak mudah menguap (nonvolatil). KCKT paling sering digunakan untuk: menetapkan kadar senyawa-senyawa tertentu seperti asam-asam amino, asam-asam nukleat dan protein-protein dalam cairan fisiologis, menentukan kadar senyawa-senyawa aktif obat dan lain-lain.

Menurut Putra (2007), kelebihan KCKT antara lain:

- Mampu memisahkan molekul-molekul dari suatu campuran. Resolusinya baik.
- Mudah melaksanakannya.
- Kecepatan analisis dan kepekaannya tinggi.
- Dapat dihindari terjadinya dekomposisi/kerusakan bahan yang dianalisis.
- Dapat digunakan bermacam-macam detektor.
- Kolom dapat digunakan kembali.
- Tekniknya tidak begitu tergantung pada keahlian operator
- Instrumennya memungkinan untuk bekerja secara automatis dan kuantitatif.
- Waktu analisis umumnya singkat.
- Kromatografi cair preparatif memungkinkan dalam skala besar.
- Ideal untuk molekul besar dan ion.

KCKT secara rutin digunakan untuk kedua analisis kualitatif dan kuantitatif dari lingkungan, farmasi, industri, forensik, klinis, dan sampel produk konsumen. Kromatogram yang dihasilkan berupa puncak-puncak untuk setiap senyawa yang dianalisis.luas area diukur secara otomatis oleh alat pengolah data. Uji kualitatif untuk komponen glukosa dan fruktosa dalam sampel dilakukan dengan

mencocokkan waktu retensi dari masing-masing puncak pada kromatogram sampel dengan waktu retensi senyawa standar. Untuk uji kuantitatif, luas area komponen-komponen yang dianalisis diplot ke dalam persamaan regresi linier (Ratnayani, 2008). Diagram skematik alat KCKT ditunjukkan oleh Gambar 10.



Gambar 10. Diagram skematik alat KCKT

Instrumentasi KCKT pada dasarnya terdiri atas:

a. Wadah fase gerak

   Wadah fase gerak harus dapat memuat fase gerak untuk KCKT dalam jumlah yang cukup untuk jalannya sistem secara terus menerus. Wadah fase gerak dapat dilengkapi dengan sistem degassing terhubung dengan alat KCKT serta saringan khusus untuk memisahkan fase gerak dari pengaruh lingkungan (Kazakevich dan Lobrutto, 2007).

b. Pompa

Pompa yang cocok digunakan untuk KCKT adalah pompa yang mempunyai syarat sebagaimana syarat pelarut yakni harus inert terhadap fase gerak. Bahan yang umum dipakai untuk pompa adalah gelas, baja tahan karat, teflon, dan batu nilam. Pompa yang digunakan sebaiknya mampu memberikan tekanan sampai 5000 psi dan mampu mengalirkan fase gerak dengan kecepatan alir 3 ml/menit (Gandjar dan Rohman, 2009).

c. Injektor

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

d. Kolom

Kolom merupakan jantung dari sistem kromatografi cair kinerja tinggi yang fungsinya adalah melakukan pemisahan analit dari campuran. Kolom adalah tempat dimana fase gerak berkontak dengan fase diam, membentuk suatu antarmuka dengan permukaan yang besar. Sebagian besar pengembangan kolom akhir-akhir ini dititik beratkan pada cara untuk meningkatkan kontak antar muka

e. Detektor

Suatu detektor dibutuhkan untuk mendeteksi adanya komponen cuplikan dalam aliran yang keluar dari kolom. Detektor-detektor yang baik memiliki sensitifitas yang tinggi, gangguan (noise) yang rendah, rentang respons linier yang luas, dan memberi tanggapan/respon untuk semua tipe

senyawa. Suatu kepekaan yang rendah terhadap aliran dan fluktuasi temperatur sangat diinginkan, tetapi tidak selalu dapat diperoleh.

f. Rekorder

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

III. METODOLOGI PERCOBAAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Preparasi katalis dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis FTIR dilakukan di Badan Tenaga Nuklir Nasional Serpong. Analisis XRD dilakukan di Universitas Islam Negeri Jakarta Syarif Hidayatullah. Analisis TEM dilakukan di Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia FMIPA UGM. Analisis PSA dilakukan di Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pasca Panen Pertanian Bogor. Analisis hasil uji aktivitas katalis dilakukan di Politeknik Akademi Kimia Analisis Bogor. Penelitian ini dilakukan dari Februari 2017 sampai Juni 2017.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah peralatan gelas, termometer, spatula, desikator, *Freezer* merek LG , pemutar pemanas bermagnet merek Stuart heat-stir CB162, Lampu UV merk solar glo, oven merek Fischer Scientific (SEA) Pie Ltd, neraca digital merek Kern ABT 220-4M, *furnace* merk Naberthem Lilienthal (Germany), ultrasonikasi merek Bandelin Sonorex Technik, *Freeze Dry* merek Modulyo D Freeze Dryer , reaktor fotokatalitik, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) merek SHIMADZU PRESTIGE 21, *Particle Size Analyzer* (PSA) merek FRITSCH

GmbH, *Transmission Electron Microscopy* (TEM) merek TEM JEOL JEM 1400, *X- ray Difraction* (XRD) Type Miniflex 600 Merek Rigaku. dan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) merek Waters Alliance 2695.

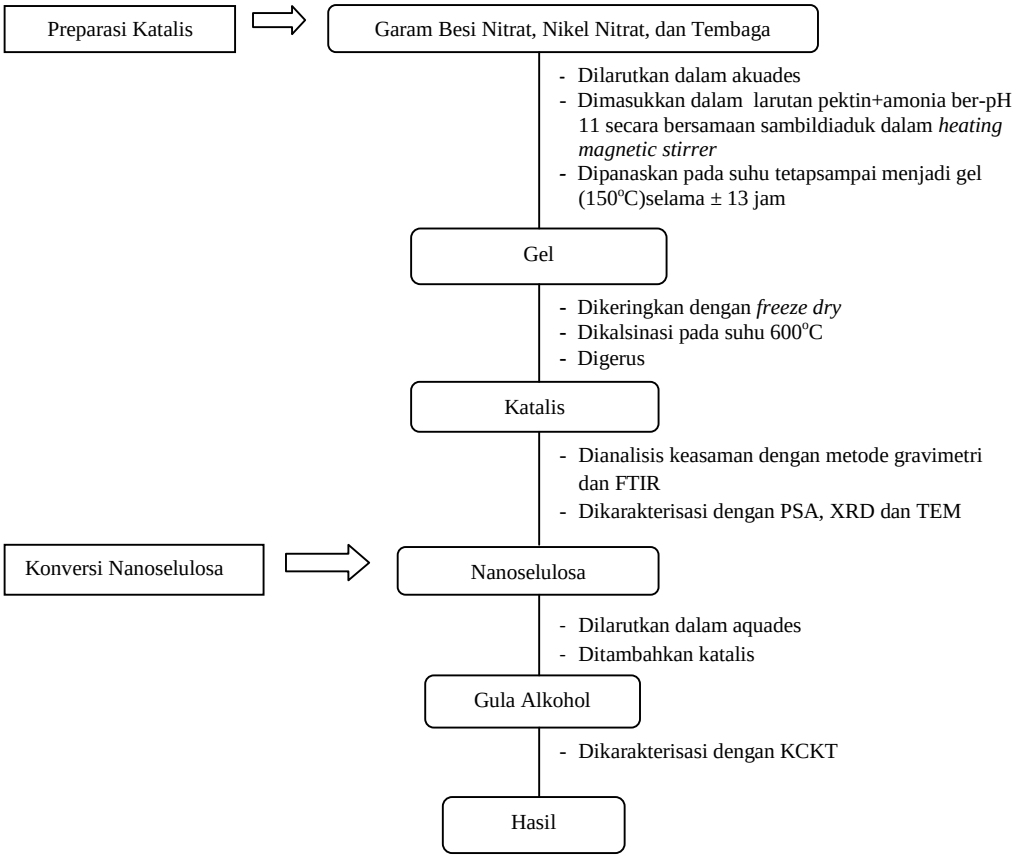
Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah serbuk pektin, pH indikator merk Suncare, $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ (Merck, 99%), $Fe(NO_3)_3.9H_2O$ (Merck, 99%), $Cu(NO_3)_2.3H_2O$ (Merck, 99%), piridin C_5H_5N (J.T Baker), NH_3 (Merck, 99%), gas hidrogen, nanoselulosa (Widiarto *et al*., 2017), dan aquades.

C. Prosedur Kerja

Penelitian ini akan dilakukan dalam beberapa tahap yaitu pembuatan nanokatalis dan karakterisasi nanokatalis, serta uji aktivitas dalam reaksi konversi selulosa.

1. Skema Penelitian

Pada penelitian ini langkah-langkah penelitian mengacu pada diagram alir yang ditunjukkan pada Gambar 11.



Gambar 11. Skema Penelitian

2. Pembuatan Nanokatalis

a. Metode Sol-Gel

Untuk preparasi nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dilakukan dengan melarutkan 8 gram bubuk pektin ke dalam 400 mL akuades selama 3 jam. Larutan tersebut diaduk menggunakan magnetik stirer pada temperatur ruang sampai diperoleh larutan pektin yang homogen (± 3 jam). Sebanyak 40 mL NH_3 ditambahkan kedalam larutan tersebut untuk menjaga pH larutan pektin dalam keadaan basa. Kemudian ke dalam larutan tersebut ditambahkan tetes demi tetes secara perlahan sebanyak 14 mL larutan yang mengandung 0,2436 gram

$Ni(NO_3)_2.6H_2O$, 400 mL larutan yang mengandung 6,7658 gram $Fe(NO_3)_3.9H_2O$ dan 151 mL larutan yang mengandung 1,8214 gram $Cu(NO_3)_2.3H_2O$ yang dilarutkan dalam aquades dengan menggunakan *heating magnetic stirrer* pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Selanjutnya sistem larutan dipanaskan pada suhu 80^oC untuk menghilangkan amoniak dan air sampai terbentuk gel.

b. Freeze Dry

Gel yang didapatkan selanjutnya di *frezee dry* untuk menghilangkan molekul air sampai terbentuk serbuk kering. Penggunaan metode freeze dry ini dilakukan untuk menghilangkan air hidrat dalam rongga bahan katalis tanpa merusak struktur jaringan yang telah terbentuk dari bahan tersebut. Kemudian hasil freeze-dry digerus menggunakan mortar akik sampai menjadi serbuk.

c. Kalsinasi

Serbuk kering hasil freeze-dry dibagi menjadi 2 ke dalam cawan penguap dengan bobot yang sama untuk kemudian dikalsinasi secara bertahap sampai suhu 600^oC dengan laju temperatur 2^oC /menit. Pada proses tahapan kalsinasi kenaikan suhu awal 30^oC sampai suhu 120^oC menjadi permulaan perubahan mekanik pada sampel katalis. Tahap pertama katalis ditahan selama 2 jam pada suhu 120^oC, pada tahap ini air yang terkandung dalam katalis terdorong keluar akibat pemanasan. Lalu tahap kedua katalis ditahan pada suhu 350^oC yang mulai terjadi perubahan mekanik yang signifikan pada sampel dimana

terjadi perubahan fasa pada logam katalis. Setelah itu dinaikkan suhu sampai 600^{o}C yang ditahan selama 2 jam agar dicapai pembentukan fasa kristalin yang diharapkan. Selanjutnya, sampel didiamkan sampai mencapai suhu ruang. Katalis tersebut digerus hingga halus menggunakan mortar akik, ditimbang dan dilanjutkan untuk uji karakterisasi nanokatalis.

3. Karakterisasi Nanokatalis

a. Analisis Struktur Katalis

Analisis struktur kristal nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinarX (XRD). Prosedur analisis ini disesuaikan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Maiti *et al.* (1973). Analisis XRD dilakukan menggunakan radiasi CuK_{α} (1,5425 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA akan dipantulkan dengan membentuk sudut difraksi (2θ) dalam rentang 10 – 80^{o}, dengan *scan step size* 0,02^{o}/menit sebagai dasar pembentuk dari grafik difraktogram. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar *file data* yang terdapat dalam program *Crystalimpact* MACTH! dengan *database Crystallography Open Database* (*COD*) 20150107 yang mengacu pada *International Center For Diffraction Data* (*ICDD*) (Putz *et al*., 2001). Ukuran partikel dihitung menggunakan rumus pada persamaan 2.3.

b. Analisis Keasaman Katalis

Penentuan jumlah situs asam pada nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dilakukan dengan metode gravimetri melalui kemisorpsi basa piridin. Desikator

divakum selama 2-3 jam untuk menghilangkan udara yang ada di dalamnya. Sebanyak 0,1008 gram material dimasukkan ke dalam wadah dan diletakkan ke dalam desikator bersama basa piridin. Desikator ditutup selama 24 jam, sampel dikeluarkan dan dibiarkan selama 2 jam di tempat terbuka. Selanjutnya ditimbang dan ditentukan keasamannya dengan rumus pada persamaan 2.1. Serbuk katalis hasil dari metode gravimetri selanjutnya dilakukan penentuan jenis situs asam Bronsted-Lowry dan situs asam Lewis menggunakan FTIR. Sampel katalis 20 mg dicampur dengan 100 mg KBr. Kemudian sampel yang sudah dicampur dengan KBr dibentuk menjadi pelet dalam tekanan hidrolik. Lalu sampel diukur dengan menggunakan FTIR pada daerah bilangan gelombang 1200 – 2100 cm^{-1} (Rodiansono *et al*., 2007).

c. Analisis Distribusi Ukuran Partikel Katalis

Penentuan distribusi ukuran partikel nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dilakukan menggunakan instrumentasi PSA. Karakterisasi biasanya dilakukan dengan pengukuran *wet dispersion unit.* Metode ini memanfaatkan air atau aliran air untuk melarutkan partikel. 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).

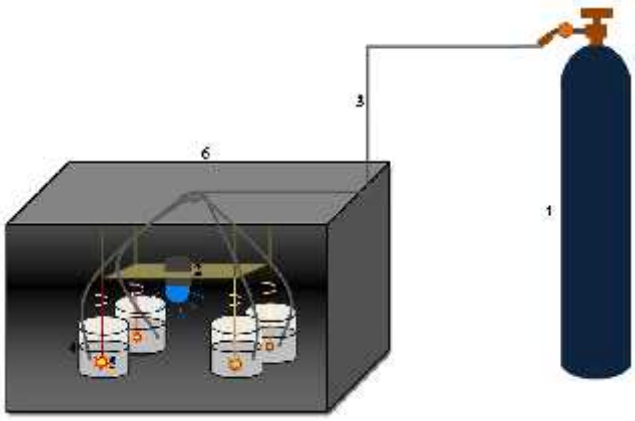
d. Analisis Morfologi Katalis

Penentuan morfologi nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dilakukan menggunakan instrumentasi TEM. Sampel katalis dipersiapkan sampai ketebalan 20 µm. Kemudian sampel ditembak dengan ion Argon sampai berlubang. Selanjutnya

berkas yang menembus sampel akan dibaca oleh detektor kemudian data diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

4. Uji Aktifitas Fotokatalitik

Uji aktifitas dilakukan untuk nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dengan reaksi fotokatalitik yaitu konversi selulosa menjadi gula alkohol. Reaksi fotokatalitik dilakukan dengan melarutkan sebanyak 0,5 gram nanoselulosa dalam 100 ml aquades kemudian diultrasonik selama 30 menit. Selanjutnya larutan di pindahkan dalam gelas beaker dan diaduk dengan pengaduk. Setelah itu dimasukkan nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ sebanyak 0,1 gram. Kemudian larutan dialirkan gas hidrogen dengan variasi waktu penyinaran 30 menit, 45 menit, dan 60 menit. Hasil dari reaksi selanjutnya di analisis menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).



Gambar 12. Proses konversi selulosa dengan irradiasi sinar UV

Keterangan:

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

5. Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Hasil dari uji aktivitas yaitu konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol selanjutnya akan dianalisis menggunakan KCKT. Pada alat KCKT digunakan kolom SCR 101 P dengan fase gerak akuades serta detektor indeks refraksi. Kemudian ditentukan laju alirnya 0,6 mL/menit dengan suhu kolom 80^{o}C.

Larutan sorbitol, mannitol dan xylitol diinjeksikan masing-masing sebanyak 20 µl ke dalam aliran fase gerak akuades. Larutan tersebut dialirkan melalui kolom ke detektor dengan bantuan pompa. Di dalam kolom terjadi pemisahan-pemisahan komponen karena terjadi perbedaan kekuatan interaksi antara solut-solut terhadap fase diam. Kemudian setiap komponen campuran yang keluar kolom akan dideteksi oleh detektor yang selanjutnya direkam dalam bentuk kromatogram. Lalu dari setiap sampel (30, 45, dan 60 menit) diinjeksikan ke dalam aliran fase gerak melalui kolom ke detektor dengan bantuan pompa. Kemudian setiap komponen campuran yang keluar kolom akan dideteksi oleh detektor yang selanjutnya direkam dalam bentuk kromatogram. Waktu retensi untuk masing-masing komponen dicatat dan dicocokan dengan waktu retensi larutan standar.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

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

1. Penelitian ini dapat menghasilkan katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dengan ukuran partikel skala nano dengan metode sol gel-*freezedry* menggunakan pektin sebagai agen pengemulsi.
2. Hasil analisis XRD menunjukan terbentuknya struktur katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dengan fase kristalin $NiFe_2O_4$ (JCPDS 89-4927) dan $CuFe_2O_4$ (JCPDS 25-0283) sebagai fase mayor serta Fe_3O_4 (JCPDS 79-0417) dan CuO (JCPDS 48-1548) sebagai fase minor.
3. Katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dengan suhu kalsinasi 600^oC memperlihatkan pita serapan yang menunjukkan jenis situs asam Lewis dan memiliki jumlah situs asam yaitu 2,295 mmol piridin/g katalis.
4. Hasil analisis TEM dari nanokatalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ memiliki morfologi permukaan yang terdistribusi secara merata dan masih sedikit terjadi aglomerasi dengan ukuran rata-rata partikel 21,74 nm.

5. Katalis $Ni_{0,1}Cu_{0,9}Fe_2O_4$ dengan suhu kalsinasi 600^oC aktif dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi gula akohol berupa sorbitol dan mannitol.

B. SARAN

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

1. Menggunakan agen pengemulsi lainnya pada preparasi nanokatalis.
2. Melakukan analisis panjang energi untuk mengetahui energi yang dibutuhkan untuk mempromosikan elektron dari pita valensi ke pita konduksi.
3. Melakukan uji fotokatalitik dengan mengoptimalkan aliran gas H_2 pada saat konversi berlangsung agar hasil konversi yang didapatkan lebih optimal.

DAFTAR PUSTAKA

Abdullah. M., Lenggoro I. W., Xia Bi, and Okuyama. K., (2005), Novel Processing for Softly Agglomerated Luminescent Y_2O_3: Nanoparticles Using Polymeric Precursor. *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 113(1): 97-100.

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

Akmalludin dan Kurniawan, Arie. 2005. Pembuatan Pektin dari Kulit Coklat dengan Cara Ekstraksi. *Skripsi.* Fakultas Teknik Kimia, Universitas Diponogoro. Semarang. 45-51.

Alagarasi, A. 2011.Introduction to nanomaterials.National Centre for Catalysis 166 Research (NCCR) internal bulletin (Unpublished). Chennai, India. Available online at:http://www.nccr.iitm.ac.in/2011.pdf

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

Alphonse., Pierre., Varghese., Aneesha., Tendero., Claire. 2010. Stable Hydrosols for TiO_2 Coatings. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 56: 250-263. ISSN 0928-0707.

Amand, L. A. and C. J. Tullin. 1999. *The Theory Behind FTIR Analysis: Application Examples From Measurement at the 12 MW Circulating Fluidized Bed Boiler at Chalmers.* Dept. of Energy Conversion Chalmers University of Technology. Gitenborg, Sweden. 1–15.

Anderson, B. Robert and Peter, T. Dawson.1976. Experimental Methods In Catalytic Reseach. Vol. II. Academic Press. New York. *Angewandte Chemie International Edition* 2007. 46: 4547-4549.

Arup, Mandal. 2011. Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization. Carbohydrate Polymers. 86: 1291-1299.

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

Ayyad, O.D . 2011 . Novel Strategies The Synthesis of Metal Nanoparticle and Nanostructure. *Thesis*. Universitas de Barcelona. Barcelona. 67-76.

Bar, A. 1991.Xylitol. In Nabors, L. O. and Gelardi, R.C. Alternative Sweetener. Ed. 2nd Edition.N.Y., Basel. Hong-Kong. Marcel Dekker Inc. 349–379.

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

Bermejo E.,T. Dantas, C. Lacourand M.Quarton. 1995. Mechanism of Formation of Nanocrystalline Hematite Prepared by Freeze-drying. *Materials Research Bulletin*. 30: 645–652.

Burch,R., J.P. Breen and F.C. Meunier. 2002. A Review Of The Selective Reduction Of NO_X With Hydrocarbons Under Lean-Burn Conditions With Non-Zeolitic Oxide And Platinum Group Metal Catalysts. *Applied Catalysis A: General*. 39: 283–303.

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

Chitraningrum, N. 2008. Sifat Mekanik dan Termal pada Bahan Nanokomposit Epoxy-clay Tapanuli. Skripsi. Departemen Fisika. FMIPA. UI. Depok. 23-27.

Chorkendroff, I. and J. W. Niemantsverdriet. 2003. Concept of Modern Catalysis and Kinetics. Wiley-VCH GmbH & Co. New York. 1: 2-4.

De Lux Putra, E. 2007. Dasar-dasar Kromatografi Gas & Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. Fakultas Farmasi USU-Medan. 88-91.

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

Duguet, E. 2000. Introduction to Hybrid Organic-Inorganic Materials. University Bordeaoux. 12–15.

Ferdiansyah, A. H., 2009. Aplikasi Lapisan Tipis Titanium Dioksida (TiO_2) sebagai Agen Pembersih Mandiri pada Panel Kaca Bangunan. Teknik Metalurgi dan Material. Universitas Indonesia. Depok. 36-43.

Fessenden, R.J. and Fessenden, J.S. 1982. Organic Chemistry. Third Edition. University of Montana California 940 Massachuset. USA. 436-438.

Fujita, M. and H. Harada. 1991. Ultrastructure and formation of wood cell wall. D.N.S. Hon and N. Shiraishi (Ed.). Wood and Cellulosic Chemistry. Marcel Dekker, Inc., New York. 3–57.

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

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

Goldberg, I. 1994. *Functional Foods. Chapmann*. New York. 37–219.

Hadiyawarman, Agus Rijal, Bebeh W. Nuryadin, Mikrajuddin. Abdullah, dan Khairurrijal. 2008. Fabrikasi Material Nanokomposit Superkuat, Ringan dan Transparan Menggunakan Metode Simple Mixing. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. 1(1): 14-21.

Hansen, T. S., A. Boisen, J. M. Woodley, S. Pedersen and A. Riisager. 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.

Hegedus, L.L., Aris, R., Bell, A.T., Boudart, M., Chen, N.Y., Gates, B.C., Haag, W.O., Somorjai, G.A., Wei, J. 1987. Catalytic Design, John Willey & Sons Inc., Canada. 54-61.

Helbert W., Cavaille J. Y., Dufresne A. 1996. *Thermoplatic Nanocomposites Filled with Wheat Starw Cellulose Whiskers. Part 1 : Processing and Mechanical behavior.* Polymer Composites. 17(4): 604-611.

Hu, Shuwen and X. Qiu. 2013. “Smart” Materials Based on Cellulose: A Review of The Preparations, Properties, and Applications. *Materials Research Bulletin*. 6: 738–781.

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

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

Isdin O. 2010. Nanoscience in nature: cellulose nanocrystals. *Study Undergraduate Reseachers at Guelph*. 3(2): 77-80.

Ismunandar. 2006. Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya. Penerbit ITB. Bandung. Indonesia. 8–23.

Israel, E Wachs. 1995. Infrared Spectroscopy of Supported Metal Oxide Catalysts. *Physicochemical and Engineering Aspects*. 105: 143-149.

Jahanshahi dan Babaei. 2008. Protein Nanoparticle: A Unique System as Drug Delivery Vehicles. *Journal of Biotechnology*. 7: 4926-4934.

Ji, N., T. Zhang, M. Zheng, A. Wang, H. Wang, X. Wang and J. G. Chen. 2008. Direct Catayitic Convertion of Cellulose into Ethylene Glycol using Nickel-Promoted Tungsten Carbide Catalysts. *Angewandte Chemie International Edition.* 47(44): 8510–8513.

Kanade K.G et al. 2006. Effect Of Solvents On The Synthesis Of Nano-Size Seng Oxide And Its Properties. *Materials Research Bulletin*. 41: 590-600.

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

Kazakevich, Y., dan R. Lo Brutto. 2007. Method Validation. In: LoBrutto, R., dan T. Patel., Editors. HPLC for Pharmaceutical Scentists. New Jersey: Jhon Wiley & Sons, Inc. 455.

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.

Kirk, R.E. and Othmer, D. F., 1980, Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd . John Wiley and Sons, New York. 62-75.

Klemm, D. 1998. *Comprehensive Cellulose Chemistry*. New York: Wiley-VCH. 1: 1-5.

Kosela, S. 2010. Cara Mudah dan Sederhana Penentuan Struktur Molekul Berdasarkan Spektra Data (NMR, Mass, IR, UV). Penerbit Lembaga FE UI. Jakarta. Indonesia. 179.

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

Labconco. 1996. *Manual Book of Freeze Dry*. USA. 1.

Lambert, C. K., and R. D Gonzales. 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.

Latununuwe, Andhy. S, Patricia. L, Yulkifli, Toto. W, Sukirno. 2008. Bipolar Penumbuhan Nano-katalis Co-Fe Dengan Metode Sputtering. 31-45.

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

Liapis A.I. and R. Bruttini. 1994. A Theory four The Primary Secondary Drying Stages of The Freeze-drying of Pharmaceutical Crystalline and Amorphous Solutes: Comparison between Experimental Data and Theory. *Internasional Journal of Heat and Mass Transfer.* 48: 1675-1687.

Li, G., 2005. FT-IR Studies of Zeolite Material : Characterization and Evironmental Applications, Dissertation, Mathematic and Natural Science Faculty, University of Iowa, Iowa. 36-49.

Li, J., Wei, X., Wang, Q. 2012. Homogeneous isolation of nanocellulose from sugarcare bagasse by high pressure homogenization. Carbohydrate Polmers. 90(4): 1069-1613.

Lin, L., J. Zhuang, L. Peng, B. Zhang and Y. Gong. 2010. Catalytic Conversion of Cellulose to Levulinic Acid by Metal Chlorides. Molecules. 15: 5258-5272.

Liqun M., Qinglin., Hongxin D. and Zhang Z. 2005. Synthesis of Nano Crystalline TiO_2 With High Photoactivity and Large Specific Surface Area By Sol-Gel Method. *Materials Research Bulletin*. 40: 201-208.

Loelovich,M. 2012. Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. Nanocrystals and Nanotechnology. 2(2) 9-13.

Luo, C., Wang, S., and Liu H C. 2007. Cellulose Conversion into Polyols Catalyzed by Reversibly Formed Acids and Supported Ruthenium Clusters in Hot Water. *Angewandte Chemie International Edition*. 46: 7636-7639.

Maensiri, S., C. Masing boon, B. Bonochom and S. Seraphin. 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., S. K. Sadrnezhaad, and D. Hosseini. 2008. NiO Nanoparticles Synthesis by Chemical Precipitation and Effect of Applied Surfactant on Distribution of Particle Size. *Hindawi Publishing Corporation. Journal of Nanomaterials*. 2008 (2008): 4 .

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

Marhusari, R. 2009. Bentonit Terpilar TiO_2 sebagai Katalis Sembuatan Hidrogen dalam Pelarut Air pada Hidrogenasi Glukosa menjadi Sorbitol dengan Katalis Nikel. (Skripsi tidak diterbitkan). Universitas Sumatera Utara. Medan. 5-9.

Mathur, N.K. and V. Mathur. 2001. *Chemical Weekly*. July Edition. 155.

Mohanraj, U. J., Chen, Y. 2006. Nanoparticles – A Review. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research.* 5(1): 561-573.

Nasikin, M. dan Susanto, B.H. 2010. Katalisis Heterogen. Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta. 12-52.

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

Pasquini D, Teixeira EM, Curvelo AAS, Belgacem MN, Dufresne A. 2010. Extraction of cellulose whiskers from cassava bagasse and their applications as reinforcing agent in natural rubber. Ind Crop Prod. 32: 486-490.

Peng, B. L., Dhar, N., Liu H.L., K. C. Tam. 2011. Chemistry Applications of Nanocrystalline Cellulose and Its derivate : A Nanotechnology Perspective. Matter Lett. 61: 5050-5052.

Peng, L., L. Lin, J. Zhang, J. Zhuang, Z. Beixiao and Y. Gong. 2010. Catalytic Conversion of Cellulose to Levulinic Acid by Metal Chlorides. *Molecules.* 15(8): 5258-5272.

Pinjari, Pandit. 2010. "Cavitation Milling of Natural Cellulose to Nanofibrils." *Journal of Ultrasonics Nanochemistry*. 17: 845-852.

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

Poinern, G.E.J., Gosh, M.K., Ng, Issa, T.B., Anand, S., Singh, P. 2011. Defluoridation Behavior of Nanostructured Hydroxyapatite Synhrsized Through an Ultrasonic and Microwave Combined Technique. *Journal of Hazardous Material*. 185: 29-37.

Puttipat, N., Payormhorm, J., Chiarkorn, S., Laosiripojana, N., and Chuangcote, S. 2014. Conversion of Sugar to Organik Acids Using TiO_2 Photocatalysts Synthesized By Hydrothermal Procces, 3rd *Internasional Conference on Environment Energy and Biotechnology*, IPCBEE. 70: 119-122.

R. Rinaldi., N. Meine, J. Stein, R. Palkovits, F. Schüth, 2010. Which Controls the Depolymerization of Cellulose in Ionic Liquids: The Solid Acid Catalyst or Cellulose. *Chemical Sustainable Chemistry*. 3: 266-276.

Rahaman, M. N. 1995. *Ceramics Processing and Sintering*. Departement of Ceramics. M. Dekker. 214-219.

Ratnayani, K. dan A. S. Dwi. 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. 1-8.

Reddy, N. and Yang, Y. 2009. Properties and Potential Applications of Natural Cellulose Fibers from The Bark of Cotton Stalks. *Bioresource Technology*. 100: 3563-3569.

Richardson, T. James. 1989. Principles of Catalyst Development. Plenum Press. New York. 171.

Rieke, R.D., Thakur, D., Roberts, B., and White, T., 1997, Fatty Methyl Ester Hydrogenation to Fatty Alcohol Part II: Process Issues. *Journal of The American Oil Chemists Society.* 74(4): 342-345.

Rodiansono, W 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.

Sadeghifar, H.; Ilari, F.; Sarah, P. C.; Dermot F. B.; Dimitris S. A. 2011. Production of Cellulose Nanocrystals Using Hydrobromic Acid and Click Reactions on their Surface. Springer. *Journal Material Science*. 46: 7344-7355.

Satterfield, C.N., 1980, *Heterogenous Catalysis in Practices*, New York: McGraw-Hill Book Co. 2: 471-523.

Seddigi, Z. S. 2003. Acidic Properties of HZSM-5 Using Acetonylacet one, TPD Ammonia, and FTIR of Adsorbed Pyridine. *The Arabian Journal for Science and Engineering*. 27: 149–156.

Sietsma, J. R. A., J. D. Meeldijk, J. P. den Breejen, M. Versluijs-Helder, A. J. van Dillen, P. E. de Jongh, and K. P. de Jong. 2007. The Preparation of Supported NiO and Co_3O_4 Nanoparticles by the Nitric Oxide Controlled Thermal Decomposition of Nitrates. *Angewandte Chemie International Edition*. 46: 4547-4549.

Silverstein, R., Webster, F., Kiemle, D. 2005. Spectrometric Identification of Organic Compous *7th Ed*. State University of New York. 52-64.

Skadan, G. and Singhal, A., 2006. Perpectives on The Science and Technology of Nanoparticle Sinthesis, *Nanomaterials Handbook*. Taylor and Francis Group. 11.

Slamet, Bismo, S. dan Rita, A., 2007, "Modifikasi Zeolit Alam dan Karbon Aktif dengan TiO2 serta Aplikasinya sebagai Bahan Adsorben dan Fotokatalis untuk Degradasi Polutan Organik", *Laporan Penelitian Hibah Bersaing*, Universitas Indonesia. 25-32.

Slamet, Riyadi dan Danumulyo W., 2003, Pengolahan Limbah Logam Berat Chromium (VI) Dengan Fotokatalis TiO_2, Departemen Teknik Gas dan Petrokimia, Universitas Indonesia, Depok, Jakarta. 34-37.

Socrates, G. 1994. Infrared Characteristic Group Frequencies. England: The University of West London. 36-45.

Soderlind, F. 2008. Colloidal Synthesis of Metal Oxide Nanocrystals and Thin Films. Dissertation. Linkoping. Sweden. Linkoping University. 51-56.

Solechudin dan Wibisono. 2002. *Buku kerja praktek*. PT Kertas Lecces Persero, Probolinggo. 24-32.

Tanabe, K., 1981. Solid Acid and Base Catalyst in Catalysis Science and Technology. John R. Anderson and Michael Boudart. *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.

Towle, G. A. and O. Christensen. 1973. *Pectin*. Di dalam R.L Whistler (ed.). Industrial Gum. Academic Press. New York. 35-42.

Wang, Y., W. Deng, B. Wang, Q. Zhang, X. Wan, Z. Tang, Y. Wang, C. Zhu, Z. Cao, G. Wang and H. Wan. 2013. *Chemical Synthesis of Lactic Acid from Cellulose Catalysed by Lead (II) Ions in Water*.Nature Communications. 4: 2141.

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

Widiarto, S., Yuwono, S D., Rochliadi., Arcana, I M. 2017. Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose from Agro-industrial Waste–Cassava Peel. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 176: 1-6.

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

Zhang ,Tao., M. Zheng, J. Pang and A.Wang. 2014. One Pot Catalytic Conversion of Cellulose to Ethylene Glycol and Other Chemicals: From Fundamental Discovery to Potential Commercialization. *Chinese Journal of Catalysis*. 35: 602-613.

Zhang, T., Ding N. L., Wang Q., Zheng. M. Y.2010. Selective Transformation of Cellulose into Sorbitol by Using a Bifunctional Nickel Phosphide Catalyst. *Chemical Sustainable Chemistry*. 3: 818-821.

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