

**KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL
MENGUNAKAN NANOKOMPOSIT $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ YANG DIIRADIASI
SINAR UV**

(Skripsi)

Oleh

Dewi Rumondang



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

ABSTRAK

KONVERSI NANOSSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL MENGUNAKAN NANOKOMPOSIT $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ YANG DIIRADIASI SINAR UV

Oleh

DEWI RUMONDANG

Konversi Nanoselulosa menjadi gula alkohol membutuhkan sebuah katalis pada proses reaksi kimianya, maka dalam penelitian ini digunakan katalis berbahan dasar senyawa nikel ferit dalam ukuran nanometer. Pada penelitian ini, nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ telah dipreparasi menggunakan pengemulsi pektin, kombinasi metode sol-gel dan pengeringan beku dilanjutkan dengan kalsinasi pada temperatur 600°C . Analisis keasaman dengan metode gravimetri pada nanokatalis, didapatkan keasamannya sebesar 12,30 mmol piridin/gram. Analisis situs asam menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) menunjukkan situs asam Lewis lebih dominan. Hasil analisis *X-ray diffraction* (XRD) menyatakan bahwa nanokatalis terdiri dari beberapa fasa yakni NiFe_2O_4 dan CuFe_2O_4 sebagai fasa mayor, dan NiO sebagai fasa minor. Hasil analisis morfologi katalis dengan metode *Transmission Electron Microscopy* (TEM) menunjukkan adanya struktur spinel dalam ukuran sebaran partikel sebesar 25-35 nm. Uji konversi nanoselulosa dengan sinar UV pada perbandingan waktu 30, 45, dan 60 menit disertai aliran gas H_2 50 mL/menit dan uji Fehling mengindikasikan adanya gula pereduksi disetiap perbandingan waktu. Analisis hasil konversi nanoselulosa menggunakan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) dengan kadar terbesar terjadi pada reaksi dengan lama irradiasi sinar UV 60 menit dan rendemen sorbitol sebesar 2,5 %. Persen konversi terbesar pada variasi waktu penyinaran 60 menit dengan sinar UV 125 Watt sebesar 18%.

Kata Kunci: Nanokatalis, nanoselulosa, konversi, XRD, FTIR, TEM, HPLC,
Sinar UV

ABSTRACT

NANOCELLULOSE CONVERSION INTO ALCOHOL SUGAR USING NANOCOMPOSITE $\text{Ni}_{0.9}\text{Cu}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ IRRADIATED BY UV-LIGHT

By

DEWI RUMONDANG

Nanocellulose conversion into alcohol sugar needs a catalyst for chemistry reaction process, therefore this research used based catalyst nickel ferrit in nanometer size. In this research, $\text{Ni}_{0.9}\text{Cu}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ catalyst had already been prepared using pectin as an emulsifying agent combination sol-gel method and freeze-drying catalyst followed by calcination at temperature 600 °C. Acidity analyst by gravimetry method, resulted that nanocatalyst $\text{Ni}_{0.9}\text{Cu}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ calcinated at temperature 600 °C have acidity 12.30 mmol pyridine/gram. Acid type analysis used Fourier Transform Infra Red (FTIR) revealed the Lewis acid are dominant. Analysis catalyst output by X-ray diffraction (XRD) stated that nanocatalyst consist of various crystal phase, they are NiFe_2O_4 and CuFe_2O_4 as mayor phase and NiO as minor. Analysis catalyst output by Transmission Electron Microscop (TEM) showed that the existence spinel structure in size particle distribution is 25-35 nm. Nanocellulose conversion test by UV-light in various time frame 30,45, and 60 minutes with flow H_2 gas 50 mL/minute and fehling test indicated being reduce sugar at the sample each time ratio. Analysis yield of nanocellulose conversion using High Performance Liquid Chromatography (HPLC) with the most content in reaction at 60 minute long irradiation of UV-light and the yield of sorbitol around 2.5%. The highest conversion percentage 18% at 60 minute time ratio radiation by UV-light 125 watt.

Keys: nanocatalyst, nanocellulose, conversion, XRD, FTIR, TEM, HPLC, UV-light

**KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA ALKOHOL
MENGUNAKAN NANOKOMPOSIT $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ YANG DIIRADIASI
SINAR UV**

Oleh

Dewi Rumondang

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017**

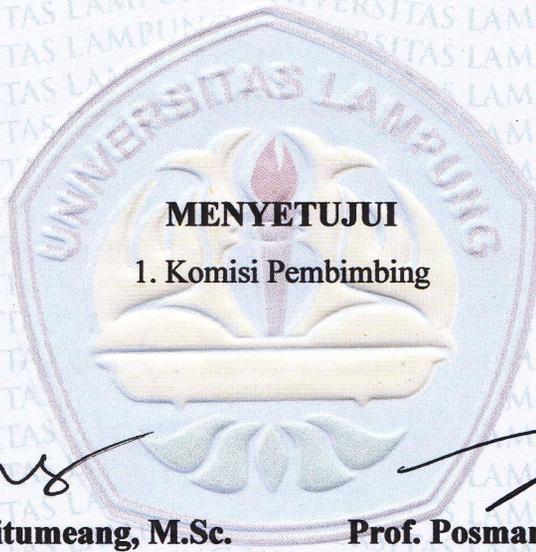
Judul Skripsi : **KONVERSI NANOSELULOSA MENJADI GULA
ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT
Ni_{0,9}Cu_{0,1}Fe₂O₄ YANG DIIRADIASI SINAR UV**

Nama Mahasiswa : **Dewi Rumondang**

No. Pokok Mahasiswa : 1317011013

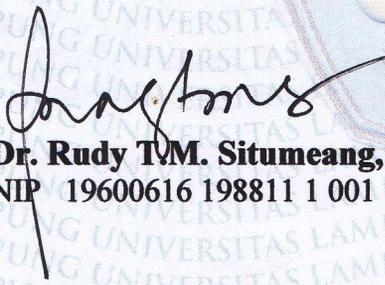
Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



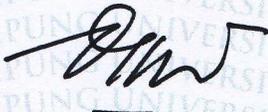
MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing


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


Prof. Posman Manurung, Ph.D.
NIP 19590308 199103 1 001

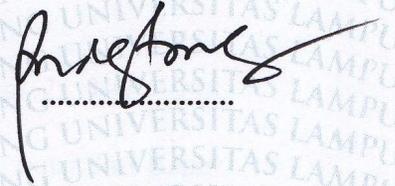
2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA


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

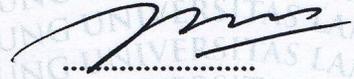
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

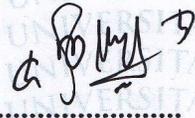
Ketua : Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.



Sekretaris : Prof. Posman Manurung, Ph.D.



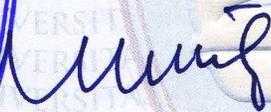
**Penguji
Bukan Pembimbing : Dr. Mita Rilyanti, M.Si.**



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 : 27 September 2017

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Jakarta pada tanggal 25 Juni 1995, sebagai anak pertama dari dua bersaudara, putri dari Bapak Odjak Silalahi dan Ibu Nelly Rosida Situmorang.

Jenjang pendidikan diawali dari Sekolah Dasar (SD) di St. Fransiskus III, Kampung Ambon, Jakarta Timur yang diselesaikan pada tahun 2007. Kemudian Penulis melanjutkan Sekolah Menengah Pertama di SMP.St. Fransiskus II, Kampung Ambon, Jakarta Timur diselesaikan pada tahun 2010, dan Sekolah Menengah Atas di SMAN 31 Jakarta diselesaikan pada tahun 2013. Tahun 2013, Penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung jalur SBMPTN (Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri).

Pada tahun 2016, Penulis telah melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) selama 40 hari di Desa Sidomulyo Kab. Lampung Selatan dan telah menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) yang berjudul Preparasi Dan Karakterisasi Nanokatalis Logam $\text{Ni}_{0,9}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$ Dengan Metode Sol-Gel di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung. Selama menjadi mahasiswa penulis pernah menjadi pengurus Persekutuan Oikumene Mahasiswa MIPA (POM MIPA) di bidang Sie. Kelompok Kecil dan sebagai Tim

Pendamping dan Pembina Mahasiswa (TPPM) pada tahun 2015-2016 dan 2016-2017. Penulis juga pernah menjadi asisten praktikum Kimia Fisik untuk mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Unila pada tahun 2016. Penulis pernah menjadi panitia dalam acara Kamp Mahasiswa Sumatera Bagian Selatan yang diselenggarakan oleh Perkantas sebagai Sie. Humas pada tahun 2017.

Pengalaman organisasi dimulai sebagai Kader Muda Himpunan Mahasiswa Kimia (KAMI) FMIPA Unila periode 2013-2014, sebagai anggota bidang Sains dan Penalaran Ilmu Kimia Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) FMIPA Unila periode 2013-2014 dan periode 2014-2015. Pada tahun 2016 penulis melakukan penelitian di laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Kupersembahkan karyaku ini sebagai tanda kasih, cinta, pengabdian, serta bentuk pelayananku

Kepada

Tuhan Yesus Kristus, yang selalu memberikan kasih karunia, kesabaran, dan kemampuan selama perkuliahan, penelitian dan sampai karya ini tuntas selesai. Dia yang layak menerima hasil karyaku ini atas anugerah yang diberikan-Nya kepada ku.

Kedua Orangtuaku, yang selalu menjadi sumber semangat dan motivasi dalam pelaksanaan karya ini, yang juga selalu memberikan doa, dukungan tiada henti, serta bantuannya selama ini.

Adik dan sanak saudara terdekat, yang selalu mendukung perkuliahanku baik dalam dana, dukungan, dan doa selama ini hingga karya ini dapat terselesaikan.

Sahabat dan teman-teman, yang selalu hadir membantu, memberi semangat, dan berjuang bersama selama ini sampai karya ini selesai.

Dan Almamater Tercinta

MOTTO

“Apapun juga yang kamu perbuat, perbuatlah dengan segenap hatimu seperti untuk Tuhan dan bukan untuk manusia.”

Kolose 3:23

Keep pressing forward. One day, you will look back
and say with confidence,
“**This is why God put me here**”.

What **God** is preparing you for is worth the wait.

“Dan apa saja yang kamu minta dalam doa dengan penuh kepercayaan, kamu akan menerimanya.”

Matius 21:22

SANWACANA

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Tuhan yang Maha Esa, Tuhan Yesus Kristus yang maha baik dan maha penyayang yang telah memberikan anugerah-Nya yang sungguh besar sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

Skripsi yang berjudul “**Konversi Nanoselulosa Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokomposit $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang Diiradiasi Sinar UV**” adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih dan penghargaan kepada:

1. Prof. Warsito, Ph.D. selaku dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
2. Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Unila dan seluruh Bapak/Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila.
3. Bapak Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc., selaku pembimbing utama penelitian sekaligus Pembimbing Akademik (PA) yang telah banyak memberikan ilmu pengetahuan, bimbingan, arahan, bantuan, keceriaan, saran dan kritik kepada Penulis dalam proses penyelesaian skripsi ini.

4. Bapak Prof. Posman Manurung, Ph.D., selaku pembimbing dua penelitian.
Terimakasih atas bimbingan, arahan, saran dan dukungan yang telah diberikan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si., selaku pembahas atas kesediaan memberikan perhatian, arahan, koreksi, saran dan kritik yang sangat membantu Penulis.
6. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah mendidik dan memberikan ilmu pengetahuan kepada penulis.
7. Teruntuk Mbak Liza selaku laboran di laboratorium Anorganik-Fisik,
terimakasih atas bantuan, canda, dan tawa kepada penulis selama mengerjakan skripsi ini.
8. Bapak Odjak Silalahi dan Ibu Nelly Rosida Situmorang selaku kedua orang tuaku yang telah membesarkan, merawat, dan mendidik Penulis dengan sabar dan kasih sayang, serta adik satu-satunya Daniella Sara Tiorida Silalahi yang telah memberikan motivasi, doa, semangat, dan dukungan kepada penulis,
Tuhan Yesus beserta keluarga kita.
9. Teruntuk semua sanak saudara dari keluarga besar Silalahi dan Situmorang.
Terimakasih atas doa, perhatian, dukungan, dan bantuan dana yang telah diberikan, semoga Tuhan Yesus yang selalu memberkati keluarga besar kita.
10. Khusus *partner* penelitian Renita Susanti, Widya Aryani M, Mega Mawarti, Lindawati, Siti Nabila Shofa, dan Esti Sandra P, terimakasih atas kerja sama dan kebahagiaan selama penelitian dan skripsi berjalan sampai akhir, semoga kita tetap menjadi *partner* yang setia sampai tua nanti.
11. Kelompok Kecil **Butterfly** dan **Ohana**, Fera Lasriama M, Veronica Netty K.M, Yunitri Sianturi, Maria Regina Caeli, Clodina Dacosta, Rose Maria,

Lussy Timoria T, ka Jelita P. Saroinsong, dan ka Melani Pakpahan untuk setiap kebersamaan yang telah kita lalui dalam pengenalan akan firman Tuhan, dan tempat *sharing* apapun itu ceritanya. Semoga kita semakin bertumbuh dalam Tuhan dan tetap menjadi keluarga seumur hidup kita (terbuka di dalam dan tertutup di luar).

12. POM MIPA (Persekutuan Oikumene Mahasiswa MIPA) kakak, abang, dan Adik-adik semua yang telah menjadi keluarga untuk setiap semangat, saran, kebersamaan, pengalaman pahit dan manis, serta canda, dan tawa. Tetap menjadi wadah pelayanan yang baik bagi setiap generasi FMIPA berikutnya.
13. Teman-teman se-angkatan Kimia 2013 (CHETIR), Atun, Lulu, Anggi, Dona, Diky, Paul, Aulia, Celli, Citra, Dian, Erva, Fatimah, Fika, Khalimah, Febri, Indah, Maya, Megafhit, Mia, Nita, Riyan W, Shelta, Gita, Nisa, Vicka, Wahyuni, Yuvica, Eky, Ana, Inggit, Siti, Awan, Arief, Korina, Nora, Fera, Vyna, Bara, Yunitri, Dilla, Badi, Nova, Shela, Ridho, Kurnia, Nurma, Ismi, Eka, Herma, Ines, Anita, Oci, Yulia, Murnita, Fentri, Riska, Rian, Verdi, Dodi, Yolanda, Eka M, Nia, Uut, Nurul, Kiki, Netty, Gesa, Yuni, Tyas, Anggun, Della, Radho, Arni, Mita, Sinta, Anton, Melita, Melia, Monica, Kartika, Ezra, Tika, dan lainnya terimakasih telah menjadi keluarga yang selalu memberikan dukungan, keceriaan dan kasih sayang kepada Penulis. Semoga kita tetap menjalin komunikasi yang baik dan sukses untuk kedepannya.
14. Teman – teman di laboratorium Anor-Fisik Fatimah, Nur Hastriana, Indah Tri Y, Anggi W, dan adik-adik angkatan 2014, serta teman sejurusan terdekat Badiatul niqmah, Inggit Borisha, Aulia P, Dona Mailani P, Fathania S, dan

lain- lain yang telah mendukung, membantu, menjadi teman cerita selama Penulis membuat skripsi, semoga kita tetap saling berkomunikasi disaat nanti kita sudah berkarir dan sudah sukses.

15. Teman – teman diluar jurusan kimia, abang Yeremia Luhur Wiyoto, Dian Armanda, Yeftanus Anthonio, Nabilla, yag sudah sangat membantu dalam pembuatan skripsi Penulis, yang dimana mau membagikan waktu dan mengeluarkan tenaga saat membantu pembuatan Skripsi Penulis. Semoga semakin menjadi berkat bagi banyak orang.
16. Sahabat – sahabat terdekat SMA 31 kelompok “Calon Wisuda 2017” Ester A. Siregar, Claudia A. M, Atikasari T, Michael Maruli H, dan Firdaus Marihot S, yang telah mendukung, memberi semangat, serta menjadi tempat untuk berbagi senang sedih dan pengalaman bersama Penulis selama lebih dari 7 tahun ini. Semoga kita tetap menjadi sahabat yang selalu ada dan saling mendukung satu sama lain.
17. Teman-teman KKN Sidomulyo 2016 (terutama isi rumah pak kades dan kelompok “WW”) Monica, Kiki, Siti, Gesa, Fina, Indah, Ratih, Diajenk, Nina, Elisa, Arta, Mita, Cynthia, Tere, ka Rinda, ka Intan, ka Dini, mba Ulfah, ka Yolan, Rizky kordes, Udin, Raindi, Gusti, Harry, Yudha, Ijal, Onal, Wahyu, dan Samuel. Terimakasih buat 40 hari dan seterusnya sampai sekarang. Semoga kita tetap saling komunikasi dan tetap ingat kebersamaan kita.
18. Teman – teman di GKI Kayu Putih, Jessica P, Vanesa Ruth, Stella Marlina J, Felix Vergillius, Abigail Frida, Angelia S, Kartika D.M, Brenda P, Artina S, anak-anak Circle 7, kaka-kaka dan abang-abang KaPut, semua yang telah

mendukung, memberi semangat, dan mendoakan Penulis selama pembuatan skripsi ini. Terimakasih kalian yang telah selalu mengingatkan Penulis akan rumah sehingga skripsi ini cepat selesai.

19. Semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini yang tidak dapat Penulis sebutkan satu persatu secara tulus memberikan bantuan moril dan materil kepada Penulis.

Penulis memohon maaf kepada semua pihak apabila skripsi ini masih terdapat kesalahan dan kekeliruan, semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat bagi penulis dan orang lain, Tuhan Yesus memberkati kita semua.

Bandar Lampung, Oktober 2017
Penulis

Dewi Rumondang

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI	ii
DAFTAR TABEL	iv
DAFTAR GAMBAR	v
I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian	5
C. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
A. Nanopartikel	6
B. Nanokomposit	8
C. Katalis.....	10
D. Ferit Spinel	12
E. Metode Preparasi Nanokatalis.....	13
1. Metode Sol-Gel	13
2. Pengeringan Beku (<i>Freeze-drying</i>)	15
3. Kalsinasi	18
F. Pektin	19
G. Selulosa	21
H. Nanoselulosa	22
I. Gula Alkohol.....	23
1. Sorbitol	23
2. Mannitol	24
3. Xylitol.....	24
J. Konversi Gula Alkohol.....	25
K. Karakterisasi Nanokatalis.....	26
1. Analisis Keasaman	26
a. Metode Gravimetri	26
b. Spektroskopi inframerah (FTIR).....	28
2. Difraksi Sinar-X (XRD).....	29
3. Analisis Ukuran Partikel (PSA).....	31
4. Mikroskop Transmisi Elektron (TEM)	33
5. Reaksi Fotokatalitik (Iradiasi Sinar UV).....	34

6. Kromatografi Cair Kinetika Tinggi (HPLC).....	36
III.METODELOGI PENELITIAN.....	39
A. Tempat dan Waktu Penelitian	39
B. Alat dan Bahan	39
C. Prosedur Penelitian.....	40
1. Preparasi Nanokatalis	41
2. Karakterisasi Katalis	42
a. Analisis Struktur Katalis dengan XRD.....	42
b. Analisis Keasaman Katalis.....	43
c. Analisis Ukuran Partikel Menggunakan PSA	44
d. Analisis Ukuran Partikel Menggunakan TEM.....	44
4. Uji Aktifitas Fotokatalitik	45
a. Konversi Nanoselulosa.....	45
b. AnalisisNanoselulosa dengan HPLC.....	47
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	49
A Pembuatan Nanokatalis $Ni_{0,9}Cu_{0,1}Fe_2O_4$	49
B. Karakterisasi Nanokatalis.....	53
1. Analisis XRD.....	53
2. Analisis Keasaman Katalis	57
3. Analisis PSA.....	61
4. Analisis TEM.....	64
C. Uji Fotokatalitik.....	66
V. SIMPULAN DAN SARAN.....	72
DAFTAR PUSTAKA	74
LAMPIRAN.....	82

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Perbedaan antara pengeringan biasa dan pengeringan beku	18
2. Puncak-puncak representatif difraktogram katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$	54
3. Puncak-puncak representatif masing-masing difraktogram acuan pada katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$	54
4. Distribusi ukuran partikel $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 600°C.....	61
5. Hasil Intensitas Gula Alkohol di setiap variasi waktu penyinaran	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Dua pendekatan utama sintesis nanopartikel: <i>top-down</i> dan <i>bottom-up</i>	8
2. Siklus reaksi katalis	11
3. Struktur kristal spinel ferrite.....	14
4. Tahapan proses sol-gel	15
5. Skema ilustratif mekanisme terjadinya pengeringan beku.....	17
6. Struktur pektin.....	20
7. Struktur selulosa.....	21
8. Hidrolisis asam dapat menghilangkan bagian amorf dari selulosa.	23
9. Reaksi konversi selulosa menjadi sorbitol dan manitol	25
10. Hidrolisis dan hidrogenasi xilosa menjadi xylitol, xilan (C ₅ H ₈ O ₄) _n , n~200	26
11. Skema kerja spektrofotometer FTIR	29
12. Skema alat XRD	31
13. Proses sampel yang dibombardir dengan electron	34
14. Skema fotoeksitasi yang diikuti oleh eksitasi pada permukaan semikonduktor	35
15. Kromatogram dari gula alkohol, monosakarida dan disakarida	38
16. Skema penelitian konversi nanoselulosa.....	41
17. Proses konversi nanoselulosa dengan iradiasi sinar UV	47

18. Urutan preparasi nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$	51
19. Serbuk kering katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ setelah proses kalsinasi	52
20. Difaktogram difraksi katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$	55
21. Kurva standar fasa kristalin katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ (a) fasa kristalin NiFe_2O_4 ; (b) fasa kristalin NiO ; (c) fasa kristalin CuFe_2O	55
22. Spektrum inframerah dari nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$	58
23. Grafik PSA katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{Cu}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$	62
24. Mikrograf hasil analisis TEM katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$	64
25. Hasil uji fehling pada sampel konversi nanoselulosa.....	63
26. Kromatogram HPLC produk konversi nanoselulosa dengan katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan standar sorbitol pada waktu penyinaran sinar UV selama (a)30 menit; (b) 60 menit.....	64
27. Kromatogram HPLC produk konversi nanoselulosa dengan katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan standar mannitol pada waktu penyinaran sinar UV selama (c) 45 menit.....	68
28. Proses konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.....	70

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Selulosa merupakan bahan baku yang sangat berlimpah, rendah polusi, dan merupakan sumber karbon untuk kebutuhan bahan bakar dan bahan-bahan kimia. Hal ini menjadikan selulosa sebagai topik penelitian utama dalam perkembangan energi terbarukan yang ramah lingkungan. Selain itu, selulosa dapat dimanfaatkan untuk mendapatkan produk yang bernilai ekonomi tinggi dengan cara konversi (Huo *et al.*, 2015). Biomassa selulosa bisa dikonversi menjadi gula alkohol dan berbagai produk lain dengan beberapa proses termokimia penguapan gas, pirolisis, dan hidrolisis (Navarro *et al.*, 2009). Gula alkohol yang dimanfaatkan ini biasanya dalam bentuk sorbitol, manitol dan xylitol (Hansen *et al.*, 2006).

Dalam peningkatan sifat selulosa yang meliputi optik, modulus elastisitas, luas area dan yang lainnya, diperlukan ukuran kristalit selulosa yang kecil dalam skala nano yang biasanya dikenal dengan nanoselulosa (Peng *et al.*, 2011). Berbagai penelitian telah dilakukan untuk mengisolasi nanoselulosa baik dengan menggunakan cara mekanik atau kimia. Penggunaan hidrolisis asam kuat telah banyak dilakukan, seperti H_2SO_4 dan HBr , dengan proses sebelum perlakuan untuk penghilangan lignin dan menghilangkan hemiselulosa menggunakan

senyawa alkali dan peroksida, seperti NaOH dan H₂O₂ untuk mendapatkan nanoselulosa (Rosa, *et al.*, 2009; Zhang, *et al.*, 2012; Sadeghifar, *et al.*, 2011).

Pada saat ini, proses terjadinya reaksi kimia dengan menggunakan katalis menjadi suatu hal yang sangat diperhatikan oleh beberapa peneliti di dalam berbagai penelitian terkini dan di dalam bidang industri. Katalis adalah suatu bahan yang digunakan untuk memulai reaksi dengan bahan lain (Syah, 2006). Maka dari itu, peneliti harus fokus dalam penelitian agar di dapat bentuk katalis yang sesuai dari produk yang diinginkan (Stefanidis *et al.*, 2011).

Nanokomposit dapat dianggap sebagai struktur padat dengan dimensi berskala nanometer yang berulang pada jarak antar bentuk penyusun struktur yang berbeda. Material-material dengan jenis seperti ini terdiri atas padatan inorganik yang tersusun atas komponen organik. Salah satu pengolahan nanokomposit dapat berupa nanokatalis. Nanokatalis memiliki aktifitas yang lebih baik sebagai katalis karena material nanokatalis memiliki area permukaan yang luas dan rasio-rasio atom yang tersebar secara merata pada permukaannya. Sifat ini menjadi keuntungan untuk transfer massa di dalam pori-pori dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik. Namun, terdapat kelemahan yang masih ditemukan, seperti mahalnya proses pembuatan nanokatalis dan suhu dalam pembuatan nanokatalis yang tinggi (500-800°C). Dibutuhkan waktu yang cukup lama untuk pembuatan nanokatalis. Diperlukan berbagai alat instrumen untuk menganalisis katalis agar didapat ukuran nano. Senyawa nikel mengandung aktivitas yang tinggi dan harga yang relatif murah dalam penggunaannya sebagai katalis (Gao *et al.*, 2015). Katalis berbahan dasar

nikel terbukti meningkatkan hasil gas dan meningkatkan komposisi dari fasa cair (Grams *et al.*, 2014). Selektivitas yang tinggi membuat kestabilan dalam pembuatan produk dengan katalis nikel tetap terjaga sangat baik (Huo *et al.*, 2015).

Fotokatalisis merupakan suatu cara inovatif yang menarik banyak perhatian untuk produksi hidrogen dan reaksi organik yang sedikit di bawah keadaan reaksi. Ini bisa menjadi cara yang ideal untuk konversi nanoselulosa menjadi bahan-bahan kimia yang bermanfaat (Chong *et al.*, 2014). Nanoselulosa dapat di degradasi dengan metode fotokatalisis menjadi molekul sederhana yaitu bio produk bermanfaat untuk produksi bahan bakar cair (Zhang *et al.*, 2015).

Fotokatalis hanya menyerap bagian sinar UV dari radiasi matahari dan hanya mendapatkan 4% dari total radiasi matahari, meninggalkan sebagian besar penyinaran sinar tampak. Oleh karena itu, ini sangat penting untuk menghasilkan fotokatalis yang bisa dimanfaatkan pada sinar tampak. Dari penelitian yang telah ada sebelumnya, diantara hasil fotokatalisis dengan sinar tampak, katalis TiO_2 bereaksi dengan nitrogen memberikan pembelajaran yang sangat ekstensif karena dapat membandingkan ukuran atom dengan oksigen, energi ionisasi yang kecil, serta ramah lingkungan, kestabilan yang relatif tinggi, dan metode sintesis yang sederhana (Mohamed *et al.*, 2015).

Berdasarkan studi yang telah ada, dengan katalis Ru/CNT (Carbon Nanotube) dapat mengkonversi selobiosa menjadi sorbitol dengan hasil 69 % (Deng *et al.*, 2010). Konversi selulosa menjadi sorbitol dengan katalis Ru/AC-SO₃H diperoleh hasil sebesar 71,1 % (Joung and Lee, 2012). Selulosa dapat diubah menjadi gula

alkohol dengan katalis logam. Hasil positif uji Fehling terjadi pada hasil uji katalitik dengan % konversi tertinggi sebesar 49,10 % pada katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{Cu}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ suhu kalsinasi 600°C , pada kondisi ini gula alkohol yang terdeteksi dari hasil analisis HPLC berupa sorbitol dan mannitol. Dimana pada hasil analisis ini mannitol memiliki konsentrasi yang jauh lebih besar dibandingkan dengan sorbitol. Hal ini mungkin dapat dikarenakan pada saat reaksi hidrolisis berlangsung, glukosa sebagai monomer selulosa mengalami transformasi membentuk mannanosa dan fruktosa yang selanjutnya mengalami reaksi hidrogenasi menghasilkan mannitol (Novianthy *et al.*, 2015).

Pada penelitian sebelumnya digunakan metode termal dalam mengkonversi selulosa. Pada tahap-tahap metode termal dilakukan pemanasan dengan variasi suhu sebagai pembanding dalam tahap pengerjaannya. Dalam proses termal, energi yang diperlukan cukup banyak, suhu yang digunakan lebih tinggi, menggunakan pendingin dengan bahan metanol selama proses konversi, dan waktu yang cukup lama untuk mencapai tahap akhir konversi. Sedangkan dalam fotokatalisis dengan sinar UV, tahapan proses konversi dilakukan pada suhu ruang dan tekanan atmosfer. Waktu yang dibutuhkan lebih singkat dan membutuhkan energi yang lebih sedikit dibandingkan proses termal. Perlakuannya lebih sederhana dan lebih murah dibandingkan dengan proses termal yang membutuhkan beberapa tahapan proses dan bahan lebih banyak. Berdasarkan penjelasan di atas dan mengacu pada penelitian sebelumnya, maka pada penelitian ini dilakukan pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk dapat diaplikasikan dalam konversi nanoselulosa. Metode yang digunakan ialah metode sol gel. Kemudian nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dikalsinasi dengan suhu 600°C dan selanjutnya dilakukan

karakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk menentukan struktur katalis, ukuran partikel dianalisis menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA), menentukan morfologi katalis dengan *Transmission Electron Microscopy* (TEM), keasaman situs aktif katalis dianalisis dengan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan gravimetri, serta uji aktivitas katalitik dengan sinar UV dan HPLC.

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mensintesis nanokomposit $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan metode sol-gel.
2. Menyelidiki konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dengan sinar UV.
3. Menganalisa potensi aktivitas dari nanokomposit $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dalam mengkonversi nanoselulosa.

C. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dilakukannya penelitian ini adalah:

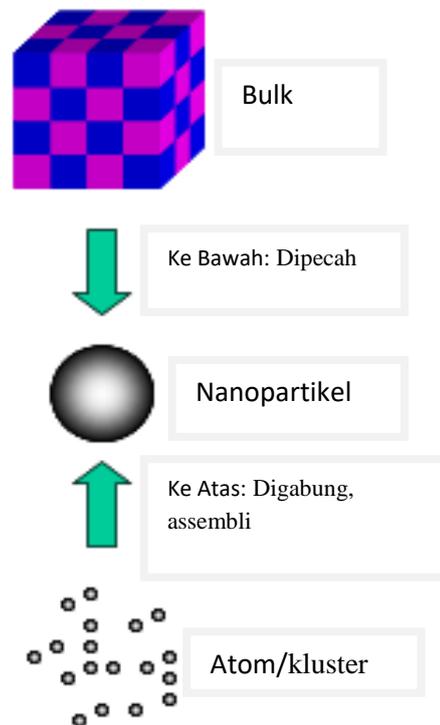
1. Memberi gambaran tentang penggunaan nanokomposit $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.
2. Mengetahui penggunaan metode sederhana dengan memanfaatkan sinar UV pada konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Nanopartikel

Pada saat ini, sebagian besar industri telah berkembang pesat menggunakan nanoteknologi untuk sintesis berbagai senyawa kimia. Metode yang sangat populer digunakan yaitu sintesis nanopartikel yang dapat terjadi secara alamiah ataupun melalui proses sintesis oleh manusia. Sintesis nanopartikel bermakna pembuatan partikel dengan ukuran yang kurang dari 100 nm dan sekaligus mengubah sifat atau fungsinya. Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dalam fasa padat, cair, maupun gas. Proses sintesis pun dapat berlangsung secara fisika atau kimia. Proses sintesis secara fisika tidak melibatkan reaksi kimia. Yang terjadi hanya pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer, atau penggabungan material berukuran sangat kecil, seperti kluster (Abdullah *et al.*, 2008).

Nanopartikel menarik banyak peneliti karena menunjukkan sifat fisika dan kimia yang sangat berbeda dari bulk materialnya, seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik (Deraz *et al.*, 2009). Terlihat pada Gambar 1 untuk pendekatan sintesis nanopartikel dipecah (*top-down*) dan digabung (*bottom-up*).



Gambar 1. Dua pendekatan utama sintesis nanopartikel: *top-down* dan *bottom-up*

Untuk menghasilkan material nanostruktur maka partikel-partikel penyusunnya harus diproteksi sehingga apabila partikel-partikel tersebut digabung menjadi material yang berukuran besar maka sifat individualnya dipertahankan.

Sifat material nanostruktur sangat bergantung pada:

- (a) Ukuran maupun distribusi ukuran,
- (b) Komponen kimiawi unsur-unsur penyusun material tersebut,
- (c) Keberadaan *interface* (*grain boundary*), dan
- (d) Interaksi antar grain penyusun material nanostruktur.

Kebergantungan sifat parameter-parameter di atas memungkinkan penggunaan sifat material dengan kebebasan yang sangat tinggi (Nabok, 2011). Nanopartikel

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

B. Nanokomposit

Bahan komposit merupakan bahan gabungan secara makro yang didefinisikan sebagai suatu sistem material yang tersusun dari campuran atau kombinasi dua atau lebih unsur-unsur utama yang secara makro berbeda dalam bentuk dan atau komposisi material yang tidak dapat dipisahkan (Schwartz, 1984). Secara garis besar ada 3 macam jenis komposit berdasarkan penguat yang digunakannya, yaitu :

1. *Fibrous composites* (komposit serat) merupakan jenis komposit yang hanya terdiri dari satu laminat atau satu lapisan yang menggunakan penguat berupa serat atau fiber. Fiber yang digunakan bisa berupa *glass fibers*, *carbon fibers*, *aramid fibers (poly aramide)*, dan sebagainya. Fiber ini bisa disusun secara acak maupun dengan orientasi tertentu bahkan bisa juga dalam bentuk yang lebih kompleks seperti anyaman.
2. *Laminated composites* (komposit laminat) merupakan jenis komposit yang terdiri dari dua lapis atau lebih yang digabung menjadi satu dan setiap lapisnya memiliki karakteristik sifat sendiri.
3. *Particulate composites* (komposit partikel) merupakan komposit yang menggunakan partikel/serbuk sebagai penguatnya dan terdistribusi secara merata dalam matriksnya.

Material komposit mempunyai beberapa kelebihan berbanding dengan bahan konvensional seperti logam. Kelebihan tersebut pada umumnya dapat dilihat dari beberapa sudut yang penting seperti sifat-sifat mekanikal dan fizikal serta biaya. Seperti yang diuraikan dibawah ini:

a. Sifat-sifat mekanikal dan fizikal

Pada umumnya pemilihan bahan matriks dan serat memainkan peranan penting dalam menentukan sifat-sifat mekanik dan sifat komposit. Gabungan matriks dan serat dapat menghasilkan komposit yang mempunyai kekuatan dan kekakuan yang lebih tinggi dari bahan konvensional seperti keluli.

b. Biaya

Faktor biaya juga memainkan peranan yang sangat penting dalam membantu perkembangan industri komposit. Biaya yang berkaitan erat dengan penghasilan suatu produk yang seharusnya memperhitungkan beberapa aspek seperti biaya bahan mentah, pemrosesan, tenaga manusia, dan sebagainya

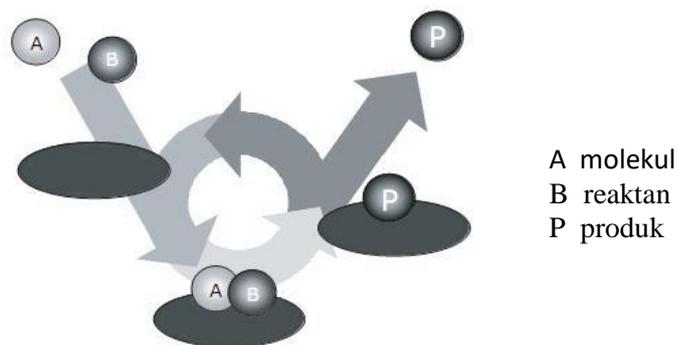
Komposit adalah kombinasi dari satu atau lebih material yang menghasilkan sifat lebih baik dari material penyusunnya. Komposit dihasilkan dari pencampuran dalam sejumlah fase yang terdiri dari 2 bagian utama yaitu matriks (sebagai pelindung filler) dan filler (sebagai penguat dari matriks). Sama halnya dengan komposit, nanokomposit merupakan material komposit yang dibuat dengan menyisipkan nanopartikel ke dalam suatu material berukuran makro sebagai filler dalam sebuah matriks berukuran skala makro. Hingga saat ini, matriks yang paling banyak dipakai adalah polimer (Firmansyah *et al.*, 2013). 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. Material-material dengan jenis seperti itu terdiri atas padatan anorganik yang tersusun atas komponen organik. Contoh nanokomposit yang ekstrim adalah media berporos, koloid, gel, dan kopolimer.

C. Katalis

Kebutuhan akan katalis dalam berbagai proses industri cenderung mengalami peningkatan. Hal ini dikarenakan katalis dapat menyediakan situs aktif yang berfungsi untuk mempertemukan reaktan dan menyumbangkan energi dalam bentuk panas sehingga molekul pereaktan mampu melewati energi aktivasi secara lebih mudah. Suatu katalis dapat mempercepat pada reaksi tertentu saja tidak pada semua reaksi kimia, Misalnya dalam reaksi hidrogenasi dapat digunakan katalis Fe, Co, Ni (Le Page, 1987).

Suatu reaksi terkatalisis digambarkan sebagai suatu siklus peristiwa dimana katalis berpartisipasi dalam reaksi dan kembali ke bentuk semula pada akhir siklus. Siklus tersebut digambarkan pada Gambar 2 berikut.



Gambar 2. Siklus reaksi katalis.

Dari Gambar 2 di atas, siklus diawali dengan pengikatan molekul-molekul A dan B (reaktan) pada katalis. Kemudian A dan B bereaksi dalam bentuk kompleks ini membentuk produk P, yang juga terikat pada katalis. Pada tahap akhir, P terpisah dari katalis sehingga siklus kembali ke bentuk semula.

Aktivitas katalis biasanya dinyatakan dalam persentase konversi atau jumlah produk yang dihasilkan dari (jumlah) reaktan yang digunakan dalam waktu reaksi tertentu. Aktivitas katalis sangat bergantung pada sifat kimia katalis, di samping luas permukaan dan distribusi pori katalis. Unjuk kerja reaktor dalam industri seringkali dikuantitaskan dalam '*space-time yield*' (STY), artinya kuantitas produk yang terbentuk per unit waktu dan volume reaktor (Junaidi, 2012).

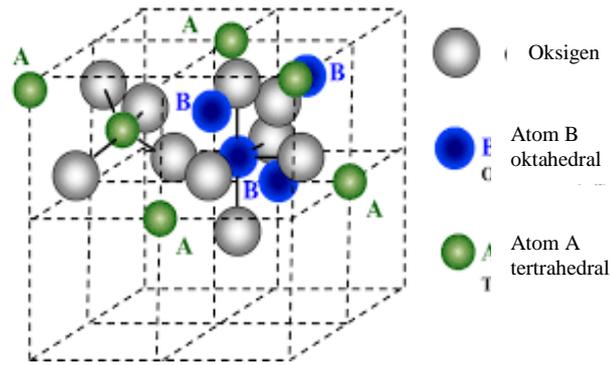
Secara umum, katalis dikelompokkan menjadi dua kelompok yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Penggunaan katalis heterogen lebih disukai dibandingkan katalis homogen. Keunggulan menggunakan katalis heterogen antara lain memiliki efisiensi yang tinggi, tidak korosif, dapat dipisahkan dari campuran reaksi, dan dapat digunakan secara berulang (Frenzer and Maier, 2006). Oleh karena itu digunakan nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebagai katalis heterogen dalam penelitian ini. Dari hasil studi yang ada, telah dilakukan uji aktivitas untuk sintesis dan mempelajari aktivitas multikomponen katalis basa Ni/Fe/Cu untuk memproduksi hidrogen dari etanol menggunakan SCS (Soil Conservation Service) yang menunjukkan $\text{Ni}_1\text{Fe}_{0,5}\text{Cu}$ menjadi komposisi katalis yang sangat baik diantara katalis yang lainnya, yang sebelumnya telah diteliti untuk produksi hidrogen dari setengah oksidasi etanol dan reaksi dekomposisi. Hasil aktivitas dari bagian-bagian katalis menggunakan pendekatan tingkat

tinggi menunjukkan bahwa katalis $\text{Ni}_1\text{Fe}_{0.5}\text{Cu}$ memberikan aktivitas dan selektivitas yang tinggi diantara beberapa katalis yang telah dipelajari sebelumnya (Kumar *et al.*, 2011).

D. Ferit Spinel

Nikel ferit (NiFe_2O_4) merupakan salah satu material spinel ferite yang sangat penting. 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) (Kasapoglu *et al.*, 2007 ; Maensiri *et al.*, 2007).

Magnetit ferit mempunyai struktur kristal spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe dan ion Fe^{3+} . Delapan ion Fe^{3+} dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedral, karena berlokasi di tengah sebuah tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen. Sisanya delapan ion Fe^{3+} dan delapan ion Fe berada pada bagian oktahedral, karena ion-ion oksigen sekitarnya menempati sudut-sudut sebuah oktahedron yang sudut-sudutnya ditempati oleh enam atom oksigen. Tiap-tiap unit sel berisi sejumlah ion, satu unit sel terbagi menjadi delapan oktan (kubus spinel), masing-masing berukuran $a/2$ (Perdana, *et al.*, 2016). Gambar 3 berikut adalah struktur kristal spinel ferite.



Gambar 3. Struktur kristal spinel ferrite (Chen *et al.*, 2015).

Spinel ferrite ini secara teknologi penting dan telah banyak digunakan dalam berbagai aplikasi seperti media perekam magnetik, pemindai magnetik resonansi (*MRI*), katalis, sistem pembawa obat dan zat pewarna (Maensiri *et al.*, 2007; Kasapoglu *et al.*, 2007). Banyak digunakan sebagai katalis untuk benzoilasi toluen dengan benzil klorida dan kemampuan sebagai sensor gas klorin pada konsentrasi rendah (Reddy *et al.*, 1999; Iftimie *et al.*, 2006).

E. Metode Preparasi Katalis

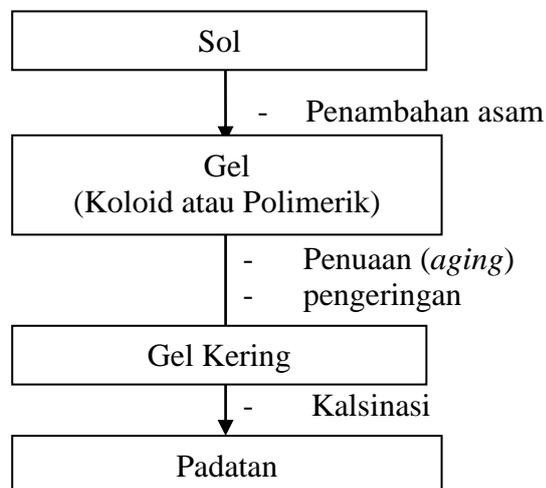
Pada katalis yang digunakan dalam penelitian kali ini, dibutuhkan tahapan preparasi katalis yang akan berpengaruh pada tahap karakterisasi katalis dalam bentuk nano. Preparasi katalis dibutuhkan untuk mengetahui luas permukaan, kestabilan struktur, dan ukuran nano untuk penggunaannya.

1. Metode Sol Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang digunakan dalam proses

sintesis nanopartikel dan nanokomposit. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan (Paveena *et al.*, 2010). Sementara itu, gel merupakan bahan yang terbentuk karena pertumbuhan polimer yang terkondensasi atau partikel koloid yang dikenai gaya sehingga terbentuk kumpulan partikel yang lebih besar (Brinker dan Scherer, 1990).

Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar dari pada sol). Material yang digunakan dalam proses sol-gel biasanya adalah garam logam anorganik atau campuran logam organik misalnya alkosida logam (Hennek and Mathew, 2007). Tahapan proses sol-gel dapat ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Tahapan proses sol-gel

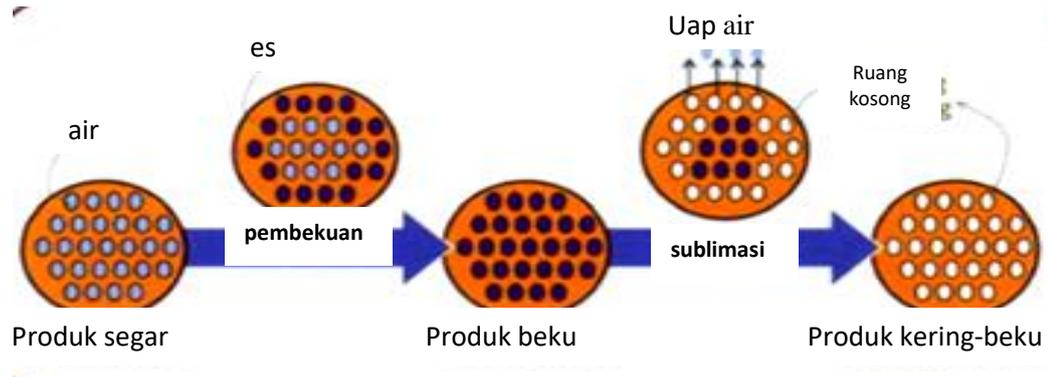
Beberapa keuntungan menggunakan metode sol-gel adalah homogenitasnya lebih baik, temperatur proses rendah, kemurnian lebih baik, hemat energi, pencemaran

rendah, tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa, kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil. Sedangkan beberapa kerugian menggunakan metode sol-gel adalah material proses cukup mahal, penyusutan yang besar selama proses pengeringan, sisa hidroksil dan karbon, menggunakan pelarut organik yang berbahaya bagi kesehatan, waktu proses cukup lama. Melalui proses sol gel, maka dapat diproduksi material bubuk kristal berukuran nano dengan kemurnian tinggi dan kehomogen pada suhu rendah (Akpan dan Hameed, 2010). Metode sol-gel digunakan dalam pembuatan teknologi nanokristalin metal oksida karena prosesnya lebih singkat, temperatur yang digunakan lebih rendah, menghasilkan serbuk metal oksida dengan ukuran nanopartikel dan dapat menghasilkan karakteristik yang lebih baik dari pada proses metalurgi serbuk (Widodo, 2010).

2. Pengeringan Beku

Freeze drying atau pengeringan beku adalah suatu metode pengeringan sampel tanpa menggunakan panas. Metode ini cocok dilakukan untuk sampel yang sensitif terhadap panas, sampel yang mengandung senyawa yang mudah teroksidasi dalam kondisi panas (termolabil), atau sampel yang memiliki kandungan analit yang volatil. *Freeze drying* mula-mula dilakukan dengan membekukan sampel, selanjutnya kandungan air di dalamnya dikeluarkan dari sampel yang beku tersebut dengan bantuan vakum (Settle, 1997).

Prinsip teknologi pengeringan beku ini dimulai dengan proses pembekuan pangan, dan dilanjutkan dengan pengeringan; yaitu mengeluarkan/ memisahkan hampir sebagian besar air dalam bahan yang terjadi melalui mekanisme sublimasi.



Gambar 5. Skema ilustratif mekanisme terjadinya pengeringan beku.

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

Mekanisme pada gambar 5 berbeda dengan proses pengeringan biasa; dimana pengeringan biasa terjadi melalui mekanisme penguapan (evaporasi) yang biasanya terjadi pada suhu tinggi. Tidak hanya mekanisme, tetapi beberapa kriteria dari pengeringan biasa berbeda dengan pengeringan beku. Berikut adalah penjelasan mengenai perbedaan antara pengeringan biasa dan pengeringan beku.

Tabel 1. Perbedaan antara pengeringan biasa dan pengeringan beku

Kriteria	Pengeringan Biasa	Pengeringan Beku
Suhu Pengeringan	37-93°C (tergantung tekanan dan aliran udara)	Dibawah titik beku
Mekanisme pengeringan	Penguapan (evaporasi)	Sublimasi
Laju pengeringan	Lambat dan tidak komplit	Cepat, dan lebih komplit
Mutu Produk	Sering menghasilkan permukaan yang keriput, kurang porus, densitas tinggi, kurang mudah dibasahkan (disegarkan) kembali, warna kegelapan, mutu flavor, nilai gizi berkurang	Tidak menyebabkan permukaan yang keriput, lebih porus, densitas lebih rendah, mudah disegarkan kembali, warna normal, mutu flavor dan nilai gizi lebih dapat dipertahankan
Tekanan	Umumnya pada tekanan atmosfer	Tekanan vakum
Biaya	Lebih murah	Lebih mahal
Kegunaan umum	Untuk pengeringan umum, cocok untuk sayur-sayuran dan biji-bijian, kurang/tidak cocok untuk daging dan produk daging	Untuk produk dengan nilai ekonomi cukup tinggi, mikroenkapsulasi, produk instan, cocok untuk daging dan produk daging

3. Kalsinasi

Kalsinasi merupakan proses endotermik yang berarti memerlukan panas, dan juga lebih endotermik daripada proses *Drying*. Kalsinasi biasa disebut juga dekomposisi termal (penguraian dengan temperatur). Contoh: hidrat, karbonat, FeCO_3 , Mg(OH)_2 , MgCO_3 , CaCO_3 . Kalsinasi diperlukan sebagai penyiapan serbuk untuk diproses lebih lanjut dan juga untuk mendapatkan ukuran partikel yang optimum serta menggunakan senyawa-senyawa dalam bentuk garam atau

dihidrat menjadi oksida, membentuk fase kristal. Peristiwa yang terjadi selama proses kalsinasi antara lain:

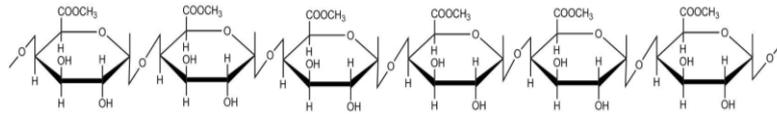
1. Pelepasan air bebas (H_2O) dan terikat (OH) berlangsung sekitar suhu $100\text{ }^{\circ}C$ dan $300\text{ }^{\circ}C$.
2. Pelepasan gas CO_2 berlangsung sekitar suhu $600\text{ }^{\circ}C$ dan pada tahap ini disertai terjadinya pengurangan berat yang cukup berarti
3. Pada suhu lebih tinggi (sekitar $800\text{ }^{\circ}C$ maupun lebih) struktur kristal sudah terbentuk, dimana pada kondisi ini ikatan di antara partikel serbuk belum kuat dan mudah lepas.

Peningkatan suhu kalsinasi akan mempengaruhi ukuran butiran yaitu semakin kecil sehingga ikatan antar butirannya akan semakin meningkat di daerah permukaan (Kurniawan *et al.*, 2014). Pembentukan fasa nikel ferit yang ekstensif terjadi pada temperatur $300\text{-}400\text{ }^{\circ}C$. Fasa nikel ferit yang homogen diperoleh pada temperatur kalsinasi $600\text{ }^{\circ}C$.

F. Pektin

Pektin adalah substansi alami yang terdapat pada sebagian besar tanaman pangan. Selain sebagai elemen struktural pada pertumbuhan jaringan dan komponen utama dari lamella tengah pada tanaman, pektin juga berperan sebagai perekat dan menjaga stabilitas jaringan dan sel. Pektin merupakan senyawa polisakarida dengan bobot molekul tinggi, pektin dapat digunakan sebagai pembentuk gel dan pengental dalam pembuatan *jelly*, *marmalade*, makanan rendah kalori dan dalam bidang farmasi digunakan sebagai obat diare.

Struktur pektin ditunjukkan pada Gambar 6.



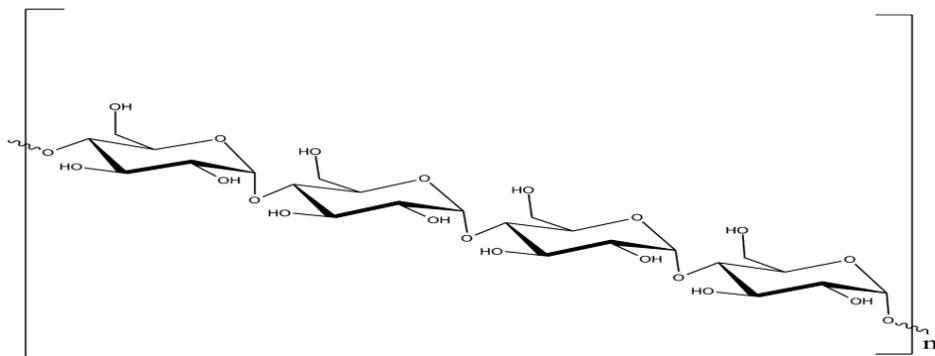
Gambar 6. Struktur pektin (Hariyati, 2006)

Senyawa penyusun pektin meliputi senyawa pektat, asam pektinat dan protopektin. Asam pektat, adalah pektin yang tidak mengandung gugus metil ester, biasanya terdapat pada sayuran dan buah yang busuk atau yang terlalu matang. Keberadaannya dalam tanaman sebagai kalsium atau magnesium pektat. Asam pektinat (pektin) adalah asam poligalakturonat yang bersifat koloidal yaitu asam yang mengandung gugus metil ester dapat terikat dengan air membentuk jelly dan gula dalam suasana asam. Protopektin adalah komponen yang tidak larut dalam air dapat dihidrolisis dan terdispersi menjadi pektin dan pektinat. Hal tersebut yang menyebabkan jaringan buah atau sayur menjadi empuk (lunak) saat dimasak dengan air panas (Subagyo *et al.*, 2010).

Komposisi utama pektin adalah unit-unit asam D-galakturonik (GalA) yang membentuk rantai ikatan α 1,4-glikosidik. Asam uronik ini mempunyai kelompok gugus karboksil yaitu metil ester dan gugus lainnya yang apabila direaksikan dengan ammonia akan menghasilkan gugus karboksiamida. Terdapat ratusan hingga ribuan sakarida dengan bentuk konfigurasi rantai dan berat molekulnya sekitar lima puluh ribu Dalton (Srivastava dan Malviya, 2011).

G. Selulosa

Selulosa merupakan homopolimer linear dengan ikatan (1→4) β unit glukopiranososa. Molekul lurus dengan unit glukosa rata-rata sebanyak 5000 ini beragregasi membentuk fibril yang terikat melalui ikatan hidrogen di antara gugus hidroksil pada rantai di sebelahnya. Selulosa adalah salah satu komponen utama dari ligniselulosa yang terdiri dari unit monomer D-glukosa yang terikat pada ikatan 1,4-glikosidik. Berikut adalah gambar struktur selulosa dengan ikatan 1,4-glikosidik.



Gambar 7. Struktur Selulosa (Pushpamalar, 2006).

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

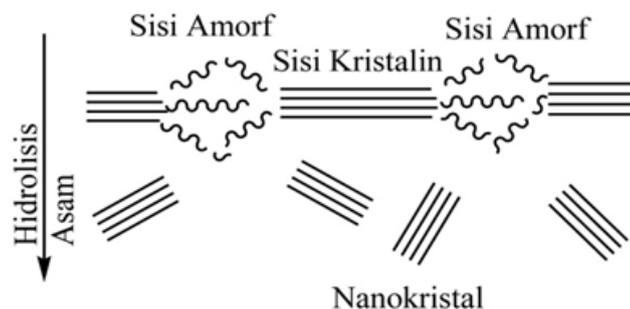
2008), asam levulinat 67 % menggunakan katalis CrCl_3 dengan waktu 180 menit pada temperatur reaksi 200 °C (Peng *et al.*, 2010), asam laktat 60 % dengan katalis timbal (II) pada temperatur reaksi 190 °C (Wang *et al.*, 2013) dan 5-hidroksi metil furfural menggunakan kromium triklorida dengan perolehan rendemen sebesar 43,7 % dengan waktu 90 menit pada temperatur reaksi 140 °C (Wang *et al.*, 2014).

H. Nanoselulosa

Partikel selulosa dapat mengalami perubahan ukuran partikel menjadi nanoselulosa. Perubahan ini berupa peningkatan kristalinitas, luas permukaan, peningkatan dispersi dan biodegradasi. Dengan adanya perubahan dari selulosa menjadi nanoselulosa menyebabkan terjadinya perubahan sifat dari selulosa. Perubahan sifat dari selulosa juga mempengaruhi bentuk dari struktur nanoselulosa (Isdin, 2010).

Pembuatan nanoselulosa memerlukan metode yang sangat akurat untuk merubah ukuran partikel menjadi nano. Salah satu metode untuk menghasilkan nanoselulosa adalah dengan hidrolisis asam menggunakan asam kuat. Asam sulfat menjadi pilihan pelarut asam kuat untuk metode hidrolisis asam pada pembuatan nanoselulosa. Menurut Peng (2011) asam sulfat sering digunakan dalam produksi nanoselulosa, namun dispersibilitas dari nanoselulosa yang diperoleh dari jenis asam ini berbeda dengan jenis asam lainnya, karena kelimpahan dari gugus sulfat pada permukaan, nanoselulosa yang diperoleh dari hidrolisis menggunakan asam sulfat dapat terdispersi dengan mudah di dalam air

dibanding dengan menggunakan asam kuat lainnya. Berikut mekanisme hidrolisis asam dapat dilihat pada Gambar 8



Gambar 8. Hidrolisis asam dapat menghilangkan bagian amorf dari selulosa.

I. Gula Alkohol

Gula alkohol merupakan monosakarida atau disakarida yang memiliki banyak gugus hidroksil. Gula alkohol terdapat di alam, tapi lebih banyak produk hidrogenasi dari mono-disakarida, contohnya sorbitol dari glukosa, maltitol dari maltosa. Gula jenis ini tidak mengandung grup karbonil pereduksi sehingga kurang reaktif (Prangdimurti E, 2007).

1. Sorbitol

Bahan pemanis ini dikenal sebagai D-sorbitol, D-glucitol, L-gulitol, sorbit atau sorbol mempunyai berat molekul 182,17. Kemanisannya hanya 0,5 kali gula tebu. Sorbitol bersifat larut polar seperti air dan alkohol. Sorbitol secara komersial dibuat dari glukosa dengan hidrogenasi dalam tekanan tinggi maupun reduksi elektrolit (Cahyadi, 2006).

2. Mannitol

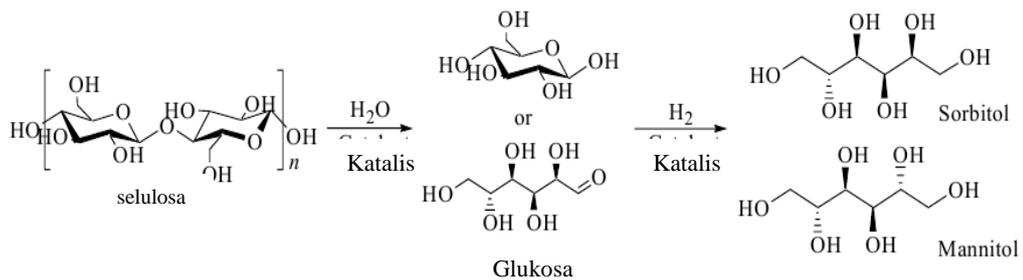
Mannitol adalah gula alkohol, yaitu, itu berasal dari gula reduksi, dengan berat molekul dari 182,17 g / mol, dan kepadatan 1,52 g / mL gula alkohol lainnya termasuk xylitol dan sorbitol. Mannitol dan sorbitol isomer, yang membedakan hanya orientasi dari kelompok hidroksil pada 2 karbon. Larutan mannitol agak asam dan kadang-kadang larutan tersebut diperlakukan untuk menurunkan pH. D-Mannitol memiliki kelarutan 22 g mannitol / air 100mL (25°C), dan manisnya relatif 50 (sukrosa = 100). Mannitol mencair pada suhu antara 165° -169° C (7,6 torr), dan mendidih pada 295°C pada 3,5 torr, menunjukkan titik didih yang lebih besar pada STP kondisi.

3. Xylitol

Xylitol adalah gula alkohol jenis pentitol dengan rumus umum $C_5H_{12}O_3$. Sifat-sifat kimia dan fisika lain dari xylitol antara lain berbentuk serbuk, berwarna putih, dan tidak berbau. Tingkat kemanisan 1,2-0,8 kali dari sukrosa bergantung pada pH larutan, tetapi lebih manis dari sorbitol dan mannitol. Kelarutan dalam air pada 20 derajat celsius adalah 64,2 g/100 mL. Sedikit larut dalam alkohol, pH larutan antara 5-7, dan nilai kalori rendah. Xylitol adalah pemanis yang aman untuk gigi, xylitol dalam permen karet banyak digunakan sebagai pengganti sukrosa. Xylitol memiliki derajat kemanisan yang sama dengan sukrosa namun memiliki kandungan kalori yang lebih sedikit yaitu sekitar 40%. Xylitol bersifat non-kariogenik yang dapat menekan pertumbuhan koloni *Streptococcus mutans*, menghambat akumulasi plak dan menekan keasaman saliva (Rodian et al, 2011).

J. Konversi Gula Alkohol

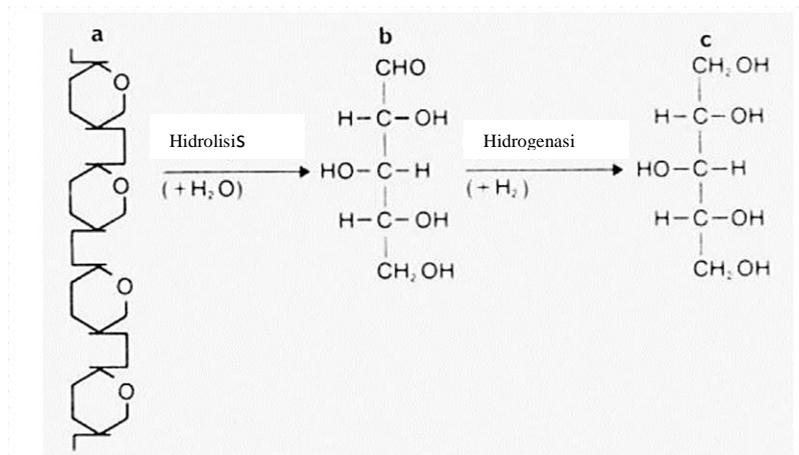
Konversi katalitik selulosa menjadi gula alkohol adalah dua tahapan proses, yang meliputi hidrolisis selulosa menjadi gula dilanjutkan hidrogenasi gula menjadi gula alkohol. Gambar 9 merupakan tahapan proses konversi selulosa menjadi sorbitol dan mannitol.



Gambar 9. Reaksi konversi selulosa menjadi sorbitol dan mannitol

Pada tahap awal selulosa akan terlebih dahulu mengalami hidrolisis menjadi monomer-monomer glukosa yang kemudian mengalami reaksi hidrogenasi dengan bantuan katalis asam dan tekanan tinggi sampai keadaan *superacid* dibawah kondisi kritis dalam waktu serta temperatur yang tinggi.

Sama halnya dengan sorbitol dan mannitol, xylitol juga dapat dikonversi dari bahan lignoselulosa khususnya hemiselulosa atau xilan. Melalui proses hidrolisis xilan akan membentuk xilosa dan arbinosa yang kemudian dapat dihidrogenasi menjadi xylitol. Reaksi konversi dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Hidrolisis dan hidrogenasi xilosa menjadi xylitol, (a); D. xilosa ($C_5H_{10}O_5$) (b) xilan ($(C_5H_8O_4)_n$, $n \sim 200$); (c) xylitol ($C_5H_{12}O_5$) (Puspita,2010).

K. Karakterisasi Katalis

1. Analisis Keasaman

Analisis keasaman katalis dilakukan untuk mengetahui jumlah situs asam dan jenis situs asam. Jumlah situs asam ditentukan melalui metode gravimetri sedangkan jenis situs asam yang terikat pada katalis dapat ditentukan dengan menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR) dari katalis yang telah mengadsorpsi basa adsorbat lewat metode gravimetri.

a. Metode Gravimetri

Keasaman merupakan salah satu karakter penting dalam suatu padatan yang digunakan sebagai katalis heterogen. Pada teori asam-basa Bronstead, asam adalah zat yang memiliki kecenderungan untuk melepaskan proton (H^+), sehingga keasaman suatu padatan didefinisikan sebagai kemampuan suatu padatan untuk memberikan proton. Teori Lewis menyatakan bahwa asam suatu zat padatan didefinisikan sebagai kemampuan suatu padatan untuk menerima pasangan

elektron. Perhitungan pusat asam pada permukaan padatan berkenaan dengan teori asam Bronstead dan Lewis di atas, yaitu jumlah gugusan asam Bronstead (proton) dan asam Lewis (orbital kosong yang mampu menerima pasangan elektron) yang terdapat pada permukaan padatan (Junaidi, 2012).

Jumlah situs asam menggunakan adsorpsi amoniak sebagai basa adsorbat merupakan penentuan jumlah situs asam total katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul amoniak yang kecil sehingga memungkinkan untuk masuk sampai ke dalam pori-pori katalis. Penentuan jumlah situs asam menggunakan piridin sebagai basa adsorbat merupakan penentuan jumlah situs asam yang terdapat pada permukaan katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul piridin yang relatif besar sehingga hanya dapat teradsorpsi pada permukaan katalis (Rodiansono *et al.*, 2007).

Keasaman katalis ditentukan dengan metode gravimetri dengan menghitung daya adsorpsi katalis terhadap basa, dalam penelitian ini basa yang digunakan adalah amonia. Dengan metode ini dapat diukur jumlah gas yang teradsorpsi pada permukaan katalis. Nilai keasaman yang diperoleh dengan cara ini biasanya bukanlah nilai mutlak, karena sifat adsorpsi permukaan padatan katalis terhadap basa gas tersebut sangat tergantung pada kondisi percobaan (Pandiangan, *et al.*, 2008).

$$\text{Keasaman} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{gr}} \right) = \frac{(w_3 - w_2)}{(w_2 - w_1) \text{BM}} \times 1000 \quad \dots\dots\dots 2.1$$

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

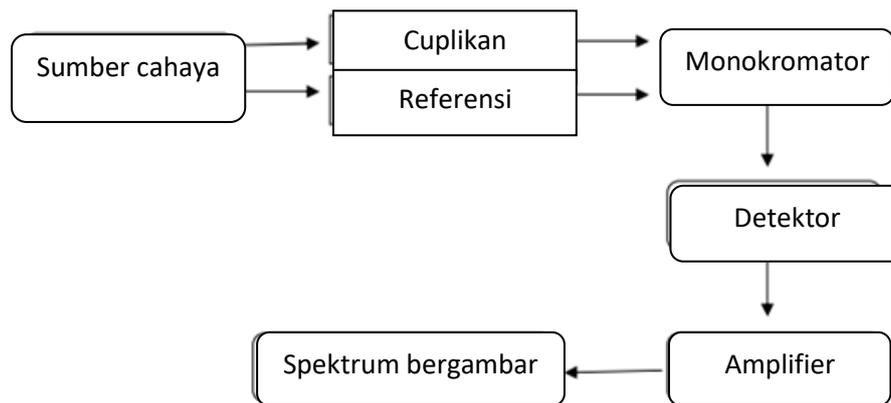
b. Spektroskopi inframerah (FTIR)

Spektrometri *infrared* telah berkembang secara pesat selama 40 tahun terakhir.

Teknik spektrometri infrared digunakan untuk penentuan struktur senyawa-senyawa organik. Teknik ini biasanya digabung dengan teknik *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR), Spektrometer massa, bahkan digabung dengan XRD (Castro, 2006). Metode FTIR pada prinsipnya adalah teknik spektroskopi yang didasarkan pada terjadinya vibrasi molekul akibat penyerapan energi, yang dalam hal ini adalah sinar infra merah. Penyerapan energi ini akan mengakibatkan molekul (gugus fungsi) bervibrasi dengan berbagai cara yakni, vibrasi peregangan (*stretch*) meliputi vibrasi ulur simetri dan vibrasi ulur asimetri. Selain itu terdapat vibrasi penekukan (*bending*) meliputi vibrasi bergoyang (*rocking*), pengguntingan (*scissoring*), pengibasan (*wagging*) dan vibrasi memilin (*twisting*) (Utama, 2009).

Prinsip kerja spektroskopi IR adalah adanya interaksi energi dengan materi.

Misalkan dalam suatu percobaan berupa molekul senyawa kompleks yang ditembak dengan energi dari sumber sinar yang akan menyebabkan molekul tersebut mengalami vibrasi. Sumber sinar yang digunakan adalah keramik, yang apabila dialiri arus listrik maka keramik ini dapat memancarkan *infrared*.



Gambar 11. Skema kerja spektrofotometer FTIR (Khasanah, 2006).

Salah satu contoh spektra FTIR dalam analisis penentuan jenis situs asam yang terdapat pada katalis terdapat pada logam Fe_2O_3 . Spektra inframerah katalis Fe_2O_3 , memiliki puncak serapan yang menunjukkan situs asam Brønsted-Lowry muncul pada bilangan gelombang 1517,98 cm^{-1} . Lewis ditunjukkan oleh puncak serapan pada bilangan gelombang 1627,92 cm^{-1} . Situs asam Brønsted-Lowry lebih dominan dibandingkan situs asam Lewis (Sukmawibowo, 2010).

2. X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X (XRD) adalah teknik analitik yang serbaguna untuk menentukan kristal suatu padatan, seperti keramik, logam, material elektronik, organik, dan polimer. Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Karakterisasi katalis yang sering dilakukan adalah menentukan luas permukaan dan kristalinitasnya. Metode yang sering digunakan sebagai alternatif dalam menentukan ukuran partikel nano adalah metode *Scherrer*. Ukuran kristalin ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Metode ini sebenarnya memprediksi ukuran

kristalin dalam material, bukan ukuran partikel. Jika satu partikel mengandung sejumlah kristalit yang kecil-kecil maka informasi yang diberikan metode Scherrer adalah ukuran kristalin tersebut, bukan ukuran partikel. Untuk partikel berukuran nanometer, biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristalites. Dengan demikian, ukuran kristalinitas yang diprediksi dengan metode Scherrer juga merupakan ukuran partikel (Liherlinah dkk., 2009).

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \dots\dots\dots 2.2$$

dimana: D = diameter rata-rata partikel (nm)

k = konstanta dari instrumen yang digunakan

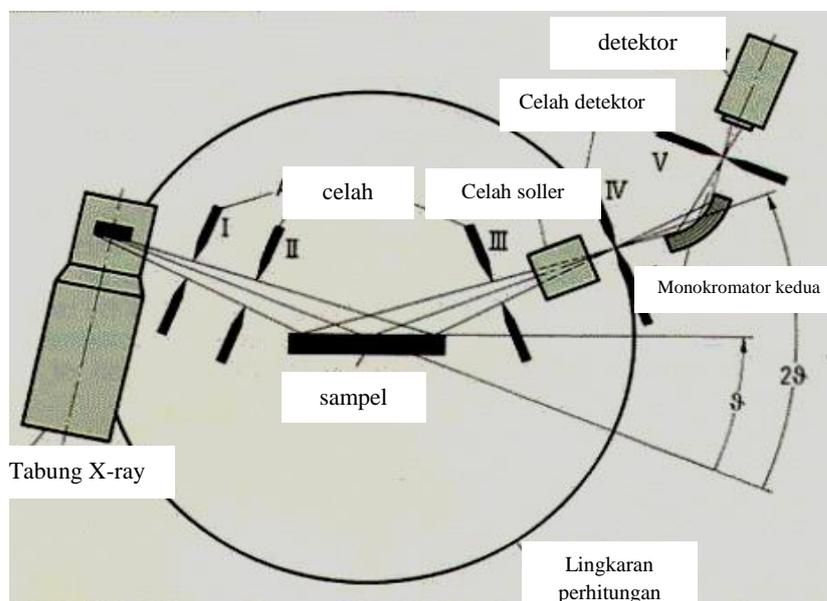
λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm)

β = pelebaran puncak (radian)

θ = sudut Bragg (radian)

Berdasarkan metode Scherrer, makin kecil ukuran kristal, maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi mendekati sebuah garis vertikal. Kristalit yang sangat kecil menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar. Lebar puncak difraksi tersebut memberikan informasi tentang ukuran kristalit. Hubungan antara ukuran kristalites dengan lebar puncak difraksi dapat diaproksimasi dengan persamaan Scherrer, $D \approx K\lambda / B \cos \theta$ dengan D adalah diameter (ukuran kristalit), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, θ adalah sudut Bragg, B adalah FWHM satu puncak yang dipilih, dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk K adalah 0,9 (Liherlinah dkk., 2009).

Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan dan sebagian lagi dihamburkan serta didifraksikan. Skema alat XRD ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Skema alat XRD (Callister *et al.*, 2009).

Metode XRD banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan mengkarakterisasi material yang digunakan sebagai katalis, karena banyak material katalis yang berwujud kristal.

3. Particle Size Analyzer

Penentuan ukuran partikel dan menginformasikan besaran distribusi ukuran partikel pada katalis menggunakan instrumen PSA (*Particle Size Analyzer*).

Penyinaran sinar laser pada analisis ukuran partikel dengan PSA dalam keadaan tersebar. Pengukuran distribusi intensitas difraksi cahaya spasial dan penyebaran cahaya dari partikel. Distribusi ukuran partikel dihitung dari hasil pengukuran.

Difraksi sinar laser analisis ukuran partikel meliputi perangkat laser untuk

menhasilkan sinar laser ultraviolet sebagai sumber cahaya dan melekatkan atau melepaskan *flourescent* untuk mengetahui permukaan *photodiode array* yang menghitung distribusi intensitas cahaya spasial dan penyebaran cahaya selama terjadinya pengukuran (Totoki, 2007). PSA dengan metode LAS bisa dibagi dalam dua metode:

1. Metode basah: metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.
2. Metode kering: metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke sensing zone. Metode ini baik digunakan untuk ukuran kasar, dimana hubungan antarpartikel lemah dan kemungkinan untuk beraglomerasi kecil.

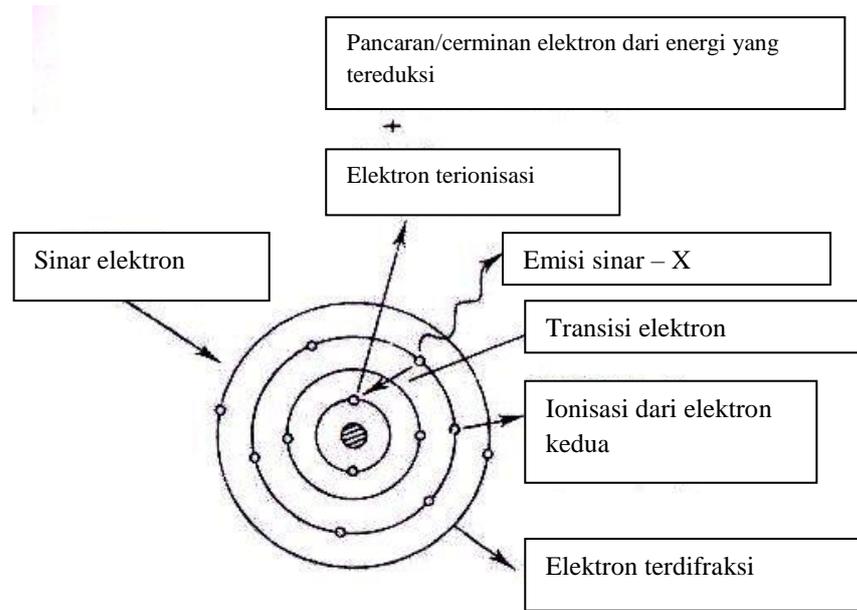
Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA biasanya menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submikron yang biasanya memiliki kecendrungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Rawle, 2010).

4. *Transmission Electron Microscopy* (TEM)

TEM adalah alat untuk mengamati bentuk, struktur serta distribusi pori padatan. Prinsip kerja TEM sama seperti proyektor slide dimana elektron ditransmisikan ke dalam objek pengamatan dan hasilnya diamati melalui layar (Liu *et al.*, 2009). Analisis TEM juga dapat melihat perbesaran dengan resolusi tinggi hingga diatas perbesaran 500000 kali. Analisis ini dapat melihat perbesaran sampai kristal ataupun kolom atom suatu molekul sehingga penglihatan perbesaran dapat dilakukan secara tembus gambar. Karakterisasi TEM dapat meningkatkan penggambaran sehingga jika terjadi penumpukan pada perbesaran sampel tetap dapat dilihat ukuran dan bentuknya (Harahap, 2012).

Biasanya TEM terdiri dari tiga tahap lensing. Tiga tahapan itu adalah lensa kondensor, lensa objektif, dan lensa proyektor. Lensa kondensor bertanggung jawab untuk pembentukan balok primer, sedangkan fokus lensa objektif datang melalui sampel itu sendiri (dalam STEM mode pemindaian, ada juga lensa objektif atas sampel untuk membuat konvergen insiden berkas elektron). Lensa proyektor digunakan untuk memperluas sinar ke layar fosfor atau perangkat pencitraan lain, seperti film. Pembesaran TEM berasal dari rasio jarak antara spesimen dan lensa objektif. Selain itu, lensa Quad dan hexapole digunakan untuk koreksi distorsi balok asimetris, yang dikenal sebagai astigmatisme. Perlu dicatat bahwa konfigurasi TEM optik sangat berbeda dengan kenyataannya.

Ukuran sampel biasanya harus lebih tipis dari $\sim 2000 \text{ \AA}$. Proses yang terjadi saat sampel dibombardir dengan elektron seperti pada Gambar 13.



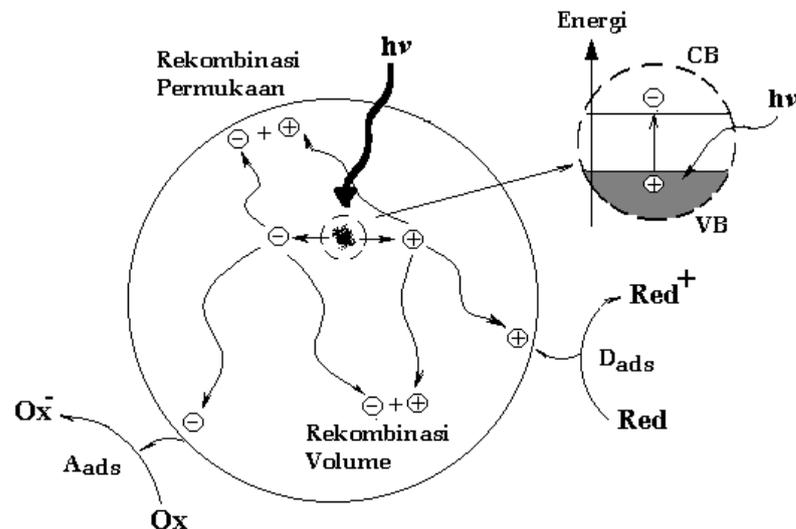
Gambar 13. Proses sampel yang dibombardir dengan elektron.

Komponen utama yang dimiliki oleh TEM adalah:

1. Filamen (elektron gun), berfungsi untuk menghasilkan berkas elektron yang dipercepat ke kolom.
2. Serangkaian kumparan elektromagnetik yang memastikan bahwa sinar elektron simetris dan terfokus saat melewati bawah kolom.
3. Serangkaian lensa elektromagnetik yang bertindak untuk menerangi sampel dan memperbesar sampel pada layar *fluorescent* / kamera.
4. Serangkaian lubang/aperture (skala mikron lubang di film logam) yang dilewati berkas dan yang memberi efek pada sifat berkas elektron.
5. Reaksi Fotokatalitik (Irradiasi Sinar UV)

Secara umum, fenomena fotokatalitik pada permukaan semikonduktor dapat dipahami dengan penjelasan seperti ditunjukkan oleh Gambar 14. Jika suatu

semikonduktor tipe n dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan pindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*, disingkat sebagai h^+) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan atau didalam *bulk* partikel. Sementara itu sebagian pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor. Dimana h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang adadisekitar permukaan semikonduktor.



Gambar 14. Skema fotoeksitasi yang diikuti oleh eksitasi pada permukaan semikonduktor

Fotokatalisis telah sukses digunakan untuk mengoksidasi banyak polutan- polutan organik menunjukkan dapat terdegradasi dan akhirnya dimineralisasi secara lengkap dibawah penyinaran dengan sinar UV pada katalis TiO_2 (Habibi *et al.*,2006).

Jika disinari cahaya, bahan semikonduktor akan mengalami efek fotovoltaik, yaitu penyerapan energi cahaya sehingga membangkitkan elektron untuk tereksitasi ke pita konduksi dan menghasilkan arus listrik. Dari sifatnya tersebut maka bahan semikonduktor ini banyak digunakan sebagai bahan dasar untuk berbagai macam piranti optoelektronik diantaranya fotodiode dan sel surya. Peristiwa hantaran listrik pada semikonduktor adalah akibat adanya dua partikel masing-masing bermuatan positif dan negatif yang bergerak dengan arah yang berlawanan akibat adanya pengaruh medan listrik (Raffaella, 2006).

Kelompok radiasi elektromagnetik terdiri dari 3 jenis yaitu radiasi ultraviolet (UV), cahaya tampak dan infra merah (IR). Spektrum sinar UV adalah elektromagnetik yang terentang pada rentang panjang gelombang 100 nm-400nm yang dibagi atas menjadi sinar ultraviolet A atau UV-A (λ 320-400 nm), sinar UV-B (λ 280-320 nm) dan sinar UV-C (λ 100-280 nm) (WHO, 2009). Sumber radiasi UV buatan manusia pada dasarnya terdiri dari 3 jenis yaitu *incandescent*, seperti lampu halogen tungsten; lampu neon, seperti seperti lampu intensitas tinggi yang digunakan pada industri untuk fotopolimerisasi dan lampu germisidal untuk sterilisasi dan untuk mengelas metal; dan lampu UV seperti *excimer laser*.

6. *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC)

HPLC merupakan salah satu metode kromatografi cair yang menggunakan fasa diam yang ditempatkan dalam suatu kolom tertutup dan juga fasa geraknya berupa pelarut yang dialirkan dengan cepat ke dalam kolom

dengan bantuan pompa/tekanan (Ansori, 2007). Prinsip pemisahan senyawa menggunakan HPLC adalah perbedaan distribusi komponen diantara fasa diam dan fasa geraknya. Semakin lama terdistribusi dalam fasa diam maka semakin lama waktu retensinya.

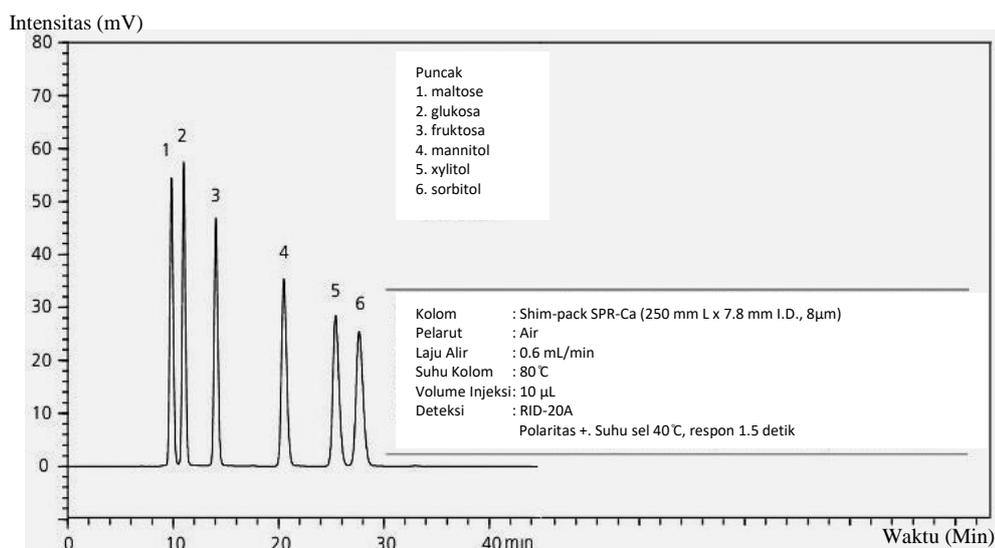
Kegunaan umum HPLC adalah untuk: pemisahan sejumlah senyawa organik, anorganik, maupun senyawa biologis, analisis ketidakmurnian (impurities), analisis senyawa-senyawa tidak mudah menguap (non volatil), penentuan molekul-molekul netral, ionik, maupun switter ion, isolasi dan pemurnian senyawa, pemisahan senyawa-senyawa yang strukturnya hampir sama, pemisahan senyawa-senyawa dalam jumlah sekelumit (trace element) dalam jumlah banyak, dan dalam skala proses industri.

HPLC merupakan metode tidak desktruktif dan dapat digunakan baik dalam analisis kualitatif maupun kuantitatif. Interaksi HPLC pada dasarnya terdiri atas 8 komponen pokok, yaitu: wadah fase gerak, system penghantaran fase gerak, alat untuk memasukkan sampel, kolom, detektor, wadah penampung buangan fase gerak, tabung penghubung, suatu komputer atau integrator atau penekan (Ganjar dan Rohman, 2009).

Dalam kromatografi cair Kinerja tinggi ini fasa gerak yang digunakan berupa cairan, sedangkan fasa diamnya berupa padatan (silika gel) yang ditempatkan pada kolom tertutup (melekat secara kimia dalam kolom tersebut). Maksud dan tujuan analisis dengan kromatografi yaitu didapatnya pemisahan yang baik demikian halnya dalam HPLC diharapkan pemisahannya baik dan dalam waktu proses yang relative singkat. Untuk mencapai Tujuan analisis ini, maka dipilih

pelarut pengembang yang sesuai dengan komponen yang dipisahkan, kolom yang digunakan juga harus diperhatikan, dan detektor yang memadai. Parameter baik atau tidaknya suatu kromatografi didasarkan pada lima faktor, yaitu waktu retensi, faktor kapasitas, efisiensi kolom, resolusi, dan faktor ikutan.

Waktu retensi pada senyawa diukur berdasarkan waktu dimana sampel diinjeksikan sampai satu senyawa keluar di prosesor unit pengolah data yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak yang maksimum dari senyawa itu. Waktu retensi yang dihasilkan oleh tiap senyawa akan berbeda-beda, hal ini ditunjukkan pada Gambar 15. Pada Gambar 15, ditampilkan kromatogram dari beberapa gula alkohol, monosakarida dan disakarida. Untuk gula alkohol seperti gliserol, xylitol, sorbitol dan mannitol, kromatogram akan muncul pada waktu retensi kurang dari 5 menit. Sedangkan untuk monosakarida seperti glukosa dan fruktosa kromatogram akan muncul pada rentang kromatogram dari beberapa gula alkohol monosakarida, dan disakarida seperti pada Gambar 15.



Gambar 15. Kromatogram dari gula alkohol, monosakarida dan disakarida (Novianthy *et al.*, 2015).

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung. Analisis keasaman (FTIR) dan struktur kristal (XRD) dilakukan di Universitas Islam Negeri Jakarta Syarif Hidayatullah, Analisis ukuran partikel katalis (PSA) dilakukan di Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pasca Panen Pertanian Bogor. Analisis morfologi katalis (TEM) dilakukan di Laboratorium Anorganik UGM. Analisis sinar UV dilakukan di laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung. Uji katalitik katalis (HPLC) dilakukan di Politeknik Akademi Kimia Analisis Bogor. Penelitian ini telah dilakukan dari bulan Maret 2017 sampai dengan bulan Mei 2017.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah XRD Type Miniflex 600 Merek Rigaku, TEM merek TEM JEOL JEM 1400, FTIR merek SHIMADZU PRESTIGE 21, PSA merek FRITSCH GmbH, HPLC merek Waters Alliance 2695, pengering beku merek ModulyoD Freeze Dryer, ultrasonikasi merek Bandelin Sonorex Technik,

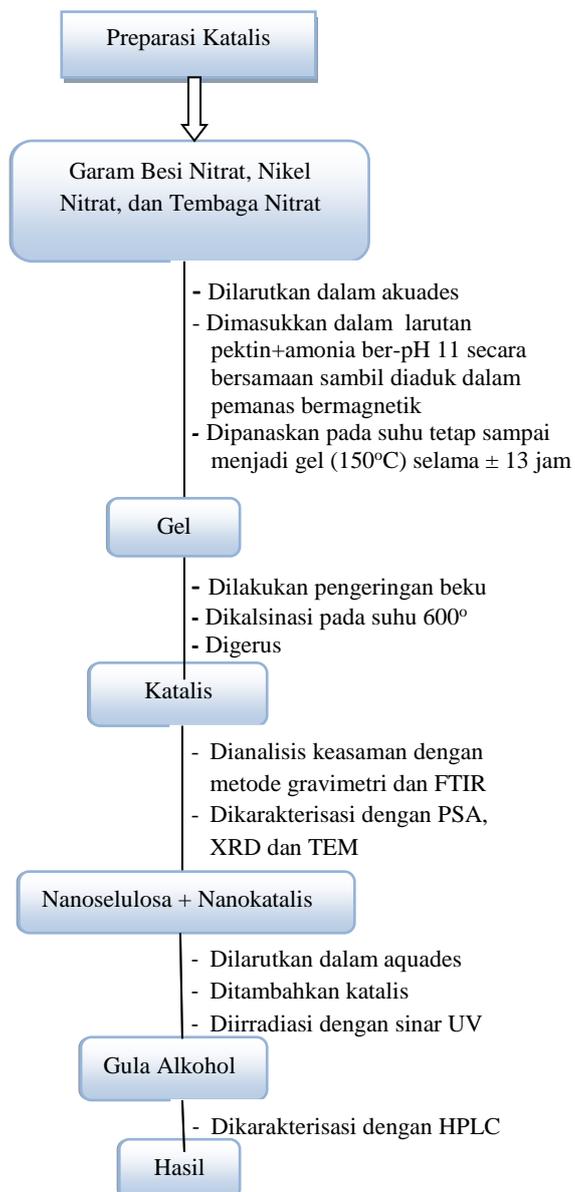
Freezer merek LG, *Magnetic Stirrer* merek Stuart heat-stir CB162, *furnace* merek Nabertherm Lilienthal (Germany), oven, lampu UV merek Solar Glo 125 Watt, desikator, pemutar pemanas bermagnetik, neraca analitik merek Kern ABT 220-4M, oven merek Fischer Scientific (SEA) Pie Ltd, mortar akik, reaktor katalitik, termometer, spatula, botol dan selang infuse dan peralatan gelas laboratorium.

Bahan-bahan yang digunakan adalah $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), pektin, NH_3 (Merck, 99%), piridin, nanoselulosa (Widiarto *et al.*, 2017) (99%), kertas saring, pH indikator merek Suncare dan gas Hidrogen (BOC 99,99%).

C. Prosedur Penelitian

Beberapa tahapan penelitian ini yaitu pembuatan nanokatalis dan karakterisasi nanokatalis, serta uji aktivitas reaksi konversi selulosa dengan fotokatalisis.

Diagram alir dapat dilihat seperti pada Gambar 16.



Gambar 16. Skema penelitian konversi nanoselulosa

1. Preparasi Nanokatalis

Pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ telah dilakukan dengan cara melarutkan 8 gram pektin dalam 400 mL akuades menggunakan pengaduk magnet pada suhu kamar sampai diperoleh larutan yang homogen selama

kurang lebih tiga jam. Kemudian larutan pektin di tambah dengan amonia sebanyak 30-35 mL hingga pH menjadi basa. Kemudian ditambahkan secara bersamaan dan perlahan ke dalam larutan pektin nikel nitrat sebanyak 2,2286 gram dalam 130 mL akuades, tembaga nitrat sebanyak 0,2057 gram dalam 35 mL, akuades, dan larutan fero nitrat sebanyak 6,8775 gram dalam 400 mL akuades sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet sampai diperoleh larutan yang homogen. Volume campuran larutan mencapai 1000 mL.

Selanjutnya campuran logam dan pektin yang telah homogen dipanaskan menggunakan pemanas bermagnetik pada suhu 70-80°C sampai terbentuk gel $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ berwarna coklat pada volume gel 200 mL. Lalu gel $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan pengeringan beku untuk menghilangkan kandungan air yang ada tanpa merusak jaringan yang telah terbentuk dari bahan tersebut selama 24-48 jam. Kemudian hasil serbuk katalis di gerus sampai halus dan selanjutnya di kalsinasi pada suhu 600°C. Suhu awal kalsinasi pada 30 °C kemudian dinaikkan suhunya 2 °C/menit menjadi 120 °C. pada suhu tersebut ditahan selama 2 jam lalu diteruskan pemanasan menjadi 350 °C. Pada suhu tersebut pemanasan kembali ditahan selama 2 jam dan dinaikkan kembali menjadi 600 °C kemudian ditahan lagi selama 2 jam. Sesudah mencapai suhu maksimal pemanasan dihentikan dan didiamkan sampai kembali pada suhu kamar. Proses kalsinasi ini memakan waktu selama 11 jam. Setelah itu bubuk katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang diperoleh di gerus sampai halus dengan mortar akik kemudian ditimbang untuk dilanjutkan ke tahap karakterisasi katalis.

2. Karakterisasi Katalis

a. Analisis Struktur Katalis dengan XRD

Analisis struktur katalis dilakukan menggunakan instrumentasi *X-ray Diffraction* (XRD). Analisa XRD untuk mengetahui struktur kristal menggunakan program Match (Nugroho, 2011). Sejumlah sampel katalis ditempatkan dalam wadah sampel dan dianalisis. Berkas sinar-X yang ditembakkan ke sampel dengan menggunakan radiasi $\text{CuK}\alpha$ (1,5410 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA akan dipantulkan dengan membentuk sudut difraksi (2θ) dalam rentang $10 - 80^\circ$, dengan *step size* 0,02°/menit sebagai dasar pembentuk dari grafik difraktogram.

Fasa kristalin dan regangan kisi dari sampel nikel ferrit yang di kalsinasi pada suhu 600°C dihitung menggunakan rumus *Scherrer*. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Matlab* dengan standar *file data* sebagai acuan yang diterbitkan JCPDF dalam PCPDFwin 1997 dengan mengambil 3 - 4 puncak dengan intensitas tertinggi (Drbohlavova *et al.*, 2009).

b. Analisis Keasaman Katalis

Penentuan sifat keasaman nanokatalis dalam penelitian ini dilakukan dengan metode gravimetri dan FTIR. Metode gravimetri dilakukan dengan cara, wadah kosong ditimbang kemudian diisi dengan 0,10 gram katalis dan dimasukkan ke dalam desikator yang sebelumnya telah divakum selama kurang lebih 1 jam dan dimasukkan piridin sebanyak 5 mL. Selanjutnya,

katalis tersebut dimasukkan ke dalam desikator tersebut dan ditutup rapat kemudian didiamkan selama 24 jam. Setelah itu, wadah yang berisi katalis dikeluarkan dan didiamkan di tempat terbuka selama 2 jam. Kemudian wadah ditimbang kembali dan ditentukan keasamannya.

Adsorpsi kimia molekul basa piridin pada katalis dapat terjadi pada situs-situs asam yang terdapat pada permukaan katalis, baik situs asam Brønsted-Lowry maupun situs asam Lewis. Pertambahan berat bahan katalis merupakan banyaknya basa yang teradsorpsi pada bahan katalis.

Selanjutnya, penentuan situs asam Brønsted-Lowry dan situs asam Lewis dari bahan katalis, dilakukan dengan cara menggunakan analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Spektro FTIR untuk sampel nikel ferrit terdeteksi pada rentang daerah dari 400 cm^{-1} sampai 1000 cm^{-1} . Daerah serapan IR padatan dibawah 1000 cm^{-1} selalu menunjukkan ion dalam bentuk kisi kristal (Brabers *et.al.*, 1969).

c. Analisis Ukuran Partikel menggunakan PSA

Pengukuran partikel Nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan menggunakan metode basah. Pada analisis ukuran partikel dengan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA), partikel di dispersi ke dalam media cair sehingga partikel tidak saling beraglomerasi. Ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle* (Nikmatin *et al.*, 2010). Pengukuran sampel dilakukan beberapa kali, hingga diperoleh dua data yang memiliki selisih kurang dari $0,0120\text{ }\mu\text{m}$. Dari kedua data tersebut kemudian diolah secara bertahap dalam menentukan hasil terbaik (Rawle, 2010).

d. Analisis Ukuran Partikel menggunakan TEM

Penentuan morfologi katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan menggunakan instrumentasi *Transmission Electron Microscop* (TEM). Sampel katalis dipersiapkan sampai ketebalan 20 mikrometer. kemudian sampel ditembakkan dengan ion Argon sampai berlubang dan berkas yang menembus sampel akan dibaca oleh detektor kemudian data diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

Proses *cutting* dengan ultra-mikrotom digunakan untuk mendapatkan ketebalan irisan sebesar 25 nm untuk *single layer buckypaper/epoxy nanocomposite* begitupun untuk 3-layer BP/BMI nanokomposit untuk pemeriksaan TEM. Setelah mendapatkan gambar TEM dengan kualitas tinggi, maka akan memudahkan untuk mencari informasi lebih lanjut pada tingkat molekular dari nanotube/ polimer nanokomposit (Tryner *et al.*, 2015).

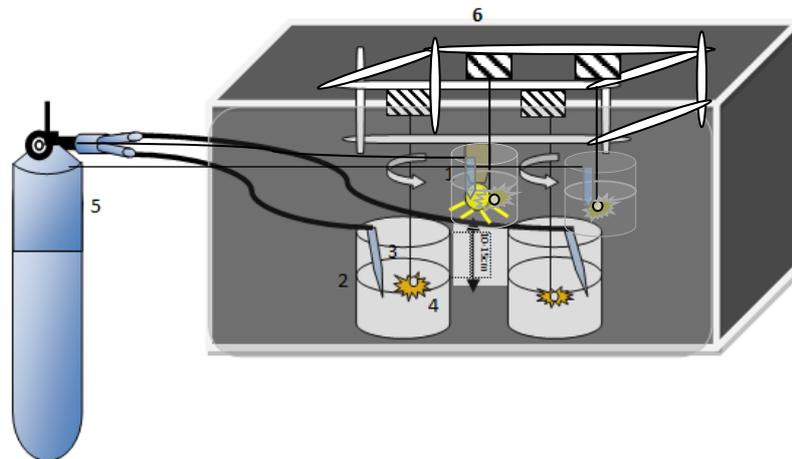
2. Uji Aktivitas Fotokatalitik

a. Konversi Nanoselulosa

Uji aktivitas fotokatalitik pada nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan terhadap konversi polisakarida nanoselulosa menjadi gula alkohol. Sebanyak 0,5 gram nanoselulosa dicampurkan ke dalam 100 mL akuades. Kemudian larutan nanoselulosa di tambahkan dengan nanofotokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebanyak 0,1 gram dan dialirkan gas hidrogen dengan laju 10mL/menit. Setelah itu dipasangkan lampu sinar UV, dimana posisi

lampu sinar UV dengan rentang jarak 10-15 cm ke permukaan reaktor (Manurung *et al.*, 2015). Kekuatan energy lampu UV yang digunakan sebesar 60 W. Variabel waktu proses iradiasi sinar UV pada konversi nanoselulosa di menit ke 30, 60, dan 90, dimana di tiap variabel waktu diambil 10 mL sampel yang telah dianalisis hasil konversinya dengan alat instrument HPLC.

Perlakuan yang sama dilakukan untuk uji blanko yang dimana dua larutan nanoselulosa dilakukan uji katalitiknya. Larutan nanoselulosa pertama dikonversi dengan iradiasi sinar UV tanpa ditambahkan dengan nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$, dan larutan nanoselulosa kedua ditambahkan nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ kemudian dikonversi tanpa menggunakan iradiasi sinar UV. Hal ini dilakukan sebagai pembanding dari hasil uji katalitik nanoselulosa menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dan iradiasi sinar UV. Hasil dari kedua pembanding tersebut dianalisis juga dengan HPLC. Rangkaian alat untuk uji katalitik dengan iradiasi sinar UV ditunjukkan pada Gambar 17 seperti dibawah ini



Gambar 17. Proses konversi nanoselulosa dengan iradiasi sinar UV

Keterangan:

1. Lampu sinar UV
2. Tabung berisi larutan nanoselulosa + nanofotokatalis
3. Pipet dan selang pengantar gas H₂
4. Refraktor (alat pengaduk)
5. Tabung gas H₂
6. Ruang gelap tempat irradiasi sinar UV

b. Analisis Nanoselulosa dengan HPLC

Dari hasil konversi nanoselulosa yang telah dibuat, dilakukan analisis untuk mengetahui kandungan alkohol yang terkandung dalam senyawa tersebut. Pada alat HPLC digunakan kolom SCR 101 P (7,8 x 250 mm) serta detektor indeks refraksi. Kemudian ditentukan laju alirnya 0,6 mL/menit dengan suhu kolom 80°C. Uji aktivitas nanofotokatalis Ni_{0,9}Cu_{0,1}Fe₂O₄ pada nanoselulosa bisa menentukan hasil konversi jika diketahui adanya kandungan gula alkohol seperti sorbitol, manitol, dan xylitol.

Prosedur kerja pada HPLC menggunakan larutan standar untuk mengetahui perbandingan waktu retensi dengan sampel yang dianalisis. Sebanyak 20 μ L larutan standar sorbitol 2 gram/L disuntikan ke dalam kolom. Dibiarkan sampai komponen larutan standar keluar dari kolom dan waktu retensi dicatat. Perlakuan tersebut kembali dilakukan pada larutan standar mannitol dan xylitol 2 gram/L. kemudian sampel nanoselulosa disuntikan ke dalam kolom sebanyak 20 μ L. biakan sampai semua komponen keluar dan terpisah dari kolom. Fase gerak yang digunakan adalah akuades. Waktu retensi berbeda pada masing-masing komponen.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

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

1. Metode Sol-Gel dengan media pektin sebagai pengkheletnya dan kalsinasi dengan suhu 600°C mampu menghasilkan katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ berukuran nanopartikel.
2. Hasil analisis difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan terbentuknya struktur nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan fasa kristalin NiFe_2O_4 (JCPDS 44-1485), NiO (JCPDS 47-1049), dan CuFe_2O_4 (JCPDS 25-0283).
3. Nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ memperlihatkan pita serapan yang menunjukkan jenis situs asam Lewis yang lebih dominan dibandingkan situs asam Brönsted-Lowry dengan jumlah situs asam sebesar 12,30 mmol piridin/g.
4. Hasil analisis TEM (*Transmission Electron Microscope*) menunjukkan bahwa nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ memiliki morfologi permukaan berbentuk kotak yang menunjukkan adanya struktur spinel ferrit .
5. Katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ cukup aktif dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol berupa sorbitol dan mannitol dengan % konversi.terbaik pada waktu

penyinaran 60 menit. Konversi menggunakan metode sinar UV dinilai belum cukup maksimal untuk mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.

B. SARAN

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

1. Dilakukan preparasi sampel dengan ultrasonifikasi sebelum di analisis dengan PSA.
2. Melakukan analisis katalis dengan waktu yang terbatas harus di tempat yang sudah teruji baik dikarenakan karakteristik katalis yang harus segera di analisis setelah di preparasi untuk hasil yang maksimal.
3. Melakukan uji fotokatalitik nanoselulosa menggunakan sinar UV dengan daya lebih dari 125 watt, alat dan tempat uji yang memadai, dan variasi waktu penyinaran sampel lebih banyak agar hasil produk di dapat maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., V. Yudistira, Nirmin dan Khairurrijal. 2008. Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. 2: 33–36.
- Aiguo, Yan, 2008, Solvothermal Synthesis And Characterization Of Size-Controlled Fe₃O₄ Nanoparticle. *Journal Alloys and Compound*. 1-2: 487-491.
- A. Kumar, A. Mukasyan and E. Wolf. 2011. Impregnated Layer Combustion Synthesis Method for Preparation of Multicomponent Catalysts for The Production of Hydrogen from Oxidative Reforming of Methanol. *Applied Catalysis A*. 172: 20-28.
- Akpan, U. G. dan Hameed, B. H. 2010. The Advancements in Sol-Gel Method of Doped-TiO Photocatalysts. *Applied Catalysis A*. 375: 1-11.
- Anna R, Suhandar, Jakaria, dan Suharmadi. 2013. Uji Fungsi Freeze Dryer Radiofarmaka. *Pusat Radioisotop dan Radiofarmaka – BATAN*. 61-66.
- Anshori, J. 2007. HPLC (High Performance Liquid Chromatography). Jurusan Kimia FMIPA. Universitas Padjajaran. 85 – 92.
- Astari, Ekrima. 2013. Sintesis Nanoscale Zero Valent Iron (nZVI) dan Uji Absorpsinya Terhadap Timbal (II) pada Medium Air. *Skripsi*. Fakultas FMIPA. Universitas Negeri Jakarta. 24 – 26.
- Bendersky, L. A. and F. W. Gayle. 2001. Electron Diffraction Using Transmission Electron Microscopy. *National Institute of Standards and Technology*. Gaithersburg. MD 20899-8554.
- Brabers, VAM. 1969. Infrared Spectra of Cubic and Tetragonal Manganese Ferrites. *Physics Statics*. 33: 563–572.
- Brinker, C.J.; Scherer, G.W. 1990. Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol Gel Processing. *San Diego Academic Press Incorporation*. CA. 391 – 392.

- Cahyadi, W. 2006. *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Bumi Aksara. Jakarta. 134.
- Callister, Jr, W.D., Rethwisch, D.G., 2009. Materials Science and Engineering An Introduction 8th. *John Wiley & Sons, Incorporation*. 292 – 294.
- Castro, A.T. 2006. NMR and FTIR Characterization of Petroleum Residues: Structural and Correlation. *Chemistry Society*, New York. 17: 1181-1185.
- Chen, Chi-Liang; Chung-Li Dong. 2015. Characterization of The Electronic Structure of Spinel Superconductor LiTi_2O_4 using Synchrotron X-ray Spectroscopy. Institute of Physics, *National Synchrotron Radiation Research Center*. Taiwan. 4-5.
- Chong, Ruifen, Jun Li, Yi Ma, Bao Zhang, Hongxian Han, Can Li. 2014. Selective Conversion of Aqueous Glucose to Value-Added Sugar Aldose on TiO_2 -Based Photocatalysts. *Journal of Catalysis*. 314: 101–108
- Darmawan, Adi. 2005. *Sintesis Lempung Terpilar Titania*. Jurusan Kimia Anorganik MIPA Undip. Semarang. 6 – 11.
- Deng, W. P., M. Liu, X. S. Tan, Q. H. Zhang, and Y. Wang. 2010. Conversion of Cellobiose into Sorbitol in Neutral Water Medium over Carbon Nanotube-Supported Ruthenium Catalyst. *Journal of Catalysis*. 271: 22 - 32.
- Deraz, N. M., M. M. Selim, and M. Ramadan. 2009. Processing and Properties of Nanocrystalline Ni and NiO Catalysts. *Materials Chemistry and Physics*. 11 : 269 – 275.
- 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.
- Firmansyah, Astuti. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Sifat Mekanik Bahan Nanokomposit Epoxy-Titanium Dioksida*. Fisika FMIPA Universitas Andalas. Padang. 2 (2): 72.
- Frenzer, G and Maier, W. F. 2006. Amorphorous Poursous Mixed Oxides Sol-Gel Ways to a Highly Versatile Class of Materials and Catalysts. *Annual Review of Materials Reseach*. 36: 281-331.
- 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*. 52: 1475-1478.
- Fukuoka, A., H. Kobayashi, Y. Ito, T. Komanoya, Y. Hosaka, P. L. Dhepe, K. Kasai and K. Hara. 2011. Synthesis of Sugar Alcohols by Hydrolytic

- Hydrogenation of Cellulose Over Supported Metal Catalysts. *Green Chemistry*. 13: 326–333.
- Ganjar, I.G., Rohman, Abdu. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta. 72 : 456 – 474.
- Gao N, Liu S, Han Y, Xing Ch, Li A. 2015. Steam Reforming of Biomass Tar for Hydrogen Production Over Ni/Ceramic Foam Catalyst. *International Journal of Hydrogen Energy*. 798: 3 - 90.
- Grams J, RuPpert A, Rzeznicka I, Niewiadomski M, Je drzejczyk M. 2014. Surface Characterization of Lignocellulosic Biomass Submitted To Pyrolysis. *Surface and Interface Analysis*. 46 - 83: 7 - 41.
- Habibi, M.H., Talebian, N., dan Choi, J.H. 2006. Characterization and Photocatalytic Activity of Nanostructured Indium Tin Oxide Thin-Film Electrode for Azodye Degradation. *Thin Solid Films*. 515: 1461 – 1469.
- 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 Kitisan dengan Variasi Asam. *Skripsi*. Fakultas Teknik Kimia, Universitas Indonesia. Jakarta. 28.
- Haryati, M. N. 2006. Ekstraksi dan Karakterisasi Pektin dari Limbah Proses Pengolahan Jeruk Pontianak. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor. Bogor. 4 -12.
- Huo, Zhi-Bao, Jian-Ke Liu, Guo-Dong Yao, dkk. 2015. Efficient Hydrothermal Conversion of Cellulose into Methane Over Porous Ni catalyst. *Applied Catalys A*. 490 : 36-41.
- Iftimie, N., E. Rezlescu, P. D. Popa, and N. Rezlescu. 2006. Gas Sensitivity of Nanocrystalline Nickel Ferrite. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*. 8(3): 1016 – 1018.
- Isdin, O. 2010. Nanoscience in nature: Cellulose Nanocrystals. *Study Undergraduate Research at Guelph*. 3.
- Israel, E Wachs. 1995. Infrared Spectroscopy of Supported Metal Oxide Catalysts. *Physicochemical and Engineering Aspects*. 105: 143-149.
- Ji, N., T. Zhang, M. Zheng, A. Wang, H. Wang, X. Wang and J. G. Chen. 2008. Direct Catalytic Conversion of Cellulose into Ethylene Glycol Using Nickel-Promoted Tungsten Carbide Catalysts. *Angewandte Chemie*. 47: 8510–8513.

- Joung, W. H. and H. Lee. 2012. Direct Conversion of Cellulose into Sorbitol using Dual-functionalized Catalyst in Neutral Aqueous Solution. *Catalysis Communications*. 19: 115 - 118.
- Junaidi, ppiq. 2012. Uji Aktivitas Dan Selektivitas Katalis Ni/H₅Nza Dalam Proses Hidrorengkah Metil Ester Minyak Kelapa Sawit (Mepo) Menjadi Senyawa Hidrokarbon Fraksi Pendek. *Skripsi*. Universitas Jember. 52 – 54.
- Kasapoglu, N., A. Baykal, M. S. Toprak, Y. Koseoglu, and H. Bayrakdar. 2007. Synthesis and Characterization of NiFe₂O₄ Nano-Octahedrons by EDTA-Assisted Hydrothermal Method. *Turkish Journal of Chemistry*. 31: 659 – 666.
- Kurniawan.2014. Studi Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi Terhadap Kekerasan Bentuk Morfologi, dan Analisis Porositas Nanokomposi CaO/SiO₂ Untuk Aplikasi Bahan Biomaterial. *Jurnal Pendidikan Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*. Universitas Negeri Surabaya. 4(2): 23-26
- Labconco. 1996. *Manual Book of Freeze Dry*. USA: 1.
- Lee, J and T. W. Jeffries. 2011. Efficiencies of Acid Catalysts in The Hydrolysis of Lignocellulosic Biomass Over a Range of Combined Severity Factors. *Bioresource Technology*. 102: 5884–5890.
- Le Page. 1987. Applied Heterogeneous Catalyst. *Editions Technique*. Paris. 37 – 43.
- Liherlinah, M.A., dan Khairurrijal, 2009, Sintesis Nanokatalis CuO/ZnO/Al₂O₃ untuk Mengubah Metanol Menjadi Hidrogen untuk Bahan Bakar Kendaraan Fuel Cell, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi (online)*. 15: 90-95
- Liu, Q., Q. Zhang, J. E. Mark and I. Noda. 2009. A Novel Biodegradable Nanocomposite Based On Poly (3-Hydroxybutyrate-co-3 Hydroxyhexanoate) and Silylated Kaolinite/Silica Core–Shell Nanoparticles. *Elsevier. Applied Clay Science*. 46: 51 – 56.
- Maensiri, S., C. Masingboon, B. Bonochoom and S. Seraphin. 2007. A Simple Route to Synthesize Nickel Ferrite (NiFe₂O₄) Nanoparticles Using Egg White. *Journal Scripta Materialia*. 56: 797–800.
- Manurung, P., R. Situmeang, E. Ginting and I. Pardede. 2015. Synthesis and Characterization of Titania-Rice Husk Silica Composites as Photocatalyst. *Indonesia Jurnal Chemistry*. 15(1): 38-40.
- Manurung, R., Hasibuan, Rosdanelli., Irvan. 2004. *Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob–Aerob*. e-USU Repository Universitas Sumatera. <http://library.usu.ac.id/download/ft/tkimia-renita2.pdf>. 2 – 4.

- Mohamad Azuwa Mohamed, W.N.W. Salleh, Juhana Jaafar, A.F. Ismail, Muhazri Abd Mutalib, N.A.A. Sani, S.E.A.M. Asri, C.S. Ong. 2015. Physicochemical Characteristic of Regenerated Cellulose/N-Doped TiO Nano composite Membrane Fabricated From Recycled Newspaper with Photocatalytic Activity under UV and Visible Light Irradiation. *Chemical Engineering Journal*. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2015.08.128>
- Nabok, A. 2011. Organic and Inorganic Nanostructures. *Nanotechnology Series*. Artech House. 9 – 10.
- Navarro. 2009. Effect Of Surfactants and Zeolites on Simultaneous Saccharification and Fermentation of Steamexploded Poplar Biomass to Ethanol. *Biochemistry Biotechnology*.70: 369-381.
- Nikmatin S. 2010. Pengaruh Fermentasi Kapang Terhadap Rendemen Selulosa Kulit Rotan. *Jurnal Biofisika*. 4(2): 41- 49.
- Noviyanthi, Eva Dewi. 2015. Preparasi dan Karakterisasi Nanokatalis $\text{Ni}_{0.7}\text{Cu}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk Uji Katalitik Pada Konversi Selulosa Menjadi Gula Alkohol. *Skripsi*. Fakultas MIPA. Universitas Lampung. 34.
- Nugroho, A.E., 2011, *Manggis (Garcinia mangostana L.) : Dari Kulit Buah yang Terbuang Hingga Menjadi Kandidat Suatu Obat*, Laboratorium Farmakologi dan Toksikologi, Bagian Farmakologi dan Farmasi Klinik, Fakultas Farmasi, Universitas Gadjah Mada. 1 – 9.
- Nuritasari, Afriani Laela. 2013. Pengaruh Katalis Zeolit Alam Teraktivasi dan TCA-Zeolit Alam dalam Reaksi Hidrasi α -Pinena Menjadi α -Terpineol. *Skripsi*. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang. Semarang. 9 – 10.
- Palupi, E., 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metoda Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO. *Skripsi*. Jurusan Fisika IPB. Bogor .45.
- Pandiangan, D.K., Irwan, G.D., Mita, R., Sony, W., Dian, A., Syukri, A., dan Novesar, J., 2008. Karakteristik Keasaman Katalis Berbasis Silika Sekam Padi yang Diperoleh dengan Teknik Sol-Gel. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi-II*.
- Paveena, L., A. Vittaya, S. Supapan and M. Santi. 2010. Characterization and Magnetic Propertis of Nanocrystalline CuFe_2O_4 , NiFe Powders Prepared by Aloe Vera Extract Solution, *Current Applied Physics*.11: 101-108.
- 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.

- Perdana, Febie Angelia. 2016. *Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe₃O₄ Dengan template PEG- 1000*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya. 1 – 4.
- Poinern, G.E.J., Gosh, M.K., Ng, Issa, T.B., Anand, S., Singh, P. 2011. Defluoridation Behavior of Nanostructured Hydroxyapatite Synthesized Through an Ultrasonic and Microwave Combined Technique. *Journal of Hazardous Material*. 185: 29-37.
- Prangdimurti E, NS Palupi, FR Zakaria . 2007. *Metode Evaluasi Nilai Biologis Karbohidrat dan Lemak*. Departemen Ilmu & Teknologi Pangan-Fateta-IPB. Bogor. 3 – 6.
- Pushpamalar, V., Langford, S.J., Ahmad, M. and Lim, Y.Y. 2006. Optimization of Reaction Conditions for Preparing Carboxymethyl Cellulose From Sago Waste. *Carbohydrate Polymers*. 64: 312-318.
- Ravindra, Sen, dkk. 2015. Synthesis and Characterization of Nickel Ferrite (NiFe₂O₄) Nanoparticles Prepared by Sol- Gel Method. *Elsevier. Materials Today, Proceedings*. 2: 3750 – 3757.
- Rawle, A. 2012. A Basic Guide to Particle Characterization. *Malvern Instrument Limited*. Malaysia. 1 – 8.
- Rodian, M., Satari, M.H., dan Rolleta, E.. 2011. Efek Mengunyah Permen Karet yang Mengandung Sukrosa, Xylitol, Probiotik Terhadap umen, Kecepatan Aliran, Viskositas, pH dan Jumlah Koloni *Streptococcus mutans* Saliva. *Dentika Dental Journal*. 16(1): 44-48.
- Rodiansono, W.T. 2007. Pembuatan, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Katalis NiMo/Z dan NiMo/Z-Nb₂O₅ pada Reaksi Hidrorengkah Fraksi Sampah Plastik menjadi Fraksi Bensin. *Jurnal Berkala Ilmiah*. 17(2): 43-54.
- Rosa, M. F., Medeiros, E. S., Malmonge, J. A., Wood, D. F., Orts, W. J., Imam, S.H. 2009. Cellulose Nanocrystals from Coconut Fiber: Preparation and Characterization. *International Conference on Advanced Materials* (p. 1). Rio de Jenerio: ICAM.
- Ryczkowski, J. 2001. IR spectroscopy in catalysis. *Catalysis Today*. 68: 263–381.
- S. Saka and K. Ehara. 2005. Decomposition Behavior of Cellulose in Supercritical Water, Subcritical Water, and their Combined Treatments. *Journal of Wood Science*. 51: 148-153.
- Sadeghifar, H., FilPponen, I., Clarke, S. P., Brougham, D. F., Argyopoulos, D. S. (2011). Production of Cellulose Nanocrystals using Hydrobromic Acid and Click Reactions on Their Surface. *Journal of Materials Science*. 46(22): 7344–7355.

- Schwartz, M.M. 1984. *Composite Material Handbook*, Mc Graw Hill. Singapore. 76.
- Settle, Frank A. 1997. *Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry. Prentice Applied, Incorporation*. New Jersey. 213.
- 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 Co₃O₄ Nanoparticles by the Nitric Oxide Controlled Thermal Decomposition of Nitrates. *Angewandte Chemie*. 46: 4547 – 4549.
- Srivastava, P and Malviya, R., 2011, Sources of Pectin, Extraction and Its Applications in Pharmaceutical Industry-An Overview, *Indian Journal of Natural Products and Resources*. 2(1): 10-18.
- Subagyo, P., dan Achmad Z. 2010. *Pemungutan Pektin dari Kulit dan Ampas Apel Secara Ekstraksi*. Yogyakarta : Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Yogyakarta. 47 – 50.
- Sufy, Qadrina. 2015. Pengaruh Variasi Perlakuan Bahan Baku dan Konsentrasi Asam Terhadap Ekstraksi dan Karakteristik Pektin dari Limbah Kulit Pisang Kepok Kuning (Musa balbisiana BBB). *Skripsi*. UIN Syarif Hidayatullah. Jakarta. 7 – 21.
- Sukmawibowo. 2010. Preparasi Dan Karakterisasi Katalis FeO₃ untuk Reaksi Hidrogenasi Katalitik CO₂. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Bandar Lampung. 40 – 45.
- Susanti, Tri. 2015. Komposit Poliester Timbal Sebagai Material Proteksi Radiasi untuk Pengganti Kaca Timbal. *Skripsi*. Universitas Negeri Semarang. 26.
- Syah, Andi Nur Alam. 2006. *Biodiesel Jarak Pagar Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan*. PT AgroMedia Pustaka. Depok. Indonesia. 59.
- Tanabe, K. J.R. Anderson and M. Boudart 1981. Solid acid and base catalyst in catalysis science and technology. *Springer- Link*. Berlin.2 : 231– 273.
- Totoki, S., Y. Wada, N. Moriya, and H. Shimaoka. 2007. DEP Active Grating Method: A New Approach for Size Analysis of Nano-sized Particles. *Shimadzu Review*. 62: 173-179.
- Toukoniitty, B., Kuusisto, J., Mikkola, J.-P., Salmi, T., & Murzin, D. Y. 2005. Effect of Ultrasound on Catalytic Hydrogenation of D-Fructose to D-Mannitol. *American Chemical Society*. 44: 9370 – 9375.

- Valentine, Bernadet. 2012. Sintesis Nanotube Karbon Melalui Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana dengan Menggunakan Katalis Fe/Mo/MgO. *Skripsi*. Universitas Indonesia. Depok. 24 – 29.
- 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*. 214: 1–5.
- Wang, S., Y. Du, W. Zhang, X. Cheng and J. Wang. 2014. Catalytic Conversion into 5-Hydroxymethylfurfural over Chromium Trichloride in Ionic Liquid. *Korean Journal of Chemical Engineering*. Springer US. 0256–1115. 31 (10) : 1786 –1791.
- Widiyarti, Galuh dan Wuryaningsih Sri Rahayu. 2007. Pengaruh Metode Preparasi Dan Kandungan Logam Aktif Terhadap Aktivitas Katalis Ni/Kieselguhr. *Pusat Penelitian Kimia (P2K)-LIPI*. 11(2): 1-5.
- Widodo, S. 2010. Teknologi Sol-Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*. Semarang. Jurusan Teknik Kimia. Universitas Diponegoro. 1-8.
- Yomarina, harahap. 2008. Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Kitosan Dengan Variasi Asam. *Skripsi*. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Depok. 25 – 26.
- Zang, Y., Xue, G., Zhang, X., Zhao, Y. (2012). Enzymatic Preparation of Nanocrystalline Cellulose from Bamboo Fibers. *Advanced Materials Research*. 441: 754-758.
- Zhang, G., Ni, C., Huang, X., Welgamage, A., Lawton, L. A., Robertson, P. K. J., & Irvine, J. T. S. 2016. Simultaneous Cellulose Conversion And Hydrogen Production Assisted By Cellulose Decomposition Under UV-Light Photocatalysis. *Chemical Communications*. 52: 1673-1676.
- Zhao, L., Zhou, J.H., Sui, Z.J., Zhou, X.G. 2009. Hydrogenolysis of Sorbitol to Glycols Over Carbon Nanofiber Supported Ruthenium Catalyst. *Chemical Engineering Journal Science*. 65: 30–35.